

**TEKSTİL TERBİYE İŞLEMLERİNDE ULTRASON  
KULLANIMI**

**Burcu ERİŞMİŞ**



T.C.  
ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

## TEKSTİL TERBİYE İŞLEMLERİNDE ULTRASON KULLANIMI

**Burcu ERİŞMİŞ**

Doç. Dr. Hüseyin Aksel EREN  
(Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ  
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

BURSA-2012  
**Her Hakkı Saklıdır**

## Bilimsel Etik Bildirim Sayfası

**U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;**

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

**beyan ederim.**

.././....

**Burcu Erişmiş**

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### TEKSTİL TERBİYE İŞLEMLERİNDE ULTRASON KULLANIMI

**Burcu ERİŞMİŞ**

Uludağ Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

**Danışman:** Doç. Dr. Hüseyin Aksel EREN

Bu çalışmada yeni ve gelişmekte olan teknolojilerden ultrason kullanımının ozon ve enzim kullanımı ile kombine edilmesi ve bunların tekstil terbiye uygulamalarında kullanımları araştırılmıştır.

Ultrason insanın duyma limitinin üzerinde ses dalgalarının bilimidir. Tekstil terbiyesinde kullanımı yönünde çalışmalar yenidir ve hala uygulamaya yansımış değildir. Literatürde anlatılan deneysel çalışmalarda tekstil terbiye işlemlerinde ultrason kullanımının birçok avantaj sağladığı rapor edilmiştir. Tekstil terbiyesinde enzimatik işlemler ılımlı şartlarda muamele ve doğal yapıları ile düşük çevresel etkilerinin yanında substrat spesifikliği ile mamüle zarar vermeme gibi avantajları barındırdıklarından mümkün olan alanlarda tercih edilmektedir. Tekstil terbiyesinde enzimlerin ticari kullanımının henüz yerleşemediği alan enzimatik ağartmadır. Ozon ise yüksek oksidasyon potansiyeline sahip bir gaz olup son yıllarda ozonun terbiyede kullanımı üzerine giderek artan çalışmalar yapılmaktadır. Tekstil terbiyesinde ozon kullanımının avantajları; enerji tasarrufu, kimyasal madde tasarrufu ve atık yükünde azalmadır.

Yapılan çalışma kapsamında üç iş paketi belirlenmiştir. Bu iş paketlerinin ilkinde ozon ve ultrasonun kombine kullanımının atık boyama banyolarının renk ve KOİ giderimi üzerine etkisi belirlenmiştir. İkinci iş paketinde enzimatik hidrofilleştirmede pektinaz ve enzimatik ağartma işlemlerinde lakkaz ve glikozoksidaz enzimleri kullanılarak ultrasonun desteğinin etkisi araştırılmıştır. Üçüncü iş paketinde pamuk ve yün kumaşların ağartılmasında ultrason ve ozon kombinasyonunun etkisi belirlenmiştir.

Ultrason desteğinin tüm iş paketlerinde işlem etkinliğini artırdığı tespit edilmiş olup detaylar tez çalışmasının içeriğinde verilmiştir.

Tez çalışması 110M300 no'lu TÜBİTAK 1001 projesi kapsamında gerçekleştirilmiştir. Proje Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümünde yürütülmüştür.

**Anahtar Kelimeler:** Ultrason, Ozon, Enzim, Tekstil terbiyesi.

**2012, xii + 140 sayfa.**

## **ABSTRACT**

MSc Thesis

### **USE OF ULTRASOUND IN TEXTILE FINISHING**

**Burcu ERİŞMİŞ**

Uludağ University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Textile Engineering

**Supervisor:** Assoc. Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN

In this project, the combination of ultrasound with ozone and enzymes, which are new and emerging technologies, and the use of ozone and ultrasound in textile wet processing was evaluated.

Ultrasonic is the science of sound waves above the limits of human audibility. The ultrasound in textile industry is a new method. In experimental studies mentioned in the literature use of ultrasound in textile treatment was reported to provide several advantages. Enzymes are used in mild conditions in textile finishing resulting in less environmental impact and less fiber damage. Enzymatic bleaching is a topic which is a scientific concern that could not find commercial use yet. Ozone is an oxidative gas with a high oxidation potential. There are several studies for the utilisation of ozone in textile finishing. The advantages of ozone utilisation in textile finishing are; energy savings, chemical savings and environmentally friendly production.

In the first section of this project, the effect of the combined use of ultrasound and ozone on decolorization and COD reduction of waste dyeing bath was determined. In the second section of this project, the usage of pectinase, laccase and glucoseoxidase enzymes and the effects of ultrasonic support on these enzymatic treatments in textile finishing were tested. Finally, in the third section of the project, in bleaching of cotton and wool fabrics, the effect of combined use of ultrasound was examined.

Ultrasound assist increased the effectiveness of the treatments in all three sections of the Project, detailed results are given within this project report.

**Key words:** Ultrasound, Ozone, Enzyme, Textile Finishing

**2012, xii + 140 pages.**

## TEŐEKKÜR

Tekstil Terbiye İőlemlerinde Ultrason Kullanımı konulu bu tez alıőması 110M300 no'lu TUBITAK 1001 projesi kapsamında gerekleőtirilmiőtir.

Tez alıőmamda bana yol gosteren, ilgisini ve desteęini esirgemeyen deęerli hocam Do. Dr. Huseyin Aksel Eren' e sonsuz Őukran ve teőekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans alıőmalarım süresince maddi manevi her konuda yanımda olan ve hiç bir zaman benden desteklerini esirgemeyen aileme sonsuz teőekkürlerimi sunarım.

alıőmalarımda benden yardımlarını esirgemeyen Emre Őenoęlu' na da sonsuz teőekkür ederim.

Burcu Eriőmiő

.../ .../ ...

## İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
TEŞEKKÜR .....	iii
SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	x
1. GİRİŞ .....	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ .....	3
2.1. Ultrason Teknolojisi .....	3
2.1.1. Ultrason hakkında genel bilgiler .....	3
2.1.2. Ultrason dalgalarının elde edilmesi .....	3
2.1.2.1. Piezoelektrik transdüserler .....	4
2.1.2.2. Magnetostriktif transdüserler .....	5
2.1.3. Ultrasonik kavitasyon .....	6
2.1.3.1. Kavitasyonu etkileyen faktörler .....	8
2.1.4. Ultrasonik enerji ile çalışan cihazlar .....	10
2.1.4.1. Ultrasonik temizleme banyosu .....	10
2.1.4.2. Ultrasonik prob .....	12
2.2. Ultrason Teknolojisinin Kullanım Alanları .....	14
2.3. Ultrason Teknolojisinin Tekstil Terbiyesinde Kullanımı .....	16
2.3.1. Tekstilde yardımcı işlemlerde ultrason teknolojisinin kullanılması .....	18
2.3.2. Haşıl sökme, pişirme ve ağartma işlemlerinde ultrason teknolojisinin kullanımı .....	18
2.3.3. Yıkama ve durulama işlemlerinde ultrason teknolojisinin kullanımı .....	19
2.3.4. Boyama işlemlerinde ultrason teknolojisinin kullanımı .....	21
2.4. Ultrasonun Enzimatik İşlemlerle Kombine Edilerek Terbiye İşlemlerinde Kullanımı .....	26
2.4.1. Tekstil terbiye işlemlerinde kullanılan enzimler .....	26
2.4.2. Tekstil terbiye işlemlerinde ultrasonun enzimatik işlemlerle kombine edilerek kullanımı .....	28
2.5. Ultrasonun Ozonlama İşlemi ile Kombine Edilerek Terbiye İşlemlerinde Kullanımı .....	31
2.5.1. Ozonun özellikleri .....	31
2.5.2. Ozonun doğada oluşumu .....	32
2.5.3. Ozonun kullanım alanları .....	33
2.5.3.1. Ozonun tekstilde kullanımı .....	33
2.5.3.1.1. Ağartmada ozon kullanımı .....	33
2.5.3.1.2. Tekstil boyama atıksularının renk gideriminde ozon kullanımı .....	35
2.5.3.2. Ultrason ile ozonun kombine kullanımı .....	36
3. MATERYAL ve YÖNTEM .....	38
3.1. Birinci İş Paketi İçin Materyal ve Yöntem .....	38
3.1.1. Birinci iş paketi için materyal .....	38
3.1.2. Birinci iş paketi için yöntem .....	39
3.2. İkinci İş Paketi İçin Materyal ve Yöntem .....	42
3.2.1. Enzimatik hidrofilleştirme denemeleri için materyal ve yöntem .....	42
3.2.1.1. Enzimatik hidrofilleştirme denemeleri için materyal .....	42

3.2.1.2. Enzimatik hidrofilleştirme denemeleri için yöntem.....	43
3.2.2. Enzimatik ağartma denemeleri için materyal ve yöntem.....	45
3.2.2.1. Enzimatik ağartma denemeleri için materyal.....	45
3.2.2.2. Enzimatik ağartma denemeleri için yöntem.....	46
3.3. Üçüncü İş Paketi İçin Materyal ve Yöntem.....	50
3.3.1. Pamuk kumaşla yapılan ozonlama için materyal ve yöntem.....	50
3.3.1.1. Pamuk kumaşla yapılan ozonlama için materyal.....	50
3.3.1.2. Pamuk kumaşla yapılan ozonlama için yöntem.....	50
3.3.2. Yün kumaşla yapılan ozonlama için materyal ve yöntem.....	52
3.3.2.1. Yün kumaşla yapılan ozonlama için materyal.....	52
3.3.2.2. Yün kumaşla yapılan ozonlama için yöntem.....	52
4. BULGULAR.....	54
4.1. Birinci İş Paketi – Renk Giderimi Sonuçları.....	54
4.1.1. Reaktif boya çözültisi renk giderimi sonuçları.....	54
4.1.1.1. Azo kromoforlu reaktif boya çözültisi renk giderimi sonuçları.....	54
4.1.1.2. Antrakinin kromoforlu reaktif boya çözültisi renk giderimi sonuçları.....	56
4.1.2. Dispers boya çözültisi renk giderimi sonuçları.....	59
4.1.2.1. Azo kromoforlu dispers boya çözültisi renk giderimi sonuçları.....	59
4.1.2.2. Antrakinin kromoforlu dispers boya çözültisi renk giderimi sonuçları.....	62
4.1.3. Ozonlama + UB kullanımında kısa sürelerde rengin koyu çıkması.....	64
4.1.4. Ozonlama sonucu KOİ giderimi sonuçları.....	65
4.2. İkinci İş Paketi – Enzimatik Muameleler Denemeleri Sonuçları.....	67
4.2.1. Pektinaz ile hidrofilleştirme sonuçları.....	67
4.2.1.1. Pektinaz ile hidrofilleştirme ön denemeleri.....	67
4.2.1.2. Pektinaz ile hidrofilleştirme asıl denemeler.....	71
4.2.2. Lakkaz ile ağartma sonuçları.....	75
4.2.2.1. Lakkaz ile ağartma ön denemeleri.....	75
4.2.2.2. Lakkaz ile ağartma asıl denemeler.....	77
4.2.3. Glikoz Oksidaz ile ağartma sonuçları.....	81
4.2.3.1. Glikoz Oksidaz (GOx) ile ön denemeler.....	81
4.2.3.2. Glikoz Oksidaz (GOx) ile asıl denemeler.....	83
4.3. Üçüncü İş Paketi – Ağartma Denemeleri Sonuçları.....	86
4.3.1. Pamuğun ozon ve ultrasonla ağartılması sonuçları.....	86
4.3.2. Yünün ozon ve ultrasonla ağartılması sonuçları.....	90
5. TARTIŞMA ve SONUÇ.....	92
5.1. Tartışma.....	92
5.1.1. Ozonlama ile boyama atık sularında renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi.....	92
5.1.1.1. Reaktif boya çözültisi renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi.....	92
5.1.1.2. Dispers boya çözültisi renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi.....	92
5.1.1.3. Ozonlama sonucu KOİ giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi.....	100
5.1.2. Enzimatik muamele denemelerinin sonuçlarının değerlendirilmesi.....	101
5.1.2.1. Pektinaz ile hidrofilleştirme sonuçlarının değerlendirilmesi.....	101
5.1.2.2. Lakkaz ile ağartma sonuçlarının değerlendirilmesi.....	108
5.1.2.3. Glikoz oksidaz ile ağartma sonuçlarının değerlendirilmesi.....	115
5.1.3. Ağartma denemelerinin sonuçlarının değerlendirilmesi.....	120
5.1.3.1. Pamuğun ozon ve ultrasonla ağartılması sonuçlarının değerlendirilmesi.....	120
5.1.3.1. Yünün ozon ve ultrasonla ağartılması sonuçlarının değerlendirilmesi.....	129



5.2. Sonuç .....	131
KAYNAKLAR .....	134
ÖZGEÇMİŞ .....	140

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<b>Simgeler</b>	<b>Açıklama</b>
O <sub>3</sub>	Ozon
°C	Santigrad (Sıcaklık birimi)
<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklama</b>
GOx	Glikoz oksidaz
UH	Ultrasonik Homojenizatör
UB	Ultrasonik Banyo
KOİ	Kimyasal Oksijen İhtiyacı
SEM	Scanning Electron Microscobe
FT-IR	Fourier-Transform İnfrared
ATR	Attenuated Total-Reflectance
Konst	Konsantrasyon

## ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Ses dalgalarının yaklaşık frekansları ve genel uygulama alanları.....	3
Şekil 2.2. Transdüser vasıtasıyla ses dalgalarının oluşumu.....	4
Şekil 2.3. Piezoelektrik ultrasonik transdüser şematik yapısı.....	5
Şekil 2.4. Örnek bir magnetostriktif transdüser.....	6
Şekil 2.5. Kavitasyon olayının etkisi.....	7
Şekil 2.6. Kavitasyon baloncuğunun oluşumu ve katı yüzey yakınında kavitasyon mikrojetleri.....	7
Şekil 2.7. Ultrasonik temizleme banyosu şematik gösterimi.....	11
Şekil 2.8. Ultrasonik probun şematik gösterimi.....	13
Şekil 2.9. İpliğin sıvıyla etkileşimini gösteren üst kesit görünümü.....	16
Şekil 2.10. Tekstil malzemesinin genel yapısı ve iplikler arası (İnter - Yarn) ve iplik içi (İntra - Yarn) gözenekleri.....	17
Şekil 2.11. Tekstil malzemesinde kütle transfer mekanizması.....	17
Şekil 2.12. Ultrasonik işlem sırasında ultrasonik başlık üzerindeki boyarmaddelerde kavitasyon ile sağlanan yönelmeler.....	20
Şekil 2.13. Dispers boyaların yapısı a) DB 56 b) DR 60.....	21
Şekil 2.14. a)DB56' nın ultrason varlığında ve yokluğunda boya alımı b)DR60' ın ultrason varlığında ve yokluğunda boya alımı.....	22
Şekil 2.15. Ozon molekülünün rezonans yapısı.....	31
Şekil 2.16. Ozonun oluşum şeması.....	32
Şekil 3.1. Ozonlama deneyleri için deneysel kurulum.....	40
Şekil 3.2. Enzimatik ağartma deney planı.....	47
Şekil 3.3. Ultrasonsuz ve ultrasonlu ozonlama düzeneği.....	51
Şekil 5.1. C.I.Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi.....	93
Şekil 5.2. C.I.Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi boyarmadde +yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi.....	94
Şekil 5.3. C.I.Reactive Blue 19 antrakinon kromoforlu reaktif boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi yüzdesi.....	95
Şekil 5.4. C.I.Reactive Blue 19 antrakinon kromoforlu reaktif boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi.....	96
Şekil 5.5. C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi.....	97
Şekil 5.6. C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde +yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergator, 1 ml/l asetik asit) içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi.....	98
Şekil 5.7. C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi.....	99
Şekil 5.8. C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde+yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergator, 1 ml/l asetik asit) içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi.....	99
Şekil 5.9. Farklı enzimatik hidrofilleştirme işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait FTIR sonuçları.....	106

<b>Şekil 5.10.</b> Farklı enzimatik hidrofilleştirme işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları .....	107
<b>Şekil 5.11.</b> Lakkaz ile farklı tip enzimatik işlemler sonucu pamuk kumaşın beyazlık derecesi .....	110
<b>Şekil 5.12.</b> Lakkaz ile farklı ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait FTIR sonuçları .....	112
<b>Şekil 5.13.</b> Lakkaz ile farklı enzimatik ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları .....	114
<b>Şekil 5.14.</b> Glikoz oksidaz enzimi ile enzimatik ağartma ve klasik peroksit ağartması yapılan pamuk kumaşların beyazlık derecesi .....	116
<b>Şekil 5.15.</b> Glikoz oksidaz ile farklı ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait FTIR sonuçları .....	118
<b>Şekil 5.16.</b> Glikoz oksidaz ile farklı enzimatik ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları.....	119
<b>Şekil 5.17.</b> Ozonlama ve peroksit ağartması yapılan pamuk kumaşların beyazlık derecesi (Stensby) .....	120
<b>Şekil 5.18.</b> Ozonlama ve peroksit ağartması yapılan pamuk kumaşların sarılık derecesi.....	121
<b>Şekil 5.19.</b> Ozonlama + UB işleminin pamuk kumaşın beyazlık derecesi üzerine etkisi .....	122
<b>Şekil 5.20.</b> Ozonlama + UB işleminin pamuk kumaşın sarılık derecesi üzerine etkisi .....	122
<b>Şekil 5.21.</b> Ozonlama + UH işleminin pamuk kumaşın beyazlık derecesi üzerine etkisi .....	123
<b>Şekil 5.22.</b> Ozonlama + UH işleminin pamuk kumaşın sarılık derecesi üzerine etkisi .....	124
<b>Şekil 5.23.</b> Farklı tip ozonlama işlemleri ve peroksit ağartması sonucu pamuk kumaşların ağırlık kaybı.....	125
<b>Şekil 5.24.</b> Farklı tip ozonlama işlemleri ve peroksit ağartması sonucu pamuk kumaşların kopma mukavemeti .....	126
<b>Şekil 5.25.</b> Ozonlama ve peroksit ile ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait FTIR sonuçları .....	127
<b>Şekil 5.26.</b> Ozonlama ile ağartma işlemlerine maruz kalmış pamuk kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları .....	128
<b>Şekil 5.27.</b> Ozonlama ile ağartma işlemlerine maruz kalmış yün kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları .....	130

## ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 2.1. Tekstil terbiyesinde kullanılan enzimler.....	27
Çizelge 2.2. Ozonun fiziksel özellikleri.....	32
Çizelge 3.1. Birinci iş paketinde kullanılan boyarmaddeler.....	38
Çizelge 3.2. Birinci iş paketinde kullanılan cihazlar.....	39
Çizelge 3.3. İkinci iş paketinde kullanılan cihazlar.....	43
Çizelge 4.1. C.I.Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi değerleri.....	54
Çizelge 4.2. C.I.Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi boyarmadde +yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözelti renk giderimi değerleri.....	55
Çizelge 4.3. C.I.Reactive Blue 19 antrakinon kromoforlu reaktif boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi değerleri.....	57
Çizelge 4.4. C.I.Reactive Blue 19 antrakinon kromoforlu reaktif boya çözeltisi boyarmadde+yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözelti renk giderimi değerleri.....	58
Çizelge 4.5. C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi değerleri.....	59
Çizelge 4.6. C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde+yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergatör, 1 ml/l asetik asit) içeren çözelti renk giderimi değerleri.....	60
Çizelge 4.7. C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi değerleri.....	62
Çizelge 4.8. C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde+yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergatör, 1 ml/l asetik asit) içeren çözelti renk giderimi değerleri.....	63
Çizelge 4.9. C.I.Reactive Blue 19 ve Disperse Blue 337 boyarmaddelerini ve yardımcı kimyasalları içeren boya çözeltilerinin yalnızca ultrasonik banyo etkisinde renk değerlerindeki değişim.....	65
Çizelge 4.10. Yalnız boyarmadde içeren çözeltilere ait KOİ değerleri.....	66
Çizelge 4.11. Boyarmadde+yardımcı kimyasalları (reaktiflerde: 20 g/l tuz, 20 g/l soda, disperslerde: 1 g/l dispergatör, 1 ml/l asetik asit) içeren çözeltilere ait KOİ değerleri.....	67
Çizelge 4.12. Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C' de 5 dakikalık yıkama sonrasında 50 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su damlası (s) değerleri.....	69
Çizelge 4.13. Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C de 5 dakikalık yıkama sonrasında 50 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su sütunu (cm) değerleri.....	69
Çizelge 4.14. Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C' de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulana pamuklu kumaşların su damlası (s) değerleri.....	70
Çizelge 4.15. Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su sütunu (cm) değerleri.....	71

<b>Çizelge 4.16.</b> Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su damlası (s) değerleri- asıl denemeler .....	72
<b>Çizelge 4.17.</b> Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su sütunu (cm) değerleri asıl denemeler .....	72
<b>Çizelge 4.18.</b> Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların ağırlık kaybı.....	73
<b>Çizelge 4.19.</b> Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların kalınlığı.....	73
<b>Çizelge 4.20.</b> Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların kopma mukavemeti .....	74
<b>Çizelge 4.21.</b> Farklı enzimatik hidrofilleştirme işlem tiplerinin (0.05 g/l – 20 dakika) ve klasik alkali hidrofilleştirme işleminin KOİ değerleri .....	75
<b>Çizelge 4.22.</b> Farklı sıcaklık ve enzim konsantrasyonlarında elde edilen beyazlık değerleri .....	76
<b>Çizelge 4.23.</b> Farklı sıcaklık ve enzim konsantrasyonlarında yapılan enzimatik işlem sonrası pamuk kumaşın ağırlık kaybı.....	77
<b>Çizelge 4.24.</b> Farklı işlem tipi ve sürelerde pamuk kumaşın beyazlık değerleri .....	78
<b>Çizelge 4.25.</b> Farklı enzim işlemleri sonrasında pamuklu kumaşların ağırlık kaybı.....	79
<b>Çizelge 4.26.</b> Farklı işlem tiplerinde 1g/l enzim konsantrasyonunda elde edilen beyazlık değerleri .....	79
<b>Çizelge 4.27.</b> Farklı enzim işlemleri sonrasında pamuk kumaşların kumaş kalınlığı ...	80
<b>Çizelge 4.28.</b> Farklı enzimatik işlemler sonrası pamuk kumaşların kopma mukavemeti ve kopma uzaması .....	80
<b>Çizelge 4.29.</b> Lakkaz ile farklı enzimatik ağartma işlem tiplerinin ve klasik ağartma işleminin KOİ değerleri.....	81
<b>Çizelge 4.30.</b> Saf GOx enzimi ile çalışmada temperaturün üretilen hidrojen peroksit miktarına etkisi.....	81
<b>Çizelge 4.31.</b> Saf GOx enzimi ile çalışmada sürenin üretilen hidrojen peroksit miktarına etkisi.....	82
<b>Çizelge 4.32.</b> GOx enzimi ile çalışmada pH’ ın üretilen hidrojen peroksit miktarına etkisi .....	82
<b>Çizelge 4.33.</b> Saf GOx ile enzim miktarı değişiminin oluşan hidrojen peroksit miktarına etkisi.....	83
<b>Çizelge 4.34.</b> Saf GOx enzimi ile işlem sonrası alkali pH’ larda yapılan ağartmalar sonucu kumaşın beyazlık değerleri .....	83
<b>Çizelge 4.35.</b> Saf GOx enzimi ile işlem sonrası alkali pH’ larda peroksit stabilizatörü ilavesi ile yapılan ağartmalar sonucu kumaşın beyazlık değerleri.....	84
<b>Çizelge 4.36.</b> Hidrojen peroksit ile yapılan ağartmalar sonucu kumaşın beyazlık değerleri .....	85
<b>Çizelge 4.37.</b> Farklı enzimatik işlemler sonrası pamuk kumaşların kopma mukavemeti ve kopma uzaması .....	85

<b>Çizelge 4.38.</b> Glikoz oksidaz ile farklı enzimatik ağartma işlem tiplerinin ve klasik ağartma işleminin KOİ değerleri.....	86
<b>Çizelge 4.39.</b> Farklı tip ozonlama işlemlerinin kumaş beyazlığına ve sarılığına etkisi .....	87
<b>Çizelge 4.40.</b> Farklı tip ozonlama işlemleri ve peroksit ağartması sonucu pamuk kumaşların ağırlık kaybı.....	88
<b>Çizelge 4.41.</b> Farklı tip ozonlama işlemleri ve peroksit ağartması sonucu pamuk kumaşların kopma mukavemeti .....	89
<b>Çizelge 4.42.</b> Ozonla ağartma işlem tiplerinin ve klasik ağartma işleminin KOİ değerleri .....	90
<b>Çizelge 4.43.</b> Farklı işlem tipi ve sürelerde yün kumaşların beyazlık ve sarılık değerleri .....	90
<b>Çizelge 4.44.</b> Farklı işlem tipleri ve sürelerde yün kumaşların ağırlık kaybı .....	91

## 1. GİRİŞ

Ultrason teknolojisi bilim ve teknolojiye uzun zamandır kullanılmaktadır ve ultrasonik uygulamaların kullanım alanları giderek artmaktadır. Ultrasonun endüstrideki en yaygın kullanım amacı, ultrasonik kavitasyondan yararlanılarak yapılan temizlik işlemidir. Kirli makine parçalarının, tıbbi gereçlerin, elektronik komponentlerinin ve klasik yöntemlerle temizlemenin zor olduğu ince girinti ve çıkıntılara sahip yüzeylerin temizliğinde alternatif olarak ortaya çıkmakta ve bu alanlarda kullanılmaktadır. Tekstil sanayinde yaş terbiye işlemlerinin geliştirilmesinde kullanımı yönünde ise çalışmalar yenidir ve hala pratik uygulamaya yansımış değildir.

Ultrasonun yaş terbiye işlemlerinde sağladığı etkilerin temel kaynağı flottede oluşan kavitasyondur. Kavite, ultrason dalgalarının flotte içerisindeki hareketi sonucunda oluşan küçük enerji yüklü baloncukların patlaması sonucu oluşmaktadır. Katı/sıvı ara yüzünde oluşan kavite neticesinde sıvıdan katıya doğru kütle transferinde artış gözlenmektedir. Kavite sonucu oluşan bu güçlü hareketlilik kirlerin kumaş yüzeyinden flotteye geçişini ve ayrıca büyük moleküllü enzimlerin lif yüzeyine ulaşımını geliştirecek ve bunun sonucunda toplam reaksiyon oranı artacaktır (Duran ve ark. 2006a, Erişmiş ve Eren 2010).

Mevcut tekstil yaş işlemlerinin iki büyük sakıncası vardır: uzun işlem süresi ve düşük enerji verimliliği. İşlemlerdeki gelişmelerin 100 yılı aşmasına rağmen, ön terbiye, boya ve bitim işlemleri hala büyük miktarda saf ve temiz su tüketmeye devam etmektedir. Ultrason daha kısa işlem süresi, daha ucuz kimyasal madde ve daha ılımlı fiziksel koşullar gibi avantajlar sunar. Bu avantajlarda daha az maliyet ve belki de daha küçük alan ihtiyacına neden olur. Tekstil yaş işlemleri içerisinde ultrason destekli boyamanın en gelecek vaat eden alan olduğuna inanılmaktadır. Ultrason destekli boyama klasik yöntemle karşılaştırıldığında, hemen hemen tüm liflerde boyama sıcaklığını düşürüp boyama süresini kısaltmakta ve klasik yöntemle aynı hatta daha iyi boya çekimini başarmaktadır (Vajnhandl ve ark. 2007).



Ultrason tekstil endüstrisinde, gerek tekstil materyali üzerinde yabancı maddelerin iyi bir şekilde uzaklaştırılmasında kullanılabilecek ayrıca enzimlerle kombine edilerek, enzimlerin büyük moleküllü olması nedeniyle hareket kabiliyetlerinin düşük olması dezavantajlarını gidererek enzimden istenilen etkiyi gerçekleştirmesinde ona destek olacaktır (Duran ve ark. 2006a).

Enzimler tekstil terbiyesinde kullanılmakta olup (haşıl sökme, hidrofilleştirme v.b) ağartma ve boyama sonrası yıkamalarda enzim kullanımı için çalışmalar sürmektedir. Tekstil terbiyesinde enzimatik işlemler ılımlı şartlarda muamele ve doğal yapıları ile düşük çevresel etkilerinin yanında substrat spesifikliğı ile mamüle zarar vermeme gibi avantajları barındırdıklarından mümkün olan alanlarda tercih edilmektedir. Ultrason tekstil atık sularının enzimler yardımı ile arıtılmasında önemli bir role sahip olmaktadır. Ayrıca pamuklu kumaşların enzimatik işlemleri sırasında ultrason kullanımı, işlem verimliliğini önemli ölçüde arttırmaktadır (Erişmiş ve Eren 2010)

Ozonun tekstil terbiyesindeki kullanımı da endüstriyel olarak uygulanabilir görünmektedir. Ozon kullanılan prosesler ile kimyasal tüketimi ve atık su yükünü azaltmasının haricinde, soğukta uygulandığı suyun ısıtılması için gerekli enerjinin azaltılması ve ısıtma sonucunda çevreye salınan karbondioksit yükünün de azaltılması sağlanabilir (Eren 2007).

Ozon ve ultrasonun kombine kullanımı ileri oksidatif yöntemler arasında ümit verici yöntemlerdendir. Yalnız ultrason veya ozon ile karşılaştırıldığında daha etkili olduğu ve daha az enerji kullanıldığı görülmektedir. Ayrıca ikincil kirliliğe yol açmama ve kalıcı kirliliklerin giderilmesinde etkili olma avantajlarına sahiptir (Zhao ve ark. 2010).

Bu çalışma için üç iş paketi belirlenmiştir. Bu iş paketlerinin ilkinde ozon ve ultrasonun kombine kullanımının atık boyama banyolarının renk ve KOİ giderimi üzerine etkisi belirlenmiştir. İkinci iş paketinde enzimatik hidrofilleştirmede pektinaz ve enzimatik ağartma işlemlerinde lakkaz ve glikozoksidaz enzimleri kullanılarak ultrasonun desteğinin etkisi araştırılmıştır. Üçüncü iş paketinde pamuk ve yün kumaşların ağartılmasında ultrason ve ozon kombinasyonunun etkisi belirlenmiştir.

## 2. KAYNAK ÖZETLERİ

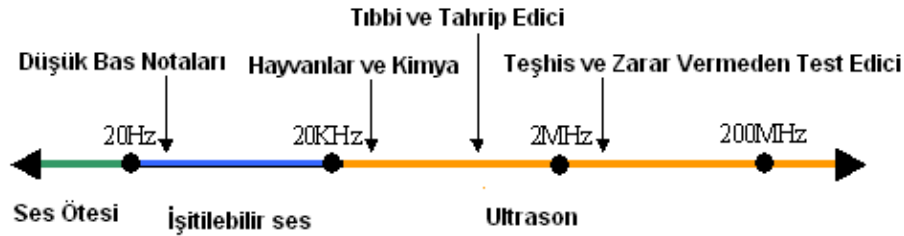
### 2.1. Ultrason Teknolojisi

#### 2.1.1. Ultrason hakkında genel bilgiler

Ultrason insan kulağının işitebildiği limitten daha yüksek frekanslı ses dalgalarına denir. Bu limit insandan insana değişse de sağlıklı bir gençte bu değer yaklaşık 20 kHz' dir. Frekansı insanların duyma sınırının üzerinde bulunan mekanik titreşimlerden meydana gelmiş bir enerji çeşidi olan ultrason enerjisi, dalgalar şeklinde ortamda yayılır (<http://en.wikipedia.org/wiki/Ultrasound>, 2011).

Ses dalgaları Şekil 2.1' de belirtildiği gibi üç gruba ayrılırlar;

- Ses Ötesi (Infrasound) frekansı 20 hertz veya altındaki sestir.
- İşitilebilir ses frekansı 20-20 000 hertz arasında olan sestir.
- Ultrason 20 kHz ile 10 MHz arasında değişen sonik spektrum aralığına sahip işitilemeyen sestir.



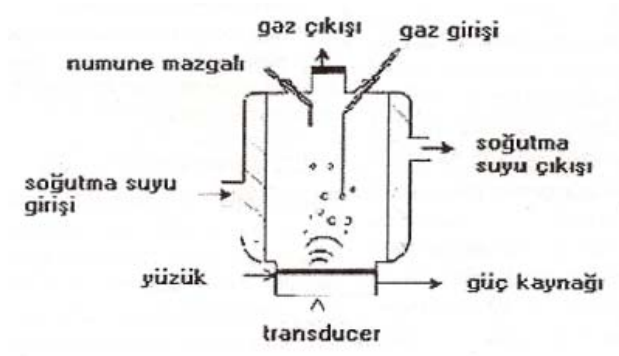
**Şekil 2.1.** Ses dalgalarının yaklaşık frekansları ve genel uygulama alanları (<http://en.wikipedia.org/wiki/Ultrasound>, 2011)

#### 2.1.2. Ultrason dalgalarının elde edilmesi

Ultrasonik dalgalar, güç jeneratörleri tarafından üretilen yüksek frekansın; transdüserler (ultrason titreştiricileri) vasıtasıyla mekanik basınç dalgalarına çevrilmiş halidir (Duran ve ark. 2003). Transdüserler çekirdeği piezoelektrik veya magnetostriktif elementten oluşmuş, uygulanan elektrik veya manyetik alana tepkinin boyutlarını değiştiren

kompozit malzemelerdir. Diğer pasif bileşenleri ise enerji transferini geliştirmek için transdüser yapısını tamamlayan metal alaşımlarından mamul malzemelerdir (Gallego-Juarez 2002).

Önce elektrik enerjisi voltaj ve akım halinde transdüserine uygulanır, transdüserde bu enerji mekanik enerjiye dönüştürülür, transdüser tarafından yayılan ses dalgaları bir akustik enerji oluşturur ve son olarak da sıcaklık ve basınç şartlarıyla oluşan kavitasyon baloncuklarının oluşturduğu kavitasyon enerjisi ortama yayılır. Transdüser, elektrik enerjisini ultrason enerjisine veya tersine olarak ultrason enerjisini elektrik enerjisine dönüştüren elemandır (Perincek 2006).



Şekil 2.2. Transdüser vasıtasıyla ses dalgalarının oluşumu (Duran ve ark. 2003)

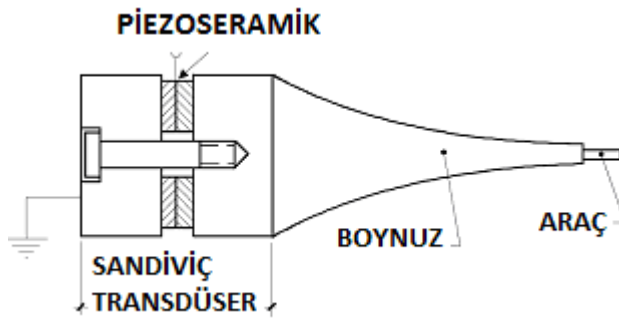
### 2.1.2.1. Piezoelektrik transdüserler

Proben duyarlı bir elemandır. Elektrik enerjisini ultrason enerjisine veya tersine olarak ultrason enerjisini elektrik enerjisine dönüştüren elemandır (Perincek 2006).

Modern transdüserler içerisinde genellikle piezoelektrik seramikten oluşan piezoelektrik malzemeler kullanılır. Piezoseramiklerin en yüksek elektromekanik dönüşümü ve verimi sağladıkları ve genel anlamda yüksek güçlü transdüserler için en uygun özelliklere sahip oldukları görülebilmektedir (Gallego-Juarez 2002).

Elektriksel olarak yüksüz ve yapısal simetri merkezi bulunmayan bir kristale uygulanan basınç, artı yüklerin merkezi ile eksi yüklerin merkezinin birbirlerinden hafifçe ayrılmasına ve kristalin karşılıklı yüzeylerinde zıt yüklerin ortaya çıkmasına neden olur.

Yüklerin bu şekilde ayrılması bir elektrik alanı yaratır ve kristalin karşılıklı yüzeyleri arasında ölçülebilir bir potansiyel farkı oluşur. Piezoelektrik etkiyi ifade eden bu sürecin terside geçerlidir. Ters piezoelektrik etkide de, karşılıklı yüzeyleri arasına bir elektrik gerilimi uygulanan bir kristalde boyutsal bir şekil değişimi oluşur ve dik olarak yüksek frekanslı ultrases dalgaları açığa çıkar. Piezoelektrik malzemeler kuvars ve turmalin gibi doğal olarak piezoelektrik etki gösteren kristaller ile kutuplanma sonrasında piezoelektrik etki gösteren ferroelektrik malzemeler olmak üzere başlıca iki malzeme grubundan oluşur (Boz 2008).



**Şekil 2.3.** Piezoelektrik ultrasonik transdüsünün şematik yapısı (Gallego-Juarez 2002)

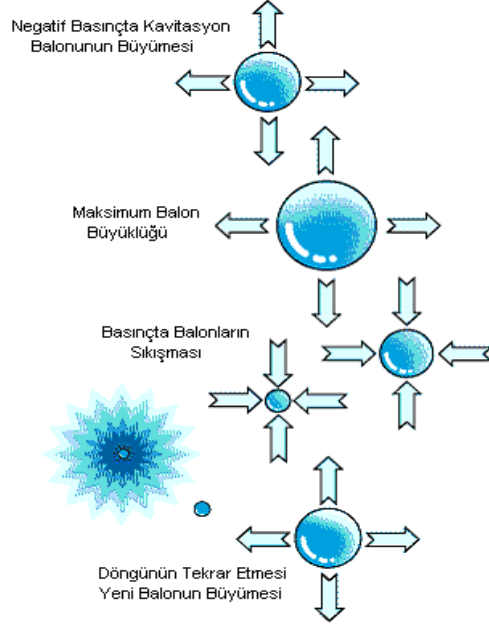
### 2.1.2.2. Magnetostriktif transdüselerler

Düşük frekanslarda ultrason enerjisi üretiminde magnetostriktif transdüselerler kullanılır. Bunlar Nikel veya Ni alaşımından yapılmışlardır. Manyetik alanı değişen bir ortamda, boyutlarında değişimler gösterirler. Endüstri uygulamalarında karışık, fakat dayanıklı olarak bilinmektedirler. Sıfır aralıklı manyetik esaslı transdüseler nikel bir kütle üzerine yerleştirilen bir elektrik bobini ile beraber sıkıca bağlanmış ince nikel levhalardan meydana gelmiştir. Bobinden akım geçtiğinde, manyetik bir alan doğar. Manyetik esaslı bir bobine alternatif akım gönderildiği zaman, nikel kütle de akım frekansında titreşir (Ay ve Anaç 2002).

20-40 kHz frekanslar ve azalan verimle 100 kHz' e kadar olan frekanslar bu metotla üretilebilir. Magnetostriktif probalar dış etkenlere dayanıklıdır. Bu nedenle betonun ve kayaların muayenesinde, denizaltı sonar sisteminde ve düşük ultrasonik frekanslar

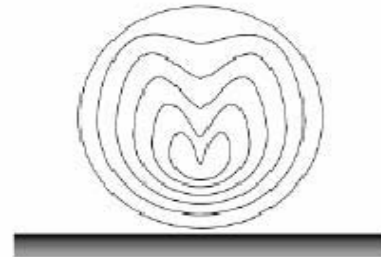


içinde oluşmaktadır. Bu kimyasal ürünler baloncuklar içinde dağılmaktadır. İşte ultrasonun temel prensibi de açığa çıkan bu yüksek ısı ve enerjinin kullanılabilirliği üzerinedir (Yasui ve ark. 2005).



**Şekil 2.5.** Kaviteasyon olayının etkisi (Duran ve ark. 2006a)

Sıvı içinde bulunan bir katı cismin sıvı ile olan ara yüzleri kararsızdır. Böyle bir ortama frekansı kHz mertebesinde (20 kHz-25 kHz ) olan ultrason dalgaları uygulandığında, sınır yüzeylerde ultrason dalgalarının seyrelme fazında gaz kabarcıkları oluşur. Bu kabarcıklar takip eden sıkışma fazında deforme olur. Sıvı- katı ara yüzeyindeki küçük safsızlıklar (yağ, toz, kir) yalnız mekanik kuvvetlerle temizlenir. Bu nedenle bu olaya mikrofırçalama adı verilir. Şekil 2.6' de kaviteasyon baloncuğunun oluşumu ve katı yüzeylerin yakınında kaviteasyon mikrojetlerinin oluşum şekilleri verilmiştir (Öztürk 2010).



**Şekil 2.6.** Kaviteasyon baloncuğunun oluşumu ve katı yüzey yakınında kaviteasyon mikrojetleri (Öztürk 2010)

### **2.1.3.1. Kavitasyonu etkileyen faktörler**

Öner (2002) kavitasyonu etkileyen faktörleri listelemiştir. Kavitasyon üzerine dış faktörlerin önemli bir etkisi olduğu bilinmektedir. Sonokimyasal reaksiyonların başlatılması için gerekli olan kavitasyonu etkileyen faktörlerin bilinmesi de çok önemlidir. Kavitasyonu etkileyecek değişken faktörlerin tümü optimum bir değere sahip olabilmektedir. Buna göre, sonokimyasal bir işlemin optimize edilmesinde aşağıdaki hususlar mutlaka göz önünde tutulmalıdır:

#### ***Frekans***

Ultrasonik frekans arttıkça kavitasyon baloncuklarının boyutu da o kadar küçük olacaktır. Aynı zamanda baloncuk sayısının artması baloncukların taşıdıkları enerji miktarını azaltacaktır.

#### ***Çözücü Viskozitesi***

Kavitasyonun eldesi, genişleme bölgesindeki negatif basıncın, sıvı içindeki doğal kohezyon kuvvetlerine üstün gelmesini gerekli kılmaktadır. Bu yüzden böyle kuvvetlerin büyük olduğu viskoz sıvılarda kavitasyonun elde edilmesi daha zor olacaktır.

#### ***Çözeltinin Yüzey Gerilimi***

Düşük yüzey gerilimine sahip sıvılar kullanıldığında, kavitasyonun başlatılmasında bir azalma olacağı beklenebilir. Bu durum basit bir bağıntı değildir, fakat sulu çözeltiler söz konusu olduğunda, yüzeyaktif bir maddenin katılımı yardımcı olmaktadır.

#### ***Çözeltinin Buhar Basıncı***

Düşük bir buhar basıncına sahip olan bir çözücüde kavitasyonu başlatmak daha zordur. Kavitasyonun kolaylıkla oluşturulabilmesi için çözücünün daha uçucu olması gereklidir. Bu durumda ise, daha fazla buharın baloncuklar içine girmesi söz konusudur ve bu nedenle çarpışmadaki şiddet azalmaktadır (Öner 2002)

### ***Sıcaklık***

Ortamın sıcaklığının artırılması ile buhar basıncı artacaktır ve kavitasyon daha kolay elde edilecektir ve çarpışma şiddeti azalacaktır. Diğer bir faktör ise kaynama sıcaklığında baloncukların artacağı ve bu kavitasyon baloncuklarının ses iletimine bir engel teşkil edecekleridir. Sonuç olarak, bir sıvı kaynama noktasında sonikasyona tabi tutulursa, çok iyi bir sonokimyasal etki elde edilmektedir.

### ***Gaz Baloncukları***

Ultrasonik enerji, bir sıvı içindeki gazın atılması için de kullanılmaktadır. Böylece sonikasyonda, kavitasyon relatif olarak daha kolay olacaktır. Fakat gaz uzaklaştırıldıkça kavitasyonun oluşturulması güçleşecektir. Üniform bir kavitasyonun oluşturulabilmesi için sonokimyasal bir reaksiyonun içinden gaz baloncukları geçirilebilir.

### ***Uygulanan Dış Basınç***

Dış basıncın artırılması, kavitasyonun başlatılması için daha büyük bir ultrasonik enerjiye ihtiyaç olduğunu ifade eder. Daha önemli nokta ise, dış basıncın artırılması halinde, çarpışma şiddetinin artması ve bunun sonucunda sonokimyasal etkinin yükselmesidir.

### ***Sonikasyon Yoğunluğu***

Sonikasyonun şiddeti, direkt olarak ultrasonik kaynağın vibrasyon genliğiyle bağıntılıdır. Genel olarak, şiddetteki bir artış, sonokimyasal etkide de bir artışa yol açacaktır. Fakat sisteme giren ultrasonik enerji üç nedenden dolayı kesin olarak artırılamamaktadır. Bu nedenler şunlardır:

1. Sonikatörde kullanılan transducerin boyut değişiminin artırılması, malzemeyi çatlatarak bozunmaya neden olacaktır.



2. Yüksek vibrasyonel genlikte ultrasonik enerji kaynağı, tam bir çevrim boyunca sıvı ile temas giremeyecektir. Bu durum teknik olarak “Yeniden Birleşme” olarak bilinmektedir ve enerji kaynağından ortama gücün transferinde büyük bir verim kaybına sebep olmaktadır.
3. Büyük miktardaki ultrasonik güç sisteme uygulandığında, çözelti içinde çok fazla sayıda kavitasyon baloncucu oluşmaktadır. Bu baloncukların büyük bir çoğunluğu birleşecek ve daha kararlı baloncuklar oluşturacaklardır. Bunlar sıvı içinde ses enerjisinin geçişini yavaşlatabilecek ve sonokimyasal etkiyi vermek üzere çarpışacak olan daha küçük baloncukların çoğunu uzaklaştırabileceklerdir.

### ***Sesin Zayıflaması***

Çeşitli nedenlerden dolayı, ortam içinden geçerken sesin şiddeti azalacaktır. Bu enerjinin bir kısmı ısı şekline dönüşür. Bununla beraber, sonikasyon süresince ortamda oluşan ısınma çok az olmaktadır.

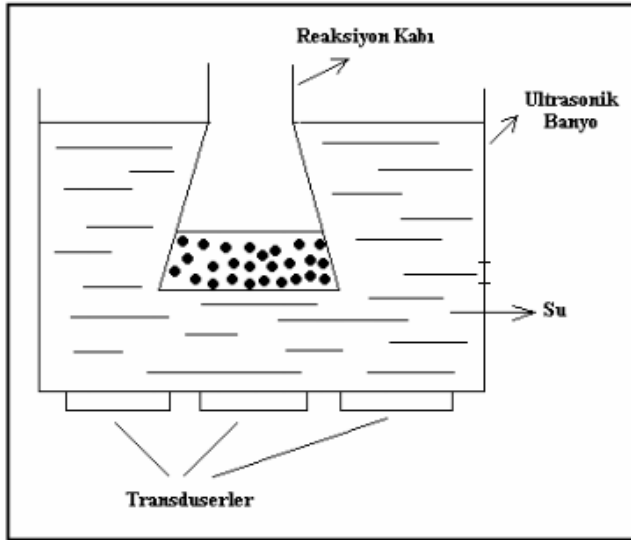
Sesin zayıflama derecesi, frekansla ters orantılıdır. 118 kHz’ deki sesin şiddeti 1 km uzunluğundaki su kütlesi içinden geçirilmesiyle yarıya inmektedir. 20 kHz’ lik sesin şiddetinin yarıya indirilmesi için gerekli mesafe ise çok daha fazladır ve yaklaşık 90 km kadardır. Bu hesaplamalar belirli bir mesafede aynı şiddetlerin elde edilebilmesi için, daha yüksek başlangıç gücünün kullanımı gerekli olacağını açıkça göstermektedir (Öner 2002).

#### **2.1.4. Ultrasonik enerji ile çalışan cihazlar**

##### **2.1.4.1. Ultrasonik temizleme banyosu**

Kimya laboratuvarları için ultrasonik enerji kaynağı olarak en fazla mevcut olan ve en ucuz cihaz ultrasonik temizleme banyosudur. Bundan dolayı birçok sonokimyacı çalışmalarının başlangıcında ultrasonik temizleme banyosunu kullanmışlardır.

Laboratuvar tipi ultrasonik banyoların yapısı oldukça basittir. Genel olarak, dikdörtgen kesitinde paslanmaz çelik bir tank ve bu tankın altına yerleştirilmiş olan transdüserlerden ibarettir. Özellikle büyük tanklar, termostatlı ısıtıcılara da sahiptirler. Bazı modern laboratuvar modellerinde güç de ayarlanabilir, fakat bunlar azınlıktadır. Ultrasonik banyonun frekansı ve gücü, konstrüksiyonundaki transdüserlerin tipine ve adedine bağlıdır. Bir banyoda ultrasonik güç kaynağı olarak, düşük yoğunlukta ( $1-5 \text{ W/cm}^2$ ) piezoelektrik transdüserler bulunur. Bunlar yaklaşık 40 kHz' lik frekansta çalışırlar. Bu tasarımda çok küçük değişiklikler olmakla beraber bazı banyolar birbirlerinden farklı fakat sabit frekanslarda çalışırlar. 50 W civarındaki bir çalışma için, tek transdüser yeterlidir. Bu şekilde tek transdüserle sahip ve 1,5 litre kapasiteli daha küçük banyolar sonokimya için uygundur (Değirmenci 2005).



Şekil 2.7. Ultrasonik temizleme banyosu şematik gösterimi (Değirmenci 2005)

#### *Ultrasonik temizleme banyosunun avantajları*

- Ultrasonik temizleme banyosu, laboratuvar çalışmaları için en yaygın ve ucuz olarak bulunan bir ultrasonik enerji kaynağıdır.
- Ultrasonik enerji, reaksiyon kabına düzgün bir şekilde dağılmaktadır.
- Reaksiyon kapları için özel bir adaptöre ihtiyaç yoktur. Kimyasal maddelerin eklenmesine, inert bir atmosferde çalışılmaya, yüksek ve düşük basınçların kullanılmasına olanak sağlayan, laboratuvar cam eşyaları kullanılabilir.

- Temizleme banyosu reaksiyon kabı olarak kullanıldığında kavitasyon gücü daha fazla olmaktadır.

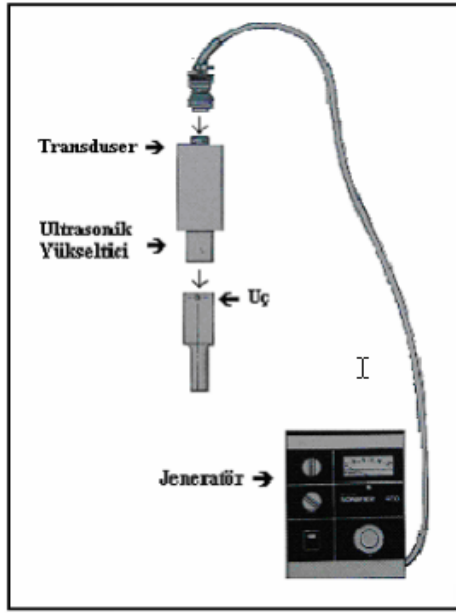
#### ***Ultrasonik temizleme banyosunun dezavantajları***

- Temizleme banyoları, prob sistemi ile karşılaştırıldığında daha az güce sahiptirler. Güç, banyonun boyutuna reaksiyon kabının türüne, cidar kalınlığına ve banyodaki durumuna bağlıdır.
- Ultrasonik temizleme banyoları konstrüksiyonlarına göre farklı frekanslarda olabilirler, fakat hepside sabit frekanslıdırlar.
- Çalışma esnasında ağır ısındıklarından, sıcaklık kontrolü zordur (Değirmenci 2005).

#### **2.1.4.2. Ultrasonik prob**

Ultrason probu, elektrik enerjisinin ultrasonik enerjiye dönüştüğü veya bunun tersinin yapıldığı yerdir. Yani bir ultrason devresinde, ultrason enerjisi devrenin en uç elemanı olan probda üretilmektedir. Buradan istenilen bölgeye gönderilmekte ve gelen yankı yine bu elemanda ultrason enerjisinden elektrik enerjisine çevrilmektedir. Başka bir deyişle prob ultrason enerjisinin vericisi ve alıcısıdır. Dolayısıyla probun gerisinde yer alan ve ultrasonik cihaz diye adlandırılan devre gerçekte bütünüyle bir elektronik cihazdır (Perincek 2006).

Ultrasonik prob (çubuk), temizleme banyosunun çeşitli dezavantaj ve problemlerinden dolayı biyokimyacıların hücre parçalamada kullanmaları için geliştirilmiştir. Laboratuarda bu cihazın kullanılması ile temizleme banyosunun oluşturduğundan 100 kat daha büyük bir ultrasonik enerji elde edilir ( $W/cm^2$ ). Modern prob sistemleri piezoelektrik transdüserlere dayanmaktadır ve genellikle aynı tarzda konstrükte edilmişlerdir (Değirmenci 2005).



**Şekil 2.8.** Ultrasonik probun şematik gösterimi (Değirmenci 2005)

Bu cihaz reaksiyon kabının cidarlarına ve tankın içindeki suya enerji transferinin aksine sisteme direkt enerji sunmaktadır. En basit metot, reaksiyon çözeltisinin içerisine, ultrasonik titreşim transdüserinin bulunduğu ucun daldırılmasıdır.

Ne yazık ki, genellikle transdüserlerin toplam maksimum gücü (titreşim genliği) çok geniş değildir ve çok fazla elektrik gücü piezoseramiği kırmaktadır. Titreşim genliğini yükseltmek özel tasarımlarla mümkün olmaktadır. Ultrasonik prob sistemlerinde, transdüserler, kimyasal reaksiyonlardan etkilenmemeleri için korunmuşlardır. Şekil 2.8’ de görüldüğü gibi bir ultrasonik prob, uzun bir metal çubuk ve bu çubuğun sonundaki transdüserden ibarettir.

#### ***Ultrasonik probun avantajları***

- Kimyasal reaksiyonlarda, istenilen güçlü enerji elde edilebilmektedir.
- Bir ortam içerisine ultrasonik prob tarafından iletilen ultrasonik güç, direkt olarak prob ucunun titreşim genliği ile ilgilidir. Bu da transdüserine verilen güç ile kolaylıkla kontrol edilebilir. Böylece sistemin gücü, hassas olarak ayarlanabilmektedir. Ünitenin boyutlarına bağlı olarak, 100 W/cm<sup>2</sup> üzerinde giriş gücü elde edilebilmektedir.

- Orta güçte çalıştırılan prob ucundan yayılan ultrasonik enerji genelde kütlelesel karıştırmayı sağlayacak kadar yeterlidir.
- Modern cihazların çoğu kesikli çalışmaya imkan sağlamaktadır.
- Prob sistemleri, farklı güçlerde optimum performansı verecek şekilde ayarlanabilirler. Bu tekrarlanabilir sonuçlar elde etmek açısından önemlidir.

### ***Ultrasonik probun dezavantajları***

- Piezoelektrik transdüser kullanarak çalışan tüm sistemlerde olduğu gibi optimum performans belli bir frekansta elde edilmektedir ve ticari prob sistemlerinin çoğunda 20 kHz' dir. Bunları 40-80 kHz' e yükseltmek mümkün olsa da sistemin temel frekansının yüksek tonlarındaki güç harcamayı önemli bir şekilde azaltmaktadır.
- Sıcaklık kontrolü zordur. Özel olarak dizayn edilmiş reaksiyon kaplarının kullanımı bu sakıncayı azaltacaktır. Fakat yine de her durumda reaksiyon kabı içindeki sıcaklık sürekli kontrol edilmelidir.
- Prob ucuna yakın olan kısımdaki reaksiyonda, radyasyon yüksek şiddettedir ve bu yüzden ortaya çıkabilecek radikal parçalanmalar reaksiyonun normal akışını etkileyebilecektir.
- Prob ucunun erozyonu ile bağlantılı olan ve istenmeyen durumlar mevcuttur. Bunlar; prob ucunun erozyona uğrayan metal partiküllerinin reaksiyon kabını kirletmesi ve fiziksel olarak kısılmasıdır. Bu durumlarda bir verimlilik kaybı söz konusu olacaktır (Değirmenci 2005).

### **2.2. Ultrason Teknolojisinin Kullanım Alanları**

Ultrasonun endüstrideki en yaygın kullanım amacı, ultrasonik kavitasyondan yararlanılarak yapılan temizlik işlemidir. Kirli makine parçalarının, tıbbi gereçlerin, elektronik komponentlerinin ve klasik yöntemlerle temizlemenin zor olduğu ince girinti ve çıkıntılara sahip yüzeylerin temizliğinde kullanılmaktadır.

Ultrason teknolojisinin başlıca kullanım alanlarına örnek verilecek olunursa;

1. Maden Bilimi ve Makine Teknolojisi
  - Erimiş metalleri saf hale getirme
  - Ultrasonik şekillendirme, yüzey temizleme
  - Ultrasonik kaynak
  - Kesme
  - Gözenekli materyallerin sıvılarla emdirilmesi
2. Kimyasal ve Biyo-Kimyasal Teknolojilerde
  - Ekstraksiyon, sorpsiyon, Filtrasyon ve kurutma
  - Emülsiyon-süspansiyon hale getirme, karıştırma, dispersiyon yapma, homojenizasyon
  - Parçalama, çözme, flotasyon ve kuagülasyon
  - Gaz giderme, buharlaştırma
  - Yüzey temizleme
  - Polimerizasyon ve depolimerizasyon
  - İlaçların hazırlanması
  - Biyo-materyallerin sentezi
3. Çevre Teknolojisinde
  - Su işletmeleri
  - Kontamine katı materyallerin saflaştırılması
  - Sigaradaki dumanın kuagülasyonu
4. Yağ ve Gaz Endüstrisinde
  - Petrol ve gazın üretiminde, işlenmesinde, taşınmasında ultrason kullanımı
5. Gıda Endüstrisinde
  - Meyve sularının ekstraksiyonu
  - Süt tozlarının hazırlanması

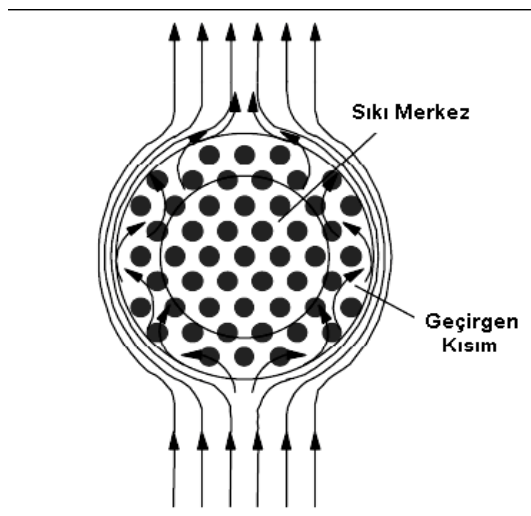
6. Enerji Sanayinde;
  - Akustik brülör
  - Isı deęiřtiricilerin duvarlarındaki tortuların uzaklařtırılması

7. Tıp Sektöründe

Tekstil sanayinde kullanımı yönünde ise çalıřmalar yenidir ve hala pratik uygulamaya yansımıř deęildir (Duran ve ark. 2007).

### 2.3. Ultrason Teknolojisinin Tekstil Terbiyesinde Kullanımı

Tekstil yař işlemlerinde iki temel dezavantaj ortaya çıkmaktadır. Bunlar büyük miktarda su ve enerji gerektirmeleri ve uzun işlem süreleri gerektirmeleridir. Tekstil malzemesinde kütle transferinin řiddeti yař proseslerin verimlilięinin arttırılması açısından oldukça önemlidir. Konvansiyonel metodlarda kütle transferini arttırmak için uygulanan yüksek işlem sıcaklıklarının kumař hasarı gibi istenmeyen etkilere sebep olması nedeniyle uygulanması her zaman mümkün deęildir. Tekstil materyallerinin kompleks geometrileri nedeniyle istenen kütle transfer artışı saęlanamaz. Bu noktada, hem kimyasalların hem de fiziksel proseslerin verimlilięinin arttırılmasında ve yine yař tekstil proseslerinde kütle transferinin arttırılmasında ultrases enerjisi son birkaç yıldır kullanılmaktadır (Moholkar ve ark. 2003).

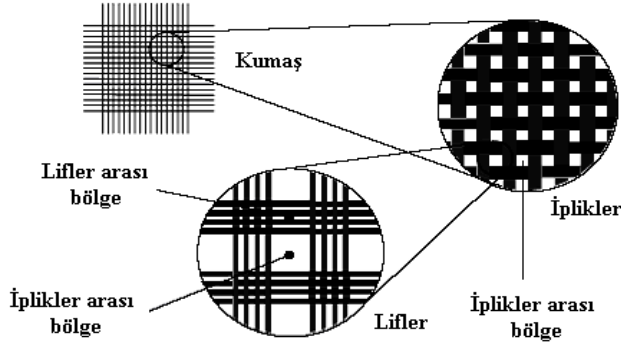


Şekil 2.9. İplięin sıvıyla etkileřimini gösteren üst kesit görünümü (Moholkar 2002)

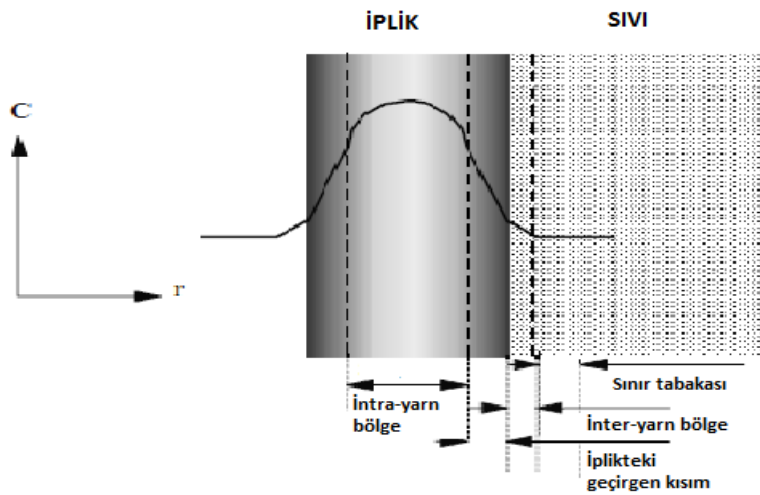
Yıkama, boyama, ağartma, haşıl sökme ve mercerizasyon gibi yaş işlemlerde temel kütle transfer mekanizması materyalin iplikler arası (inter - yarn) ve iplik içi (intra - yarn) gözeneklerindeki moleküler ve konvektif difüzyondur.

Tekstil malzemelerinde kütle transfer mekanizmasının temel adımları:

1. Sıvının sıkı intra - yarn bölgeden, inter - yarn bölgeye geçmesini gerektiren kütle transferi
2. İnter - yarn bölgeden, sıvı ile tekstil yüzeyi arasındaki sınır tabakaya olan kütle transferi
3. Sınır tabakadan sıvıya olan kütle transferi



**Şekil 2.10.** Tekstil malzemesinin genel yapısı ve iplikler arası (İnter - Yarn) ve iplik içi (İntra - Yarn) gözenekleri (Moholkar 2002)



**Şekil 2.11.** Tekstil malzemesinde kütle transfer mekanizması (Moholkar 2002)



Tekstil yüzeyinin yakın çevresindeki ortamda meydana gelen geçici kaviteasyon, ultrasonun tekstil materyalinde kütle transferini şiddetlendirmesinin temel fiziksel mekanizmasını oluşturmaktadır. Buna göre kumaş akustik basıncın olduğu bölgede olursa daha etkili bir yıkamanın sağlanabileceği açıktır. Sonuç olarak kaviteasyon, yeterli güçte küçük ölçekli akıntıların kumaşın yakın çevresinde oluşmasını sağlayarak bunların iplik gözenekleri içerisine hapis olmuş kirlerin uzaklaştırılmasına olanak sağlamaktadır (Moholkar ve Warmoeskersen 2004).

### **2.3.1. Tekstilde yardımcı işlemlerde ultrason teknolojisinin kullanılması**

Bu işlemler, haşıl banyolarının, emülsiyonların, baskı patı için kıvamlaştırıcıların hazırlandığı banyolar gibi, temel işlemlerde kullanılacak olan yardımcı banyoların hazırlanmasına aittir.

Konvansiyonel olarak nişasta haşılının hazırlanmasında, nişasta suyla karıştırılmakta, yaklaşık olarak 95 °C' de ısıtılmakta ve kullanmadan önce bir saat kadar bu sıcaklıkta bekletilmektedir. Ultrasonik enerjinin kullanımı ile aynı işlem, daha hızlı ve düşük sıcaklıkta yapılabilmektedir. Haşıllanmış ipliklerin performansı üzerinde yapılan deneyler göstermiştir ki; ultrasonik enerjinin kullanımı ile hazırlanan nişasta haşılı, konvansiyonel olarak hazırlanmış olan nişasta ve modifiye nişastadan daha iyi özelliğe sahiptir. Ultrasonik enerji, emülsiyonların ve lif içindeki sürtünmeyi ve statik elektriği azaltmak üzere uygulanan yağlayıcı karışımın hazırlanmasında kullanılmaktadır (Duran ve ark. 2007).

### **2.3.2. Haşıl sökme, pişirme ve ağartma işlemlerinde ultrason teknolojisinin kullanımı**

Ultrasonik haşıl sökme ile nişasta haşılının parçalanmasında konvansiyonel haşıl sökme yöntemine göre enerji tasarrufu sağlanmıştır. Ayrıca, kimyasal maddelerin tasarrufu da söz konusu olmuştur. İşlemlerin sonucunda elyaf degradasyonu da azalmıştır. Ulaşılan beyazlık ve kumaşın ıslanma özelliği, ultrasonik metodun uygulanmadığı metotlarla karşılaştırıldığında aynıdır (Duran ve ark. 2007).

Yapılan diğerk bir alıřmada ynn sulu ortamda klorlanarak ekmezlik zelliđi kazandırılması ultrasonik ortamda gerekleřtirilmiřtir. Ultrason varlıđında aktif klor miktarının veya pH dřř miktarının ultrasonun olmadıđı ortamlarla aynı olduđu bulunmuřtur ayrıca ultrason varlıđında ortamda oluřabilecek hidrojen peroksidin hem aktif klor miktarının kontrolnn sađlanmasında hem de klor artıklarının uzaklařtırılmasında etkili olabileceđi ne srlmřtr. Ynn pulcuk yapısına ise ultrasonik klorlama iřlemi ile daha etkili ve homojen bir etkinin sađlandıđı ve lifin ana gvdesine zarar verilmediđi bildirilmiřtir (Khajavi ve Azari 2007).

Mistik ve ark. (2005) yaptıkları alıřmada peroksit ađartmasını ultrasonik ortamda gerekleřtirmiřlerdir. Hidrojen peroksit ađartmasının yař prosesler iin ok nemli olduđunu ancak uzun sre ve yksek enerji tketimi gibi bazı sorunlarının olduđunu belirtmiřlerdir. Diğerk taraftan ađartmada ultrasonun kullanılmasının konvansiyonel yntem iin bir alternatif olacađını belirtmiřtir. Ultrasonik olarak ađartılan kumařların beyazlıđının, sre ve sıcaklıđın artmasıyla arttıđını fakat konvansiyonel yksek sıcaklıkta gerekleřen peroksit ađartması ile daha iyi sonuların elde edildiđi grlmřtr.

Habeish ve ark. (2011) keten liflerinin ađartılmasında potasyum permanganat-asit sistemlerinin ultrasonla kullanımı konulu arařtırmalarında  $KMnO_4$ -oksalik asit ve  $KMnO_4$ -sitrik asit sistemlerinin ultrason varlıđında ve yokluđunda ketenin ađartılmasını incelemiřlerdir. Bu alıřmaları sonucunda iřlem sresi 30 dakikadan 5 ve 10 dakikaya dřerken iřlem sıcaklıđı 85 °C den 60 °C ye her iki asit iinde dřtđn belirtmiřlerdir.

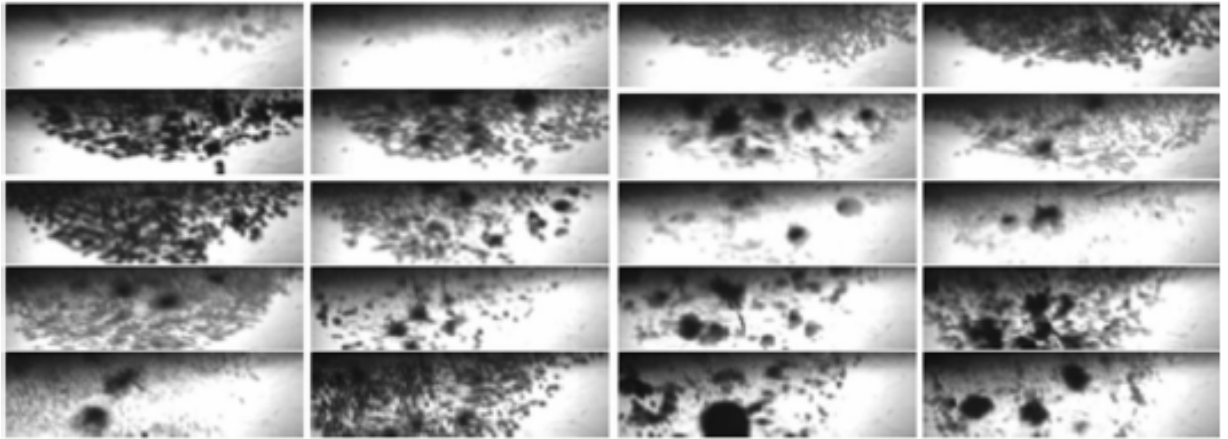
### **2.3.3. Yıkama ve durulama iřlemlerinde ultrason teknolojisinin kullanımı**

Tekstil sanayi su ve enerji yođun bir sanayi dalıdır. Yıkama, boyama, durulama, hařıl skme, hidrofilleřtirme ve ađartma gibi yař tekstil iřlemlerinin ok yksek miktarda enerji ve su tketme ile uzun iřlem srelerine ihtiya duyma gibi iki byk dezavantajı mevcuttur. Ayrıca yksek KOİ ile atık su retmektedirler (Duran ve ark. 2007).

Son yıllarda kütle transferi etkisini arttırması nedeniyle ultrason gücü, boyama, yıkama, enzimatik hidrofilleştirme gibi alanlarda kullanılmaktadır. Ultrason yıkama banyosu içindeki çözeltiye hareket kazandırarak kirletici maddelerin temizlenmesini arttırmaktadır (Hurren 2010).

Ultrasonik enerjinin, yalnızca temizleme özelliğinden yararlanılarak, reaktif boyarmaddelerle boyama sonrası yapılan yıkama işlemlerinde kullanıldığı bir çalışmada, ultrasonik yıkamada su tüketiminin yarı yarıya azaldığı, işlem süresinin kısaldığı ve enerji tasarrufu sağladığı belirtilmektedir (Koçak ve Merdan 2002).

Literatürde yer alan başka bir örnekte; pamuk lifinin dispers boyarmadde ile boyanması sonrası yapılan yıkamalarda kumaşın ultrasonik işlem sırasında gösterdiği değişimler izlenmiş, periyodik olarak boyarmaddeleri içeren kavitasyon baloncukları oluştuğu, bunların büyüdüğü ve bir süre sonra kumaş üzerinden sıvı ortama yöneldiği gözlenmiştir. Bu çalışmada dispers boyarmadde pamuklu kumaşa herhangi bir kimyasal bağ ile bağlanmadığı için, ultrasonik etkiyi daha iyi gözlemlemek için seçilmiştir.



**Şekil 2.12.** Ultrasonik işlem sırasında ultrasonik başlık üzerindeki boyarmaddelerde kavitasyon ile sağlanan yönelmeler (görüntüler arası geçen zaman 500 mili san.) (Moholkar 2002)

Şekilden de görülebileceği gibi oluşan kavitasyon baloncukları sıkışma fazında kumaş yüzeyine ulaşmakta, seyrelme fazında ise karşılaştıkları gittikçe artan akustik basıncın etkisi altında, başlangıç büyüklüklerine göre değişen sürelerde patlamaktadırlar. (Moholkar 2002).

### 2.3.4. Boyama işlemlerinde ultrason teknolojisinin kullanımı

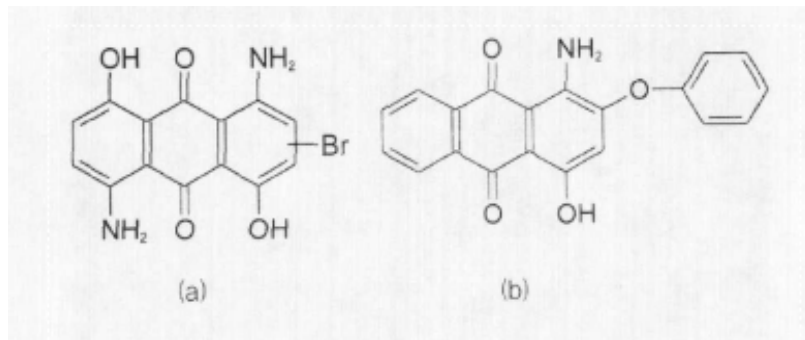
Tekstil materyallerinin boyanması, birçok çalışmanın konusunu teşkil etmiştir. Ultrason destekli boyamalarda gözlenen gelişmeler kavitasyon olayına yorulmuş ve sonuç olarak şu mekanik etkiler ortaya çıkmıştır:

1. Dispersiyon (göreceli olarak yüksek moleküler kütleli agregatları parçalama)
2. Gaz uzaklaştırma (lif kapillerlerinden gelen tutulmuş veya çözülmüş havanın atılması)
3. Difüzyon (lif içerisine boyarmadde difüzyon hızını artırma)
4. Sıvının şiddetli bir şekilde karıştırılması

Boyarmadde molekülleri çözeltide agregat oluşturma eğilimindedir ve bu eğilim boyarmaddenin moleküler kütesinin göreceli olarak artışıyla yükselir. Fakat yüksek sıcaklıklar agregatların parçalanmasına neden olur. Ultrasonik enerjinin çözeltideki boya agregatların parçalanmasına neden olduğu ve böylece boyarmaddelerin moleküler halde kalmasını sağladığı çok iyi bilinmektedir (Vajnhandl ve ark. 2007).

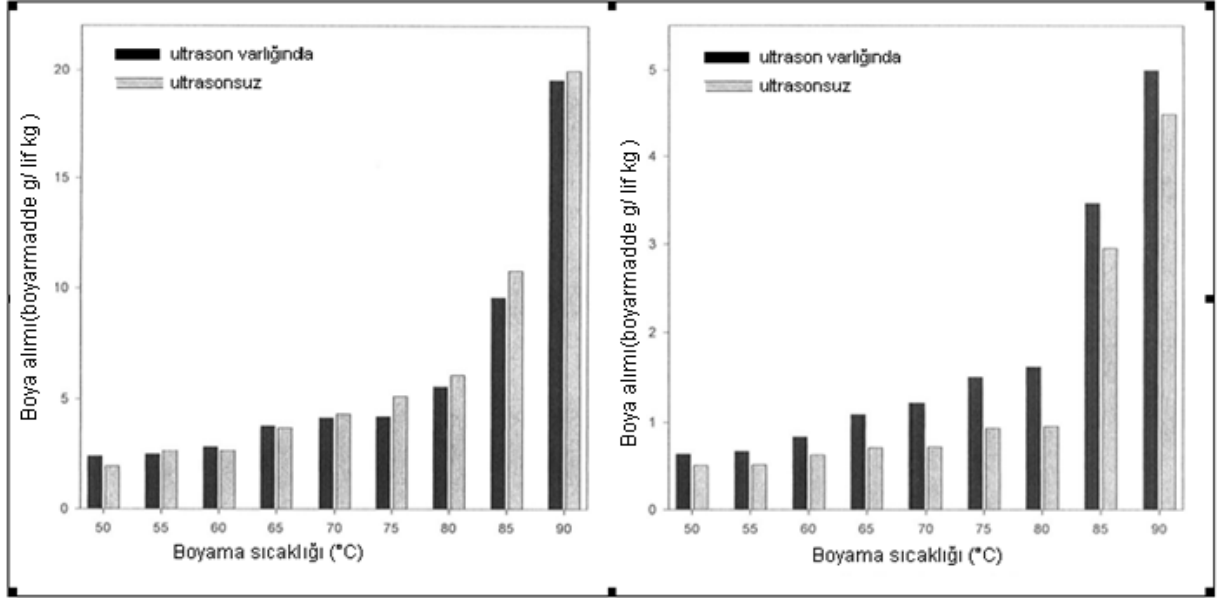
Ultrasonun boyama proseslerinde kullanılabilirliği üzerine çalışmalar da bulunmaktadır.

Ultrasonun polietilen tereftalat (PET) liflerinin dispers boyarmaddelerle boyanmasına etkisinin araştırıldığı bir çalışmada C.I. Disperse Red 60 (DR60) ve C.I. Disperse Blue 56 (DB56), boyarmaddeleri kullanılmıştır.



Şekil 2.13. Dispers boyaların yapısı a) DB 56 b) DR 60 (Lee ve ark. 2003)

DB 56 boyarmaddesi ile boyamada ultrasonlu ve ultrasonuz boyama kinetiği karşılaştırıldığında, ultrasonla boya alımı ve boyanma hızında anlamlı bir artış görülmemiştir. PET lifleri ultrasonla DB 56 ile boyandığında partikül boyutunda ve boyama davranışında hiçbir değişiklik olmadığı görülmüştür.



(a)

(b)

**Şekil 2.14.** a)DB56' nın ultrason varlığında ve yokluğunda boya alımı  
b)DR60' in ultrason varlığında ve yokluğunda boya alımı (Lee ve ark. 2003)

DR 60 için 80 °C üzerindeki sıcaklıklarda boya alımı ve boyanma hızının oldukça arttığı gözlenmiştir. Boya alımındaki artış lifin camlaşma geçiş sıcaklığında gerçekleşmektedir. Bu nedenle boya alımındaki artışın sıcaklık arttığında zincir segmentlerinin hareketinin artmasından ve boyanın daha küçük parçalara ayrılmasından dolayı olduğu tespit edilmiştir. DB 56 ile sonuçlar karşılaştırıldığında ultrasonik enerjinin, boya alımı ve boyanma hızı üzerinde DR 60 gibi daha kristalin boyalarda çok derin bir etkiye sahip olduğu ispat edilmiştir. PET liflerinin boyanmasındaki etkinin büyük kısmı boya partiküllerinin boyutuna bağlı olduğu sonucuna varılmıştır (Lee ve ark. 2003).

Shukla ve arkadaşları, düşük sıcaklıklarda katyonik, asit ve metal kompleks boyarmaddelerle ipek kumaşın boyanmasını incelemişler ve boya alımını konvansiyonel yöntemle karşılaştırmışlardır. Sonuç olarak bütün boya çeşitleri için ipek kumaşın düşük

sıcaklık (45 °C ve 50 °C) ve kısa sürede (15 dakika) ultrasonik ortamda boyandığında, 85 °C' de 60 dakikalık konvansiyonel boyamaya göre daha fazla boya aldığı sonucuna varmışlardır. Konvansiyonel boyamalara kıyasla boyarmadde çekimi % 3 artmıştır. Boyarmadde çekimindeki bu artış, ultrasonun boyarmadde agregatlarını parçalamasından kaynaklandığı belirtilmiştir. Ayrıca kavitasyonun neden olduğu görünür bir lif zararı olmadığını belirtmişlerdir (Shukla ve Mathur 1995).

Ultrasonik enerji kullanılarak reaktif boyarmaddelerle yapılan boyamalara ait diğer bir çalışmada, boyama sonrasında yapılan yıkama işlemlerinde yıkama flottelerine transfer edilen toplam boyarmadde miktarını düşürdüğü ve haslık özelliklerini etkilemediği ifade edilmektedir (Duran ve ark. 2007).

Pamuklu kumaşların direkt boyarmaddelerle ultrasonik enerji kullanılarak boyanmasının incelendiği bir çalışmada, ultrasonun düşük sıcaklıklarda boyamada büyük bir etkiye sahip olduğunu ve buna ilave olarak konvansiyonel yöntemle karşılaştırıldığında enerji ve tuz miktarında önemli bir azalma olduğunu belirtmişlerdir (Mock ve ark. 1995).

İki farklı direkt boyarmaddenin kinetik değişkenlerine bağlı olarak ultrasonik ve konvansiyonel yöntemlere göre yapılan boyamalara ait difüzyon katsayılarının incelendiği diğer bir araştırmada, ultrasonik yöntemde, kavitasyona bağlı olarak difüzyon katsayısının daha yüksek olduğu ifade edilmektedir (Duran ve ark. 2007).

Literatürde yün liflerinin ultrasonik ortamda boyanmasına ilişkin çalışmalar da yer almaktadır. Lak doğal boyası ile yünün ultrasonlu ve ultrasonsuz ortamda boyandığı çalışmada ultrasonik ortamda yün liflerinin boya alımının arttırdığına değinilmektedir. Ultrasonik enerji kullanımının, kısa işlem süresi ve enerji tasarrufu sağlamasının yanı sıra boya flottesinde yer alan büyük molekülü boyarmadde agregatlarını parçalayarak banyoda homojen bir dispersiyon dağılımını sağladığına, banyodaki çözünmemiş gazların ve lifler arasında bulunan havanın uzaklaştırılmasına yardımcı olduğuna dolayısıyla lif/boyarmadde etkileşiminin arttığına, boyarmaddenin lif içerisine difüzyonunun arttığına değinilmektedir (Kamel ve ark. 2005).

Literatürde yer alan diğer bir çalışmada PA/Lycra karışımı kumaşların reaktif boyarmaddelerle boyanmasında ultrasonik enerjinin kullanımı incelenmiştir. PA/Lycra karışımı kumaşlar, farklı kromofor ve reaktif gruplar içeren 3 farklı boyarmadde ile konvansiyonel ve ultrasonik boyama teknikleri ile boyanmıştır. Sonuçlardan ultrasonun boya alımına olumlu etkisi olduğu, boyamadan sonraki yıkamalarda ise ultrasonik olarak boyanmış kumaştan banyoya daha fazla boyarmadde geçtiği gözlemlenmiştir (Merdan ve ark. 2004).

Naylon 6,6' nın ultrasonik ortamda reaktif boyarmadde ile boyanmasına ilişkin bir çalışmada, Naylon 6,6' nın konvansiyonel yöntemle göre ultrasonik ortamda daha verimli bir şekilde boyandığı belirtilmiştir. Boyama, boyarmaddenin lif yüzeyine adsorbsiyonu ve oradan da lif içerisine difüzyonu olmak üzere iki adımdan oluşmaktadır. Yapılan denemeler neticesinde naylon 6,6' nın boyanmasında, boyamanın ilk 20 dakikasında ultrasonik ve konvansiyonel boyama arasında bir fark görülmez iken, ultrasonun difüzyon adımında fark yarattığı belirlenmiştir. Hatta ilk 20 dakikada boyarmadde alımı açısından ultrasonik boyamanın daha kötü olduğu gözlemlenmiştir. Bunun nedeni olarak; ilk dakikalarda ultrasonun ortamdaki gazı uzaklaştırmaya çalışması, boyarmadde agregatlarını parçalamaya çalışması düşünülmüştür. Ayrıca konvansiyonel ve ultrasonik olarak ön terbiye işlemine sokulmuş ve X-ray görüntüleri yorumlanmıştır. Sonuç olarak, ultrasonik işlem sonrası konvansiyonele göre lif yapısının daha kristalin yapıda olduğu bulunmuştur (El-Shishtawy ve ark. 2003).

Düşük frekanslı ultrasonik ortamda dispers, asit, asit-mordan ve reaktif boyarmaddeleri ile naylon 6' nın boyanmasında boyama hızı artıp, aktivasyon enerjisi azalmaktadır. Bu arttırıcı etkinin, boyarmadde-lif arasındaki bağ fiksajını destekleme olasılığı olan ve daha iyi boya difüzyonuna neden olan boyarmadde degradasyonuna dayandığı tahmin edilmektedir (Vajnhandl ve ark. 2007).

Ultrasonik enerji kullanılarak yapılan çalışmalardan biride keten kumaşların reaktif boyarmaddelerle boyanması üzerinedir. Keten kumaşların reaktif boyarmadde ile boyanmasında ultrasonun düşük sıcaklıklarda boyamanın daha etkili olmasını sağladığı ayrıca konvansiyonel yöntemle karşılaştırıldığında ultrason varlığında keten kumaşın

çok daha iyi boyanma özelliği gösterdiğini belirtmişlerdir. Buna ilave olarak daha iyi haslık özellikleri elde edilmiştir (Ahmed ve ark. 2007).

Poliamid mikrolifin reaktif boyarmaddeler ile boyanmasında, boyama kinetiklerinin incelendiği bir araştırmada ultrasonik enerjinin kullanıldığı yöntemin boyarmaddelerin % fiksaj değerine olumlu etkisi ile daha az boyarmadde ve kimyasal madde tüketimini sağlaması sonucu, daha ekonomik boyamalar elde edilebildiği belirtilmiştir. Ayrıca ultrasonik enerjinin kullanılması ile daha az madde ile daha iyi koruma sağlanabildiğinden hem ekonomik hem de çevre açısından alternatif bir yöntem olduğu düşünülmektedir (Merdan ve İnancı 2010).

Tekstilde boyama proseslerinde ultrason pek çok avantaj sağlamaktadır. Yapılan çalışmalarda ultrasonik boyamanın şu avantajları sağladığı belirtilmektedir;

- Daha düşük işlem sıcaklığında ve daha kısa işlem süresinde gerçekleştirildiğinden enerji kazancı sağlanmaktadır,
- Yardımcı kimyasallar daha az tüketildiğinden çevre dostudur,
- Süre kontrolü ile renk derinliği kontrol edilebilmektedir,
- İşlem maliyetleri daha düşüktür, böylece sektörde rekabet gücünün artmasını sağlar.

Ultrasonik işlemde şu mekanizmalar yer almaktadır;

- Suda lifin şişmesinin artması,
- Lifin camlaşma noktası sıcaklığının azalması (amorfların genişlemesi),
- Polimer içinde boyarmadde molekülünün difüzyon katsayısının artması,
- Lif/boyarmadde oranı katsayısının artması,
- Sınır tabaka kalınlığını azaltarak boyarmadde moleküllerinin lif yüzeyine hareketinin gelişmesi,
- Flottedeki yüksek moleküler ağırlıktaki agregatların parçalanması (Beckham ve ark. 1996).

Ultrasonik dalgalar tekstil boyama prosesine tatbik edildiğinde, kavitasyona etki ettiği görülmektedir. Bu etki flotte içerisindeki boya ve kimyasal partiküllerinin su içerisinde



pulvarize olması ve boyanacak malzemeye daha kısa sürede daha etkili bir biçimde tutulması şeklinde görülmektedir. Bu durumda çok daha kaliteli boyama çok daha kısa sürede gerçekleşmektedir. Aynı boyama daha az zamanda yapılacağı için, daha az enerji harcanacak, daha az kimyasal ve boya kullanılacak, daha az atık boya ve kimyasal olacağından dolayı da daha az çevre kirliliği olacak ve arıtma maliyetleri de aynı oranda azalacaktır (Duran ve ark. 2007).

## **2.4. Ultrasonun Enzimatik İşlemlerle Kombine Edilerek Terbiye İşlemlerinde Kullanımı**

### **2.4.1. Tekstil terbiye işlemlerinde kullanılan enzimler**

Enzimler doğada yaşayan tüm canlı organizmaların temelini oluşturan proteinlerdir. Bunlar; uzun peptid bağlarıyla birbirine bağlı amino asitler şeklinde olup, yaşayan hücrelerde bulunmaktadır. Diğer kimyasal bileşikler gibi enzimler de canlı değildir (Duran ve Korkmaz 1999).

Enzimler katalizör olarak, kimyasal reaksiyonları hızlandırmada ve bir molekülü diğer bir moleküle dönüştürmede kullanılır. Bu işlevi az bir miktar enzim kendisi değişikliğe uğramadan yerine getirir. Enzimlerin katalitik özellikleri pek çok etki nedeniyle yavaşlayabilir. Isı, kuvvetli asit ve bazlar, denatüre edici ajanlar aktivite kaybına neden olur (Sarışık 2001).

Enzimler, substratlardan (reaksiyona giren maddeler) bir ya da daha fazlasına geçici olarak bağlanarak kataliz etkisi gösterir. Reaksiyonun meydana gelmesi için gerekli aktivasyon enerjisini düşürerek reaksiyonun olağandan daha hızlı gerçekleşmesine yardımcı olurlar.

Tekstil terbiye işlemlerinde enzimler reaksiyonu hızlandırmaları, yalnızca özgül substratlara etkili olabilmeleri, kullanımlarının ve kontrol edilebilirliklerinin kolaylığından dolayı yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır (Temoçin 2006).

**Çizelge 2.1.** Tekstil terbiyesinde kullanılan enzimler (Temoçin 2006)

Enzim	Orijini	Kullanım Alanı
Amilaz	Bakteri veya mantar	Nişasta haşılının sökülmesi
Selülozaz	Mantar veya bakteri kültürü	Selülozik liflerin üst yüzey modifikasyonu
Pektinaz	Bitki kültürü	Selülozik liflerin kaynatma işlemi
Proteaz	Bakteri veya mantar	Hayvansal liflerin yıkanması, ipekten serisinin uzaklaştırılması, yünün üst yüzey modifikasyonu
Katalaz	Mantar veya bitki kültürü	Ağartma sonrası hidrojen peroksidin uzaklaştırılması
Lakkaz	Bitki ve mantar kültürü, Bakteri ve böcekler	Renk giderimi, ağartma

Nişasta haşılının sökülmesi için amilaz enzimlerinin kullanımı en eski enzim uygulamalarındandır. Bunun dışında enzimler hidrofilleştirme işleminde doğal yağ, vaks, pektin ve protein gibi safsızlıkları pamuk yüzeyinden uzaklaştırmada (selülozaz, pektinaz ve lipaz), biyofinishing işleminde (lif uçlarını uzaklaştırmak ve boncuklanmayı önlemek için), biyolojiktaşıma işleminde (denim kumaşların yumuşatılması ve ağartılmasında) ve ağartma işleminde kullanılmaktadır (Yachmenev ve ark. 2002).

Enzimatik ağartma için 3 farklı yaklaşım izlenmektedir. Birincisi, lignin ve hamur özü ağartmasında kullanılan lakkaz/moderatör bileşikler incelenmektedir. Yöntemlerden ikincisi, enzimatik ağartmada peroksidaz enzimlerinin kullanılmasıdır. Bu enzimler, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> gibi çok çeşitli oksidasyon maddelerini aktive edebilmektedirler. Çabuk yitirdikleri için yeterli beyazlık sonuçları elde edilememiştir. Üçüncü yöntem glikoz oksidaz enzimleri sayesinde glikoz ve oksijenden H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ve glukonik asit oluşması esasına dayanmaktadır (İnkaya ve ark. 2007). Enzimatik yöntemle H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>' in elde edildikten sonra bu çözelti pamuklu kumaşların ağartılmasında kullanılır. Glikoz oksidaz kullanılarak yapılan enzimatik ağartmalarda, kimyasal ağartma yöntemine yakın sonuçlar elde edilmiştir. Genellikle banyoda 500-600 mg/l H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> olması, yeterli derecede beyazlık elde edilmesini sağlamaktadır. Bu sistemde, yeterli miktarda H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> üretilmesi için gerekli glikoz oksidaz ve glikoz miktarları çok iyi ayarlanmalıdır, çünkü banyoda gerekli olandan daha fazla H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> üretilmesi beyazlık derecesini arttırmamaktadır. Üretilen H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>' in fazlası reaksiyon esnasında üretilen glukonik asit tarafından stabilize edilmektedir. Glikoz oksidaz enzimleri, şeker yüklü tekstil ön işlem

atık sularının değerlendirilmesi açısından en parlak yöntemdir (Buschle-Diller ve ark. 1999, Tzanko ve ark. 2002).

#### **2.4.2. Tekstil terbiye işlemlerinde ultrasonun enzimatik işlemlerle kombine edilerek kullanımı**

Tekstil prosesleri için yüksek spesifiklikteki enzimlerin geliştirilmesi ile tekstil sektöründe enzim kullanımı, her geçen gün daha da popüler hale gelmektedir. Tekstil yaş işlemlerinde enzimler, selüloz tarafından selülozun, pektinaz tarafından pektinlerin ve amilaz tarafından nişastanın hidrolizi gibi kompleks kimyasal reaksiyonları hızlandırarak katalizör gibi davranmaktadır.

Katalizör etkisi gösterdiklerinden çok az enzim konsantrasyonları bile yeterli olabilmektedir, işlem şartları uygun olduğunda enzimler, hidroliz reaksiyonunu işlem süresince birçok kez tekrarlayabilmektedir. Enzim kullanımı ile geleneksel metotlarla karşılaştırıldığında önemli oranda su, enerji ve kimyasal madde tasarrufu sağlanmıştır. Enzimatik biyo-işlem sonrası elde edilen atık su, biyolojik olarak parçalanabilmekte ve çevreye hiçbir zarar vermemektedir. Bütün bu avantajlarının yanında enzimatik işlemlerin tekstil endüstrisindeki kullanımını sınırlayan bazı sakıncaları da vardır. Bunlar maliyetlerinin yüksek olması ve reaksiyon hızının nispeten düşük olmasıdır (Yachmenev ve ark. 2002).

Ancak ultrason teknolojisi bu kusurların azaltılmasına yardımcı olmaktadır. Ultrasonik enerjinin enzimatik işlemlerle beraber kullanımıyla kumaş mukavemetini olumsuz etkilemeksizin enzim aktivitesinde önemli oranda artış sağlanmaktadır.

Ultrason insan duyma sınırının üzerindeki ses dalgalarıdır. Sıvı içindeki bu yüksek frekanslı ses dalgaları kavitasyona yol açmaktadır. Kumaş enzimatik bir çözelti içinde olduğunda oldukça büyük olan enzim molekülleri lif yüzeyine tutunacaklardır. Biyolojik taşlama, kaynatma gibi enzimatik reaksiyonlar, enzim katı ve sıvının birleştiği sıvı/katı ara yüzeyine ulaştığında başlayacaktır. Ancak bu olay enzimlerin büyük molekül yapısından dolayı biraz zaman almaktadır. Bu hacimli moleküller hızlı

bir şekilde bu ara yüzeye ulaşamamaktadırlar ve lif içine penetrasyonları da zorlaşmaktadır. Enzimlerin bu sıvı engelini aşarak ulaşımını hızlandırmanın en iyi yolu da sıvıya bir hareket, sirkülasyon kazandırmaktır. Ultrason bu amaç için kullanılabilir. Ultrason sıvı içinde kavitasyon baloncukları oluşturur ve bu baloncukların patlamasıyla kısa fakat şiddetli, şok dalgaları oluşur ve bu şok dalgaları da mükemmel bir harekete geçirme mekanizması olarak görülmektedir.

Ultrasonik enerji ile enzimlerin büyük, kararsız molekül yapılarının parçalanmaması için ultrason enerjisi uniform bir şekilde ve düşük enzim konsantrasyonlarında uygulanmalıdır. Enzimatik işlemlerin ultrasonik enerji ile desteklenmesi sonucu kısa işlem süreleri, pahalı enzimlerin daha az miktarlarda kullanımı, daha az lif zararı ve daha uniform prosesler sağlanmıştır (Duran ve ark. 2003).

Ultrasonun enzimatik işlemlerle kombine edilerek kullanıldığı çalışmalar;

Yachmenev ve ark. (2004) asidik ve alkali pektinaz enzimleri ile biyokaynatma ve ultrasonu kombine ettikleri çalışmalarında ultrason varlığında enzim etkinliğinin önemli ölçüde arttığını aynı zamanda pamuk kumaşın mukavemetinde herhangi bir düşüş olmadığını belirtmişlerdir. Elde ettikleri sonuçlardan pamuk kumaşın biyokaynatma işleminde alkali pektinaz enziminin asidik pektinaz enziminden daha etkili olduğunu ve daha iyi hidrofilite ve beyazlık sağladığını bulmuşlardır. Pektinaz enzimi ile hidrofilleştirme işleminin en önemli dezavantajı konvansiyonel yöntemle göre daha uzun işlem sürelerinde gerçekleştirilmesidir ancak ultrasonik enerji kullanılarak işlem sürelerinin kısaltılabildiğini belirtmişlerdir. Sonuç olarak pahalı enzimlerin tüketimi, atık su miktarı, enerji tüketimi ve genel işlem maliyetlerinin önemli ölçüde azaltılabildiğini tespit etmişlerdir.

Karaboğa ve ark. (2007) haşıl sökme, haşıl sökme ve biyokaynatma aynı banyoda ve haşıl sökme ve biyokaynatma işlemlerini ultrasonlu ve ultrasonsuz ortamda enzimatik olarak yaparak ultrasonun etkisini araştırmışlardır. Yapılan bu çalışmada 152 g/m<sup>2</sup> ağırlığında % 100 pamuklu dokuma kumaş kullanılmış ve bütün işlemler 25 kHz frekansındaki ultrasonik dalgalarla ultrasonik tankta gerçekleştirilmiştir. Amilaz enzimi

ile haşıl sökme işlemi ya da pektinaz ile hidrofilleştirme işlemi yapılırken ultrason işlemi uygulandığında haşıl sökme derecesi ve kumaşın hidrofilitesi, ultrason uygulanmadığı duruma göre belirgin bir şekilde arttığını yani ultrason varlığında enzimlerin etkinliğinin arttığını tespit etmişlerdir. Bu ultrasonun büyük moleküllü enzimleri harekete geçirme mekanizması ve flotleden kumaşa ve kumaştan flotteye olan çift yönlü kütle transferini desteklemesi özelliğinden yararlanarak mümkün olmuştur. Ultrason aynı banyoda yapılan işlemlerde uygulandığında elde edilen iyi sonuçlar neticesinde herhangi bir ara işleme gerek kalmadan aynı banyo ile işleme devam etmenin mümkün olduğunu belirtmişlerdir. Böylece daha az su, enerji ve zaman tüketileceğini ve daha az atık üretileceğini bulmuşlardır.

Yapılan diğer bir çalışmada, lakkaz enziminin pamuklu kumaşları ağartma etkinliğini arttırmak için ultrason kullanılmıştır. Sonuçlar tek başına lakkaz kullanıldığında ultrasonlu ve karıştırmalı denemelerin her ikisinde de kumaşın beyazlıklarında bir artış olmadığını göstermiştir. Enzimatik işlem sonrasında kumaşın beyazlıklarında artış olmadığı gibi düşüşlerin olduğu görülmüştür. Lakkaz enzimi ile işlem görmüş bu kumaşlara daha sonra konvansiyonel peroksit ağartma yapıldığında, düşük güçte (7 W) ultrasonik enerji varlığında lakkaz ile işlem görmüş kumaşların beyazlığının daha yüksek olduğu bulunmuştur. Lakkazın deaktivasyonunu azaltmak için stabilizatör (PVA) kullanılmıştır. PVA stabilizasyon etkisinin yanı sıra tekstil substratının oksidasyonunu engelleyici etki de göstermiştir. Sonuç olarak ultrasonun lakkaz ile önışleminin peroksit ağartmasında pamuğun beyazlığında olumlu etkisinin olabileceği bildirilmiştir. Biyokataliz ile ultrasonun iyi bir sinerji oluşturduğu belirtilmiştir (Basto ve ark. 2007).

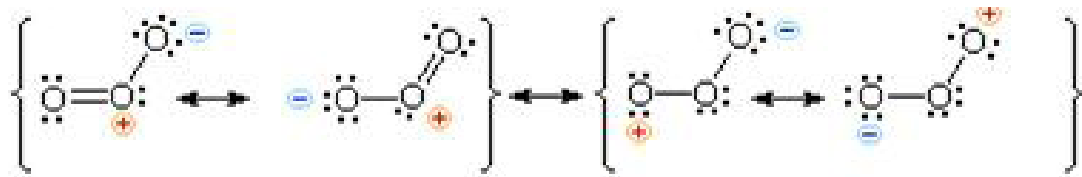
Lakkaz enzimi ile yapılan diğer bir çalışmada ise, ultrason varlığında ve yokluğunda enzimatik hidrofilleştirme yapılmış keten kumaşa hidrojen peroksit ve lakkazın kombine kullanımı ile oluşan ağartma etkisi değerlendirilmiştir. Lakkaz ve hidrojen peroksidin kombine kullanıldığı ağartma işleminde beyazlık değerleri, kumaş mukavemeti, reaktif ve katyonik boyalar ile boyanma etkinliği ve boyama kinetiği incelenmiştir. Sonuçlar keten kumaşın lakkaz ve hidrojen peroksidin kombine kullanılmasıyla yapılan ağartma işleminde ultrasonun etkili bir teknik olduğunu

göstermiştir. Ultrasonun varlığında ve yokluğunda lakkaz-hidrojen peroksit kombine ağartma işlemini etkileyen faktörler incelendiğinde ultrasonun keten kumaşın beyazlığını arttırmada etkili bir yöntem olduğu görülmüştür. Bu işlemin proses sırasında enerji tasarrufu, düşük enzim ve hidrojen peroksit konsantrasyonu, lakkaz ile hidrojen peroksit işleminin aynı banyoda yapılabilme imkanı gibi ekonomik avantajlara ilave olarak reaktif ve katyonik boyalar için daha yüksek boya alımı sağladığı ve daha iyi bir çevresel etki sunduğu belirtilmiştir (Abou-Okeil ve ark. 2009).

## 2.5. Ultrasonun Ozonlama İşlemi ile Kombine Edilerek Terbiye İşlemlerinde Kullanımı

### 2.5.1. Ozonun özellikleri

Ozon (O<sub>3</sub>) oksijenin üç atomlu bir allotropudur ve 2,07 V oksidasyon potansiyeline sahiptir. Bu değer tekstil sektöründe en yaygın kullanılan oksidasyon maddelerinden hidrojen peroksidin 1,77 V olan oksidasyon potansiyelinden daha yüksektir. Endüstriyel olarak ozon eldesi için başlıca iki metot 185 nm’ de UV kullanımı ve “Corona Discharge” olarak bilinen dielektrik metottur. Ozonun yarı ömrü suda 20 °C’ de 20 dakika, havada ise 3 gündür. Ozonun sudaki çözünürlüğü gaz fazındaki ozonun konsantrasyonu ve sıcaklık ile doğru orantılı olarak değişmektedir (www.ozoneapplications.com).



**Şekil 2.15.** Ozon molekülünün rezonans yapısı (Küni 2009)

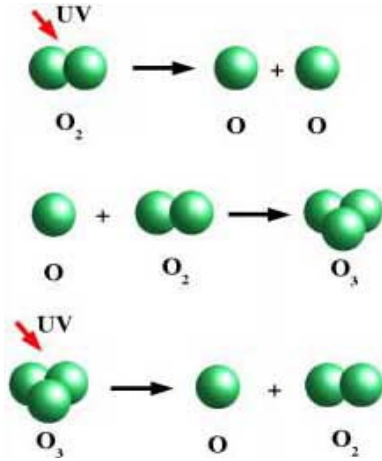
Ozon mavi renkli, 2,14 kg.m<sup>-3</sup> (0 °C, 101 kPa) yoğunluğunda, solunumu tehlikeli, kuvvetli, keskin kokulu bir gazdır. -112 °C’ de sıvılaşıyor indigo mavisi renginde son derece kararsız bir sıvı verir. Suda oksijenden daha çok çözünür, gerek terebentin esansı, gerekse diğer organik esanslar tarafından soğurulur (Küni 2009).

**Çizelge 2.2.** Ozonun fiziksel özellikleri (Iglesias 2002)

Fiziksel Özellik	Değer	Fiziksel Özellik	Değer
Moleküler Ağırlık	48,0 g/mol	Yoğunluk, gaz (0 °C, 101 kPa)	2,144 kg.m <sup>-3</sup>
Kaynama Noktası (101 kPa)	-111,9 °C	Yoğunluk, sıvı (-112 °C)	1358 kg. m <sup>-3</sup>
Erime Noktası	-192,7 °C	Viskozite, sıvı (-183 °C)	1,57*10 <sup>-3</sup> Pa.s
Kritik Sıcaklık	-12,1 °C	Buharlaşma sıcaklığı	15,2 kJ.mol <sup>-1</sup>
Kritik Basınç	5,53 Mpa		

### 2.5.2. Ozonun doğada oluşumu

Ozon doğada iki şekilde oluşur. Bu oluşumlardan ilki, güneşten gelen yüksek enerjili ultraviyole radyasyonun (görünür ve uzun dalga boyulu) etkisiyle olmaktadır. UV' nin etkisiyle atmosferde oksijen molekülü (O<sub>2</sub>) parçalanarak, serbest oksijen atomu haline dönüşmektedir. Daha sonra bu serbest haldeki oksijen atomları (O) yine ultraviyole radyasyonunun etkisiyle oksijen molekülüyle (O<sub>2</sub>) birleşerek ozon molekülünü (O<sub>3</sub>) oluşturmaktadırlar. Yüksek enerjili ultraviyole radyasyonu (UV) ozonun hem oluşumunda, hem de parçalanmasında tek başına etken bir rol oynamaktadır.



**Şekil 2.16.** Ozonun oluşum şeması (Perincek 2006)

İkinci oluşum yolu ise, yıldırım sırasında oluşan yüksek voltajlı elektrik boşalımı ile gerçekleşmektedir. Her yıldırım ve sağanak sonrasında taze ve temiz bir koku fark edilir. Bu koku havada oluşan ozonun kokusudur (Perincek 2006).

### **2.5.3. Ozonun kullanım alanları**

Ozon ilk olarak 1893 yılında Hollanda' da içme suyunun arıtılmasında kullanılmıştır. Daha sonra Avrupa' da yaygınlaşan içme suyu arıtmada su kullanımı sonrasında ABD' de de kullanılmaya başlamıştır (Duran ve ark. 2006b).

Bugün ozon; kağıt endüstrisinde odun hamurunun ağartılması, atık suların temizlenmesi ve toksik atıkların giderilmesi, gıda sanayisi sularının dezenfeksiyonu ve otel odaları, gemiler, arabalar ve yangın dumanına maruz kalmış yapılarda hava temizliği ve koku giderimi amacıyla kullanılmaktadır. Ozon havuzların dezenfeksiyonunda da kullanılmaktadır. Tekstil sektöründe ozon denim yıkamasında endüstriyel kullanım bulmuştur.

#### **2.5.3.1. Ozonun tekstilde kullanımı**

##### **2.5.3.1.1. Ağartmada ozon kullanımı**

Ozonla ağartma işlemi, yıkama sektöründe sıkıntı yaratan toksik etkisi bulunan kimyasalların ortadan kalkması, sodyumhipoklorit yerine kullanılması açısından oldukça önemlidir. Ayrıca sodyumhipoklorit ile renk açmaya oranla daha güvenilir ve hiçbir risk olmamasından dolayı çok daha önem kazanmaktadır (Perincek 2006).

Günümüzde ozon yaygın olarak denim mamullerin yıkanması sırasında oluşan ve sıklıkla karşılaşılan problemlerden biri olan geri boyama problemini giderme amacıyla kullanılmaktadır. Denim mamullerin yıkanması sırasında ceplik, etiket gibi aksesuarların banyodaki indigo boyarmaddesi ile kirlenmesi ve banyodaki indigo boyanın mamul üzerine çökerek beyaz olan atkı ipliklerinin kirlenmesine ve mamul görünümünün bozulmasına neden olan geri boyama problemi kuru ortamda tamburlu yıkama makinelerinde ozon gazı ile 5-10 dakika gibi kısa bir işlem süresinde etkili şekilde giderilebilmektedir (Perincek 2006).



Prabaharan ve Rao (2001) yaptıkları çalışmada belirli miktarda nemlendirilen pamuklu kumaşa ozon gazı püskürterek ağartma gerçekleştirmişlerdir. Elde ettikleri sonuca göre pamuğun ozonlanmasında belli bir nemin bulunmasının önemli olduğunu ve pH 7' nin altında çalışarak daha iyi sonuçların alınabileceğini belirtmişlerdir.

Pamuğun ozon gazı ile ağartılmasının araştırıldığı diğer bir çalışmada, ozon konsantrasyonunun, pH' ın, sıcaklığın ve işlem süresinin ozonlama işlemine etkisi araştırılmıştır. Oda sıcaklığında nötr veya asidik ortam pH' larında daha iyi beyazlık elde edildiğini bildirmişlerdir. Ayrıca konvansiyonel ağartma işlemi ile karşılaştırıldığında ozonlama işlemi ile aynı ve hatta daha beyazlık değerleri gözlenmiştir (Perincek ve ark. 2007).

Başka bir çalışmada ise oksidatif bir madde olan ozonun pamuğun lakkaz enzimleriyle ağartılmasında enzim aktivitesine ve beyazlığına etkisi incelenmiştir. Beyazlık ölçümleri neticesinde tek başına lakkaz kullanımının beyazlıkta bir artış göstermediği görülmüştür. Lakkaz ağartma banyosuna ozon gazı beslenmesi durumunda beyazlık değerinin arttığı ancak tek başına ozon beslenmesi durumunda beyazlık değerinin daha yüksek olduğu belirtilmiştir. Sonuç olarak ozonun tek başına kullanılması durumunda sağlanan beyazlığın lakkaz ozon kombinasyonundakinden yüksek olması sağlanan beyazlık etkisinin ozon kaynaklı olduğunu göstermiştir. Banyoda lakkaz bulunması durumunda ozonun bir kısmının enzim tarafından tüketildiği ve neticesinde beyazlığın daha düşük olduğu sonucuna varılmıştır (Eren ve ark. 2009).

Ozon kullanımı yeni ve çevre dostu bir teknoloji olarak, diğer liflerde olduğu gibi yün liflerinin terbiyesinde de denenmeye başlanmıştır. Yapılan bir çalışmada, yeni teknolojilerden birisi olan ozon kullanımı ile yünlü kumaşların beyazlık derecesi ile ilgili olarak optimum işlem koşulları bulunmaya çalışılmış ve bazı özellikler açısından konvansiyonel ön terbiye yöntemleri ile kıyaslamalar yapılmıştır. Yünlü kumaşın belli bir nem oranında ozonla işleme sokulması gerektiği bulunmuştur. Ozonla işlem süresi arttıkça beyazlık derecesinin arttığı ve sıcaklık arttıkça kumaşların beyazlık derecelerinin düştüğü tespit edilmiştir. Asidik pH' larda beyazlık derecesinin daha iyi

olduđu bulunmuřtur. Fakat alıřılan hibir kořulda konvansiyonel yntemlerle elde edilen sonulara ulařılamamıřtır (Glmser ve ark. 2009).

Ađartmada ozon gazı kullanımının bařlıca avantajları: ozon oda sıcaklıđında etkin olduđu iin enerji tasarrufu, ozonlama her pH deđerinde etkin olduđu iin pH ayarı kimyasallarından tasarruf, daha az kimyasal madde kullanıldıđı ve ozon kendiliđinden dekompoze olduđu iin atık yknde azalma řeklinde nerilmektedir (Eren ve ark. 2008).

#### **2.5.3.1.2. Tekstil boyama atıksularının renk gideriminde ozon kullanımı**

Endstriyel kaynaklı boyarmadde ieren atıksuların arıtımı zordur ve ileri arıtma tekniđi gerektirir. Tekstil atık suları yksek KOİ, pH, sıcaklık ve toksik katı madde ieren endstriyel kirli atıksuların bařında gelmekte ve toksik zelliklerinden dolayı nemli bir evresel problem oluřturmaktadır. Bu tip atıksuların arıtımı, boyar maddelerin yksek konsantrasyonlarda organik boyar maddeler, surfaktantlar, kompleks yapıda organik bileřikler ieren zor ayrıřabilen karmařık kimyasal yapılara sahip olmalarından dolayı zor ve problemlidir (řayan 2005).

Dekolorizasyon alıřmaları iin nerilen bařlıca metotlar aktif kmr kullanımı, flokulasyon, klorlama, ozonlama, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> kullanımı, membran kullanımı řeklinindedir.

Boyarmaddelerin ozonla oksidasyonu ok sayıda arařtırmacı tarafından alıřılmıřtır. Boyalarda renk gideriminde alternatif kimyasal arıtımda en yaygın olarak ozonlama kullanılmaktadır. Ozonlama ile renk gideriminde etkili olan bařlıca faktrler: pH, sıcaklık, mekanik ajitasyon, zelti bileřimi ve ozon dozajı olarak sayılabilir. Ozonlama ile renk giderimi konusunda olduka bařarılı sonular rapor edilmiřtir, bununla birlikte KOİ deđerlerindeki azalma renkteki kadar hızlı olmamaktadır. Arařtırmacılar bazı durumlarda renk tamamen giderildikten sonra ozonlamaya devam ederek KOİ gideriminde daha yksek oranlara ulařmaya alıřmıřlardır (Arslan ve Balcioglu 2000).

Yapılan çalışmalarda, düşük ve yüksek pH' larda nötr ortama göre daha yüksek verim alındığı (Muthukumar ve Selvakumar 2004) mekanik ajitasyonun kütle transferini arttırarak verimi yükselttiği (Lin ve Liu 2003) ve sıcaklığın artmasıyla ozon çözünürlüğünün azalmasına karşın reaksiyon hızının arttığı verimin çok fazla değişmediği görülmüştür (Wu ve Wang 2001). Bunun yanında banyoda bulunabilecek diğer maddelerin, boyama yardımcı kimyasalları ve diğer atık sularla karışma sonucu gelen maddeler, ozonu tüketerek ozonlama verimini düşürdüğü görülmüştür (Arslan ve Balcioglu 2000). Özellikle boyama banyosunda bulunabilecek diğer kimyasal maddelerin ozonlama verimine ve mineralizasyona etkisi konusunda daha fazla çalışmaya gereksinim olduğu görülmüştür. Oksidasyon reaksiyonlarını moleküler ozon ya da ozonun reaksiyonlarıyla oluşan radikal türleri verdiği için ozon dozajı ya da ozonlama süresi arttıkça ozonlama etkinliğinin artacağı açıktır (Sevimli ve Sarıkaya 2002, Oğuz ve ark. 2005, Koch ve ark. 2002, Konsova 2003, Ciardelli ve Ranieri 2001).

### **2.5.3.2. Ultrason ile ozonun kombine kullanımı**

Atıksuların içeriğindeki organik madde, askıda katı madde, nutrient madde ve toksik maddelerin çeşitli arıtma yöntemleriyle istenen düzeye indirgenme gerekliliği son derece önemlidir. İleri oksidasyon prosesleri (İOP), organiklerin oksidatif olarak parçalanması için hidroksil radikallerinin (OH) üretilmesi prensibine dayanan, ortam sıcaklığı ve basınçlı su arıtma işlemleri olarak ifade edilmektedir. Hidroksil radikali (OH), ozon ve hidrojen peroksitten daha hızlı reaksiyona girerek, büyük ölçüde arıtma maliyetlerini ve sistem boyutunu azaltır. Ayrıca OH' radikali güçlü, seçici olmayan bir kimyasal oksidanttır. Bazı buhar fazlı ileri oksidasyon prosesleri, tek oksijenli veya O(1D) olarak adlandırılan baskın oksidasyon türlerine sahiptir. Pek çok ileri oksidasyon prosesinde temel oksidasyon radikali olarak kullanılan hidroksil (OH) radikali, yüksek termodinamik oksidasyon potansiyeline sahiptir. Sonokimyasal oksidasyon (Ultrason/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, Ultrason/O<sub>3</sub> ) gibi kombine ileri oksidasyon proseslerinin yüksek oksidasyon kapasitesine sahip radikal üretimi yapan prosesler olduğu belirtilmektedir. Ozon ve ultrasonun kombine kullanımı ileri oksidatif yöntemler arasında ümit verici yöntemlerdendir. Yalnız ultrason veya ozon ile karşılaştırıldığında daha etkili olduğu ve

daha az enerji kullanıldığı görülmektedir. Ayrıca ikincil kirliliğe yol açmama ve kalıcı kirliliklerin giderilmesinde etkili olma avantajlarına sahiptir (Zhao ve ark. 2010).

Ultrasonun ozonun etkinliğini artırması iki fizikokimyasal mekanizmaya dayandırılmaktadır;

1. Ultrason, serbest radikallerin aktivitesinde artışa sebep olarak ozonu bileşenlerine ayırır.
2. Ultrasonik dalga, ultrasonik dispersiyondan dolayı çözeltide O<sub>3</sub> konsantrasyonunu arttırmaktadır.

Yapılan bir çalışmada ozon ve ultrasonun kombine kullanımı ile reaktif boyarmaddelerin renk giderimi işlemi gerçekleştirilmiş ve hem renk giderimi hem de reaktif materyallerdeki kromofor bağların parçalanma işleminde sinerjik etki sağlanmıştır. Ultrasonun ozonun kütle transferini arttırdığı belirtilmiştir (Ince ve Tezcanlı 2001).

Azo boyaların renk giderimi için ozon ve ultrasonun kombine kullanıldığı diğer bir çalışmada, ultrason gücünün, gaz halindeki ozon konsantrasyonunun, ozon gazının akış oranının, başlangıçtaki boya konsantrasyonunun ve pH' ın azo boyaların renk giderimi üzerindeki etkileri incelenmiştir. Sonuçlardan ozon ve ultrasonun kombine kullanımıyla sinerjik etki elde edildiği görülmüştür. Ayrıca ultrason gücünün, gaz halindeki ozon konsantrasyonunun ve ozon gazının akış oranının artmasıyla renk giderimi değerinin arttığı ancak başlangıç boya konsantrasyonu arttıkça renk giderimi değerinin azaldığı belirtilmiştir. Buna ilave olarak pH ve sodyum karbonatın renk giderimi değeri üzerine çok az bir etkisinin olduğu bulunmuştur. Düşük frekanslı ultrason ile ozonlama işlemlerinin renk giderimini arttırdığı belirtilmiştir (Zhang ve ark. 2006).

### 3. MATERYAL ve YÖNTEM

Tez çalışması kapsamında üç iş paketi tamamlanmıştır. Her iş paketinde farklı materyaller ve yöntemlerle çalışıldığından “Materyal ve Yöntem” her iş paketi için ayrı ayrı verilmiştir.

#### 3.1. Birinci İş Paketi İçin Materyal ve Yöntem

Birinci iş paketinin kapsamı renk giderimidir. İlk iş paketinde ozon ve ultrasonun kombine kullanımının atık boyama banyolarının renk giderimi ve KOİ giderimi üzerine etkisi belirlenmiştir.

##### 3.1.1. Birinci iş paketi için materyal

Ozon ve ultrasonun kombine kullanımı ile renk giderimi ve KOİ giderimi sağlanan atık boyama banyolarında kullanılan boyarmaddeler Çizelge 3.1’ de verilmiştir.

**Çizelge 3.1.** Birinci iş paketinde kullanılan boyarmaddeler

	Ticari İsim	Color Index İsmi	Kromofor Grup	Firma
1	Procion Navy H-ER	C.I Reactive Blue 171	Azo	DyStar
2	Remazol Brill. Blue R	C.I.Reactive Blue 19	Antrakinon	DyStar
3	Terasil Blue W-RBS	C.I.Disperse Blue 337	Azo	Hunstman
4	Palanil Red E-BF	C.I.Disperse Red 60	Antrakinon	DyStar

##### *Birinci iş paketinde kullanılan kimyasal maddeler*

- Köpük kesici; Setafoam SF köpük kesici
- Tuz; Tekkim Sodyum Sülfat
- Soda; Tekkim Sodyum Karbonat
- Dispergator; Clariant Dispersogen PT
- Asetik asit; Ay-Kim Asetik asit %80
- Köpük kesici; CHT Kollasol CDA

### ***Birinci iş paketinde kullanılan cihazlar***

**Çizelge 3.2.** Birinci iş paketinde kullanılan cihazlar

Adı	Modeli
Ozon jeneratörü	Opal OS1
Ultrasonik homojenizatör (UH)	Bandelin Sonopuls HD2200
Ultrasonik banyo (UB)	Bandelin Sonorex RK103H
Fotometre	Merck Nova 60
Termoreaktör	WTW CR 2200
pH metre	JENCO 6230N
Elektronik terazi	RADWAG PS 600/C/2

#### **3.1.2. Birinci iş paketi için yöntem**

Tüm denemeler 3 tekrarlı olarak yapılmıştır. Reaktif ve dispers boyarmadde çözeltileri 0,1 g/l konsantrasyonunda hazırlanmıştır. Hem sadece boyarmadde içeren hem de boyarmadde ile birlikte yardımcı kimyasal madde içeren banyolar kullanılıp denemeler yapılmıştır.

Birinci iş paketinde 8 tip boya çözeltisi hazırlanmıştır. Bunlar:

##### 1. Reaktif boya çözeltisi (0,1 g/l)

###### a. Azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi - *C.I.Reactive Blue 171*

i. yalnızca boyarmadde içeren çözelti

ii. boyarmadde + yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözelti

###### b. Antrakinon kromoforlu reaktif boya çözeltisi - *C.I.Reactive Blue 19*

i. yalnızca boyarmadde içeren çözelti

ii. boyarmadde + yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözelti

## 2. Dispers boya çözeltileri (0,1 g/l)

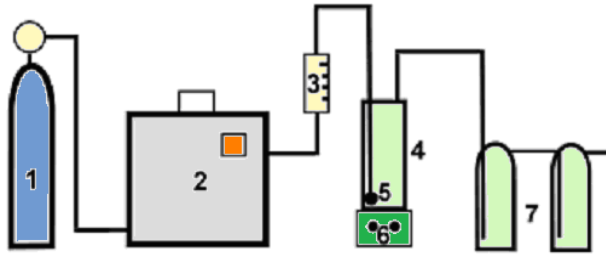
### a. Azo kromoforlu dispers boya çözeltileri - *C.I.Disperse Blue 337*

- i. yalnızca boyarmadde içeren çözeltileri
- ii. boyarmadde + yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergator, 1 ml/l asetik asit) içeren çözeltileri

### b. Antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltileri - *C.I.Disperse Red 60*

- i. yalnızca boyarmadde içeren çözeltileri
- ii. boyarmadde + yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergator, 1 ml/l asetik asit) içeren çözeltileri

Birinci iş paketinde ozonlamalar 400 ml/dk gaz akış oranında mevcut Opal OS1 model ozon jeneratöründe yapılmıştır. Ozonlamalar 200 ml çözeltilere yapılmış olup ozonlama süreleri çözeltiler görsel olarak renksiz hale gelinceye kadar seçilmiştir. Renksiz hale dönüşme süreleri boyarmadde çeşidine ve banyoda yardımcı kimyasal madde olup olmamasına göre değişmiştir. Deney düzeneği şekilde gösterilmiştir. Hazırlanan boya çözeltileri 4 no' lu cam reaktöre konularak 5 no' lu difüzörden yayılan ozonla etkileşimi sağlanmıştır.



**Şekil 3.1.** Ozonlama deneyleri için deneysel kurulum (1. oksijen tüpü, 2. ozon jeneratörü, 3. gaz-akış skalası, 4. cam reaktör, 5. difüzör (yayıncı), 6. manyetik karıştırıcı, 7. gaz yıkama şişeleri)

Ultrason denemeleri hem problu ultrasonik homojenizatörün probunun (*prob tipi: VS70*) işlem çözeltilerine daldırılması şeklinde (Ozonlama + US) hem de işlemin ultrasonik banyoda yapılması şeklinde (Ozonlama + UB) iki metoda göre yapılmıştır.

### ***Birinci İş Paketi Ölçümler ve Testler***

- **Cözelti Rengi Ölçümü** mevcut Merck Nova 60 model fotometrede Hazen birimi olarak yapılmıştır. Ölçümlerde 1 cm ışık yoluna sahip küvet kullanılmıştır.
- **KOİ testleri** Standart Methods 5220:C' ye göre yapılmıştır. Atık su numunelerinden standart 1-2 ml alınarak (*KOİ kiti'ne göre önerilen miktarda*) KOİ kitlerine eklenmiştir. Hazırlanan tüpler, 150 °C' da 2 saat bekletildikten sonra soğutulmuş, daha sonra Merck Spectroquant NOVA 60 model spektrofotometrede okunarak KOİ değerleri elde edilmiştir.
- **Ozon dozu ölçümü** Standard Methods 2350 E, APHA' ya göre yapılmıştır. Ozon dozu ölçümü için içerisinde 200 ml % 2 potasyum iyodür (KI) çözeltisi bulunan gaz yıkama şişelerine seri şekilde bağlanarak ve 3 dakika boyunca 400 ml/dk ozon gazı beslenerek ozon dozu ölçümünün birinci adımı gerçekleştirilmiştir. İkinci adımda gaz yıkama şişelerinden alınan çözeltiler karıştırılıp bir beherde toplandıktan sonra içerisine nişasta ve 2 N sülfirik asit (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) çözeltisi ilave edilerek 0,1 N sodyum tiyosülfat (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) çözeltisiyle titrasyonu yapılmıştır. İşlem 3 kez tekrarlanmıştır. Bu titrasyon sonucunda elde edilen değer aşağıdaki denklemde yerine konularak ozon konsantrasyonu hesaplanmıştır.

$$\text{Ozon Dozu (mg/dk)} = ((A + B) * N * 24) / T$$

*A: 1. Gaz yıkama şişesindeki çözelti miktarı (ml)*

*B: 2. Gaz yıkama şişesindeki çözelti miktarı (ml)*

*N: Sodyum tiyosülfatın normalitesi*

*T: Ozonlama süresi (dakika)*

Çalışılan şartlardaki 400 ml/dk gaz akış oranındaki ozon konsantrasyonu 16±1 mg/dk olarak ölçülmüştür.



## **3.2. İkinci İş Paketi İçin Materyal ve Yöntem**

İkinci iş paketinin kapsamı enzimatik muamelelerdir. Enzimatik hidrofilleştirme ve enzimatik ağartma denemeleri yapılmıştır. İkinci iş paketinde enzimatik hidrofilleştirme işlemlerinde pektinaz, enzimatik ağartma işlemlerinde lakkaz ve glikozoksidaz enzimleri kullanılmış ve ultrason desteğinin sonuçlara etkisi araştırılmıştır.

### **3.2.1. Enzimatik hidrofilleştirme denemeleri için materyal ve yöntem**

#### **3.2.1.1. Enzimatik hidrofilleştirme denemeleri için materyal**

Enzimatik hidrofilleştirme deneylerinde haşılı sökülmiş pamuk dokuma kumaş kullanılmıştır. Kumaş bezayağı örgüde olup kumaş gramajı 158 g/m<sup>2</sup>, çözgü ve atkı sıklıkları 25 ve 23 tel/cm' dir.

Haşıl sökme; 55 °C' de 1 ml/l noniyonik ıslatıcı (Rucgoen NOY)

2 ml/l amilaz enzimi (Forzyme 240 L) ile yapılmıştır.

Kumaş kalınlığı ortalama olarak 0,55 mm ölçülmüştür. Tegawa skalasına göre 7-8 seviyesinde haşıl sökme değerleri elde edilmiştir.

#### ***Enzimatik hidrofilleştirme işlemlerinde kullanılan kimyasal maddeler***

- Noniyonik ıslatıcı; Rucgoen NOY
- Amilaz enzimi; Forzyme 240L
- Disodyumfosfat; Merck di-Natriumhydrogenphosphat
- Soda; Tekkim Sodyum Karbonat
- Anyonik-nonyonik ıslatıcı; AWA
- Alkali pektinaz enzimi; Bioprep 3000L

### *Enzimatik hidrofilleştirme denemelerinde kullanılan cihazlar*

**Çizelge 3.3.** İkinci iş paketinde kullanılan cihazlar

Adı	Modeli
Ultrasonik homojenizatör (UH)	Bandelin Sonopuls HD2200
Ultrasonik banyo (UB)	Bandelin Sonorex RK103H
Fotometre	Merck Nova 60
Termoreaktör	WTW CR 2200
pH metre	JENCO 6230N
Elektronik terazi	RADWAG PS 600/C/2
Instron	INSTRON 4301
Manyetik karıştırıcı	WiseStir MSH-20A
Kumaş kalınlık ölçümü	R&B Cloth Thickness Tester
Mikropipet	Medispec-plus

#### **3.2.1.2. Enzimatik hidrofilleştirme denemeleri için yöntem**

İkinci iş paketinin ilk aşamasında enzimatik hidrofilleştirmede alkali pektinaz enzimi kullanılarak yapılan işlemde ultrason eklenmesiyle sinerjik etki oluşturulmaya çalışılmıştır.

Haşılı sökülmiş pamuk dokuma kumaş aşağıdaki 4 yöntemle hidrofilleştirilmiştir. Tüm denemelerde saf su kullanılmış olup deneyler 3 tekrarlı gerçekleştirilmiştir.

Ultrason denemeleri hem problu ultrasonik homojenizatörün probunun işlem çözeltisine daldırılması şeklinde (UH) hem de işlemin ultrasonik banyoda yapılması şeklinde (UB) iki metoda göre yapılmıştır, bu iki metodun etkinlikleri de kendi arasında karşılaştırılmıştır.

1. Alkali pektinazın tek başına kullanılması ile hidrofilleştirme (ticari olarak kullanılan alkali pektinaz enzimi ile çalışılmış olup süre – sıcaklık – konsantrasyon ticari uygulamada önerildiği şekilde seçilmiştir.)

2. Alkali Pektinaz + UH kombinasyonu ile hidrofilleştirme (pektinazın tek başına kullanıldığı denemelerdeki sıcaklık baz alınarak ultrason kullanımında süre ve konsantrasyonda optimizasyon denemeleri yapılmıştır.)
3. Alkali Pektinaz + UB kombinasyonu ile hidrofilleştirme (pektinazın tek başına kullanıldığı denemelerdeki sıcaklık baz alınarak ultrason kullanımında süre ve konsantrasyonda optimizasyon denemeleri yapılmıştır.)
4. Klasik alkali hidrofilleştirme (NaOH ile – kontrol muamelesi)

*(UH: ultrasonik homojenizatörün probunun işlem çözeltisine daldırılması şeklinde çalışma UB: işlemin ultrasonik banyoda yapılması şeklinde çalışma)*

Alkali pektinaz reçetesi;

- 0,5 g/l disodyumfosfat
- pH 9-9,5 sodyum karbonat
- 0,5 ml/l noniyonik ıslatıcı
- ÇO: 1:20
- Sıcaklık 60 °C' ye yükseldiğinde 1 ml/l disodyumfosfat ve farklı konsantrasyonlarda (0,05-0,5-1-2 ml/l) alkali pektinaz (Bioprep 3000L) ilave edilmiştir.

Klasik alkali hidrofilleştirme;

- 1 ml/l iyon tutucu (Heptol CMA)
- 1 ml/l anyonik/noniyonik ıslatıcı (AWA)
- % 2 (owf) NaOH
- 90 °C – 30 dakika, 70 °C çalkalama, 50 °C çalkalama, soğuk yıkama

### ***Enzimatik Hidrofilleştirme Denemeleri Ölçümler ve Testler***

- Hidrofilleştirme etkinliğinin karşılaştırılması için su damlası testi (AATCC 79), su sütunu (wicking) testi (DIN 53924) ve mukavemet testi (ISO 13934:1999) yapılmıştır. Ayrıca ağırlık kaybı 1/1000 hassasiyetli bir terazi kullanılarak takip edilmiştir.
- İşlemlerin çevresel etkileri banyoların KOİ değerlerinin ölçülmesi yoluyla yapılmıştır. KOİ testleri Standart Methods 5220:C' ye göre yapılmıştır. Atık su numunelerinden standart 1-2 ml alınarak (*KOİ kiti'ne göre önerilen miktarda*) KOİ kitlerine eklenmiştir. Hazırlanan tüpler, 150 °C' da 2 saat bekletildikten sonra soğutulmuş, daha sonra Merck Spectroquant NOVA 60 model spektrofotometrede okunarak KOİ değerleri elde edilmiştir.

#### **3.2.2. Enzimatik ağartma denemeleri için materyal ve yöntem**

##### **3.2.2.1. Enzimatik ağartma denemeleri için materyal**

Enzimatik ağartma deneylerinde haşılı sökülmüş ve hidrofilleştirilmiş pamuk dokuma kumaş kullanılmıştır. Bezayağı örgüdeki kumaşın gramajı 164 g/m<sup>2</sup>, çözgü ve atkı sıklıkları ise 25 ve 23 tel/cm olarak ölçülmüştür.

Haşıl sökme; 55 °C' de, 1 ml/l noniyonik ıslatıcı (Rucgoen NOY), 2 ml/l amilaz enzimi (Forzyme 240 L) ile yapılmıştır. Hidrofilleştirme ise; 1 ml/l iyon tutucu (Heptol CMA), 1 ml/l anyonik/noniyonik ıslatıcı (AWA), % 2 (owf) NaOH ile 90 °C–30 dakika muamele ardından 70 °C' de çalkalama, 50 °C' de çalkalama, soğuk yıkama şeklinde yapılmıştır.

Tegawa skalasına göre 7-8 seviyesinde haşıl sökme değerleri elde edilmiştir. Hidrofilleştirme işleminden sonra kumaş kalınlığı ortalama olarak 0,63 mm olarak ölçülmüştür.

### ***Enzimatik ağartma işlemlerinde kullanılan kimyasal maddeler***

- Noniyonik ıslatıcı; Rucgoen NOY
- Amilaz enzimi; Forzyme 240L
- Lakkaz enzimi; SIGMA ALDRICH (Trametes versicolor esaslıdır)
- Glikoz oksidaz enzimi (GOx), SIGMA ALDRICH (Aspergillus niger esaslıdır)
- Sodyum asetat; Merck
- Asetik asit; % 80 Aykim
- Hidrojen peroksit; Tekkim
- Glikoz

Enzimatik ağartma denemelerinde kullanılan cihazlar Çizelge 3.3' te listelenmiştir.

#### **3.2.2.2. Enzimatik ağartma denemeleri için yöntem**

İkinci iş paketinin ikinci aşamasında enzimatik ağartma işleminde lakkaz ve glikoz oksidaz (GOx) enzimi kullanılarak ultrasonun kombine kullanımı ile sinerjik etki oluşturulmaya çalışılmıştır.

Tüm denemelerde saf su kullanılmıştır ve deneyler 3 tekrarlı gerçekleştirilmiştir. Lakkaz ile ağartma deneylerdeki flotte oranı 1:20 seçilmiştir. Glikoz oksidaz enzimi kullanılarak yapılan ağartma işlemlerinde flotte oranı 1:15 seçilmiştir (başlangıçta F.O.: 1:10; 1:15 ve 1:20 ile az sayıda ön denemeler yapılmış, 1:10 çözelti oranı beherde çalışmak için az gelmiş, 1:15' te ise daha fazla peroksit ölçülmüştür, bu nedenle 1:15 çözelti oranında çalışılmıştır). Kontrol muamelesi olarak hidrojen peroksit ağartması yapılmıştır.

Banyoların sıcaklık, süre ve pH' ları önerilen enzim çalışma şartlarından hareket edilerek planlanan bir optimizasyon serisi neticesinde belirlenmiştir, değerler bulgular kısmında verilmiştir. Ultrason denemeleri hem problu ultrasonik homojenizatörün probunun işlem çözeltisine daldırılması şeklinde (UH) hem de işlemin ultrasonik

banyoda yapılması şeklinde (UB) iki metoda göre yapılmıştır, bu iki metodun etkinlikleri de kendi arasında karşılaştırılmıştır.



**Şekil 3.2.** Enzimatik ağartma deney planı (Ultrason 1 (UH): ultrasonik homojenizatörün probunun işlem çözeltisine daldırılması şeklinde çalışma, Ultrason 2 (UB): işlemin ultrasonik banyoda yapılması şeklinde çalışma)

### ***Lakkaz ile ağartma***

Literatür araştırması sonucu elde edilen optimum enzimatik ağartma reçetesi; 0,04 g/l Lakkaz, pH 5 (asetik asit/sodyum asetat tamponu ile) 40 - 60 °C’ de 30 dakika olarak bulunmuştur. Optimizasyon çalışmalarında lakkaz enzimi kullanılarak farklı enzim konsantrasyonlarında (0,01 - 0,04 - 0,08 - 0,16 - 1 g/l) ve farklı sıcaklıklarda (40 °C, 50 °C ve 60 °C) denemeler yapılmıştır ve pH asetik asit/sodyum asetat tamponu ile pH 5’ e ayarlanıp 1:20 çözelti oranı ile 30 dakikada ağartma işlemi yapılmıştır.

Ard işlem olarak enzimatik işlem sonrasında numunelere 90 °C suda 10 dakika yıkama, 70 °C suda çalkalama ve son olarak bol su ile durulama yapılmıştır.

### ***Glikoz oksidaz ile ağartma***

İkinci iş paketinin ağartma denemelerinin ikinci aşamasında enzimatik ağartma işleminde glikozoksidaz enzimi kullanılarak ultrasonun kombine kullanımı ile sinerjik etki oluşturulmaya çalışılmıştır.

Enzimatik ağartma için uygulanan ikinci yöntem glikoz oksidaz enzimleri sayesinde glikoz ve oksijenden H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ve glikonik asit oluşması esasına dayanmaktadır. Serbest glikoz oksidaz, -D-glikozu katalizleyerek D-glikonik asit ve H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> oluşturur.

Literatüre göre genellikle banyoda 500-600 mg/l H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> olması, yeterli derecede beyazlık elde edilmesini sağlamaktadır. Enzimatik yöntemle H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> elde edildikten sonra bu çözelti pamuklu kumaşların ağartılmasında kullanılmıştır.

Tüm denemelerde saf su kullanılmıştır ve tüm deneylerdeki flote oranı 1:15 seçilmiştir. Kontrol muamelesi olarak hidrojen peroksit ağartması yapılmıştır. Ultrason denemeleri hem problu ultrasonik homojenizatörün probunun işlem çözeltilisine daldırılması şeklinde (UH) hem de işlemin ultrasonik banyoda yapılması şeklinde (UB) iki metoda göre yapılmıştır, bu iki metodun etkinlikleri de kendi arasında karşılaştırılmıştır.

Yapılan çalışmalar sonucunda saf GOx enzimi ile % 0,01 enzim kullanılarak pH 4' de, 40 °C de 90 dakika süre ile 2 gr/l sodyum asetat varlığında en fazla hidrojen peroksit açığa çıktığı saptanmıştır.

### ***Klasik ağartma işlemi***

Karşılaştırmalar için standart hidrojen peroksit ağartma yöntemine göre çalışılmıştır. Reçete: 2 ml/l Hidrojen Peroksit (Tekkim) (%50), 2 g/l Sodyum Hidroksit (Merck), 2 g/l noniyonik ıslatıcı (Gemsan Gemsol NS 30), 1 g/l organik stabilizatör (Gemsan Gemstap 624) ile 90 °C sıcaklıkta, 60 dakika boyunca uygulanmıştır.

Daha sonra kumaşlara ard işlem olarak 70 °C' de yıkama 50 °C' de çalkalama ve ardından soğuk yıkama işlemleri uygulanmıştır.

## ***Enzimatik Ağartma Denemeleri Ölçümler ve Testler***

- Beyazlık (Stensby derecesi)
- Mukavemet testi (ISO 13934:1999)
- **SEM çekimleri:** Uludağ Üniversitesi, Türkiye’de Carl Zeiss Evo 40 model Taramalı Elektron Mikroskobu’nda (Scanning Elektron Microscope) görüntüleri alınmıştır. Kumaşların test edilecek bölümleri elektriği iletmelerini sağlamaları için, BALTEC SCD 005 model cihazda, argon gazı ortamında, altın-palladyum (%80Au-%20Pd) gibi ağır metallardan oluşan bir bileşimle 15 nm şeklinde ince bir katman oluşacak şekilde kaplanarak SEM testine hazırlanmıştır. Testler 20 kV’ lik voltaj kullanılarak yapılmıştır.
- **FT-IR analizi:** Infrared analizi Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümünde Thermo Nicolet 6700 FT-IR spektrometresinin ATR modunda gerçekleştirilmiştir. Diamond ile  $8\text{ cm}^{-1}$  rezolüsyonda ölçülmüştür. Her örnek için kaydedilen spektrum 32 scanın ortalamasıdır.
- **KOİ testi** (Standart Methods 5220:C) : Atıksu numunelerinden standart 1-2 ml alınarak (*KOİ kiti’ne göre önerilen miktarda*) KOİ kitlerine eklenmiştir. Hazırlanan tüpler,  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ’ da 2 saat bekletildikten sonra soğutulmuş, daha sonra Merck Spectroquant NOVA 60 model spektrofotometrede okunarak KOİ değerleri elde edilmiştir.
- Kumaş ağırlık ve kalınlığı



### **3.3. Üçüncü İş Paketi İçin Materyal ve Yöntem**

Üçüncü iş paketi ağartma denemelerini kapsamaktadır. Üçüncü iş paketinde pamuk ve yün kumaşların ağartılmasında ultrason ve ozon kombinasyonunun etkisi araştırılmıştır.

#### **3.3.1. Pamuk kumaşla yapılan ozonlama için materyal ve yöntem**

##### **3.3.1.1. Pamuk kumaşla yapılan ozonlama için materyal**

Ozonlama ile ağartma denemelerinde haşılı sökülmüş dokuma kumaş kullanılmıştır. Kumaş kalınlığı ortalama 0,54 mm olarak ölçülmüştür. Bezayağı örgüdeki kumaşın gramajı 149 g/m<sup>2</sup>, çözgü ve atkı sıklıkları ise sırasıyla 23 ve 22 tel/cm olarak ölçülmüştür.

##### **3.3.1.2. Pamuk kumaşla yapılan ozonlama için yöntem**

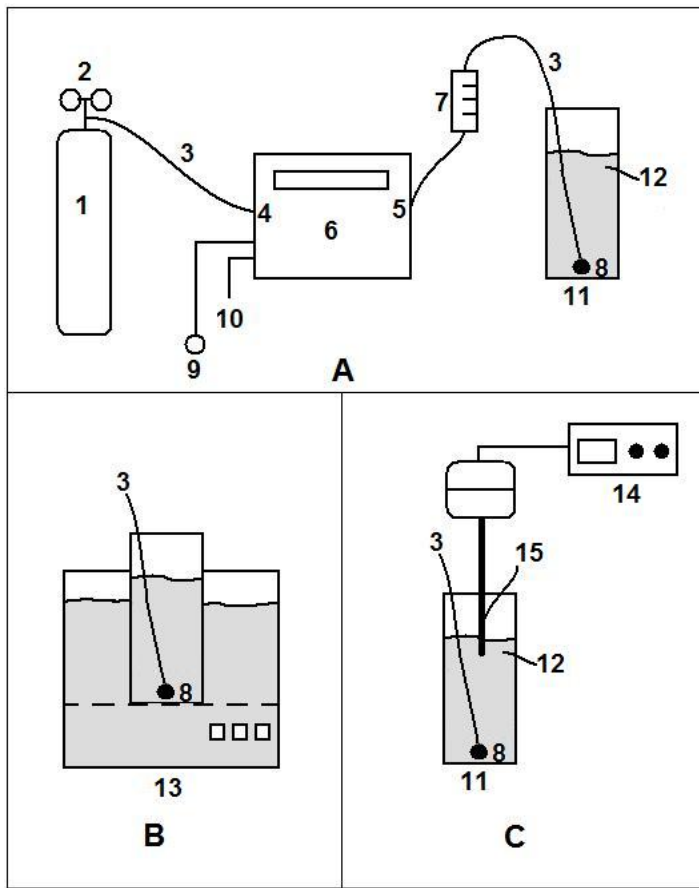
Üçüncü iş paketinde pamuk kumaşların ağartılmasında farklı yöntemler kullanılmıştır. İlk olarak ozonlama tek başına yapılmıştır daha sonra ozonlama işlemine ultrason eklenmesiyle sinerjik etki oluşturulmaya çalışılmıştır. Ultrason denemeleri hem problu ultrasonik homojenizatörün probunun işlem çözeltisine daldırılması şeklinde (UH) hem de işlemin ultrasonik banyoda yapılması şeklinde (UB) iki metoda göre yapılmış, bu iki metodun etkinlikleri de kendi arasında karşılaştırılmıştır.

Çalışmalar Şekil 3.3' de gösterilen düzenekte 11 no' lu cam reaktörün tabanına 8 no' lu difüzer üstüne de kumaşların yerleştirilmesi ile gerçekleştirilmiştir.

Ozonlama işlemlerinde, reaksiyonlar için gerekli ozonu sağlayan 3 g/h ozon üretim hızına sahip Opal OS1 model ozon jeneratörü (Opal Ltd, Ankara) kullanılmıştır. Ozonlama işlemleri içerisinde 100 ml saf su bulunan cam reaktörün tabanına difüzer üzerine de kumaşların düzgün bir şekilde katlanarak yerleştirilmesi ile gerçekleştirilir. Cam reaktör 130 ml silindirik total hacimlidir ve 29 mm çapa sahiptir. Ozon konsantrasyonu, Standart Method 2350 E, APHA' e göre 400 ml/dk oksijen gazı akış hızında  $13,9 \pm 3,6$  mg/dk olarak ölçülmüştür.

Pamuklu kumaşlar oda sıcaklığında sırasıyla 10, 20, 30, 60 ve 90 dakika ozonlama sürelerinde tekrarlı olarak ozonlanmıştır.

Ozonlanan kumaşlarla kıyaslamak amacıyla kontrol muamelesi olarak hidrojen peroksit ağartması yapılmıştır. Hidrojen peroksit ağartması 2 ml/l hidrojen peroksit (%50 w/w), 2 g/l sodyum hidroksit, 2 g/l noniyonik ıslatıcı ve 1 g/l peroksit stabilizatörü ile 60 dakika süre ile 90 °C’ de gerçekleştirilmiştir. Daha sonra kumaşlara ard işlem olarak 70 °C’ de yıkama 50 °C’ de çalkalama ve ardından soğuk yıkama işlemleri uygulanmıştır.



**Şekil 3.3.** Ultrasonuz ve ultrasonlu ozonlama düzeneği (A) yalnızca ozonlama (B) Ozonlama + UB (Ultrasonik Banyo) (C) Ozonlama + UH (Ultrasonik Homojenizatör) (1. Oksijen tüpü, 2. Basınç regülatörü, 3. Teflon borular, 4. Jeneratöre oksijen girişi, 5. Jeneratörden ozon/oksijen çıkışı, 6. Ozon jeneratörü, 7. Gaz akış ölçer, 8. Difüzer, 9. Soğutma suyu girişi, 10. Soğutma suyu çıkışı, 11. Cam reaktör, 12. Su, 13. UB (Ultrasonik Banyo), 14. UH (Ultrasonik Homojenizatör), 15. Ultrasonik homojenizatör probu.)

### **3.3.2. Yün kumaşla yapılan ozonlama için materyal ve yöntem**

#### **3.3.2.1. Yün kumaşla yapılan ozonlama için materyal**

Ozonlama ile ağartma denemelerinde kullanılan yün kumaş kalınlığı ortalama 0,59 mm olarak ölçülmüştür.

Bezayağı örgüdeki kumaşın gramajı  $200 \text{ g/m}^2$ , çözgü ve atkı sıklıkları ise 20 ve 21 tel/cm olarak ölçülmüştür. Yün kumaşa uygulanan ön işlem; 2 g/l sodyum karbonat, 2 g/l anyonik / noniyonik deterjan, Ç.O: 1:30,  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ ' de 20 dakika.

#### **3.3.2.2. Yün kumaşla yapılan ozonlama için yöntem**

Üçüncü iş paketinin ikinci kısmında yün kumaşların ağartılmasında ozon + ultrason kombinasyonu kullanılmıştır.

Çalışmalar Şekil 3.3' de gösterilen düzenekte 11 no' lu cam reaktörün tabanına 8 no' lu difüzer üstüne de kumaşların yerleştirilmesi ile gerçekleştirilmiştir. Ozonlanan numune düzgün bir şekilde katlanarak içerisinde saf su bulunan cam reaktör içerisine yerleştirilir. Ozonlama işlemi esnasında cam bir baget ile numunenin homojen bir şekilde ozonlanması için karıştırma yapılır. Her bir numune ozonlamadan çıktıktan sonra bol su ile yıkanır. Ozonlama için gaz akış oranı 400 ml/dk ve ozon dozu ortalama  $13,1 \pm 3,6$  olarak ölçülmüştür. Ultrason denemeleri hem problu ultrasonik homojenizatörün probunun işlem çözeltisine daldırılması şeklinde (UH) hem de işlemin ultrasonik banyoda yapılması şeklinde (UB) iki metoda göre yapılmıştır, bu iki metodun etkinlikleri de kendi arasında karşılaştırılmıştır.

#### ***Ağartılan pamuk ve yün kumaşlara uygulanan testler***

- Beyazlık (Stensby derecesi)
- Mukavemet (ISO 13934:1999)

- **Ozon dozu ölçümü** Standard Methods 2350 E, APHA' ya göre yapılmıştır. Ozon dozu ölçümü için içerisinde 200 ml % 2 potasyum iyodür (KI) çözeltisi bulunan gaz yıkama şişelerine seri şekilde bağlanarak ve 3 dakika boyunca 400 ml/dk ozon gazı beslenerek ozon dozu ölçümünün birinci adımı gerçekleştirilmiştir. İkinci adımda gaz yıkama şişelerinden alınan çözeltiler karıştırılıp bir beherde toplandıktan sonra içerisine nişasta ve 2 N sülfirik asit (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) çözeltisi ilave edilerek 0,1 N sodyum tiyosülfat (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) çözeltisiyle titrasyonu yapılmıştır. İşlem 3 kez tekrarlanmıştır. Bu titrasyon sonucunda elde edilen değer aşağıdaki denklemde yerine konularak ozon konsantrasyonu hesaplanmıştır.

$$\text{Ozon Dozu (mg/dk)} = ((A + B) * N * 24) / T$$

*A: 1. Gaz yıkama şişesindeki çözelti miktarı (ml)*

*B: 2. Gaz yıkama şişesindeki çözelti miktarı (ml)*

*N: Sodyum tiyosülfatın normalitesi*

*T: Ozonlama süresi (dakika)*

- **SEM çekimleri:** Uludağ Üniversitesi, Türkiye'de Carl Zeiss Evo 40 model Taramalı Elektron Mikroskobu'nda (Scanning Elektron Microscope) görüntüleri alınmıştır. Kumaşların test edilecek bölümleri elektriği iletmelerini sağlamaları için, BALTEC SCD 005 model cihazda, argon gazı ortamında, altın-palladyum (% 80 Au-% 20 Pd) gibi ağır metallere oluşan bir bileşimle 15 nm şeklinde ince bir katman oluşacak şekilde kaplanarak SEM testine hazırlanmıştır. Testler 20 kV' lik voltaj kullanılarak yapılmıştır.
- **FT-IR analizi:** Infrared analizi Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümünde Thermo Nicolet 6700 FT-IR spektrometresinin ATR modunda gerçekleştirilmiştir. Diamond ile 8 cm<sup>-1</sup> rezolüsyonda ölçülmüştür. Her örnek için kaydedilen spektrum 32 scanın ortalamasıdır.

## 4. BULGULAR

### 4.1. Birinci İş Paketi – Renk Giderimi Sonuçları

#### 4.1.1. Reaktif boya çözeltisi renk giderimi sonuçları

Bu seri deneylerde saf su içerisinde yalnızca boyarmadde çözülen deneylerin başında sıcaklık:  $13\pm 1$  °C ve pH  $7,5\pm 0,3$  olarak ölçülmüştür. Banyoda yardımcı kimyasallar (tuz ve soda) bulunması durumunda pH  $11,2\pm 0,2$  olarak ölçülmüştür.

##### 4.1.1.1. Azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi renk giderimi sonuçları

Azo kromofor grubuna sahip Reactive Blue 171 reaktif boyarmaddesinden hazırlanan çözeltilerin renk giderimi değerleri Çizelge 4.1 ve Çizelge 4.2’ de verilmiştir.

**Çizelge 4.1.** C.I. Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi değerleri

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Başlangıç	-	123	123	-
Ozonlama	2,5	90	93	24
	2,5	97		
	2,5	93		
Ozonlama+UB	2,5	139	139	-13
	2,5	139		
	2,5	138		
Ozonlama+UH	2,5	20	20	84
	2,5	19		
	2,5	20		
Ozonlama	6	19	20	84
	6	22		
	6	20		
Ozonlama+UB	7	22	23	81
	7	24		
	7	23		

Çizelge 4.2’ de C.I.Reactive Blue 171 azo boya çözeltisinin boyarmaddeyle birlikte boyama reçetesinde kullanılan tuz ve soda ile hazırlandığı deney sonuçları verilmiştir. Endüstriyel uygulamalarda, reaktif boyamada, tuz ve soda kullanımını bulunduğu için bu yardımcı kimyasallar banyoya katılmış, bu sayede hazırlanan çözeltinin gerçek atıksuya benzetilmesi amaçlanmıştır.

Çizelge 4.2’ de rapor edilen değerler incelendiğinde yine ozonlama + UH şeklinde homojenizatör destekli çalışmanın en hızlı renk giderimini sağladığı görülmektedir. 6 dakika ozonlama sonunda ozonlama + UH ile ulaşılan % renk giderimi % 84’e ulaşırken ozonlamanın tek başına yapılması durumunda bu oran yalnızca % 51 olarak gerçekleşmiştir. Bu sonuçlar ultrasonik homojenizatör desteğinin ozonlama etkinliğini ciddi şekilde artırdığını göstermiştir.

**Çizelge 4.2.** C.I.Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözelti renk giderimi değerleri

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Başlangıç	-	134	134	-
Ozonlama	2	87	93	31
	2	100		
	2	93		
Ozonlama+UB	2	87	89	34
	2	92		
	2	88		
Ozonlama+UH	2	56	57	57
	2	58		
	2	58		
Ozonlama	3	82	87	35
	3	93		
	3	85		
Ozonlama+UB	3	84	84	37
	3	85		
	3	82		
Ozonlama+UH	3	38	41	69
	3	39		
	3	45		
Ozonlama	4	75	81	40
	4	85		
	4	84		

**Çizelge 4.2.** C.I.Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözelti renk giderimi değerleri (devam)

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Ozonlama+UB	4	71	70	48
	4	70		
	4	68		
Ozonlama+UH	4	30	31	77
	4	30		
	4	32		
Ozonlama	5	68	73	46
	5	79		
	5	73		
Ozonlama+UB	5	64	64	52
	5	66		
	5	62		
Ozonlama+UH	5	29	26	81
	5	24		
	5	25		
Ozonlama	6	62	65	51
	6	68		
	6	66		
Ozonlama+UB	6	58	59	56
	6	63		
	6	56		
Ozonlama+UH	6	19	21	84
	6	23		
	6	22		
Ozonlama	11	41	41	69
	11	39		
	11	43		
Ozonlama+UB	11	34	35	74
	11	34		
	11	36		

#### 4.1.1.2. Antrakinon kromoforlu reaktif boya çözeltisi renk giderimi sonuçları

Çizelge 4.3' te antrakinon kromofora sahip reaktif boyarmadde Reactive Blue 19 ile yalnızca boyarmadde kullanılarak hazırlanan çözeltinin ozonlanması sonucu ulaşılan renk giderimi değerleri verilmiştir.

Ultrasonik banyonun ozonlama etkinliđi üzerindeki etkisi ultrasonik homojenizatör kadar yüksek deđildir, hatta Çizelge 4.3' te 2,5 dakika ozonlama süresinde ozonlama + UB renk giderimin yalnızca ozonlamadan daha düşük çıktığı gözlenmektedir. Ultrasonik banyo etkisinin boyarmadde ve yardımcı kimyasalların çözünmesini/dispersiyonunu artırdığı ve ilk kısa sürelerde rengin bu nedenle daha koyu ölçüldüğü düşünölmüştür. Bunu ispatlamak için yapılmış özel deneme sonuçları aşağıda Çizelge 4.9' da verilmiştir.

**Çizelge 4.3.** C.I.Reactive Blue 19 antrakinin kromoforu reaktif boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi deđerleri

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Başlangıç		164	164	-
Ozonlama	2,5	68	73	55
	2,5	74		
	2,5	76		
Ozonlama+UB	2,5	86	86	47
	2,5	83		
	2,5	90		
Ozonlama+UH	2,5	22	21	87
	2,5	19		
	2,5	21		
Ozonlama	5	21	23	86
	5	25		
	5	23		
Ozonlama+UB	6	25	24	85
	6	24		
	6	23		

Antrakinin kromofora sahip reaktif boyarmadde Reactive Blue 19 ile boyarmadde + yardımcı kimyasallar (tuz ve soda) içerecek şekilde hazırlanan çözeltinin ozonlama ile renk giderimi deđerleri Çizelge 4.4' te verilmiştir. Çizelge 4.4 incelendiğinde en etkin işlemin diđerlerinde olduđu şekilde ultrasonik homojenizatör desteğinde ozonlama işleminin olduđu görölmektedir.



**Çizelge 4.4.** C.I.Reactive Blue 19 antrakinon kromoforlu reaktif boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözelti renk giderimi değerleri

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Başlangıç	-	166	166	-
Ozonlama	2,5	74	76	54
	2,5	75		
	2,5	78		
Ozonlama+UB	2,5	107	102	39
	2,5	101		
	2,5	99		
Ozonlama+UH	2,5	43	44	73
	2,5	45		
	2,5	43		
Ozonlama	5	46	50	70
	5	50		
	5	53		
Ozonlama+UB	5	60	58	65
	5	56		
	5	57		
Ozonlama+UH	5	24	26	84
	5	26		
	5	27		
Ozonlama	10	31	34	79
	10	34		
	10	37		
Ozonlama+UB	10	44	43	74
	10	42		
	10	42		
Ozonlama	15	25	26	84
	15	24		
	15	28		
Ozonlama+UB	15	37	35	79
	15	35		
	15	32		
Ozonlama+UB	20	28	28	83
	20	27		
	20	28		

#### 4.1.2. Dispers boya çözeltisi renk giderimi sonuçları

Bu seri deneylerde saf su içerisinde yalnızca boyarmadde çözülen deneylerin başında sıcaklık:  $13\pm 1$  °C ve pH  $5,5\pm 0,5$  olarak ölçülmüştür. Banyoda yardımcı kimyasallar (asit ve dispergator) bulunması durumunda pH  $3,3\pm 0,2$  olarak ölçülmüştür.

Tüm banyolar oda sıcaklığındaki su ile hazırlanmış, ultrasonik cihazlardaki çalışma esnasındaki sıcaklık artışları ölçülmüştür. Ultrasonik banyonun içindeki su her deneyde tazelenmiş, yani ısınan su boşaltılmış yerine oda sıcaklığındaki su ilave edilmiştir. Bu sıcaklıklar baştan sona sabit olmayıp oda sıcaklığından çalışma süresince artış şeklinde olduğu için tablolarda sıcaklık değeri belirtilmemiştir.

##### 4.1.2.1. Azo kromoforlu dispers boya çözeltisi renk giderimi sonuçları

Azo kromoforlu Disperse Blue 337 dispers boyarmaddesinin tek başına kullanıldığı çözeltilere ait renk giderimi değerleri Çizelge 4.5' te verilmiştir.

**Çizelge 4.5.** C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi değerleri

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Başlangıç	-	128	128	-
Ozonlama	7	64	63	51
	7	58		
	7	67		
Ozonlama+UB	7	53	51	60
	7	58		
	7	41		
Ozonlama+UH	7	14	15	88
	7	16		
	7	15		
Ozonlama	12	30	32	75
	12	35		
	12	31		
Ozonlama+UB	12	26	25	80
	12	26		
	12	22		

Azo kromoforlu Disperse Blue 337 dispers boyarmaddesinin yanında yardımcı kimyasal maddeleri içeren çözeltinin renk giderimi değerleri Çizelge 4.6' da verilmiştir.

**Çizelge 4.6.** C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergatör, 1 ml/l asetik asit) içeren çözelti renk giderimi değerleri

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Başlangıç	-	390	390	-
Ozonlama	15	320	339	13
	15	336		
	15	363		
Ozonlama+UB	15	424	432	-11
	15	435		
	15	438		
Ozonlama+UH	15	129	121	69
	15	135		
	15	100		
Ozonlama	30	224	266	32
	30	281		
	30	294		
Ozonlama+UB	30	364	360	8
	30	374		
	30	342		
Ozonlama+UH	30	30	30	92
	30	31		
	30	30		
Ozonlama	45	236	230	41
	45	238		
	45	217		
Ozonlama+UB	45	260	245	37
	45	252		
	45	223		
Ozonlama	60	182	200	49
	60	234		
	60	184		
Ozonlama+UB	60	173	172	56
	60	179		
	60	163		
Ozonlama	70	172	180	54
	70	205		
	70	164		

**Çizelge 4.6.** C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergator, 1 ml/l asetik asit) içeren çözelti renk giderimi değerleri (devam)

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Ozonlama+UB	70	118	131	66
	70	140		
	70	136		
Ozonlama	75	167	172	56
	75	195		
	75	154		
Ozonlama+UB	75	109	121	69
	75	130		
	75	124		
Ozonlama	80	151	163	58
	80	192		
	80	146		
Ozonlama+UB	80	98	109	72
	80	115		
	80	115		
Ozonlama	85	150	152	61
	85	173		
	85	134		
Ozonlama+UB	85	86	99	75
	85	105		
	85	106		
Ozonlama	90	140	147	62
	90	171		
	90	130		
Ozonlama+UB	90	84	94	76
	90	100		
	90	100		
Ozonlama+UH	20	63	68	83
	20	70		
	20	70		
Ozonlama+UH	25	38	37	91
	25	33		
	25	39		

#### 4.1.2.2. Antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi renk giderimi sonuçları

Antrakinon kromoforlu Disperse Red 60 dispers boyarmaddesinin tek başına kullanıldığı çözeltilere ait renk giderimi değerleri Çizelge 4.7’ de verilmiştir.

Antrakinon kromoforlu Disperse Red 60 dispers boyarmaddesinin yanında yardımcı kimyasalların (asit ve dispergator) kullanıldığı çözeltilere ait renk giderimi değerleri ise Çizelge 4.8’ de verilmiştir.

**Çizelge 4.7.** C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi değerleri

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Başlangıç	-	533	533	-
Ozonlama	7	89	100	81
	7	87		
	7	124		
Ozonlama+UB	7	180	165	69
	7	147		
	7	169		
Ozonlama+UH	7	7	5	99
	7	5		
	7	4		
Ozonlama	12	5	5	99
	12	4		
	12	7		
Ozonlama+UB	12	17	15	97
	12	16		
	12	12		

**Çizelge 4.8.** C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergator, 1 ml/l asetik asit) içeren çözelti renk giderimi değerleri

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Başlangıç	3,22	714	714	
Ozonlama	15	455	469	34
	15	472		
	15	481		
Ozonlama+UB	15	630	621	13
	15	648		
	15	586		
Ozonlama+UH	15	94	80	89
	15	61		
	15	86		
Ozonlama	30	220	219	69
	30	206		
	30	230		
Ozonlama+UB	30	312	325	54
	30	356		
	30	309		
Ozonlama+UH	30	43	43	94
	30	39		
	30	48		
Ozonlama	35	199	201	72
	35	194		
	35	211		
Ozonlama	45	180	181	75
	45	174		
	45	190		
Ozonlama	60	161	162	77
	60	164		
	60	162		
Ozonlama	70	143	146	80
	70	142		
	70	152		
Ozonlama	80	131	131	82
	80	133		
	80	129		
Ozonlama	90	123	121	83
	90	121		
	90	118		
Ozonlama+UB	45	149	149	79
	45	167		
	45	132		

**Çizelge 4.8.** C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergator, 1 ml/l asetik asit) içeren çözelti renk giderimi değerleri (devam)

Metod	Süre (dk)	Renk (Hazen)	Ortalama Renk (Hazen)	% renk giderimi
Ozonlama+UB	50	112	111	84
	50	112		
	50	110		
Ozonlama+UB	60	77	76	89
	60	78		
	60	72		
Ozonlama+UB	70	45	48	93
	70	48		
	70	51		
Ozonlama+UB	80	35	37	95
	80	37		
	80	39		
Ozonlama+UH	7	137	125	82
	7	111		
	7	127		
Ozonlama+UH	10	117	100	86
	10	86		
	10	96		
Ozonlama+UH	20	75	67	91
	20	55		
	20	72		
Ozonlama+UH	25	45	52	93
	25	50		
	25	60		

#### 4.1.3. Ozonlama + UB kullanımında kısa sürelerde rengin koyu çıkması

Çizelge 4.1-4.8’ de özellikle kısa sürelerde (başlangıçta) yalnızca ozonlama ile ulaşılan renk gideriminin ozonlama + UB kullanımında ulaşılanlardan daha yüksek olduğu, hatta bazı durumlarda ozonlama + UB banyosunun renginin işlemsiz başlangıç çözeltisinden bile yüksek çıktığı görülmüştür. Çizelgelerde görülen kısa sürelerde ozonlamanın ozonlama +UB işleminden daha etkin olması ve özellikle Çizelge 4.1’ de ve Çizelge 4.6’ da ilk sürelerdeki ölçümlerde ozonlama + UB işleminden alınan numunenin renginin başlangıç çözeltisine göre daha koyu çıkmasının (bu durum her üç tekrarda da gözlenmiş, olası bir yanlışlığı önlemek adına çözelti yeniden hazırlanarak bir üç tekrar daha yapılmış, ancak her seferinde aynı sonuçla karşılaşılmıştır) nedeninin ultrasonik

banyodaki etkiyle boyarmaddenin ve yardımcı kimyasalların çözünmesinin/ dispersiyonunun artması olabileceği düşünülmüştür. Bu yorumu ispatlamak için ozonlamanın yapılmadığı, hazırlanan boya çözeltilerinin sadece ultrasonik etkiye maruz bırakıldığı bir seri deney planlanmış ve yapılan denemelerin sonuçları Çizelge 4.9’ da verilmiştir.

**Çizelge 4.9.** C.I.Reactive Blue 19 ve Disperse Blue 337 boyarmaddelerini ve yardımcı kimyasalları içeren boya çözeltilerinin yalnızca ultrasonik banyo etkisinde renk değerlerindeki değişim

Süre (dk)	Ortalama Renkteki (Hazen) Değişim	
	Reaktive Blue 19 + YK	Dispers Blue 337 + YK
Başlangıç	100	100
2,5	133	123
5	137	124
10	139	128
15	141	132
30	147	154
30	149	170

Tabloda takip kolaylığı olması açısından başlangıç değerleri 100 alınmış, ölçüm sonuçları buna göre oranlanarak verilmiştir. YK: yardımcı kimyasallar (reaktiflerde: 20 g/l tuz, 20 g/l soda, disperslerde: 1 g/l dispergatör, 1 ml/l asetik asit)

#### 4.1.4. Ozonlama sonucu KOİ giderimi sonuçları

Yalnızca boyarmadde kullanılan banyoların ozonlama öncesi ve sonrası KOİ değerleri Çizelge 4.10’da gösterilmiştir. Çizelge 4.10 incelendiğinde yalnızca boyarmadde bulunan banyoların KOİ değerlerinin başlangıçta da çok yüksek olmadığı görülmektedir. Ozonlama sonucunda ise bu değerlerin daha da düştüğü görülmüştür.

Farklı kirlilikte banyolar olacağı düşünülerek farklı aralıklarda ölçüm yapan KOİ kitleri kullanılmıştır. Bunlar;

- Merck 14690 kiti ölçüm aralığı 50-500 mg/l
- Merck 14555 kiti ölçüm aralığı 500-10000 mg/l



- Merck 14691 kiti ölçüm aralığı 300-3500 mg/l
- Merck 14541 kiti ölçüm aralığı 25-1500 mg/l

Çizelge 4.11' de ise boyarmadde yanında yardımcı kimyasal maddeleri içeren banyoların KOİ değerleri verilmiştir.

Çizelge 4.11' de reaktif boyarmadde yanında yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren banyolara ait KOİ değerleri verilmemiştir. Bunun sebebi, bu banyolarda bulunan yüksek miktardaki tuzun girişim yaparak KOİ ölçümlerini etkilemesidir.

Banyoya yardımcı kimyasal maddelerin katılması KOİ değerlerini yükseltmiştir. Ölçülen KOİ yüküne göre seçilen KOİ kitlerinin tipleri Çizelge 4.11' de verilmiştir.

Çizelge 4.11 incelendiğinde ozonlama ile KOİ gideriminin sağlandığı ancak KOİ giderim oranlarının renk giderimi oranlarının oldukça altında seyrettiği görülmektedir.

**Çizelge 4.10.** Yalnız boyarmadde içeren çözeltilere ait KOİ değerleri

Boyarmadde (CI)	Metod	Süre (dk)	KOİ ölçüm kiti kodu (Merck)	Ortalama KOİ değeri (mg/l)
Reactive Blue 171 (azo)	Başlangıç	-	14690	55
	Ozonlama	4	14690	<50
	Ozonlama+UB	4	14690	<50
	Ozonlama+UH	2,5	14690	<50
Reactive Blue 19 (antrakinon)	Başlangıç	-	14690	121
	Ozonlama	5	14690	86
	Ozonlama+UB	6	14690	96
	Ozonlama+UH	2,5	14690	96
Disperse Blue 337 (azo)	Başlangıç	-	14690	94
	Ozonlama	7	14690	<50
	Ozonlama+UB	12	14690	<50
	Ozonlama+UH	12	14690	<50
Disperse Red 60 (antrakinon)	Başlangıç	-	14690	91
	Ozonlama	7	14690	51
	Ozonlama+UB	12	14690	58
	Ozonlama+UH	12	14690	<50

**Çizelge 4.11.** Boyarmadde + yardımcı kimyasalları (reaktiflerde: 20 g/l tuz, 20 g/l soda, disperslerde: 1 g/l dispergatör, 1 ml/l asetik asit) içeren çözeltilere ait KOİ değerleri

Boyarmadde (CI)	Metod	Süre (dk)	KOİ ölçüm kiti kodu (Merck)	Ortalama KOİ değeri (mg/l)	% KOİ giderimi	% renk giderimi
Disperse Blue 337 (azo)	Başlangıç	-	14555	2190	-	-
	Ozonlama	90	14555	1807	17	62
	Ozonlama+UB	70	14555	1720	21	66
	Ozonlama+UH	15	14555	1765	19	69
Disperse Red 60 (antrakinon)	Başlangıç	-	14555	2430	-	-
	Ozonlama	90	14555	2190	10	83
	Ozonlama+UB	50	14555	1972	19	84
	Ozonlama+UH	7	14555	2227	8	82

## 4.2. İkinci İş Paketi – Enzimatik Muameleler Denemeleri Sonuçları

### 4.2.1. Pektinaz ile hidrofilleştirme sonuçları

#### 4.2.1.1. Pektinaz ile hidrofilleştirme ön denemeleri

Ön denemeler aşamasında optimizasyon çalışması yapılmıştır. Farklı konsantrasyonlarda kullanılan alkali pektinaz enziminin, farklı enzim aplikasyon sürelerinin ve enzim aplikasyonundan sonra değişen süre ve sıcaklıklardaki ard yıkama şartlarının pamuklu kumaşın hidrofilitesi üzerine etkileri incelenmiştir.

Farklı enzim konsantrasyonlarında (0,05-0,5-1-2 ml/l), farklı enzim aplikasyon sürelerinde (5 dakikadan 60 dakikaya) ve farklı yöntemlerle (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH) yapılan enzim aplikasyonu sonrasında ard yıkamalar su ile yapılmıştır.

Enzim uygulaması yapılmış kumaşlara 2 değişik tip ard yıkama uygulanmıştır;

1. İlk ard işlem tipi; 90 °C’ de 5 dakikalık yıkama sonrasında 50 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama.
2. İkinci ard işlem tipi; 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama.

### ***Birinci Denemeler***

Tavsiye edilen hidrofilleştirme reçetesine göre; alkali pektinaz hidrofilleştirmesinde 60 °C’ de 20 dakika ve ard işlem olarak 90 °C’ de 5 dakika, ardından 50 °C’ de çalkalama ve son olarak soğuk yıkama yapılmıştır.

Alkali pektinaz reçetesi;

- 0,5 g/l disodyumfosfat
- pH 9-9,5 sodyum karbonat
- 0,5 ml/l noniyonik ıslatıcı
- ÇO: 1:20
- Sıcaklık 60 °C’ ye yükseldiğinde 1 ml/l disodyumfosfat ve farklı konsantrasyonlarda (0,05-0,5-1-2 ml/l) alkali pektinaz (Bioprep 3000L) ilave edilmiştir.

Klasik alkali hidrofilleştirme;

- 1 ml/l iyon tutucu (Heptol CMA)
- 1 ml/l anyonik/noniyonik ıslatıcı (AWA)
- % 2 (owf) NaOH
- 90 °C – 30 dakika, 70 °C çalkalama, 50 °C çalkalama, soğuk yıkama

Hiç işlem görmemiş ham pamuk kumaşın su damlası (s) ve su sütunu (cm) değerleri sırasıyla 38,9 saniye ve 4,1 cm’ dir. Enzim ile yapılan hidrofilleştirme işlemi pamuğun hidrofilitasını arttırmıştır (Çizelge 4.12). Su damlası (s) ve su sütunu (cm) sonuçları benzer trend göstermiştir (Çizelge 4.12 ve 4.13).

**Çizelge 4.12.** Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 5 dakikalık yıkama sonrasında 50 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su damlası (s) değerleri

İşlem Tipi	Enzim İşlemleri		Su damlası (s)					Ortalama
	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)						
İşlemsiz kumaş	-	-	40,32	38,2	38,11	38,79	39	38,9
Enzim	0,05	10	18,58	18	18,22	20,02	20,79	19,1
	0,05	20	9,27	9,36	8,91	8,86	8,64	9,0
	0,5	20	7,15	6,55	6,88	6,39	7	6,8
	1	20	5,28	5,08	6,7	6,64	6,28	6,0
	2	20	5,89	5,22	5,49	5,65	5,58	5,6
Enzim + UB	0,05	10	12,55	12,79	11,43	12,86	12,1	12,3
	0,05	20	6,03	7,06	7,6	7,1	6,2	6,8
Enzim + UH	0,05	5	12,6	13,31	13,41	12,3	14,71	13,3
	0,05	10	8,55	10,75	11,56	8	10,2	9,8
	0,05	15	2,98	3,49	3,28	3,64	4,45	3,6
	0,05	20	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Klasik alkali Hidrofilleştirme	-	-	<1	<1	<1	<1	<1	<1

**Çizelge 4.13.** Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C de 5 dakikalık yıkama sonrasında 50 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su sütunu (cm) değerleri

İşlem Tipi	Enzim işlemleri		Su sütunu (cm)							
	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)	15 s	30 s	45 s	60 s	120 s	180 s	240 s	300 s
İşlemsiz Kumaş	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,1
Enzim	0,05	10	0,6	1,3	1,8	2,4	3,8	4,6	5,4	6,3
	0,05	20	1,5	2,5	3,2	3,5	5,0	6,0	6,8	7,6
	0,5	20	1,5	2,5	3,3	3,8	5,1	6,1	6,9	7,6
	1	20	1,5	2,6	3,4	3,8	5,1	6,1	7	7,7
	2	20	1,8	2,5	3,3	3,9	5,2	6,2	7,1	7,8
Enzim + UB	0,05	10	1,3	2	2,5	3,2	4,0	5,0	5,7	6,8
	0,05	20	1,5	2,6	3,4	3,7	5,2	6,2	7,0	7,9
Enzim + UH	0,05	5	1,2	1,8	2,2	2,8	4,0	5,1	5,9	6,9
	0,05	10	1,7	2,2	2,8	3,5	4,9	5,8	6,5	7,2
	0,05	15	2,4	3,1	3,8	4,2	5,5	6,5	7,2	7,9
	0,05	20	2,4	3,5	3,9	4,5	5,7	6,7	7,5	8,3
Klasik hidrofilleştirme	-	-	2,5	3,5	4,0	4,5	5,8	6,9	7,5	8,3

## İkinci Denemeler

İkinci optimizasyon çalışmasında; alkali pektinaz hidrofilleştirmesinde 60 °C' de 20 dakika ve ard işlem olarak 90 °C' de 10 dakika, ardından 70 °C' de çalkalama ve son olarak soğuk yıkama yapılmıştır.

**Çizelge 4.14.** Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C' de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutuluna pamuklu kumaşların su damlası (s) değerleri

İşlem Tipi	Enzim İşlemleri		Su damlası (s)					Ortalama
	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)						
İşlemsiz Kumaş	-	-	40	38	38	39	39	38,9
Enzim	0,05	10	11	11	11	12	12	11,4
	0,05	20	7	6,9	7,1	6,7	6,6	6,9
	0,05	25	4,1	4,4	4	4,9	5	4,5
	0,05	30	3,9	4	4,3	3,6	3,7	3,9
	0,05	40	3,2	3,6	3,6	4	3,5	3,6
	0,05	60	3,6	3,4	3,8	2,8	3,1	3,3
	0,5	20	2,3	3,2	3,2	2,5	2,5	2,7
	1	20	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
2	20	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	
Enzim + UB	0,05	10	5,4	6,8	6,4	5,4	6,2	6
	0,05	20	5,5	5,1	6,1	5,7	5,5	5,5
	0,05	25	4,5	4,2	3,5	4,5	4,8	4,3
	0,05	30	4,2	4	3,2	3,6	4,1	3,8
	0,05	40	3,2	3,3	3	3,4	2,4	3,1
	0,05	60	2,1	1,4	1,8	1,7	2,7	1,9
Enzim + UH	0,05	5	4,6	3,9	4,8	4,6	4,4	4,5
	0,05	10	1,8	2,3	2,7	2	1,8	2,1
	0,05	15	1,2	1,5	1,7	1,4	1,8	1,5
	0,05	20	<1	<1	<1	<1	<1	<1
	0,05	25	<1	<1	<1	<1	<1	<1
	0,05	30	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Klasik alkali Hidrofilleştirme	-	-	<1	<1	<1	<1	<1	<1

**Çizelge 4.15.** Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su sütunu (cm) değerleri

İşlem Tipi	Enzim işlemleri		Su sütunu (cm)								
	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)	15 s	30 S	45 s	60 s	120 s	180 s	240 s	300 s	
İşlemsiz Kumaş	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,1
Enzim	0,05	10	0,8	1,6	2,5	3,0	4,5	5,4	6,0	6,9	
	0,05	20	1,2	1,8	2,5	3,0	4,5	5,4	6,1	7,0	
	0,05	25	2,0	2,9	3,3	3,8	4,9	6,0	6,9	7,5	
	0,05	30	2,2	3,0	3,5	4,0	5,3	6,3	7,2	7,8	
	0,05	40	2,2	3,0	3,7	4,0	5,4	6,4	7,2	7,9	
	0,05	60	2,3	3,1	3,7	4,1	5,4	6,4	7,3	7,9	
	0,5	20	2,3	3,2	3,6	4,4	5,5	6,5	7,2	8,0	
	1	20	2,4	3,3	3,7	4,4	5,6	6,6	7,3	8,1	
	2	20	2,6	3,4	3,7	4,5	5,7	6,6	7,3	8,2	
Enzim+UB	0,05	10	1,9	2,5	3,2	3,8	5,0	6,2	6,9	7,7	
	0,05	20	1,9	2,7	3,4	3,9	5,0	6,2	6,9	7,7	
	0,05	25	2,0	2,9	3,4	3,9	5,0	6,2	7,0	7,8	
	0,05	30	2,2	3,1	3,7	4,1	5,3	6,4	7,2	7,9	
	0,05	40	2,3	3,1	3,8	4,2	5,5	6,5	7,3	8,0	
	0,05	60	2,4	3,1	3,8	4,2	5,5	6,5	7,4	8,1	
Enzim+UH	0,05	5	2,0	2,9	3,5	4,0	5,3	6,3	7,1	7,8	
	0,05	10	2,4	3,2	3,8	4,3	5,6	6,5	7,3	8,1	
	0,05	15	2,5	3,3	3,9	4,3	5,6	6,6	7,4	8,2	
	0,05	20	2,5	3,3	3,9	4,4	5,7	6,8	7,5	8,3	
	0,05	25	2,5	3,3	3,9	4,4	5,7	7,0	7,6	8,5	
	0,05	30	2,6	3,5	4,1	4,7	6,0	7,1	7,7	8,6	
Klasik hidrofilleştirme	-	-	2,5	3,5	4,0	4,5	5,8	6,9	7,5	8,3	

#### 4.2.1.2. Pektinaz ile hidrofilleştirme asıl denemeler

Optimizasyon çalışmaları sonucunda, Çizelge 4.12-15’ e göre, ikinci deneme şartları seçilmiştir. Çalışmanın bundan sonraki bölümünde daha agresif olan ikinci ard işlem tipi: 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama kullanılmıştır.

**Çizelge 4.16.** Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su damlası (s) değerleri-asıl denemeler

İşlem Tipi	Enzim İşlemleri		Su damlası (s)					Ortalama
	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)						
İşlemsiz kumaş	-	-	40,32	38,2	38,11	38,79	39	38,9
Enzim	0,05	20	6,88	6,75	6,52	6,93	7,38	6,9
	0,05	20	7,02	6,97	6,75	7,24	6,79	7,0
	0,05	20	7,06	6,78	7,24	6,52	6,65	6,9
Enzim + UB	0,05	20	5,03	5,71	5,8	5,04	6,03	5,5
	0,05	20	5,04	6,12	5,75	5,66	5,21	5,6
	0,05	20	5,25	4,99	5,46	5,39	6,24	5,5
Enzim + UH	0,05	5	<1	<1	<1	<1	<1	<1
	0,05	10	<1	<1	<1	<1	<1	<1
	0,05	15	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Klasik alkali Hidrofilleştirme	-	-	<1	<1	<1	<1	<1	<1
	-	-	<1	<1	<1	<1	<1	<1
	-	-	<1	<1	<1	<1	<1	<1

**Çizelge 4.17.** Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların su sütunu (cm) değerleri-asıl denemeler

İşlem Tipi	Enzim işlemleri		Su sütunu (cm)							
	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)	15 s	30 s	45 s	60 s	120 s	180 s	240 s	300 s
İşlemsiz kumaş	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,1
Enzim	0,05	20	1,2	1,8	2,5	3,0	4,5	5,4	6,1	7,0
	0,05	20	1,2	1,8	2,4	2,8	4,5	5,4	6,3	7,0
	0,05	20	1,2	1,9	2,5	2,9	4,4	5,4	6,4	7,0
Enzim+UB	0,05	20	1,9	2,7	3,4	3,9	5,0	6,2	6,9	7,7
	0,05	20	1,9	2,7	3,4	3,8	5	6,2	6,9	7,7
	0,05	20	1,9	2,6	3,5	3,9	5	6,1	7	7,7
Enzim+UH	0,05	20	2,5	3,3	3,9	4,4	5,7	6,8	7,5	8,3
	0,05	20	2,4	3,2	3,8	4,3	5,6	6,6	7,4	8,3
	0,05	20	2,5	3,3	4	4,5	5,7	6,7	7,5	8,3
Klasik hidrofilleştirme	-	-	2,5	3,5	4,0	4,5	5,8	6,9	7,5	8,3
	-	-	2,6	3,6	4,1	4,6	5,9	7	7,6	8,4
	-	-	2,5	3,5	4	4,4	5,8	6,9	7,6	8,3

**Çizelge 4.18.** Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların ağırlık kaybı

İşlem Tipi	Enzim işlemi		Su damlası (saniye)	Ağırlık kaybı (%)
	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)		
İşlemsiz kumaş	-	-	38,9 ± 0,9	Referans
Enzim	0,05	20	6,9 ± 0,3	0,7
Enzim + UB	0,05	20	5,5 ± 0,4	1,3
Enzim + UH	0,05	20	<1	1,3
Klasik alkali hidrofilleştirme	-	-	<1	2,8

60 °C’ deki enzimatik işlemler (Enzim, Enzim + UB ve Enzim + UH) ve 90 °C’ de yapılan klasik alkali hidrofilleştirme işlemi pamuk kumaşın çekmesine ve bu yüzden kumaş kalınlığının artmasına yol açmıştır. Genel olarak, işlem görmüş kumaş kalınlıkları birbirine çok yakın olup 58-59 mm civarında değişmektedir (Çizelge 4.19).

**Çizelge 4.19.** Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların kalınlığı

İşlem Tipi	Enzim İşlemleri		Kumaş kalınlığı					Ortalama
	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)						
İşlemsiz kumaş	-	-	55	55	55	55	55	55,0
Enzim	0,05	20	59	58	57	58	60	58,4
	0,05	20	58	60	57	57	58	58
	0,05	20	57	58	58	57	59	57,8
Enzim + UB	0,05	20	57	58	58	57	59	57,8
	0,05	20	57	58	58	59	57	57,8
	0,05	20	60	58	59	58	59	58,8
Enzim + UH	0,05	5	58	58	58	59	58	58,2
	0,05	10	58	59	58	57	58	58
	0,05	15	57	59	58	59	59	58,4
Klasik alkali Hidrofilleştirme	-	-	60	57	59	58	59	58,6
	-	-	59	60	58	59	61	59,4
	-	-	58	57	59	59	58	58,2



**Çizelge 4.20.** Farklı enzim işlemleri sonrasında 90 °C’ de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C’ de 2 dakikalık çalkalama ard işlemine tabi tutulan pamuklu kumaşların kopma mukavemeti

İşlem Tipi	Enzim İşlemi		Kopma yükü (kN)	Kopma uzama (%)
	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)		
İşlemsiz kumaş			0,355 ± 0,009	22,6 ± 0,4
Enzim	0,05	20	0,3647	23,88
	0,05	20	0,3607	23,15
	0,05	20	0,406	25,06
	0,05	20	0,3754	25,19
	0,05	20	0,3954	25,56
	0,05	20	0,3553	24,21
Enzim+UB	0,05	20	0,3831	23,46
	0,05	20	0,3753	24,48
	0,05	20	0,3754	24,14
	0,05	20	0,3926	25,49
	0,05	20	0,3897	24,81
	0,05	20	0,3799	24,75
Enzim+UH	0,05	20	0,3957	22,89
	0,05	20	0,3881	22,76
	0,05	20	0,3957	24,92
	0,05	20	0,417	26
	0,05	20	0,3702	24,58
	0,05	20	0,3655	23,98
Klasik alkali hidrofilleştirme	-	-	0,4032	23,49
	-	-	0,4023	23,3
	-	-	0,4052	25,29
	-	-	0,3961	24,08

### ***Kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ)***

İşlemlerin çevresel etkileri banyoların KOİ değerlerinin ölçülmesi yoluyla karşılaştırılmıştır. KOİ ölçüm testleri Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 5220C. Closed Reflux Method’a göre yapılmıştır.

Hidrofilleştirme işlemlerinin (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH, klasik alkali hidrofilleştirme) ana banyolarının, yıkama banyolarının ve çalkalama banyolarının kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ) değerleri Çizelge 4.21’de gösterilmiştir. Beklenildiği gibi ana banyoların KOİ’ leri yıkama ve çalkalama banyolarının KOİ’ lerinden çok fazla çıkmıştır.

**Çizelge 4.21.** Farklı enzimatik hidrofilleştirme işlem tiplerinin (0.05 g/l – 20 dakika) ve klasik alkali hidrofilleştirme işleminin KOİ değerleri

Banyo Tipi	İşlem şartları			KOİ değeri (mg/l)
	İşlem tipi	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	
Ana Banyo (Hidrofilleştirme işlemi sonrası)	Enzim	60	20	564
	Enzim + UB	60	20	463
	Enzim + UH	60	20	741
	Klasik alkali hidrofilleştirme	90	30	2276
Yıkama banyosu (Hidrofilleştirme işlemi sonrası)	Enzim	90	10	85
	Enzim + UB	90	10	112
	Enzim + UH	90	10	130
	Klasik alkali hidrofilleştirme	70	2	133
Çalkalama banyosu (Yıkama işlemi sonrası)	Enzim	70	2	<50
	Enzim + UB	70	2	<50
	Enzim + UH	70	2	<50
	Klasik alkali hidrofilleştirme	50	2	<50

#### 4.2.2. Lakkaz ile ağartma sonuçları

##### 4.2.2.1. Lakkaz ile ağartma ön denemeleri

Deneyleerde öncelikle enzimin verimli çalışması için uygun enzim konsantrasyonu, pH, süre ve sıcaklık şartları tespit edilmeye çalışılmıştır. Farklı enzim konsantrasyonlarında çalışılmış ve elde edilen beyazlık değerleri sonucu en uygun enzim konsantrasyonu seçilmiştir.

Optimizasyon çalışmalarında saf enzim kullanılarak farklı enzim konsantrasyonlarında (0,01-0,04-0,08-0,16-1 g/l) ve farklı sıcaklıklarda (40 °C, 50 °C ve 60 °C) denemeler yapılmıştır ve pH asetik asit/sodyum asetat tamponu ile pH 5' e ayarlanıp 1:20 çözelti oranı ile 30 dakikada ağartma işlemi yapılmıştır. Ard işlem olarak enzimatik işlem sonrasında numunelere 90 °C suda 10 dakika yıkama, 70 °C suda çalkalama ve son olarak bol su ile durulama yapılmıştır.

Farklı sıcaklık ve enzim konsantrasyonlarında yapılan enzimatik işlem sonrası pamuk kumaşın beyazlık ve sarılık değerleri Çizelge 4.22' de verilmiştir.

**Çizelge 4.22.** Farklı sıcaklık ve enzim konsantrasyonlarında elde edilen beyazlık değerleri

İşlem Tipi	Süre (dakika)	Sıcaklık (°C)	Enzim Konsantrasyonu(g/l)	Stensby	Sarılık (ASTM D1925)
İşlemsiz kumaş		-	-	58,614	23,531
Enzim	30	60	0,01	62,505	18,896
	30	60	0,01	62,413	18,774
	30	60	0,04	62,271	19,046
	30	60	0,04	62,746	18,506
	30	60	0,08	62,011	19,373
	30	60	0,08	61,942	19,203
	30	60	0,16	62,186	19,011
	30	60	0,16	62,166	19,101
	30	50	0,01	61,804	19,278
	30	50	0,01	62,771	18,532
	30	50	0,04	62,476	18,77
	30	50	0,04	62,562	18,895
	30	50	0,08	62,669	18,554
	30	50	0,08	62,455	18,994
	30	50	0,16	62,083	19,134
	30	50	0,16	62,336	18,967
	30	40	0,01	62,088	18,038
	30	40	0,01	62,173	19,056
	30	40	0,04	62,529	18,465
	30	40	0,04	62,834	18,605
	30	40	0,08	62,121	19,374
	30	40	0,08	62,863	18,887
	30	40	0,16	62,041	18,846
	30	40	0,16	62,882	18,945
	30	40	1	62,713	18,63
	30	40	1	62,567	18,705

Çizelge 4.23 farklı sıcaklık ve enzim konsantrasyonlarında yapılan enzimatik işlem sonrası pamuk kumaşların ağırlık kaybını göstermektedir. Bütün enzimatik işlemler pamuk kumaşta ağırlık kaybına neden olmuştur.

**Çizelge 4.23.** Farklı sıcaklık ve enzim konsantrasyonlarında yapılan enzimatik işlem sonrası pamuk kumaşın ağırlık kaybı

İşlem Tipi	Süre (dakika)	Sıcaklık (°C)	Enzim konst (g/l)	Çıkış pH	Stensby	Ağırlık kaybı (%)
İşlemsiz kumaş	-	-	-	-	58,614	-
Enzim	30	60	0,01	5,89	62,505	0,95
	30	60	0,01	5,92	62,413	0,94
	30	60	0,04	5,85	62,171	0,84
	30	60	0,04	5,91	62,746	0,82
	30	60	0,08	5,86	62,011	0,74
	30	60	0,08	5,86	61,942	0,73
	30	60	0,16	5,87	62,186	0,86
	30	60	0,16	5,88	62,166	0,85
	30	50	0,01	5,7	61,804	0,66
	30	50	0,01	5,83	62,771	0,71
	30	50	0,04	5,68	62,476	0,93
	30	50	0,04	5,9	62,562	0,59
	30	50	0,08	5,69	62,669	0,63
	30	50	0,08	5,85	62,355	0,71
	30	50	0,16	5,7	62,083	0,82
	30	50	0,16	5,83	62,336	0,92
	30	40	0,01	5,72	62,088	0,56
	30	40	0,01	5,79	62,173	0,64
	30	40	0,04	5,74	62,429	0,61
	30	40	0,04	5,82	62,834	0,65
	30	40	0,08	5,78	62,121	0,66
	30	40	0,08	5,81	62,863	0,67
	30	40	0,16	5,73	62,041	0,73
	30	40	0,16	5,78	62,882	0,74
	30	40	1	5,63	62,6	1,35
	30	40	1	5,6	62,56	1,34

#### 4.2.2.2. Lakkaz ile ağartma asıl denemeler

Yapılan denemeler neticesinde farklı sıcaklık değerlerinin enzimin beyazlatma etkisi üzerinde belirgin bir etkisinin olmadığı belirlenmiştir. Çalışmanın ikinci aşamasında,

optimizasyon çalışmalarının sonucuna göre en uygun işlem sıcaklığı ve enzim konsantrasyonu seçilmiştir.

Farklı konsantrasyon değerleri ve sıcaklıklar incelendiğinde 0,04 g/l enzim konsantrasyonunda, farklı enzim aplikasyon sürelerinde (10, 20, 30 dakika) ve değişik yöntemlerle (Enzim, Enzim+UB, Enzim+UH) yapılan enzim aplikasyonu sonrasında ard işlem olarak 90 °C’ de 10 dakika yıkama sonrasında 70 °C’ de çalkalama ve soğuk suda yıkama yapılmıştır.

**Çizelge 4.24.** Farklı işlem tipi ve sürelerde pamuk kumaşın beyazlık değerleri (0,04 g/l enzim, pH 5, 40 °C )

İşlem Tipi	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)	Sıcaklık (°C)	Stensby	Sarılık (ASTM D1925)
İşlemsiz kumaş	-	-	-	58,6	23,5
Enzim	0,04	10	40	62,613	18,522
	0,04	10	40	62,644	18,398
	0,04	20	40	62,814	18,653
	0,04	20	40	62,911	18,626
	0,04	30	40	62,654	18,504
	0,04	30	40	62,905	18,533
Enzim+UB	0,04	10	40	62,717	18,753
	0,04	10	40	62,605	18,741
	0,04	20	40	62,911	18,545
	0,04	20	40	63,407	18,255
	0,04	30	40	63,384	18,37
	0,04	30	40	62,745	18,616
Enzim+UH	0,04	10	40	63,377	18,172
	0,04	10	40	62,965	18,757
	0,04	20	40	63,289	18,625
	0,04	20	40	63,278	18,514
	0,04	30	40	63,967	17,611
	0,04	30	40	64,009	17,539

Çizelge 4.25’ te farklı tip enzim işlemlerinden sonra pamuklu kumaşların ağırlık kaybı verilmiştir. Uygulanan bütün enzimatik işlemler sonucunda kumaşlarda ağırlık kaybı olmuştur.

**Çizelge 4.25.** Farklı enzim işlemleri sonrasında pamuklu kumaşların ağırlık kaybı

İşlem Tipi	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)	Sıcaklık (°C)	Stensby	Ağırlık Kaybı(%)
İşlemsiz kumaş	-	-	-	58,6	-
Enzim	0,04	10	40	62,613	0,41
	0,04	10	40	62,644	0,40
	0,04	20	40	62,814	0,68
	0,04	20	40	62,911	0,54
	0,04	30	40	62,654	0,62
	0,04	30	40	62,905	0,63
Enzim+UB	0,04	10	40	62,717	0,80
	0,04	10	40	62,605	0,40
	0,04	20	40	62,911	0,50
	0,04	20	40	63,407	0,49
	0,04	30	40	63,384	0,48
	0,04	30	40	62,745	0,44
Enzim+UH	0,04	10	40	63,377	0,50
	0,04	10	40	62,965	0,69
	0,04	20	40	63,289	0,31
	0,04	20	40	63,278	0,93
	0,04	30	40	63,967	0,58
	0,04	30	40	64,009	0,68

Kontrol amaçlı olarak enzimatik işlemler 40 °C’ de 30 dakika 1 g/l enzim konsantrasyonunda gerçekleştirilmiştir. Çizelge 4.26’ da farklı işlem tiplerinde (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH) 1g/l enzim konsantrasyonunda elde edilen beyazlık, sarılık ve ağırlık kaybı değerleri verilmiştir.

**Çizelge 4.26.** Farklı işlem tiplerinde 1 g/l enzim konsantrasyonunda elde edilen beyazlık değerleri

İşlem Tipi	Enzim konst (g/l)	Süre (dakika)	Sıcaklık (°C)	Stensby	Sarılık (ASTM D1925)	Ağırlık kaybı (%)
İşlemsiz kumaş	-	-	-	58,6	23,5	-
Enzim	1	30	40	62,713	18,63	1,35
	1	30	40	62,567	18,705	1,33
Enzim+UB	1	30	40	62,366	18,245	1,59
	1	30	40	62,243	18,196	1,60
Enzim+UH	1	30	40	62,662	18,282	1,48
	1	30	40	62,576	18,113	1,47

**Çizelge 4.27.** Farklı enzim işlemleri sonrasında pamuk kumaşların kumaş kalınlığı

İşlem Tipi	Enzim konsantrasyonu (g/l)	Süre (dakika)	Sıcaklık (°C)	Stensby	Kumaş kalınlığı (mm)
İşlemsiz kumaş	-	-	-	58,6	0,630
Enzim	0,04	10	40	62,6	0,640
	0,04	20	40	62,8	0,640
	0,04	30	40	62,7	0,640
Enzim+UB	0,04	10	40	62,7	0,645
	0,04	20	40	63,2	0,645
	0,04	30	40	63,1	0,645
Enzim+UH	0,04	10	40	63,1	0,645
	0,04	20	40	63,2	0,640
	0,04	30	40	64,0	0,645

**Çizelge 4.28.** Farklı enzimatik işlemler sonrası pamuk kumaşların kopma mukavemeti ve kopma uzaması

İşlem Tipi	Enzim konsantrasyonu (g/l)	Süre (dakika)	Sıcaklık (°C)	Stensby	Kopma yükü (kN)	Kopma uzaması (%)
İşlemsiz kumaş	-	-	-	58,6	0,37	26,0
Enzim	0,04	10	40	62,613	0,4007	26,88
	0,04	10	40	62,644	0,3923	28,04
	0,04	20	40	62,814	0,374	27,98
	0,04	20	40	62,911	0,3864	26,78
	0,04	30	40	62,654	0,3842	29,21
	0,04	30	40	62,905	0,3997	27,58
Enzim+UB	0,04	10	40	62,717	0,395	28,01
	0,04	10	40	62,605	0,3877	29,34
	0,04	20	40	62,911	0,3746	29,11
	0,04	20	40	63,407	0,3898	29,08
	0,04	30	40	63,384	0,3914	28,4
	0,04	30	40	62,745	0,3719	28,71
Enzim+UH	0,04	10	40	63,377	0,3738	27,97
	0,04	10	40	62,965	0,3807	27,7
	0,04	20	40	63,289	0,3964	28,49
	0,04	20	40	63,278	0,405	28,11
	0,04	30	40	63,967	0,4076	28,02
	0,04	30	40	64,009	0,3945	30,14

Lakkaz enzimi kullanımı ve farklı metodlarla yapılan enzimatik ağartma işlemlerine ve karşılaştırma işlemi olarak uygulanan klasik hidrojen peroksit ağartması işleminin uygulama banyolarına ait KOİ ölçüm test sonuçları Çizelge 4.29’ da verilmiştir.

**Çizelge 4.29.** Lakkaz ile farklı enzimatik ağartma işlem tiplerinin ve klasik ağartma işleminin KOİ değerleri

İşlem Tipi	Ortalama KOİ değeri (mg/l)
Sadece enzim	1211
Enzim+UB	1277
Enzim+UH	1217
Hidrojen peroksit ağartması	4351

### 4.2.3. Glikoz Oksidaz ile ağartma sonuçları

#### 4.2.3.1. Glikoz Oksidaz (GOx) ile ön denemeler

Saf glikoz oksidaz (GOx) enzimi ile hidrojen peroksit üretimi için optimum işlem şartlarının tespiti banyoların sıcaklık, süre ve pH' ları önerilen enzim çalışma şartlarından hareket edilerek planlanan bir optimizasyon serisi neticesinde belirlenmiştir.

#### *Saf Glikoz Oksidaz (GOx) ile çalışmada optimum sıcaklık tespiti*

Saf GOx enzimi ile farklı sıcaklıklarda 30 dakika süre ile yapılan çalışmalarda oluşan hidrojen peroksit miktarında önemli değişimler görülmüştür. Sıcaklığın artmasıyla enzimin aktivitesini kaybettiği ve üretilen hidrojen peroksit miktarında düşüş meydana geldiği saptanmıştır. Bu sonuçlar neticesinde optimum sıcaklık olarak 40 °C seçilmiştir.

**Çizelge 4.30.** Saf GOx enzimi ile çalışmada temperaturün üretilen hidrojen peroksit miktarına etkisi (Proses şartları: % 0,01 saf GOx enzimi, 2 g/l sodyum asetat, 20 g/l glikoz, 30 dakika, pH 5,5(asetik asit))

Sıcaklık(°C)		Giriş pH	Çıkış pH	Üretilen Peroksit miktarı (mg/l)
40	1	5,5	5,38	221
	2	5,5	5,38	221
50	1	5,5	5,33	170
	2	5,5	5,36	170
60	1	5,5	5,22	187
	2	5,5	5,25	204



### *Saf Glikoz Oksidaz (GOx) ile çalışmada optimum süre tespiti*

Üretilen hidrojen peroksit miktarına bakıldığında 90 dakikalık sürenin optimum süre olduğuna karar verilmiştir.

**Çizelge 4.31.** Saf GOx enzimi ile çalışmada sürenin üretilen hidrojen peroksit miktarına etkisi (Proses şartları: % 0,01 saf GOx enzimi, 2 g/l sodyum asetat, 20 g/l Glikoz, 40°C)

Süre (dk)		Giriş pH	Çıkış pH	Üretilen Peroksit miktarı (mg/l)
30	1	5,5	5,18	221
	2	5,5	5,20	221
60	1	5,5	5,1	272
	2	5,5	5,09	272
90	1	5,5	4,94	306
	2	5,5	4,99	289

### *Saf Glikoz Oksidaz (GOx) ile çalışmada optimum pH tespiti*

GOx ile işlemde optimum pH' ın belirlenmesi amacıyla çözeltiye asetik asit ilave edilerek işlem pH' ı değiştirilerek meydana gelen hidrojen peroksit miktarı tespit edilmiştir.

**Çizelge 4.32.** GOx enzimi ile çalışmada pH' ın üretilen hidrojen peroksit miktarına etkisi (Proses şartları: % 0,01 saf GOx enzimi, 2 g/l sodyum asetat, 20 g/l Glikoz, 40 °C' de, 90 dakika)

İşlem öncesi pH		İşlem sonu pH	Üretilen Peroksit miktarı (mg/l)
6	1	5,45	238
	2	5,44	238
5	1	4,94	238
	2	4,97	221
4,5	1	4,46	255
	2	4,48	238
4	1	4,02	306
	2	4	289

### ***Saf Glikoz Oksidaz (GOx) ile çalışmada enzim miktarının belirlenmesi***

Optimum enzim miktarının belirlenmesi için farklı konsantrasyonlarda enzim kullanılarak elde edilen peroksit miktarları tespit edilmiştir. Enzim miktarı iki ve dört kat artırılmasına rağmen elde edilen hidrojen peroksit miktarında çok büyük bir artış olmamasından dolayı % 0,01 enzim konsantrasyonu optimum olarak belirlenmiştir.

**Çizelge 4.33.** Saf GOx ile enzim miktarı değişiminin oluşan hidrojen peroksit miktarına etkisi (Proses şartları: 2 g/l sodyum asetat, 20 g/l Glikoz, pH 4, 40 °C’ de, 90 dakika)

Enzim miktarı (%)	Giriş pH	Çıkış pH	Üretilen Peroksit miktarı (mg/l)
0,04	4,07	3,89	476
0,02	4,05	3,94	374
0,01	4,06	3,98	340
0,005	4,06	3,99	289

### **4.2.3.2. Glikoz Oksidaz (GOx) ile asıl denemeler**

Yapılan çalışmalar sonucunda saf GOx enzimi ile % 0,01 enzim kullanılarak pH 4’ de, 40 °C’ de 90 dakika süre ile 2 gr/l sodyum asetat varlığında en fazla hidrojen peroksit açığa çıktığı saptanmıştır. Optimizasyon çalışmaları sonucu bulunan optimum süre, pH ve sıcaklıklarda hidrojen peroksit üretilmesine devam edilmiştir (pH 4, 40 °C, 90 dakika) ve bu banyonun pH’ ı sodyum hidroksit ile 11’ e ayarlandıktan sonra klasik peroksit ağartma prosedürü uygulanmıştır (90 °C’ de 1 saat).

**Çizelge 4.34.** Saf GOx enzimi ile işlem sonrası alkali pH’ larda yapılan ağartmalar sonucu kumaşın beyazlık değerleri (Ağartma prosesi şartları: pH 11, 90 °C, 60 dakika)

İşlem Tipi	Enzim konst (%)	Süre (dakika)	Glikoz miktarı (g/l)	Peroksit miktarı (mg/l)	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM D1925)
İşlemsiz kumaş	-	-	-	-	59,9	22,555
Enzim	0,01	90	20	272	60,044	23,370
	0,01	90	20	306	60,771	22,374
Enzim+UB	0,01	90	20	238	59,908	23,465
	0,01	90	20	238	59,693	23,035
Enzim+UH	0,01	30	20	1871	62,204	20,672
	0,01	30	20	1786	59,350	22,889

Elde edilen sonuçlarda peroksit değerlerine paralel olarak beyazlıkta artış elde edilememiştir. Bu aşamada enzimatik işlem ile hidrojen peroksit üretilen banyoya peroksit stabilizatörü ilave edilmiştir ve hidrojen peroksit üretildikten sonra pH kostik ilavesiyle 11' e ayarlanarak klasik peroksit ağartma prosedürü uygulanmıştır. (90 °C' da 60 dakika, 1 g/l peroksit stabilizatörü).

Ayrıca banyoda 20 g/l glikoz kullanılması durumunda glikozdan peroksit üretilmesi sonucu oluşan banyonun koyu renkli olduğu gözlenmiştir, bu sebeple kullanılan glikoz miktarı azaltılarak denemeler yapılmıştır.

Peroksit stabilizatörü eklenerek ve farklı glikoz miktarları kullanılarak yapılan deneylerde elde edilen sonuçlar Çizelge 4.35'te verilmiştir.

**Çizelge 4.35.** Saf GOx enzimi ile işlem sonrası alkali pH' larda peroksit stabilizatörü ilavesi ile yapılan ağartmalar sonucu kumaşın beyazlık değerleri (peroksit üretimi: % 0,01 enzim, 2 g/l sodyum asetat, 1 g/l peroksit stabilizatörü, pH 4, 40 °C)( Ağartma prosesi şartları: pH 11 (sodyum hidroksit), 90 °C, 60 dakika)

İşlem Tipi	Enzim konst (%)	Süre (dakika)	Glikoz miktarı (g/l)	Üretilen Peroksit miktarı (mg/l)	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM D1925)
İşlemsiz kumaş	-	-	-	-	58,6	23,5
Enzim	0,01	90	2,5	204	60,8	21,4
	0,01	90	5	306	62,7	19,86
	0,01	90	5	297	62,3	20,22
	0,01	90	10	340	60,7	21,09
	0,01	90	10	340	62,7	19,9
	0,01	90	20	374	62,8	19,8
	0,01	90	20	380	61,3	22,33
Enzim+UB	0,01	90	5	204	61,9	20,61
	0,01	90	10	221	59,3	23,15
	0,01	90	20	229	59,2	22,67
Enzim+UH	0,01	30	2,5	561	73,2	12,3
	0,01	30	5	1020	75,5	11,19
	0,01	30	5	1054	75,6	10,99
	0,01	30	10	1360	70,15	14,23
	0,01	30	10	1445	73,4	11,75
	0,01	30	20	1752	73,1	12,56
	0,01	30	20	1445	70,05	14,43

### ***Hidrojen peroksit ağartması sonuçları***

Kontrol muamelesi olarak hidrojen peroksit ağartması yapılmıştır. Sonuçlar Çizelge 4.36' da gösterilmiştir. Normal reçetede 2 g/l peroksit kullanılıyor olsa da Çizelge 4.35' te en yüksek beyazlık elde edilen denemelerde banyoda 1000 mg/l civarında peroksit üretildiği için karşılaştırma açısından 1 g/l peroksit kullanımı ile de denemeler yapılmıştır.

**Çizelge 4.36.** Hidrojen peroksit ile yapılan ağartmalar sonucu kumaşın beyazlık değerleri

İşlem Tipi	Hidrojen peroksit miktarı (ml)	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	Beyazlık (Stensby)	Sarıklık (ASTM D1925)
Hidrojen peroksit ağartması	1	90	60	75,163	11,233
	1	90	60	74,954	11,384
	2	90	60	75,971	10,755
	2	90	60	77,399	9,49

### ***Kopma Mukavemeti Sonuçları***

**Çizelge 4.37.** Farklı enzimatik işlemler sonrası pamuk kumaşların kopma mukavemeti ve kopma uzaması

İşlem Tipi	Enzim konsantrasyonu (%)	Süre (dakika)	Glikoz miktarı(g/l)	Kopma yükü (kN)	Kopma uzaması (%)
İşlemsiz kumaş	-	-	-	0,37	26,00
Enzim	0,01	90	2,5	0,37	24,11
	0,01	90	5	0,37	24,92
	0,01	90	10	0,37	24,34
	0,01	90	20	0,38	23,87
Enzim + UB	0,01	90	5	0,39	24,40
	0,01	90	10	0,38	24,76
	0,01	90	20	0,39	25,79
	0,01	90	20	0,39	25,79
Enzim + UH	0,01	30	2,5	0,39	24,40
	0,01	30	5	0,39	23,77
	0,01	30	10	0,37	24,88
	0,01	30	20	0,37	24,72

### ***KOİ Testi Sonuçları***

Glikoz oksidaz enzimi kullanımı ve farklı yöntemlerle yapılan enzimatik ağartma işlemlerine ve karşılaştırma işlemi olarak uygulanan klasik hidrojen peroksit ağartması işleminin uygulama banyolarına ait KOİ ölçüm test sonuçları Çizelge 4.38’ de verilmiştir. Ayrıca banyoda sadece glikoz bulunması durumundaki KOİ değerleri de kontrol ve karşılaştırma amaçlı olarak verilmiştir.

**Çizelge 4.38.** Glikoz oksidaz ile farklı enzimatik ağartma işlem tiplerinin ve klasik ağartma işleminin KOİ değerleri

İşlem tipi/Glikoz miktarı	Ortalama KOİ değeri (mg/l)
Sadece glikoz içeren banyo KOİ değeri (Kontrol)	
Sadece glikoz içeren banyo – 5 g/l glikoz	4258
Glikoz oksidaz ile ağartma banyosu KOİ değerleri	
Sadece enzim – 5 g/l glikoz	2668
Enzim+UB – 5 g/l glikoz	1868
Enzim+UH – 5 g/l glikoz	1774
Sadece enzim – 20 g/l glikoz	5214
Enzim+UB – 20 g/l glikoz	4370
Enzim+UH – 20 g/l glikoz	4080
Hidrojen peroksit ağartması	4351

### **4.3. Üçüncü İş Paketi – Ağartma Denemeleri Sonuçları**

#### **4.3.1. Pamuğun ozon ve ultrasonla ağartılması sonuçları**

Ozonlama işlemleri oda sıcaklığında yapılmıştır. Ultrasonik banyoda uzun süre yapılan ozonlama işlemi sırasında çözeltinin sıcaklığı artmaktadır. Sıcaklıkta meydana gelen bu artış çözünen ozon miktarında düşüğe sebep olur bu da daha az etkili bir ozonlama işlemine neden olur. Bundan dolayı ultrasonik banyoda yapılan ozonlama işlemlerinde suyun sıcaklığı soğutma yapılarak 30 °C’ de sabit tutulmuştur.

Benzer durum ultrasonik homojenizatörle ozonlama işleminde de gözlenmiştir. Ultrasonik homojenizatör ile ozonlamanın kombine edildiği işlem sırasında çözelti banyosunun uzun işlem sürelerinde sıcaklığı artmaktadır. Örneğin, ağartma ultrasonik homojenizatör ile ozonlamanın kombine edildiği işlem ile gerçekleştirildiğinde, cam

reaktördeki çözelti banyosunun sıcaklığı 30 dakika sonunda 70 °C' ye yükselmektedir. Bundan dolayı ozonlama + UH işleminde de çözelti banyosunun sıcaklığı 30 °C' ye soğutulmuştur ve yüksek sıcaklıklarda çözünen ozon miktarında meydana gelen düşüşü önlemek için çözelti banyosunun sıcaklığı 30 °C' de sabit tutulmuştur.

**Çizelge 4.39.** Farklı tip ozonlama işlemlerinin kumaş beyazlığına ve sarılığına etkisi

İşlem Tipi	Süre (dakika)	Sıcaklık (°C)	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM D1925)
İşlemsiz kumaş	-	-	61,4	21,0
Ozonlama	10	30	68,491	15,834
	10	30	66,459	17,173
	20	30	69,179	15,489
	20	30	67,974	16,093
	30	30	70,492	14,403
	30	30	70,206	14,615
	60	30	73,047	12,724
	60	30	73,2	12,658
	90	30	76,026	11,121
	90	30	75,872	11,072
Ozonlama + UB	10	30	67,683	16,348
	10	30	68,039	16,367
	20	30	69,221	16,952
	20	30	69,971	15,482
	30	30	72,432	13,037
	30	30	70,537	14,438
	60	30	72,572	13,085
	60	30	72,55	13,307
	90	30	73,686	12,496
	90	30	73,676	12,372
Ozonlama + UH	10	30	68,529	15,931
	10	30	71,883	13,658
	20	30	73,526	12,6
	20	30	74,525	11,535
	30	70	73,283	11,446
	30	70	75,255	11,498
	30	30	80,213	7,29
	30	30	80,134	7,167
Hidrojen Peroksit Ağartması	60	90	82,432	6,737
	60	90	82,738	6,78
	60	90	82,563	6,769

Çizelge 4.40' da farklı tip ozonlama işlemleri sonrası pamuk kumaşların işlem öncesi ve işlemler sonrası mutlak kuru ağırlıkları alınarak işlemler sırasında meydana gelen ağırlık kayıpları verilmiştir.

**Çizelge 4.40.** Farklı tip ozonlama işlemleri ve peroksit ağartması sonucu pamuk kumaşların ağırlık kaybı

İşlem Tipi	Süre (dakika)	Sıcaklık (°C)	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM D1925)	Ağırlık Kaybı
İşlemsiz kumaş	-	-	61,4	21,0	referans
Ozonlama	10	30	68,491	15,834	1,61
	10	30	66,459	17,173	1,62
	20	30	69,179	15,489	1,70
	20	30	67,974	16,093	1,68
	30	30	70,492	14,403	1,73
	30	30	70,206	14,615	1,69
	60	30	73,047	12,724	1,77
	60	30	73,2	12,658	1,69
	90	30	76,026	11,121	1,90
	90	30	75,872	11,072	1,86
Ozonlama + UB	10	30	67,683	16,348	1,76
	10	30	68,039	16,367	1,70
	20	30	69,221	16,952	1,83
	20	30	69,971	15,482	1,83
	30	30	72,432	13,037	1,84
	30	30	70,537	14,438	1,87
	60	30	72,572	13,085	2,05
	60	30	72,55	13,307	2,03
	90	30	73,686	12,496	2,17
	90	30	73,676	12,372	2,01
Ozonlama + UH	10	30	68,529	15,931	2,00
	10	30	71,883	13,658	2,21
	20	30	73,526	12,6	2,10
	20	30	74,525	11,535	2,54
	30	70	73,283	11,446	2,66
	30	70	75,255	11,498	2,60
	30	30	80,213	7,29	2,66
	30	30	80,134	7,167	2,65
Hidrojen Peroksit Ağartması	60	90	82,432	6,737	2,84
	60	90	82,738	6,78	2,79
	60	90	82,563	6,769	2,75

Farklı tip ozonlama işlemleri (Ozonlama, Ozonlama + UB, Ozonlama + UH) ve peroksit ağartması sonucu pamuk kumaşların mukavemet değerleri incelenmiştir.

**Çizelge 4.41.** Farklı tip ozonlama işlemleri ve peroksit ağartması sonucu pamuk kumaşların kopma mukavemeti

İşlem Tipi	Süre (dk)	Sıcaklık (°C)	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM D1925)	Kopma Mukavemeti (kN)	Kopma uzama (%)
İşlemsiz kumaş	-	-	61,4	21,0	0,428	17,8
Ozonlama	10	30	68,491	15,834	0,4384	18,85
	10	30	66,459	17,173	0,4468	20,76
	20	30	69,179	15,489	0,4644	20,12
	20	30	67,974	16,093	0,4436	20,14
	30	30	70,492	14,403	0,4374	21,03
	30	30	70,206	14,615	0,4055	19,46
	60	30	73,047	12,724	0,4377	22,13
	60	30	73,2	12,658	0,4436	19,03
	90	30	76,026	11,121	0,435	19,8
	90	30	75,872	11,072	0,4346	19,9
Ozonlama+UB	10	30	67,683	16,348	0,4557	20,79
	10	30	68,039	16,367	0,4334	18,75
	20	30	69,221	16,952	0,4609	20,65
	20	30	69,971	15,482	0,4554	22,18
	30	30	72,432	13,037	0,4346	20,36
	30	30	70,537	14,438	0,4376	19,65
	60	30	72,572	13,085	0,4323	20,9
	60	30	72,55	13,307	0,4452	21,67
	90	30	73,686	12,496	0,4557	20,95
	90	30	73,676	12,372	0,456	21,01
Ozonlama+UH	10	30	68,529	15,931	0,4247	22,62
	10	30	71,883	13,658	0,4478	21,91
	20	30	73,526	12,6	0,4466	20,03
	20	30	74,525	11,535	0,4188	20,9
	30	70	73,283	11,446	0,4691	21,15
	30	70	75,255	11,498	0,4215	20,23
	30	30	80,213	7,29	0,4557	20,13
	30	30	80,134	7,167	0,4437	20,36
Hidrojen Peroksit Ağartması	60	90	82,432	6,737	0,4201	19,09
	60	90	82,738	6,78	0,4206	19,21
	60	90	82,563	6,769	0,4201	19,01



### ***KOİ Testi Sonuçları***

Ozonlama ile ağartma işlemlerine ve karşılaştırma işlemi olarak uygulanan klasik hidrojen peroksit ağartması işleminin uygulama banyolarına ait KOİ ölçüm test sonuçları Çizelge 4.42' de verilmiştir.

**Çizelge 4.42.** Ozonla ağartma işlem tiplerinin ve klasik ağartma işleminin KOİ değerleri

İşlem Tipi	Süre (dk)	Ortalama KOİ değeri (mg/l)
Ozonlama	90	94
Ozonlama + UB	90	67
Ozonlama + UH	30	29
Hidrojen peroksit ağartması	60	4316

### **4.3.2. Yünün ozon ve ultrasonla ağartılması sonuçları**

Yün kumaşın ozonla ve ultrason destekli ozonla muameleleri sonucu ulaşılan beyazlık ve sarılık değerleri Çizelge 4.43' te verilmiştir.

**Çizelge 4.43.** Farklı işlem tipi ve sürelerde yün kumaşların beyazlık ve sarılık değerleri

İşlem Tipi	Süre (dk)	Stensby	Sarılık (ASTM D1925)
İşlemsiz kumaş	-	37,99	35,48
Ozonlama	10	39,81	34,31
	20	40,35	33,42
	30	40,65	33,28
	60	39,93	33,47
	90	41,24	32,48
Ozonlama + UB	10	40,40	33,62
	20	40,19	33,77
	30	39,75	34,19
	60	41,43	32,40
	90	40,72	32,50
Ozonlama + UH	10	39,91	33,27
	20	39,99	32,76
	30	40,22	32,63

**Çizelge 4.44.** Farklı işlem tipleri ve sürelerde yün kumaşların ağırlık kaybı

İşlem Tipi	Süre (dk)	Ağırlık Kaybı (%)
Ozonlama	10	1,67
	20	1,65
	30	1,82
	60	1,72
	90	2,08
Ozonlama + UB	10	1,74
	20	2,02
	30	1,93
	60	2,25
	90	1,56
Ozonlama + UH	10	2,58
	20	3,03
	30	3,18

## 5. TARTIŞMA ve SONUÇ

### 5.1. Tartışma

#### 5.1.1. Ozonlama ile boyama atık sularında renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi

Birinci iş paketi olan renk giderimi denemelerinde dispers ve reaktif boyama banyosu atığını temsil eden çözeltilerde ozonlama ve ultrason destekli ozonlama (*hem ultrasonik banyo (UB) hem de ultrasonik homojenizatör (UH)*) işlemleri sonrası renk ve KOİ giderimi değerleri takip edilmiştir. Her iki boya (*dispers ve reaktif*) tipine ait azo ve antrakinin kromofor gruplu boyama çözeltileriyle çalışma durumunda da ultrasonik homojenizatör desteğinin işlem veriminde ciddi artışlar sağladığı görülmüştür.

##### 5.1.1.1. Reaktif boya çözeltisi renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi

Bu seri deneylerde saf su içerisinde yalnızca boyarmadde çözülen deneylerin başında sıcaklık:  $13 \pm 1$  °C ve pH  $7,5 \pm 0,3$  olarak ölçülmüştür. Banyoda yardımcı kimyasallar (tuz ve soda) bulunması durumunda pH  $11,2 \pm 0,2$  olarak ölçülmüştür.

Ozonlama işleminin sonunda ölçülen pH değeri yalnızca boyarmadde kullanılan çözeltilerde pH 4 seviyesinde ölçülmüştür, pH' taki bu düşme literatürde de rapor edilmiş olup parçalanma ürünlerinin etkisinden kaynaklandığı belirtilmiştir (Koch ve ark. 2002, Eren ve Aniş 2006, Neamtu ve ark. 2004, Zhang ve ark. 2004). Yardımcı kimyasal (tuz ve alkali) içeren banyolarda çıkış pH' ı değişmemiştir, bu sonuçlar da literatürle uyumludur, kuvvetli alkali özellik ozonlama sonucu oluşan asidik anyonların pH' ta oluşturacağı düşmeyi baskılamaktadır.

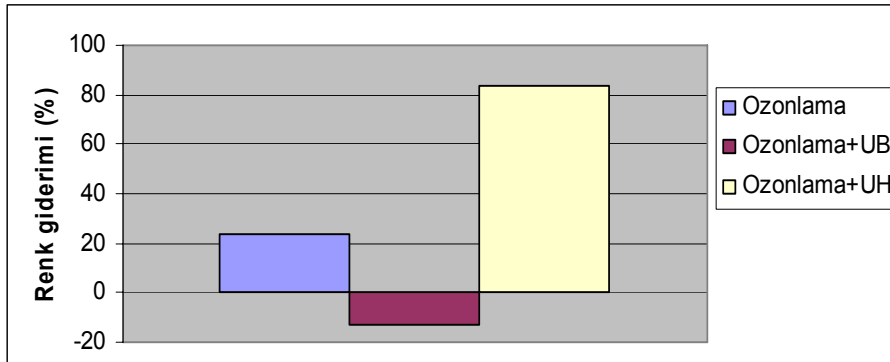
Bunun yanında ultrasonik banyo ve ultrasonik homojenizatörde ultrason etkisi ile sıcaklık artışları meydana gelmiştir. Ultrasonik homojenizatör ile çalışmada sıcaklık 2,5 dakikada 26 °C, 4 dakika çalışmada 30 °C, 7 dakika çalışmada 45 °C olarak ölçülmüştür. Ultrasonik banyoda ise sıcaklık 12 dakika çalışma sonunda ancak 20 °C' a çıkmıştır.

Banyo sıcaklığının artışı çözünen ozon miktarında düşmeye sebep olsa da buna paralel olarak reaksiyon hızlarını artıracaktır (Eren ve Anış 2006).

### ***C.I.Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi***

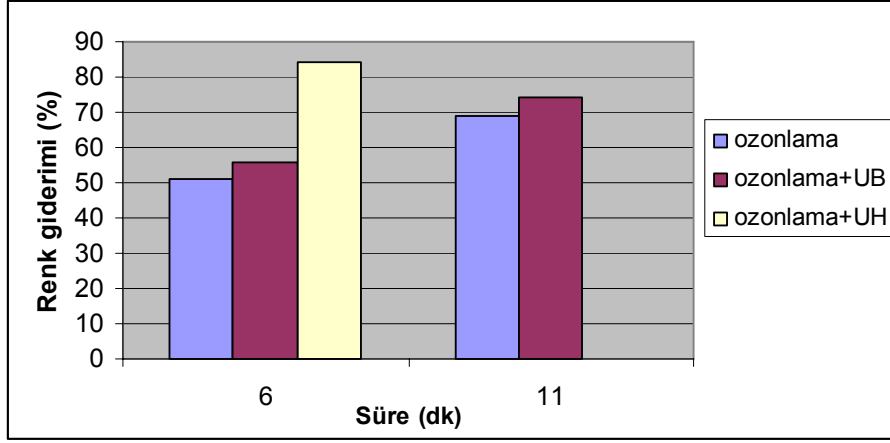
C.I.Reaktif Blue 171 azo kromoforlu boya çözeltisinin yalnızca boyarmaddeyle hazırlandığı deney sonuçları incelendiğinde 2,5 dakika süren deneme sonuçlarında en yüksek renk giderimin ozonlama + UH işleminde olduğu görülür. Bu durum homojenizatörün yoğun etkisi ile ozonun daha fazla etkileşime girmesiyle açıklanabilir.

Her şeyden önce dikkati çeken husus ilk 2,5 dakikalık ölçümlerde ozonlama + UB işleminden alınan numunenin renginin başlangıç çözeltisine göre daha koyu çıkmasıdır. Bu durum her üç tekrarda da gözlenmiştir. Bunun nedeninin ultrasonik banyodaki etkiyle boyarmaddenin dispersiyonunun artması olabileceği düşünülmüştür.



**Şekil 5.1.** C.I.Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi

Reaktif Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisinin boyarmadde ile birlikte boyama reçetesinde kullanılan tuz ve soda ile hazırlandığı deney sonuçları incelendiğinde yine ozonlama + UH şeklinde homojenizatör destekli çalışmanın en hızlı renk giderimini sağladığı görülmektedir. 6 dakika ozonlama sonunda ozonlama + UH ile ulaşılan % renk giderimi % 84'e ulaşırken ozonlamanın tek başına yapılması durumunda bu oran yalnızca % 51 olarak gerçekleşmiştir. Bu sonuçlar ultrasonik homojenizatör desteğinin ozonlama etkinliğini ciddi şekilde artırdığını göstermiştir.



**Şekil 5.2.** C.I.Reactive Blue 171 azo kromoforlu reaktif boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi

***C.I.Reactive Blue 19 antrakinon kromoforlu reaktif boya çözeltisi renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi***

C.I.Reaktif Blue 19 antrakinon kromoforlu boya çözeltisinin yalnızca boyarmaddeyle hazırlandığı deney sonuçları incelendiğinde aynı işlem süresinde en yüksek renk giderimi oranını ozonlama + UH işlemi göstermiştir.

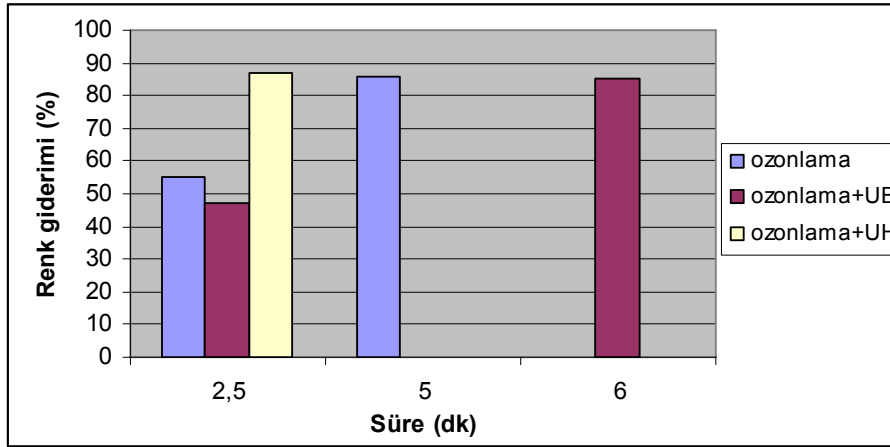
Ultrasonik banyo desteği ile ozonlama etkinliğindeki artış ultrasonik homojenizatör desteğinde sağlandığı şekilde yüksek çıkmamıştır. Ultrasonik homojenizatörün ozonlama ile renk giderimi etkinliğinde gösterdiği artış cam reaktöre alttan beslenen ozon gazının cam reaktör içindeki çözeltiden geçerek havaya yükselmesi sırasında ultrasonik homojenizatörün etkisiyle ozonun çözelti ile etkileşimini artırması şeklinde açıklanmaktadır.

Ultrasonik banyonun homojenizatör kadar etkin olmamasının sebebi ultrasonik homojenizatörün cam reaktör içerisinde çok daha güçlü bir etki oluşturmasıdır. Ultrasonik homojenizatörün probu 1 cm kadar çözeltinin içerisine daldırılıp çalıştırıldığında çözeltide çok kuvvetli bir hareketlenme ve bu esnada alttan gelen ozonun çözelti ile çok etkin teması gerçekleşmektedir. Ultrasonik banyo içerisine yerleştirilen cam reaktör içerisinde titreşim olsa da bunun gücü homojenizatör probunun daldırıldığında oluşan yanında çok düşük olmaktadır.

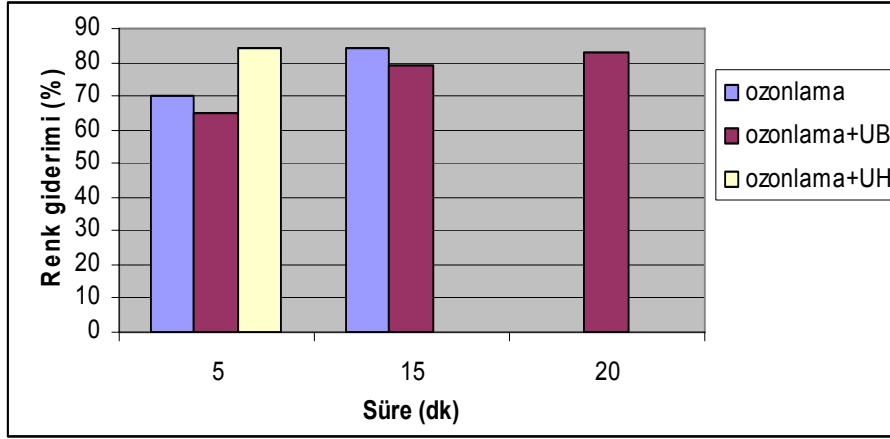
Antrakinin kromofora sahip reaktif boyarmadde Reactive Blue 19 ile boyarmadde + yardımcı kimyasallar (tuz ve soda) içerecek şekilde hazırlanan çözeltinin ozonlama ile renk giderimi değerleri incelendiğinde en etkin işlemin diğerlerinde olduğu şekilde ultrasonik homojenizatör desteğinde ozonlama işlemi olduğu görülmektedir.

Elde edilen sonuçlardan ultrasonik homojenizatör ile desteklenen ozonlama prosesinde 5 dakikada ulaşılan renk giderimi oranlarına yalnızca ozonlama işleminde ancak 15 dakikada ulaşılabildiği görülmektedir. Bu sonuçlara göre ultrasonik homojenizatör desteğinin çalışılan şartlarda ozonlama etkinliğini yaklaşık 3 kat artırdığı söylenebilir.

Burada dikkat çekici bir nokta Çizelge 4.3' te verilen yardımcı kimyasal içermeyen çözelti için 2,5 dakikada ulaşılan renk giderimi oranlarına yardımcı kimyasal içeren banyolarda (Çizelge 4.4) daha uzun sürelerde ulaşılabilmiş olmasıdır. Ulaşılan bu sonuçlar literatürle uyumlu olup (Neamtu ve ark. 2004) banyoya daha fazla kimyasal ilavesi durumunda ozonun bu maddelerle de reaksiyonlara girmesi sonucu ozonlama etkinliğinin düştüğünü göstermektedir.



**Şekil 5.3.** C.I.Reactive Blue 19 antrakinin kromoforlu reaktif boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözelti renk giderimi yüzdesi



**Şekil 5.4.** C.I.Reactive Blue 19 antrakinon kromoforu aktif boyama çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (20 g/l tuz, 20 g/l soda) içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi

#### 5.1.1.2. Dispers boyama çözeltisi renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi

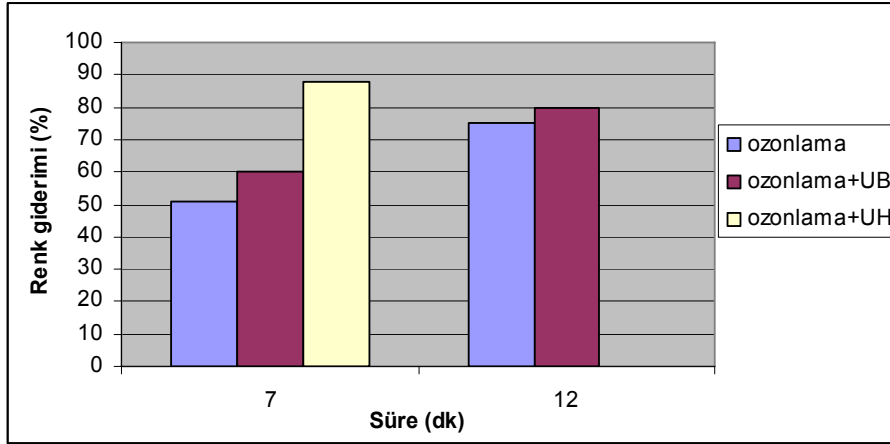
Ozonlama işleminin sonunda ölçülen pH değeri yalnızca boyarmadde kullanılan çözeltelerde pH  $3,5 \pm 0,5$  seviyesinde ölçülmüştür, pH' taki bu düşme literatürde de rapor edilmiş olup parçalanma ürünlerinin etkisinden kaynaklandığı belirtilmiştir (Koch ve ark 2002, Eren ve Aniş 2006, Neamtu ve ark. 2004, Zhang ve ark. 2004). Yardımcı kimyasal (asit ve dispergator) içeren banyolarda çıkış pH' ı  $2,8 \pm 0,2$  olarak ölçülmüştür, zaten asit bulunduğu için oluşan asidik anyonların etkisi sadece boyarmaddeyle hazırlanan banyolardaki kadar olmamıştır.

Bunun yanında ultrasonik banyo ve ultrasonik homojenizatörde ultrason etkisi ile sıcaklık artışları meydana gelmiştir. Ultrasonik homojenizatör ile çalışmada sıcaklık 2,5 dakikada  $26 \text{ }^\circ\text{C}$ , 4 dakika çalışmada  $30 \text{ }^\circ\text{C}$ , 7 dakika çalışmada  $45 \text{ }^\circ\text{C}$  ve 30 dakikalık çalışmada  $55 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  olarak ölçülmüştür. Ultrasonik banyoda ise sıcaklık 12 dakika çalışma sonunda ancak  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ' ye ve 90 dakika çalışma sonunda  $40 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ' ye çıkmıştır. Banyo sıcaklığının artışı çözünen ozon miktarında düşmeye sebep olsa da buna paralel olarak reaksiyon hızlarını artıracaktır (Neamtu, 2004).

### ***C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi***

Azo kromoforlu Disperse Blue 337 dispers boyarmaddesinin tek başına kullanıldığı çözeltilere ait renk giderimi değerleri incelendiğinde etkinliğin en yüksek olduğu çalışma şekli ozonlama + UH olarak görülmektedir.

Yedi dakikalık işlem süresinde yalnızca ozonlama yapılan banyodaki renk giderimi oranı % 51 iken ozonlama + UH işlemi uygulanan banyoda aynı süredeki renk giderimi oranı % 88 olarak ölçülmüştür. Bu renk giderimi oranına ozonlama ile 12 dakikada bile ulaşamamıştır.



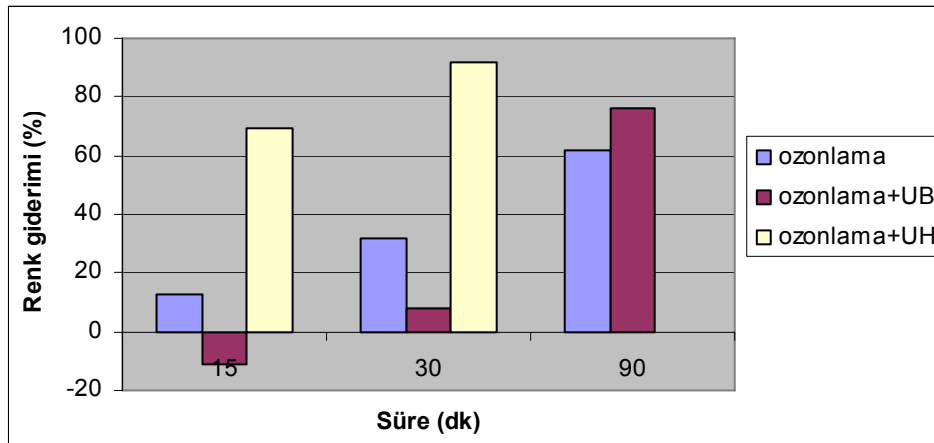
**Şekil 5.5.** C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi

Azo kromoforlu Disperse Blue 337 dispers boyarmaddesinin yanında yardımcı kimyasal maddeleri içeren çözeltinin renk giderimi değerleri incelendiğinde her şeyden önce dikkati çeken husus ilk 15 dakikalık ölçümlerde ozonlama + UB işleminden alınan numunenin renginin başlangıç çözeltisine göre daha koyu çıkmasıdır. Bu durum her üç tekrarda da gözlenmiş, olası bir yanlışlığı önlemek adına çözelti yeniden hazırlanarak bir üç tekrar daha yapılmış, ancak her seferinde aynı sonuçla karşılaşılmıştır. Bunun nedeninin ultrasonik banyodaki etkiyle boyarmaddenin dispersiyonunun artması olabileceği düşünülmüştür. Bu kısa sürede yalnızca ozonlama ile elde edilen renk giderimi % 13 olarak verilmiştir. Dolayısıyla yardımcı kimyasalları içeren bu banyoda



15 dakikada fazla bir renk giderimi olmadığı, buna karşın ultrasonik banyo etkisiyle banyo içindeki boyarmadde ve diğer kimyasal bileşiklerin dispersiyonlarının daha etkin gerçekleştiği ve bu sebeple de rengin daha koyu ölçüldüğü yorumu yapılmıştır.

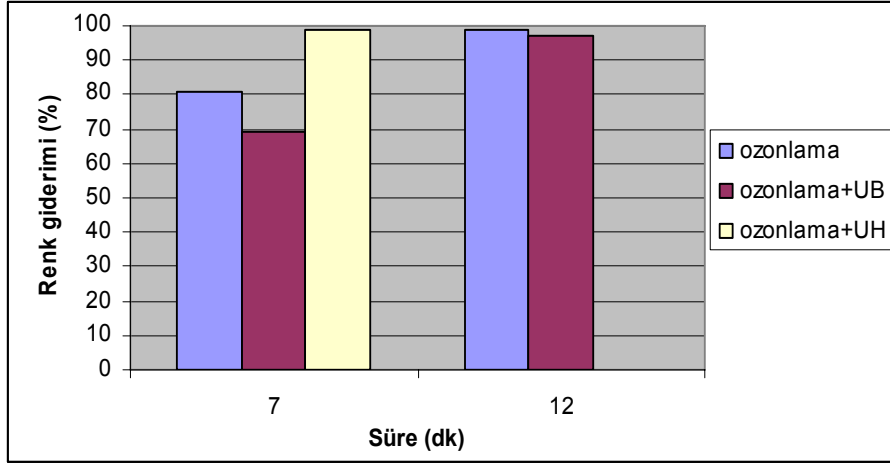
Ancak uzayan işlem sürelerinde ozonlama + UB işleminde ulaşılan renk gideriminin arttığı ve yalnızca ozonlamada ulaşılanları geçtiği görülmektedir. Ultrasonik homojenizatör kullanımında böyle bir durumla karşılaşılmamıştır çünkü ultrasonik homojenizatör ozonlama etkinliğini çok daha kuvvetli artırmakta ve bundan daha kısa (10dk) sürelerde bile % 60' lar seviyesinde renk giderimi oluşmasını sağlamaktadır. Özellikle ilk kısa sürelerde ozonlama + UH' nin yalnız ozonlama ve ozonlama + UB' ye göre çok daha etkin olduğu görülmektedir. 30 dakikada ozonlama + UH ile renk giderimi % 92 olurken yalnızca ozonlamada 90 dakikada bile renk giderimi % 62, ozonlama + UB' de 90 dakikada renk giderimi % 76 olabilmektedir.



**Şekil 5.6.** C.I.Disperse Blue 337 azo kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (1 g/l dispersgator, 1 ml/l asetik asit) içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi

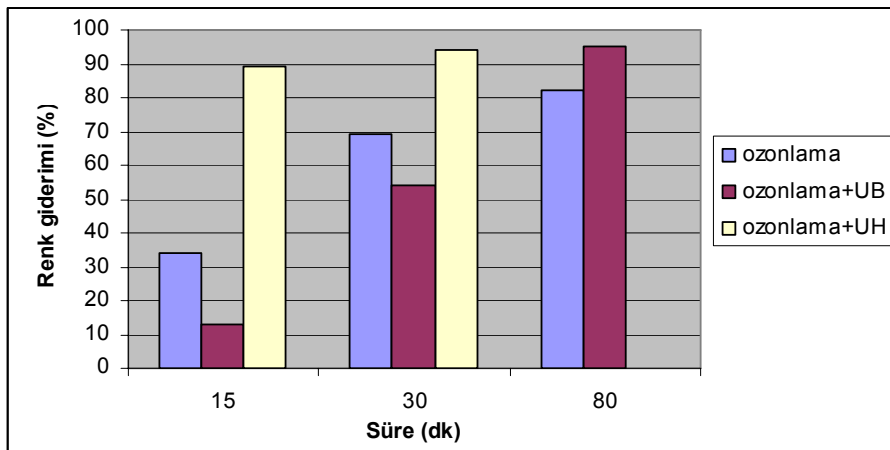
### ***C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi renk giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi***

Bu boyarmadde için de en iyi renk giderimi değerleri ultrasonik homojenizatör destekli muamelede gerçekleşmiştir.



**Şekil 5.7.** C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi yalnızca boyarmadde içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi

Antrakinon kromoforlu Disperse Red 60 dispers boyarmaddesinin yanında yardımcı kimyasal maddeleri içeren çözeltinin renk giderimi değerleri incelendiğinde kısa süreli (15 dk) işlemlerde ozonlama + UB çözeltisinin renginin başlangıç çözeltisinden koyu çıkması durumunun olmadığı, ancak bu kısa sürelerde yalnızca ozonlamanın renk giderimi değerinin (% 34) ozonlama + UB işlemindekinden (% 13) oldukça yüksek olduğu görülmektedir. İşlem süresi uzadıkça ozonlama + UB renk giderimi değeri yalnızca ozonlamanın değerini geçmektedir. Daha önce de tartışıldığı gibi, ultrasonik banyonun homojenizatör kadar etkin olmamasının sebebi ultrasonik homojenizatörün cam reaktör içerisinde çok daha güçlü bir etki oluşturmasıdır.



**Şekil 5.8.** C.I.Disperse Red 60 antrakinon kromoforlu dispers boya çözeltisi boyarmadde + yardımcı kimyasalları (1 g/l dispergatör, 1 ml/l asetik asit) içeren çözeltinin renk giderimi yüzdesi

### 5.1.1.3. Ozonlama sonucu KOİ giderimi sonuçlarının değerlendirilmesi

Ozonlama ile renkli çözeltilerde sadece renk giderimi değil aynı zamanda KOİ giderimi de sağlanmıştır. Yalnızca boyarmadde bulunan banyoların KOİ değerlerinin başlangıçta da çok yüksek olmadığı görülmektedir. Ozonlama sonucunda ise bu değerlerin daha da düştüğü görülmüştür.

Boyarmadde yanında yardımcı kimyasal maddeleri içeren banyoların KOİ değerleri incelendiğinde banyoya yardımcı kimyasal maddelerin katılmasının KOİ değerlerini yükselttiği görülmüştür. Ozonlama ile KOİ gideriminin sağlandığı ancak KOİ giderim oranlarının renk giderimi oranlarının oldukça altında seyrettiği görülmektedir.

Farklı işlem tipinin (ultrasonik banyo ya da homojenizatör desteğinin) KOİ giderimine olan etkisi incelendiğinde ultrasonik banyo ya da homojenizatör desteğinin KOİ giderimi üzerinde ekstra bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Elbette ki özellikle ultrasonik homojenizatör desteği tıpkı renk gideriminde olduğu gibi KOİ gideriminde yalnızca ozonlamaya ya da ozonlama + UB' ye göre çok daha hızlı olmasını sağlamaktadır ancak bunun dışında aynı renk giderim oranında belirgin olarak daha farklı bir KOİ giderimi gözlenmemiştir.

Boyarmadde ile birlikte yardımcı kimyasalları da içeren dispers boyama atık suyu çözeltisinde renk giderimi yanında mavi renkte % 20, kırmızı renkte % 10-15 seviyelerinde KOİ giderimi sağlanmıştır. Ultrasonik homojenizatör desteği ile çok daha kısa süreli çalışmalarda aynı renk ve KOİ giderimine ulaşılabildiği görülmüştür. Bu sonuçlar ozonlama ile renk giderimi çalışmalarında yoğun bir ultrasonik etkinin işlem sürelerini kısaltarak verimliliği artıracaklarını göstermiştir.

## **5.1.2. Enzimatik muamele denemelerinin sonuçlarının değerlendirilmesi**

### **5.1.2.1. Pektinaz ile hidrofilleştirme sonuçlarının değerlendirilmesi**

Bu denemelerde de tıpkı ilk iş paketinde olduğu gibi ultrasonik homojenizatör desteği ultrasonik banyo desteğinden daha belirgin sonuçlar vermiştir. Enzimatik muamelede ultrason desteğinin etkisini araştırmak için yapılan ilk deneyler pamuğun alkali pektinaz enzimi ile hidrofilleştirilmesi üzerine olmuştur.

Farklı konsantrasyonlarda kullanılan alkali pektinaz enziminin, farklı enzim aplikasyon sürelerinin ve enzim aplikasyonundan sonra değişen süre ve sıcaklıklardaki ard yıkama şartlarının pamuklu kumaşın hidrofilitesi üzerine etkileri incelenmiştir.

Enzim aplikasyonu yapılmış kumaşlara 2 değişik tip ard yıkama uygulanmıştır;

1. İlk ard işlem tipi; 90 °C' de 5 dakikalık yıkama sonrasında 50 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama.
2. İkinci ard işlem tipi; 90 °C' de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama.

#### ***Birinci Denemeler***

Tavsiye edilen hidrofilleştirme reçetesine göre; alkali pektinaz hidrofilleştirmesinde 60 °C' de 20 dakika ve ard işlem olarak 90 °C' de 5 dakika, ardından 50 °C' de çalkalama ve son olarak soğuk yıkama yapılmıştır.

Hiç işlem görmemiş ham pamuk kumaşın su damlası (s) ve su sütunu (cm) değerleri sırasıyla 38,9 saniye ve 4,1 cm' dir. Enzim ile yapılan hidrofilleştirme işlemi pamuğun hidrofilitisini arttırmıştır (Çizelge 4.12). Su damlası (s) ve su sütunu (cm) sonuçları benzer trend göstermiştir.

Pektinaz enziminin tek başına (Enzim) pamuğa aplikasyonu sonucu artan enzim konsantrasyonu ve artan işlem süreleri ile pamuğun hidrofilitesi artmıştır, denenen ek

yüksek konsantrasyon olan 2 g/l enzim konsantrasyonunda su damlası emilim süresi 5,6 s olarak gerçekleşmiştir. Ultrason teknolojilerinin ikisi de (UB ve UH) pamuğun hidrofilitesini pektinaz enziminin tek başına uygulandığı (Enzim) işleme göre biraz daha arttırarak olumlu yönde etki yapmıştır. Aynı enzim konsantrasyonu ve işlem süresinde, Enzim + UB işlemi, Enzim işlemine nazaran biraz daha iyi su damlası (s) ve su sütunu (cm) sonuçları göstermiştir. Ham kumaş için 38,9 saniye çıkan su damlası testi sonucu 0,05 g/l enzim konsantrasyonunda 20 dakikalık muamele için enzim muamelesinde 9 saniye, Enzim + UB muamelesinde 6,8 saniye ve Enzim + UH muamelesinde <1 saniye çıkmıştır. Ultrason desteği sonucu hidrofilitedeki gelişme Enzim + UH işlemi için daha belirgindir. Enzimle hidrofilleştirme işlem (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH) süreleri arttıkça daha etkin bir hidrofilleştirme gerçekleşmektedir, bu su damlası (s) ve su sütunu (cm) sonuçlarından açıkça görülmektedir.

Klasik alkali hidrofilleştirme işlemi sonucunda su damlası (s) 1 saniyenin altında çıkmıştır. Bu işlem sonrasında 300 saniye sonraki su sütunu (cm) değeri 8,3 cm olarak belirlenmiştir. Benzer başarılı sonuçlar, çalışılan en düşük enzim konsantrasyonu (0,05 g/l) ile elde edilmiştir. Klasik alkali hidrofilleştirme işlemi sonucunda ulaşılan hidrofilite değerlerine, 0,05 g/l' lik pektinaz enzimi ile sadece 20 dakikalık Enzim + UH işlemi ile ulaşılmıştır.

### ***İkinci Denemeler***

İkinci optimizasyon çalışmasında; alkali pektinaz hidrofilleştirmesinde 60 °C' de 20 dakika ve ard işlem olarak 90 °C' de 10 dakika, ardından 70 °C' de çalkalama ve son olarak soğuk yıkama yapılmıştır.

Ard işlem koşullarının hidrofilite üzerinde ne kadar önemli olduğu Çizelge 4.12-15' ten görülmektedir. Daha agresif olan ikinci ard işlem sonucunda (90 °C de 5 dakikalık yıkama sonrasında 50 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama (birinci ard işlem) yerine 90 °C de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama (ikinci ard işlem)) daha az sürede yapılan uygulamalarla daha iyi hidrofilite değerleri ortaya çıkmıştır. Pektinaz enziminin pamuğa aplikasyonu sonucu

artan enzim konsantrasyonu ve artan işlem süreleri ile pamuğun hidrofilitesi artmıştır. Ultrason teknolojilerinin ikisi de (UB ve UH) pamuğun hidrofilitesini pektinaz enziminin tek başına uygulandığı (Enzim) işleme göre biraz daha arttırarak olumlu yönde etki yapmıştır.

Eğer Enzim + UB ve Enzim + UH işlemlerini aynı süreler için karşılaştıracak olursak, Enzim + UH işleminin çok daha etkin olduğunu gözlemlemekteyiz. Mesela, 30 dakikalık Enzim + UH işlemi sonrasında elde edilen su damlası (s) değeri 1 saniyenin altındayken, aynı zamanlık Enzim + UB işlemi sonrasındaki su damlası (s) 3,8 saniyedir. 25 dakikalık Enzim + UB işlemi sonrasında elde edilen su damlası (s) 4,3 saniye'dir. Diğer taraftan, benzer su damlası (s) değerine (4,5 saniye) sadece 5 dakikalık Enzim + UH işlemi sonucunda ulaşılmıştır. Yani UH, UB' ye nazaran 5 kat daha hızlı zamanda aynı hidrofilite değerine ulaşmayı sağlamıştır. Optimizasyon çalışmaları sonucunda, Çizelge 4.12-15'e göre, ikinci deneme şartları seçilmiştir. Çalışmanın bundan sonraki bölümünde daha agresif olan ikinci ard işlem tipi: 90 °C' de 10 dakikalık yıkama sonrasında 70 °C' de 2 dakikalık çalkalama ve soğuk suda yıkama kullanılmıştır.

### ***Ağırlık Kaybı***

Klasik alkali hidrofilleştirme işlemi pamukta % 2,8 ağırlık kaybına sebep olmuştur. Diğer taraftan, enzim işlemi sadece % 0,7' lik ağırlık kaybına yol açmıştır. İki hidrofilleştirme işleminin işlem şartları karşılaştırıldığında, enzimatik işlemin 60 °C' de 20 dakika süresinde 0,05 g/l pektinaz enzimi ile yapılmakta olduğu, diğer taraftan klasik alkali hidrofilleştirme işleminin 90 °C' de 30 dakika süresinde % 2 (owf) NaOH ile yapılmakta olduğu görülmektedir. Enzimatik hidrofilleştirme işlemi (Enzim), klasik alkali hidrofilleştirme işlemine göre daha ılıman işlem şartlarında yapılmaktadır (daha az sıcaklık, daha az süre ve daha az alkali). Daha agresif işlem şartlarında yapılan klasik alkali hidrofilleştirme işlemi ile enzim işlemine nazaran daha fazla alkali ve daha yüksek sıcaklık etkisiyle daha fazla yağ ve vaks uzaklaştırılmıştır. Bu durum ağırlık kaybı ve su damlası (s) sonuçlarından açıkça görülmektedir. Sadece Enzim işlemi ile karşılaştırıldığında, ağırlık kaybı ultrasonik etki altında artmıştır. Enzim + UB ve Enzim

+ UH işlemleri yaklaşık olarak % 1,3' lük ağırlık kaybına sebep olmaktadır (Çizelge 4.18). Ultrasonik etki ile daha fazla yağ uzaklaştırılmıştır. Zaten hidrofilitte değerleri de bu sebeple daha yüksek çıkmıştır. Enzim + UH işlemi klasik alkali hidrofilleştirme işlemine göre daha az ağırlık kaybına yol açmıştır. Enzimatik işlemde klasik alkali hidrofilleştirme işlemine nazaran daha az ağırlık kaybı olduğu için daha iyi bir kumaş tutumu beklenmektedir.

### ***Kumaş Kalınlığı***

60 °C' deki enzimatik işlemler (Enzim, Enzim + UB and Enzim + UH) ve 90 °C' de yapılan klasik alkali hidrofilleştirme işlemi pamuk kumaşın çekmesine ve bu yüzden kumaş kalınlığının artmasına yol açmıştır. Genel olarak, işlem görmüş kumaş kalınlıkları birbirine çok yakın olup aşağı yukarı 58-59 mm civarında değişmektedir.

Klasik alkali hidrofilleştirme işlemi 90 °C' de 30 dakika süreyle yapılmıştır. Yüksek sıcaklıkta (90 °C) yapılan klasik alkali hidrofilleştirme işlemi kumaşın daha fazla çekmesine yol açmıştır. Bu yüzden kumaş kalınlığı 60 °C' de yapılan enzim kombinasyonlarından daha yüksek çıkmıştır.

Değişimi açıklamaya yardımcı olması için farklı işlemler sonucu kumaşın sıklığı ölçülmüştür. Ham kumaşın sıklığı: 25; sadece enzim ile muamele edilmiş kumaşın sıklığı: 25,5; Enzim+UB muamelesi sonrası sıklık: 26; Enzim+UH muamelesi sonrası sıklık: 26 ve klasik alkali hidrofilleştirme yapılan kumaşların sıklığı: 26,5 olarak ölçülmüştür. Bu veriler yapılan yorumları desteklemektedir.

### ***Kopma Mukavemeti***

Daha önce kumaş kalınlığı bölümünde bahsedildiği gibi, daha yüksek sıcaklıkta (90 °C) yapılan klasik alkali hidrofilleştirme işlemi kumaşın daha çok çekmesine yol açarak kumaşı daha kalın hale getirmiştir. Kumaş diğerlerine göre daha fazla çekip kalınlaştığı için kumaş daha fazla sıkılaşmakta, bu yüzden cm<sup>2</sup> deki iplik sayısı artmaktadır. Diğerlerine nazaran cm<sup>2</sup> de iplik sayısı daha fazla olduğu için kopma mukavemeti daha

yüksek çıkmaktadır. Çünkü kopma mukavemeti testinde klasik alkali hidrofilleştirme işlemi yapılmış örnekte daha fazla iplik koparılmak zorunda kalındığı için, mukavemeti diğer çalışılan örneklerle göre daha yüksek çıkmıştır. Diğer taraftan, klasik alkali hidrofilleştirme işlemi görmüş numune diğerlerine nazaran biraz daha fazla çekip kalınlaşıp sıkılaştığı içinde uzama diğerlerine göre biraz daha az olmuştur.

Değişimi açıklamaya yardımcı olması için farklı işlemler sonucu kumaşın sıklığı ölçülmüştür. Ham kumaşın sıklığı: 25; sadece enzim ile muamele edilmiş kumaşın sıklığı: 25,5; Enzim+UB muamelesi sonrası sıklık: 26; Enzim+UH muamelesi sonrası sıklık: 26 ve klasik alkali hidrofilleştirme yapılan kumaşların sıklığı: 26,5 olarak ölçülmüştür. Bu veriler yapılan yorumları desteklemektedir.

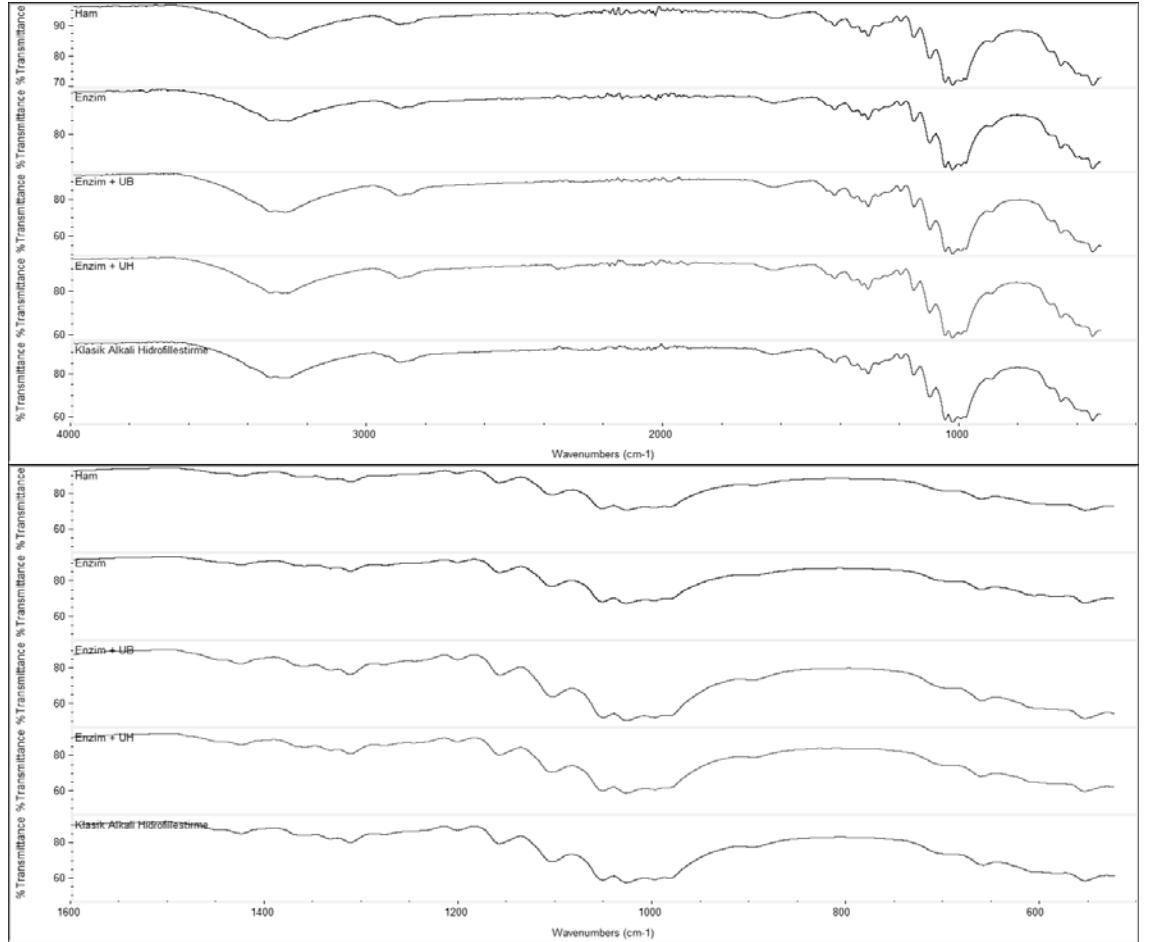
### ***Kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ)***

İşlemlerin çevresel etkileri banyoların KOİ değerlerinin ölçülmesi yoluyla karşılaştırılmıştır. Hidrofilleştirme işlemlerinin (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH, klasik alkali hidrofilleştirme) ana banyolarının, yıkama banyolarının ve çalkalama banyolarının kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ) değerleri incelendiğinde beklenildiği gibi ana banyoların KOİ' leri yıkama ve çalkalama banyolarının KOİ' lerinden çok fazla çıkmıştır (Çizelge 4.21). Yıkama banyoları 85 ile 133 mg/l arasında değişirken, çalkalama banyolarının KOİ' leri 50' nin altında çıkmıştır. Klasik alkali hidrofilleştirme ana banyosunun KOİ' si 2276 mg/l çıkarak çalışma da ölçülen en yüksek KOİ olmuştur. Enzimatik işlemler ekolojik hidrofilleştirme işlemleri olarak da bilinir. Genel hatlarıyla bakıldığında, sadece enzim işleminin ana banyolarının KOİ değerleri ve ultrason teknolojilerinin ikisinin de (Enzim+UB, Enzim+UH) KOİ değerleri arasında, klasik alkali hidrofilleştirme işlemine nazaran çok bariz bir fark yoktur. Çizelge 4.21'de verilen değerlerden görüldüğü gibi enzimatik işlemler çok daha az total KOİ değerleri vermiştir. 1 saniyenin altında su damlası (s) veren işlemler göz önüne alındığında, enzim+ultrasonik homojenizatör işleminin klasik alkali hidrofilleştirmeye nazaran düşük KOİ değerleri ile ne kadar ekolojik bir fayda sağladığı görülmektedir, KOİ değeri % 64 daha düşüktür.



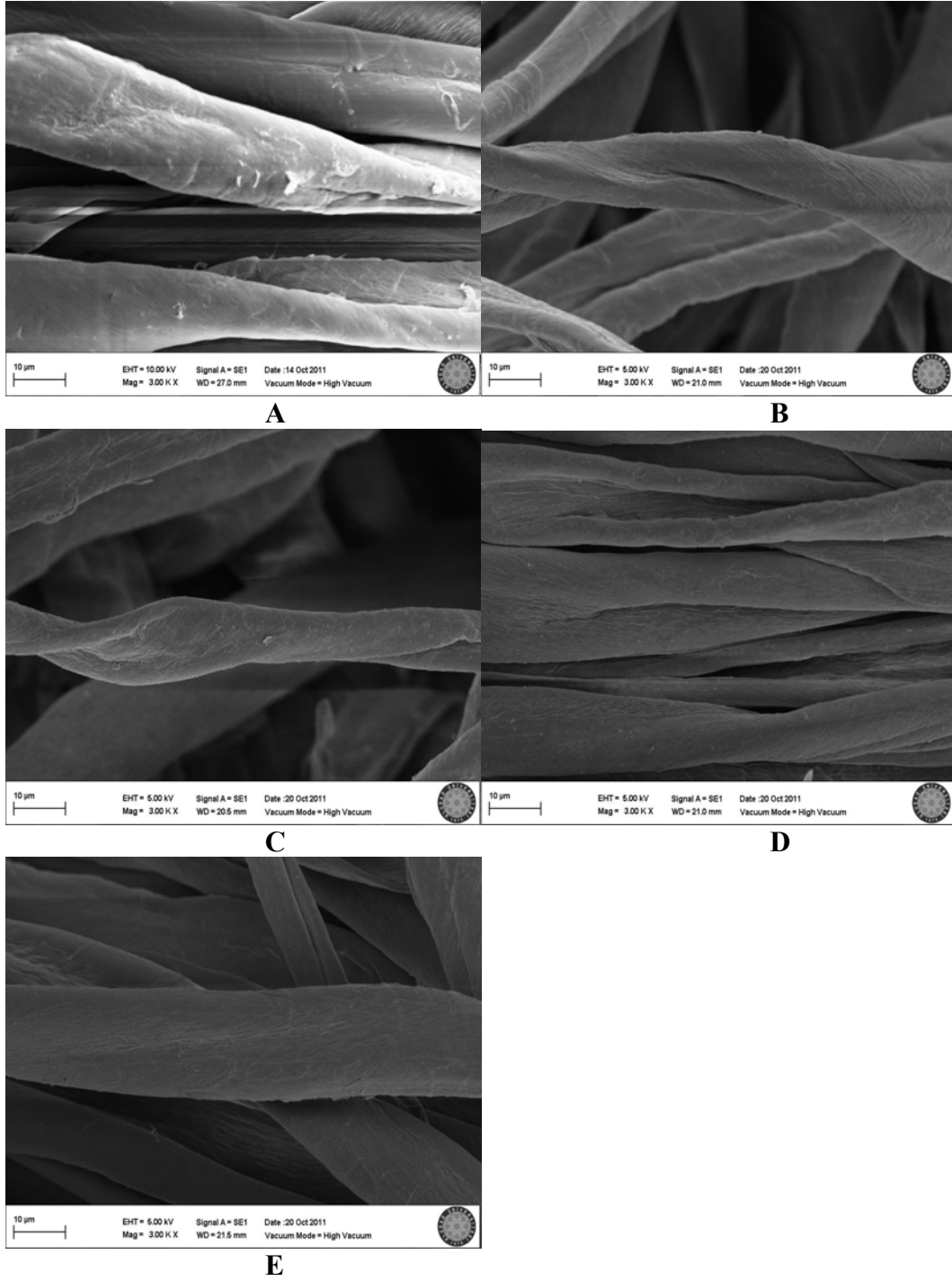
## FTIR Analizleri

Farklı enzimatik hidrofilleştirme işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerinin FTIR analizleri Uludağ Üniversitesi Kimya Bölümünde gerçekleştirilmiştir. Örneklerin birbirlerinden farklı temel takip edilen konu olmuştur, bu amaçla örneklere ait FTIR eğrileri aynı grafiğe yerleştirilerek Şekil 5.9’ da gösterilmiştir. FTIR analizi sonucunda farklı hidrofilleştirme işlemlerine maruz kalmış kumaş numuneleri arasındaki piklerde anlamlı/belirgin bir fark görülmemiştir. Yapılan çalışmada hedef, yapılan farklı muameleler sonucu oluşan etkileri incelemek ve karşılaştırmak olduğundan ve literatürde pamuğa ait FTIR analizleri zaten var olduğundan dolayı FTIR eğrilerinde hangi pikin hangi grubu temsil ettiği durumu ayrıca irdelenmemiştir.



Şekil 5.9. Farklı enzimatik hidrofilleştirme işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait FTIR sonuçları

## SEM Analizleri



**Şekil 5.10.** Farklı enzimatik hidrofilleştirme işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları (A – işlemsiz numune, B – yalnız enzim ile muamele edilmiş numune, C – enzim + UH (ultrasonik homojenizatör) ile muamele edilmiş numune, D - enzim + UB (ultrasonik banyo) ile muamele edilmiş numune, E- klasik alkali hidrofilleştirme yapılmış numune)

Hidrofileştirilmiş kumaş numunelerine ait SEM fotoğrafları Şekil 5.10' da verilmiştir. Özellikle enzimatik hidrofileştirmede olmak üzere her iki tip (enzimatik ve klasik) hidrofileştirme işleminde de kumaşa zarar verilmesi beklenmemektedir. Nitekim mukavemet testi sonuçları (Çizelge 4.20) bu görüşü doğrulamıştır. Buna paralel olarak SEM fotoğraflarında da liflerin yüzeyinde hasar gözlenmemiştir. Ancak hidrofileştirilmiş kumaş numunelerine ait lifleri gösteren SEM fotoğraflarında (B-E) hidrofileştirilmemiş numuneye göre (A) daha temiz bir yüzey görünümü fark edilmektedir. Bunun sebebinin hidrofileştirme sonucu lif yüzeyinde meydana gelen safsızlık uzaklaştırma etkisi olduğu düşünülmektedir. Zaten hidrofileştirme işleminin amacı yağ-vaks gibi yüzeyde bulunan hidrofob safsızlıkları uzaklaştırmak olduğundan SEM fotoğraflarında görülen bu temiz yüzeyin oluştuğu düşünülmüştür, Çizelge 4.18' de verilen enzimatik muamele sonucu ağırlık kaybı değerleri de bu teoriyi doğrulamaktadır.

#### **5.1.2.2. Lakkaz ile ağartma sonuçlarının değerlendirilmesi**

Pamuğun lakkaz ile ağartılması deneylerinde öncelikle enzimin verimli çalışması için uygun enzim konsantrasyonu, pH, süre ve sıcaklık şartları tespit edilmeye çalışılmıştır. Farklı enzim konsantrasyonlarında çalışılmış ve elde edilen beyazlık değerleri sonucu en uygun enzim konsantrasyonu seçilmiştir.

İşlem görmemiş pamuk kumaşın beyazlık ve sarılık değerleri sırasıyla 58,6 ve 23,5' dir. En düşük enzim konsantrasyonu (0,01 g/l) ve en düşük işlem sıcaklığında (40 °C) gerçekleşen enzimatik işlem sonucunda elde edilen beyazlık değeri 62,1 stensby bulunmuştur. Enzim konsantrasyonundaki artış beyazlık değerlerinde anlamlı bir artış göstermemiştir. Benzer şekilde işlem sıcaklığının artması da sarılık değerlerinde anlamlı bir düşüş göstermemiştir.

Kontrol amaçlı olarak, saf enzim için oldukça yüksek bir miktar olsa da, 1 g/l enzim konsantrasyonu ile çalışılmış ve elde edilen beyazlık değerleri incelenmiştir. Enzim miktarının bu denli radikal artışı bile beyazlıkta kayda değer bir artışa sebep olmamıştır.

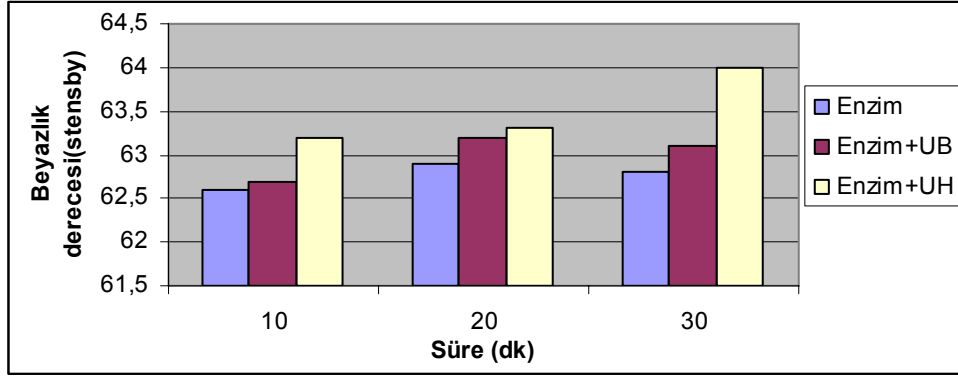
Beyazlık ve sarılık deęerleri, 1 g/l enzim konsantrasyonunda 40 °C' de gerekleřtirilen enzimatik iřlem sonucunda sırasıyla 62,6 ve 18,7 bulunmuřtur. Ancak 1 g/l enzim kullanımı 0,04 g/l enzim ile yapılan enzimatik iřlemden 25 kat daha fazla enzim gerektirdięi halde, daha iyi beyazlık ve sarılık deęerleri gsterememektedir.

Elde edilen sonularda, yksek sıcaklık ve yksek enzim konsantrasyonlarında alıřmanın beyazlık deęerlerinde anlamlı bir etki gstermedięi ispat edilmiřtir. Sonu olarak en yksek beyazlık ve en dřk sarılık deęeri iin en iyi enzimatik aęartma iřleminin proses řartlarının 0,04 g/l enzim konsantrasyonu ve 40 °C enzimatik iřlem sıcaklıęı olduęu saptanmıřtır.

### ***Asıl denemelerin sonularının deęerlendirilmesi***

Yapılan denemeler neticesinde farklı sıcaklık deęerlerinin enzimin beyazlatma etkisi zerinde belirgin bir etkisinin olmadıęı belirlenmiřtir. Hi iřlem grmemiř pamuk kumařın beyazlık deęeri 58,6' dır. Beyazlık lmleri neticesinde tek bařına lakkaz kullanımının beyazlıkta nemli bir artıř saęlamadıęı grlmřtir. Ayrıca tek bařına lakkaz kullanıldıęı iřlemden 10 dakikada beyazlık 62,6 ve sarılık 18,4 iken 30 dakikada beyazlık ancak 62,7 ve sarılık 18,5 olmuřtur.

Dięer taraftan ultrason teknolojileri (UB ve UH) pamuk kumařın beyazlıęını lakkaz enziminin tek bařına uygulandıęı iřleme nazaran biraz daha arttırmıřtır. rneęin Enzim+UB iřleminde 30 dakikada beyazlık deęeri 63,1 stensby olmuřtur. Ultrasonik homojenizatr ile enzimatik iřlem (Enzim + UH), enzimin tek bařına ve ultrasonik banyo ile uygulandıęı iřlemlerden daha etkili olduęu bulunmuřtur. Enzim + UH iřleminde sadece 10 dakikalık srede beyazlık deęeri 63,1 stensby' e kadar ykselmiřtir.



**Şekil 5.11.** Lakkaz ile farklı tip enzimatik işlemler sonucu pamuk kumaşın beyazlık derecesi

En iyi beyazlık ve sarılık değerleri Enzim + UH işleminde elde edilmiştir. 30 dakikalık Enzim + UH işleminde sarılık değeri 17,6 ve beyazlık değeri 64' e ulaşmıştır. Buradan beyazlık değerinde % 9,2 artma olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

#### ***Ağırlık kaybı***

Uygulanan bütün enzimatik işlemler sonucunda kumaşlarda ağırlık kaybı olmuştur. Farklı işlem sürelerinde (10, 20, 30 dakika), farklı tip enzimatik işlemlerde (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH) kumaş ağırlık kaybı % 0,41-0,63 arasında değişmektedir. Ancak bu farklı işlemler arasında ağırlık kaybında anlamlı bir fark görülmemiştir. En iyi beyazlık değerinin elde edildiği Enzim + UH işlemi pamuk kumaşa önemli bir ağırlık kaybına sebep olmamıştır.

Çok yüksek enzim konsantrasyonunda çalışmak ultrasonik işlemler neticesinde de yüksek beyazlık değerleri göstermemiştir. Diğer taraftan yüksek enzim konsantrasyonunda gerçekleştirilen enzimatik işlemler (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH) sonucunda kumaşın ağırlık kaybı 0,04 g/l enzim konsantrasyonunda gerçekleştirilen enzimatik işlemlerden (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH) oldukça fazladır. Yüksek enzim konsantrasyonunda çalışıldığında elde edilen ağırlık kaybı % 1,35-1,59 arasında değişmektedir ve bunun çok yüksek enzim konsantrasyonunda çalışmanın sonucu olduğu ortaya çıkmıştır.

### ***Kumaş Kalınlığı***

Genel olarak hiç işlem görmemiş pamuk kumaşın kalınlığı 0,63 mm olarak ölçülmüştür. 40 °C’ deki enzimatik işlemler (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH) pamuk kumaşın çekmesine ve bu yüzden kumaş kalınlığının artmasına neden olmuştur. İşlem görmüş kumaşların kalınlıkları birbirine çok yakındır ve yaklaşık olarak 0,640-0,645 mm arasında değişmektedir. Ultrasonik enerjinin kullanıldığı işlemler (Enzim + UB, Enzim + UH) kumaş kalınlığında anlamlı bir fark yaratmamıştır.

### ***Kopma mukavemeti***

İşlem görmemiş kumaşın kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerleri sırasıyla 0,37 kN ve % 26,0’ dır. Beklenildiği gibi enzimatik işlemler kumaşın kopma mukavemetinde bir düşüşe sebep olmamıştır. Lakkaz enzimi ile yapılan ağartma işlemleri düşük sıcaklık (40 °C) ve ılıman koşullarda (pH 5) gerçekleşmektedir. Lakkaz enzimi pamuk kumaş ile reaksiyona girmediği için kumaş mukavemetinde herhangi bir düşüş gözlenmemiştir. Bütün enzimatik işlemlerde, işlem görmemiş kumaş ile karşılaştırıldığında kısmen daha yüksek kopma mukavemeti değerleri görülmüştür. Enzimatik işlemler sonucu elde edilen kopma mukavemeti ve kopma uzama değerleri sırasıyla 0,38-0,40 kN ve % 27,4-29,1 değerleri arasında değişmektedir. Kopma mukavemetinin daha yüksek çıkması kumaşın çekmesi ve kalınlaşması sonucu işlem görmemiş kumaşa nazaran daha fazla sıkılaşması ile açıklanabilir. Kumaşın sıkılaşması nedeniyle cm<sup>2</sup>’ deki iplik sayısı artmakta ve bunun sonucu olarak kopma mukavemeti daha yüksek çıkmaktadır.

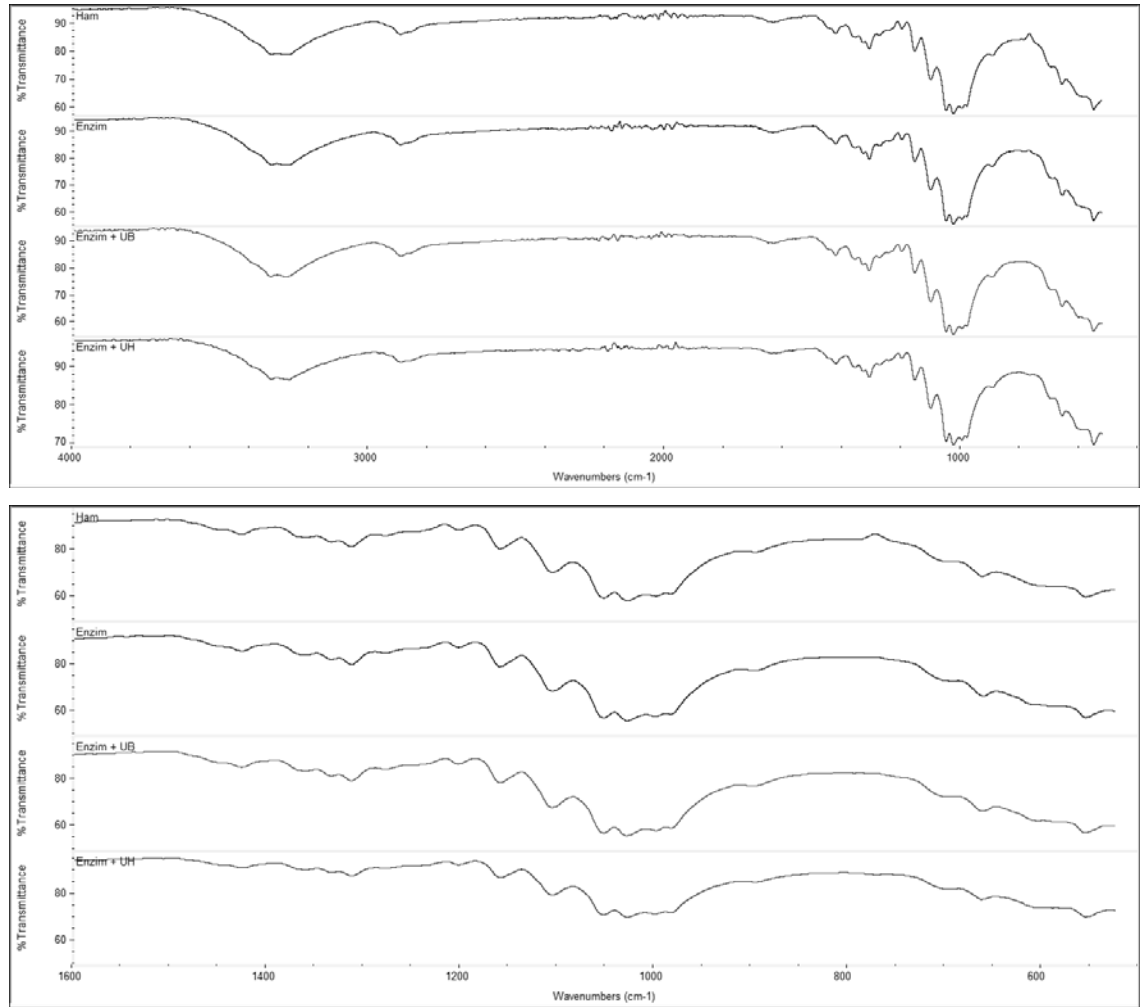
Ham kumaşın sıklığı 25, Enzim işlemi sonucu kumaşın sıklığı 25,5 - 26, Enzim + UB işlemi sonucu kumaşın sıklığı 25,5 -26 ve Enzim + UH işlemi sonucu kumaşın sıklığı 25,5 - 26 olarak ölçülmüştür.

Sonuç olarak farklı tip enzimatik işlemler (Enzim, Enzim + UB, Enzim + UH) kumaşların kopma mukavemeti ve kopma uzaması üzerine anlamlı bir etkiye sahip değildir.

### *KOI testi sonuçlarının değerlendirilmesi*

Lakkaz kullanılarak yapılan enzimatik ağartma işlemi banyosunun oluşturduğu KOİ yükünün klasik hidrojen peroksit ağartma banyosunun oluşturduğu KOİ yükünden açıkça çok daha düşük olduğu görülmektedir, fark yaklaşık % 50 seviyesindedir. Bu sonuçlar çevresel açıdan enzimatik muamelenin çok daha tercih edilir bir alternatif olduğunu göstermiştir.

### *FTIR Analizleri*



**Şekil 5.12.** Lakkaz ile farklı ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait FTIR sonuçları

İşlem görmemiş ve lakkaz enzimi ile muamele edilmiş kumaş numunelerine ait FTIR eğrileri Şekil 5.12’ de verilmiştir. Daha önce pektinaz ile muamele için FTIR analizi bölümünde belirtildiği gibi örneklerin birbirlerinden farkı temel takip edilen konu olmuştur, bu amaçla örneklere ait FTIR eğrileri aynı grafiğe yerleştirilerek Şekil 5.12’ de gösterilmiştir. Çalışmada hedef, yapılan farklı muameleler sonucu oluşan etkileri incelemek ve karşılaştırmak olduğundan ve literatürde pamuğa ait FTIR analizleri zaten var olduğundan dolayı FTIR eğrilerinde herbir pikin hangi grubu temsil ettiği durumu ayrıca irdelenmemiştir. FTIR analizi sonucunda  $800-850\text{ cm}^{-1}$  bölgesinde işlemsiz kumaş ile enzimatik ağartma yapılmış kumaşlar arasında görülen küçük bir pik farkı (işlemsiz kumaşta var, diğerlerinde yok) kumaş numuneleri arasındaki piklerde anlamlı/belirgin bir fark görülmemiştir.

Yapılan işlemler sonrasında, işlem görmüş kumaşlar ham kumaşla karşılaştırıldığında, yeni bandlar ortaya çıkmamıştır.  $775\text{ cm}^{-1}$  transmitans bandı haricinde herhangi bir band kaybolması veya bandlarda büyük bir değişim gözlemlenmemiştir.  $400-800\text{ cm}^{-1}$  transmitans bölgesinin, hidroksil gruplarının şekil değiştirme titreşimlerinden (out-of-plane deformational vibration) kaynaklandığı bilinmektedir. Şekilde görülen  $775\text{ cm}^{-1}$  transmitans bandındaki değişim; bu bölgedeki fonksiyonel  $-OH$  gruplarının işlem sırasında reaksiyona girdiğini ve işlem sonucunda bu küçük pikin kaybolduğunu gözlemlemekteyiz.

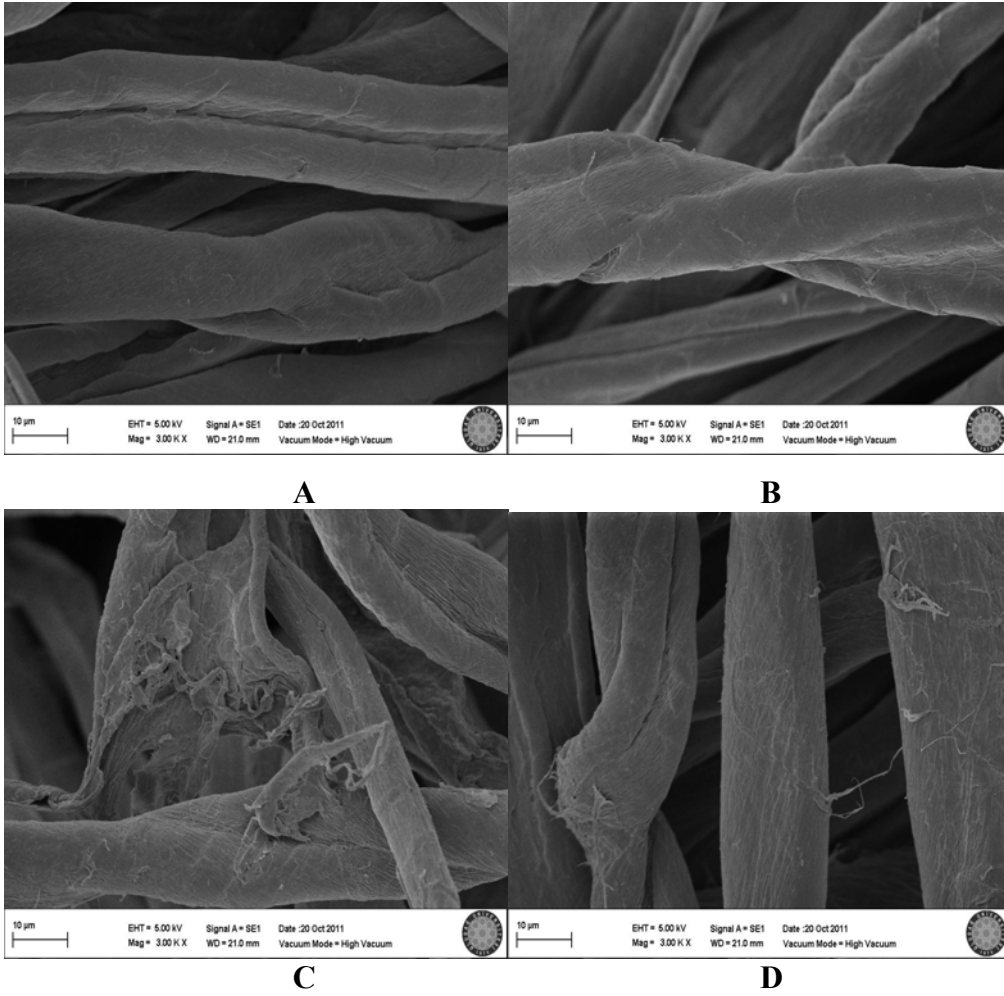
### **SEM Analizleri**

Farklı işlem tiplerinin kumaşların yüzeylerindeki etkilerini görebilmek açısından, Uludağ Üniversitesi, Türkiye’de Carl Zeiss Evo 40 model Taramalı Elektron Mikroskobu’nda (Scanning Elektron Microscobe) görüntüleri alınmıştır. Kumaşların test edilecek bölümleri elektriği iletmemeleri sağlamaları için, BALTEC SCD 005 model cihazda, argon gazı ortamında, altın-palladyum (%80Au-%20Pd) gibi ağır metallardan oluşan bir bileşimle 15 nm şeklinde ince bir katman oluşacak şekilde kaplanarak SEM testine hazırlanmıştır.



Şekil 5.13’ de verilen fotoğraflar incelendiğinde yüzeyin en temiz olduğu numunenin işlemsiz (A) olduğu görülmektedir.

Sadece lakkaz enzimi kullanılarak yapılan ağartma sonrası da yüzeyin nispeten temiz olduğu (B) görülmektedir. Ancak lakkaz enzimi ile birlikte ultrasonik desteğin kullanıldığı banyolarda (C ve D) liflerin yüzeyinde fibrilleşmelerin başladığı görülmektedir. Bu fibrilleşmenin yapılan muamelenin etkisinden kaynaklandığı düşünülmektedir.



**Şekil 5.13.** Lakkaz ile farklı enzimatik ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları (A – işlemsiz numune, B – yalnız enzim ile muamele edilmiş numune, C – enzim + UH (ultrasonik homojenizatör) ile muamele edilmiş numune, D - enzim + UB (ultrasonik banyo) ile muamele edilmiş numune)

### 5.1.2.3. Glikoz Oksidaz ile ağartma sonuçlarının değerlendirilmesi

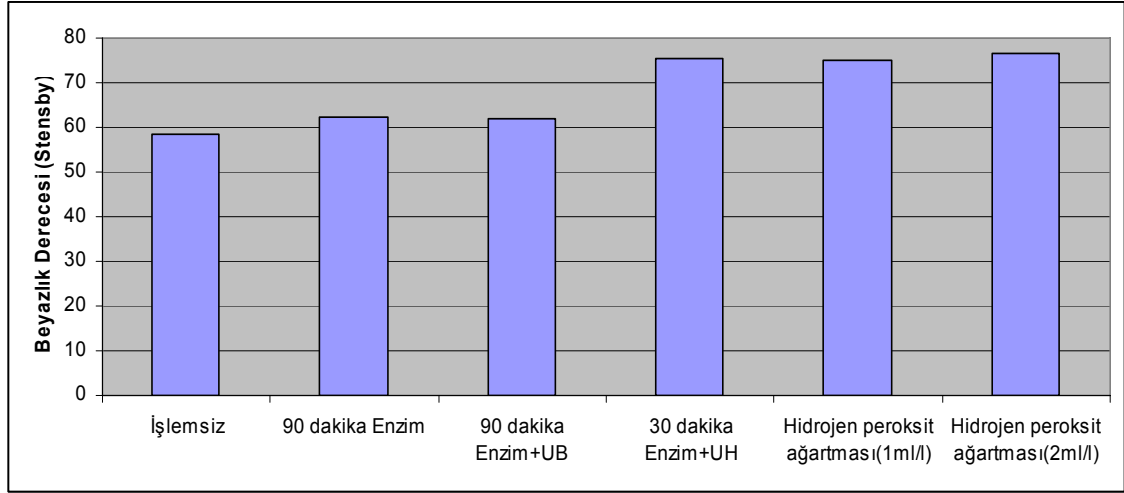
Glikoz oksidaz enzimi ile pamuğun ağartılması deneylerinde amaç banyodaki glikozdan glikoz oksidaz yardımıyla peroksit üretmek ve bu peroksidi ağartmada kullanmak olmuştur.

Saf glikoz oksidaz (GOx) enzimi ile hidrojen peroksit üretimi için optimum işlem şartlarının tespiti banyoların sıcaklık, süre ve pH' ları önerilen enzim çalışma şartlarından hareket edilerek planlanan bir optimizasyon serisi neticesinde belirlenmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda saf GOx enzimi ile % 0,01 enzim kullanılarak pH 4' de, 40 °C' de 90 dakika süre ile 2 gr/l sodyum asetat varlığında en fazla hidrojen peroksit açığa çıktığı saptanmıştır. En yüksek hidrojen peroksit üretimi ultrasonik homojenizatör (UH) destekli banyoda gerçekleşmiştir. 1000 mg/l (1g/l) seviyelerine ulaşan banyoda üretilen peroksit miktarları teorik olarak oldukça yeterli değerlerdir.

Dikkat çekici husus ultrasonik homojenizatör destekli banyoda üretilen peroksit miktarı 20 g/l glikoz kullanılan banyolarda daha yüksek (1752 ve 1445 mg/l) olmasına rağmen 5 g/l glikoz kullanılıp 1020 - 1054 mg/l hidrojen peroksit üretilen işlemlerde beyazlığın daha yüksek (75,5 – 75,6 stensby derecesi) çıkmasıdır. Bunun sebebinin yüksek glikoz kullanımında banyoda oluşan karamelimsi koyu renk olduğu, bunun hem kumaşın lekelenmesine hem de banyodaki peroksidin ağartma dışı reaksiyonlarda tüketilmesine sebep olduğu düşünülmektedir.

Kontrol muamelesi olarak hidrojen peroksit ağartması yapılmıştır. Normal reçetede 2 g/l peroksit kullanılıyor olsa da Çizelge 4.35' te en yüksek beyazlık elde edilen denemelerde banyoda 1000 mg/l civarında peroksit üretildiği için karşılaştırma açısından 1 g/l peroksit kullanımı ile de denemeler yapılmıştır. Çizelge 4.35' te ultrasonik homojenizatör destekli banyoda 5 g/l glikoz kullanılıp 1020-1054 mg/l hidrojen peroksit üretilen işlemlerde beyazlığın 75,5–75,6 stensby derecesi çıktığı, banyoya doğrudan 1000 mg/l (1 g/l) peroksit katılarak ağartma yapılması durumunda yine benzer (75,16 ve 74,95 stensby derecesi) beyazlıklara ulaşıldığı (Çizelge 4.36)

görülmektedir. Bu sonuç GOx enzimi ile banyoda üretilen peroksidin pamuğun ağartılmasında etkin şekilde kullanıldığını teyid etmektedir. Enzimatik ağartma (GOx) ile klasik peroksit ağartmasına yakın beyazlıklara başarılı şekilde ulaşılmıştır.



**Şekil 5.14.** Glikoz oksidaz enzimi ile enzimatik ağartma ve klasik peroksit ağartması yapılan pamuk kumaşların beyazlık derecesi

### ***Kopma Mukavemeti***

Glikoz oksidaz ile enzimatik muamelenin ister ultrason destekli ister ultrason desteksiz şekilde kumaş mukavemeti üzerinde olumsuz bir etkisi olmadığı görülmüştür.

### ***KOİ Testi Sonuçları***

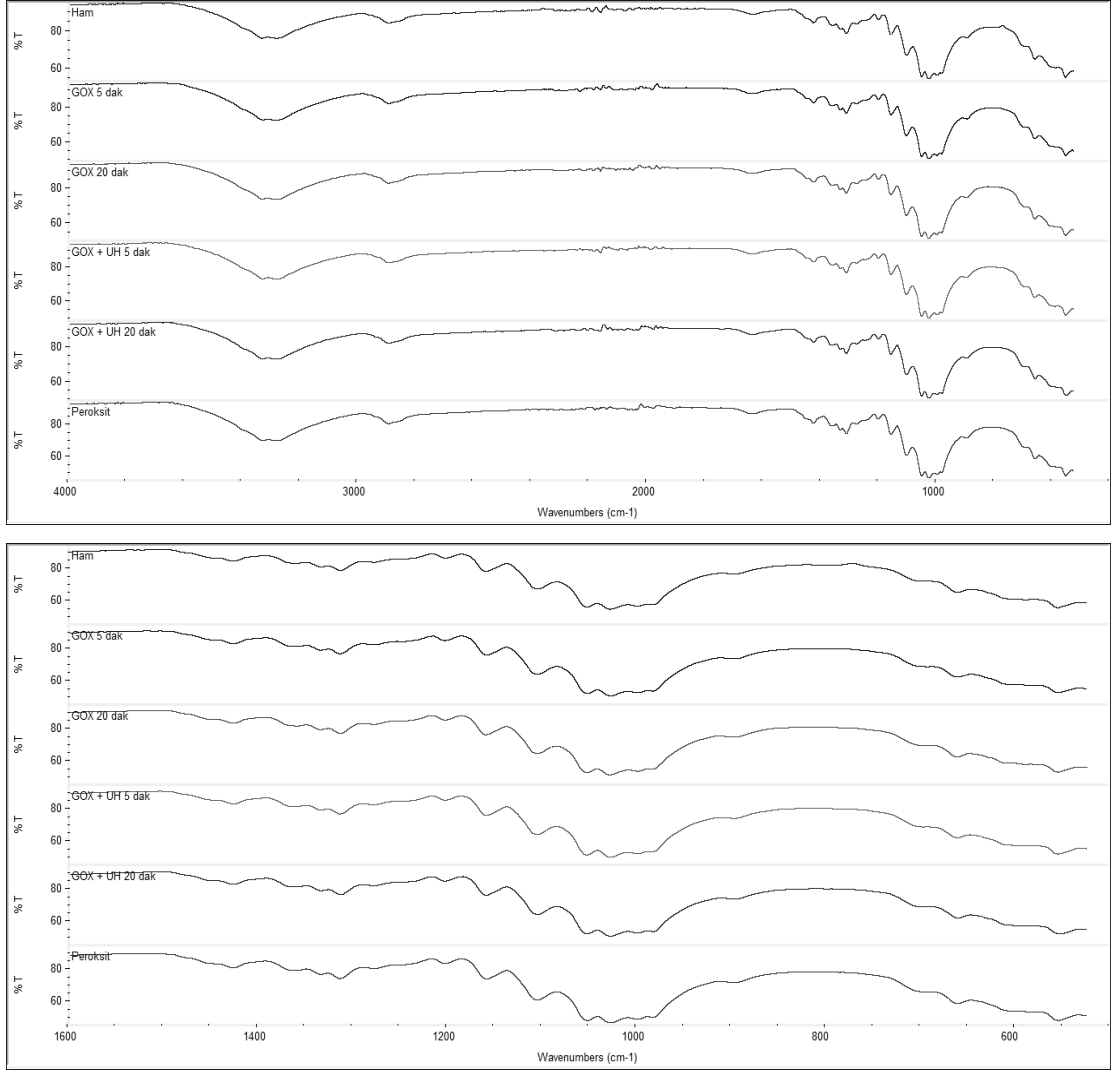
Glikoz oksidaz kullanılarak yapılan enzimatik ağartma işlemi banyosunun oluşturduğu KOİ yükünün klasik hidrojen peroksit ağartma banyosunun oluşturduğu KOİ yükünden 20 g/l glikoz kullanımı durumunda fazla, 5 g/l glikoz kullanılması durumunda benzer ya da daha az (Enzim + UH) olduğu görülmüştür. 5 g/l glikozun banyoya katılması durumunda 4258 mg/l KOİ yükü oluşturduğu görülmüştür. Dolayısıyla glikoz oksidaz ile ağartma banyolarına ait KOİ yükünün büyük oranda banyoya katılan glikozdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Bununla birlikte glikoz banyoda hidrojen peroksit dönüştürülmektedir ve gerçekten de 5 g/l glikoz katılan (*oluşturacağı KOİ yükü 4258 mg/l*) enzimatik ağartma banyosunun KOİ yükünün sadece enzim kullanımında 2668 mg/l hatta enzim + UH kullanımında 1774 mg/l olarak çıktığı görülmüştür.

KOİ yüklerinin değerlendirilmesinde göz önünde bulundurulması gerekli diğer nokta ise aslında atık nişasta haşıl sökme banyosunu temsil eden glikoz içeren banyonun da bir kirlilik faktörü olarak ele alınması gerektiğidir. Glikoz oksidaz kullanımında nişasta haşılı sökme banyosu atılmamakta, ağartma doğrudan bu banyoda yapılmaktadır. Oysa peroksit ağartması durumunda haşıl sökme banyosu atığı oluşmaktadır. Dolayısıyla karşılaştırmada haşıl sökme banyosu (bu çalışmada glikoz içeren banyo) ve ağartma banyosunun toplam etkisi karşılaştırılmalıdır.

Bu durumda peroksit ağartması için toplam KOİ yükü 4258 (5 g/l glikoz içeren banyo) + 2492 (peroksit ağartma banyosu) = 6750 mg/l olacaktır. Buna karşı glikoz oksidaz ile ağartmada oluşan toplam KOİ en iyi beyazlığın oluştuğu enzim + UH (5g/l glikoz içeren banyoda) 1774 mg/l'dir. Buna göre oluşan toplam KOİ yükünün glikoz oksidaz ile ağartmada % 74 daha düşük olacağı (5 g/l glikoz kullanımı için) söylenebilir ki bu da ciddi bir gelişimdir.

### ***FTIR Analizleri***

İşlem görmemiş, peroksit ile ağartılmış ve glikoz oksidaz enzimi ile muamele edilmiş kumaş numunelerine ait FTIR eğrileri Şekil 5.15' de verilmiştir. Daha önce pektinaz ile muamele için FTIR analizi bölümünde belirtildiği gibi örneklerin birbirlerinden farklı temel takip edilen konu olmuştur, bu amaçla örneklere ait FTIR eğrileri aynı grafiğe yerleştirilerek Şekil 5.15' de gösterilmiştir. Projede hedef, yapılan farklı muameleler sonucu oluşan etkileri incelemek ve karşılaştırmak olduğundan ve literatürde pamuğa ait FTIR analizleri zaten var olduğundan dolayı FTIR eğrilerinde her bir pikin hangi grubu temsil ettiği durumu ayrıca irdelenmemiştir. FTIR analizi sonucunda işlemsiz kumaş ile enzimatik ağartma yapılmış kumaş numuneleri arasındaki piklerde anlamlı/belirgin bir fark görülmemiştir.

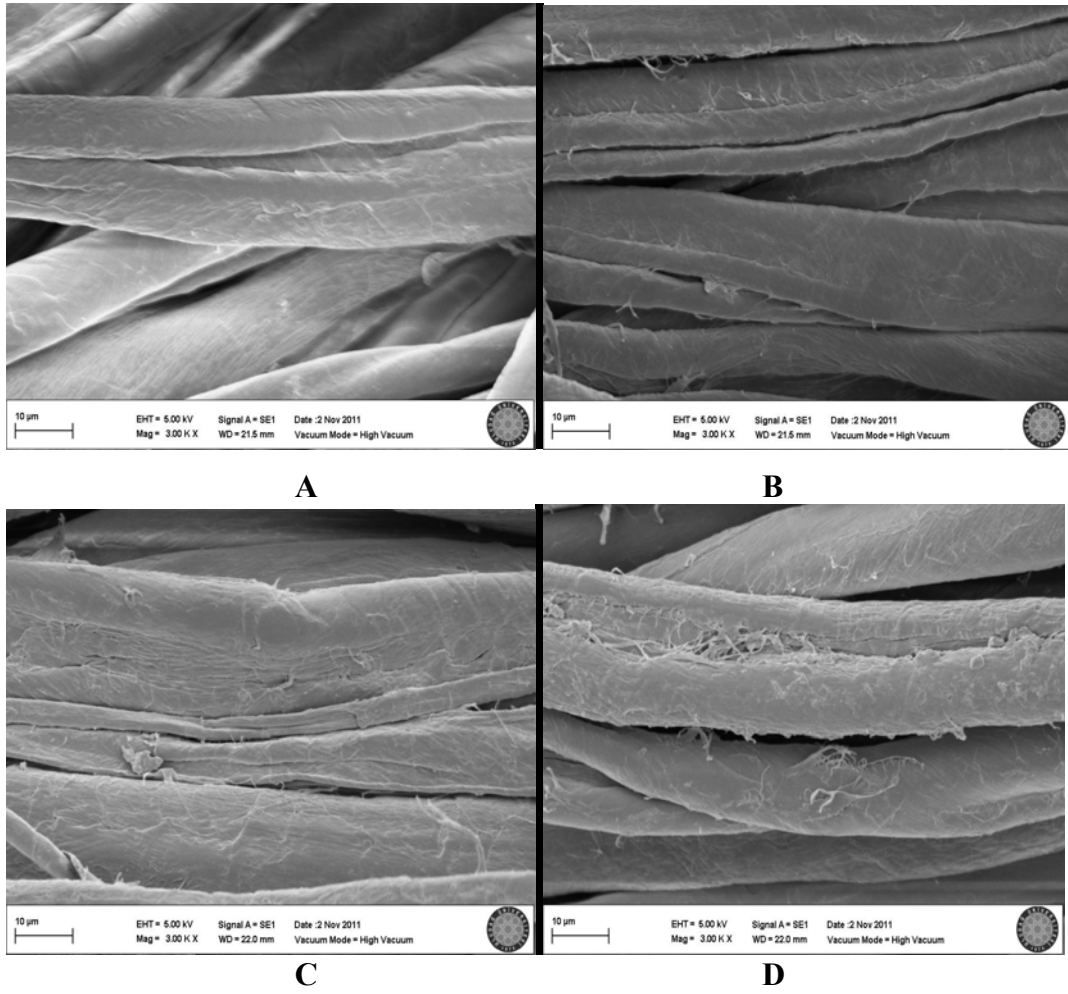


**Şekil 5.15.** Glikoz oksidaz ile farklı ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait FTIR sonuçları

### SEM Analizleri

Farklı işlem tiplerinin kumaşların yüzeylerindeki etkilerini görebilmek açısından, Uludağ Üniversitesi, Türkiye’de Carl Zeiss Evo 40 model Taramalı Elektron Mikroskobu’nda (Scanning Elektron Microscope) görüntüleri alınmıştır. Kumaşların test edilecek bölümleri elektriği iletmelerini sağlamaları için, BALTEC SCD 005 model cihazda, argon gazı ortamında, altın-palladyum (%80Au-%20Pd) gibi ağır metallardan oluşan bir bileşimle 15 nm şeklinde ince bir katman oluşacak şekilde kaplanarak SEM testine hazırlanmıştır.

Şekil 5.16’ da verilen fotoğraflar incelendiğinde yüzeyin en temiz olduğu numunenin işlemsiz (A) olduğu görülmektedir. Ancak glikoz oksidaz enziminin tek başına (B) ve glikoz oksidaz enzimi ile birlikte ultrasonik desteğin kullanıldığı banyolarda (C ve D) liflerin yüzeyinde fibrilleşmelerin başladığı görülmektedir. Bu fibrilleşmenin yapılan muamelenin etkisinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu işlemler neticesinde (B, C ve D) kumaşın beyazlığının geliştiği yukarıdaki tablolarda gösterilmiştir, dolayısıyla oluşan oksidatif etki ve bunun yanında ağartma banyosundaki muamele fotoğraflarda görülen fibrilleşme efektinin oluşmasına yol açmıştır.



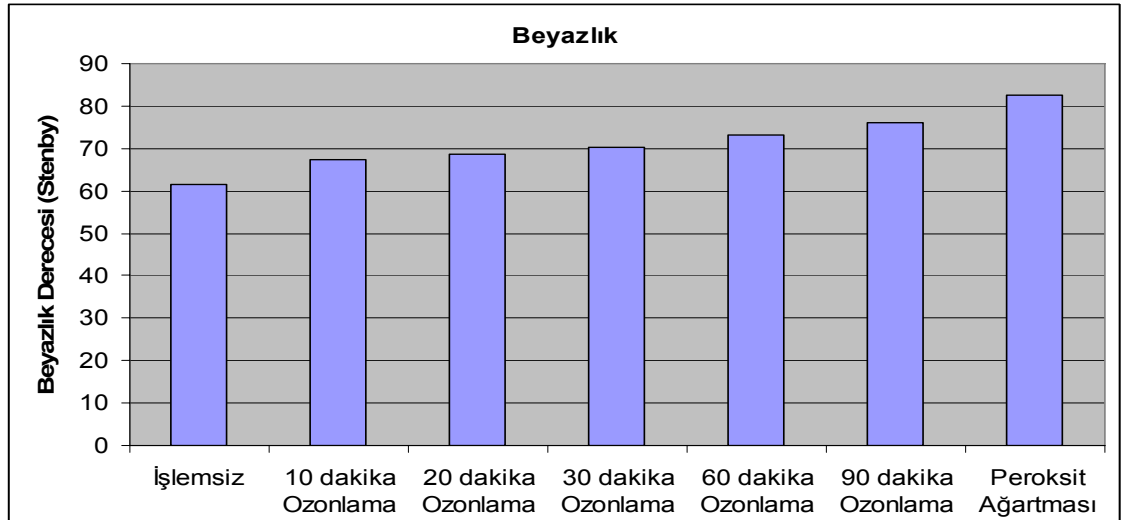
**Şekil 5.16.** Glikoz oksidaz ile farklı enzimatik ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları (A – işlemsiz numune, B – yalnız enzim ile muamele edilmiş numune, C – enzim + UH (ultrasonik homojenizatör) ile muamele edilmiş numune, D - enzim + UB (ultrasonik banyo) ile muamele edilmiş numune)

### 5.1.3. Ağartma denemelerinin sonuçlarının değerlendirilmesi

#### 5.1.3.1. Pamuğun ozon ve ultrasonla ağartılması sonuçlarının değerlendirilmesi

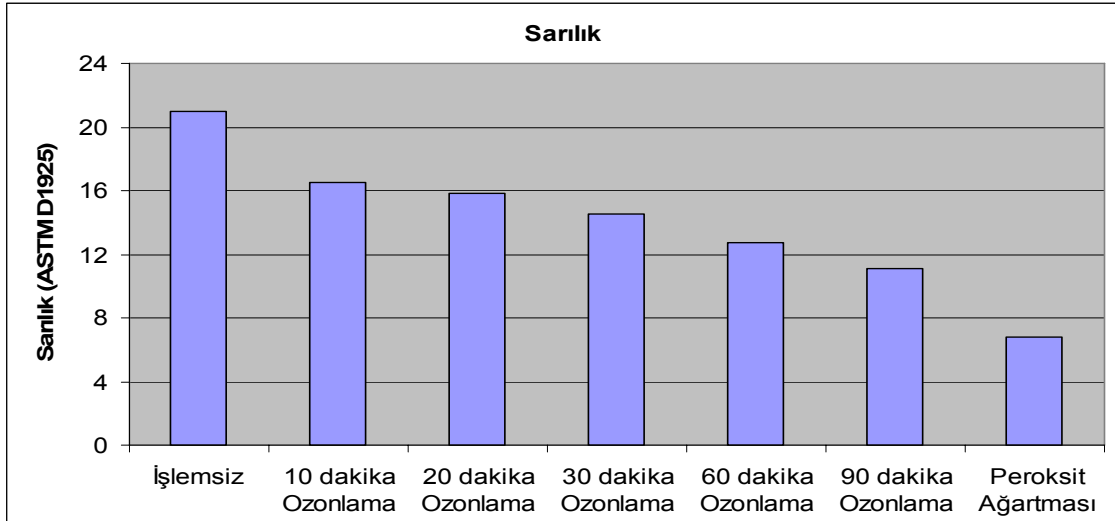
Ozonlama işlemleri oda sıcaklığında yapılmıştır. Ultrasonik banyoda uzun süre yapılan ozonlama işlemi sırasında çözeltinin sıcaklığı artmaktadır. Sıcaklıkta meydana gelen bu artış çözünen ozon miktarında düşüğe sebep olur bu da daha az etkili bir ozonlama işlemine neden olur. Bundan dolayı ultrasonik banyoda yapılan ozonlama işlemlerinde suyun sıcaklığı soğutma yapılarak 30 °C' de sabit tutulmuştur.

İşlem görmemiş kumaşın beyazlık ve sarılık değerleri sırasıyla 61,4 ve 21,0' dir. Pamuk kumaşın beyazlık değeri ozonlama işlemleri ile artmaktadır. En fazla beyazlık artışı en uzun ozonlama süresinde gözlenmiştir. Artan ozonlama süresiyle orantılı olarak beyazlık miktarının da kademeli olarak arttığı gözlenmiştir. Örneğin 10 dakikalık ozonlama sonrası beyazlık değeri 67,5 stensby iken 90 dakikalık ozonlama sonrası bu değer 75,9 stensby noktasına kadar yükselmiştir. Kontrol muamelesi olarak 90 °C' de 60 dakika süre ile yapılan hidrojen peroksit ağartması sonrasında beyazlık değeri 82,6 stensby' e ulaşmıştır. 90 dakika ozonlama işlemi ile ulaşılan beyazlık değeri hidrojen peroksit ağartması sonrası ulaşılan beyazlık değerinden daha düşüktür.



Şekil 5.17. Ozonlama ve peroksit ağartması yapılan pamuk kumaşların beyazlık derecesi (Stensby)

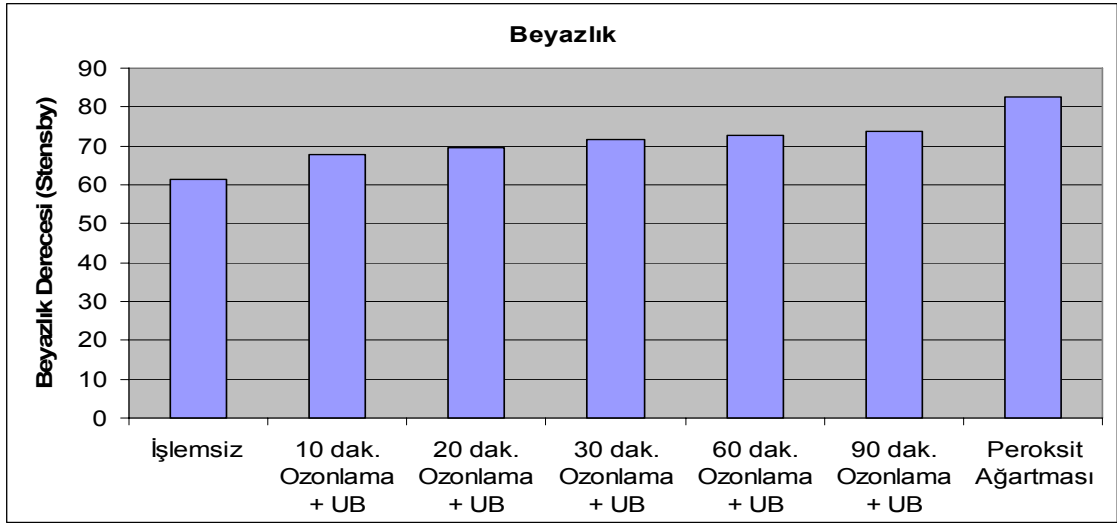
Beyazlık değerlerinde meydana gelen artışa paralel olarak sarılık değerleri de ozonlama sürelerindeki artışla birlikte düşmektedir. 20 dakika ozonlama işlemi sonrasında sarılık değeri 15,6 iken bu değer 90 dakika ozonlama sonrasında 11,1'e düşmüştür. Beyazlık değerinde olduğu gibi 90 dakika ozonlama sonucu elde edilen sarılık değeri peroksit ağartmasında elde edilen sarılık değerine ulaşamamıştır.



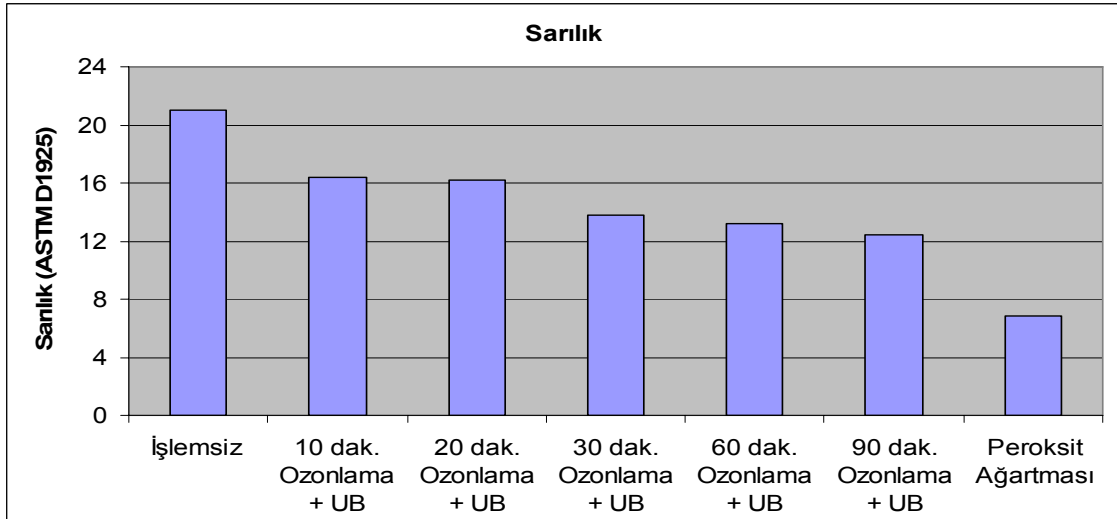
Şekil 5.18. Ozonlama ve peroksit ağartması yapılan pamuk kumaşların sarılık derecesi

Ultrasonik banyo ile ozonlama işleminin kombine edilmesi (Ozonlama + UB) beyazlık değerinde artmaya sebep olmuştur. Sadece ozonlama işleminde olduğu gibi uzun süreli ozonlama + UB işlemi yüksek beyazlık değerlerine ulaşılmasını sağlamaktadır. Örneğin 10 dakika sonrasında beyazlık değeri 67,9 stensby iken bu değer 90 dakika sonrasında 73,7 stensby noktasına ulaşmıştır. Daha önce belirtildiği gibi kontrol muamelesi olarak 90 °C' de 60 dakika süre ile yapılan hidrojen peroksit ağartması sonrasında beyazlık değeri 82,6 stensby' e ulaşmıştır. Görüldüğü üzere 90 dakika ozonlama işlemi ile ulaşılan beyazlık değeri hidrojen peroksit ağartması sonrası ulaşılan beyazlık değerinden daha düşüktür. Ozonlama + UB işlemini sadece ozonlama işlemi ile karşılaştıracak olursak, ultrasonik banyonun pamuk kumaşın beyazlık ve sarılık değerleri üzerine anlamlı bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir.





Şekil 5.19. Ozonlama + UB işleminin pamuk kumaşın beyazlık derecesi üzerine etkisi



Şekil 5.20. Ozonlama + UB işleminin pamuk kumaşın sarılık derecesi üzerine etkisi

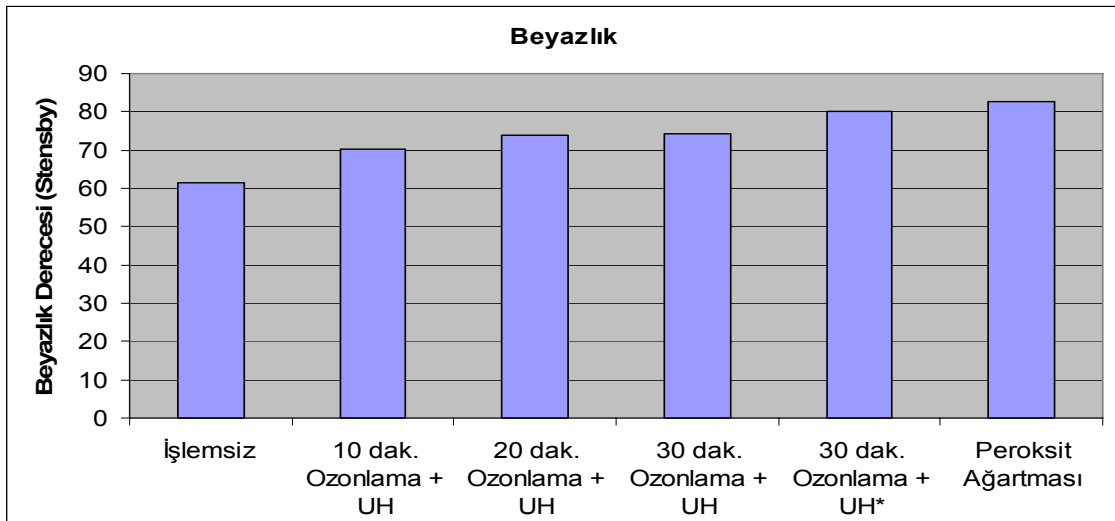
Ozonlamanın ultrasonik homojenizatör ile birlikte kullanıldığı işlemde 10 ve 20 dakika sonucunda beyazlık sırasıyla 70,2 ve 74 stensby değerine ulaşmıştır. Bu da ozonlama + UH işleminde kısa işlem sürelerinde yüksek beyazlık değerlerine ulaşıldığını göstermektedir.

Ultrasonik homojenizatör ile sağlanan sinerjik etkinin ultrasonik banyo ile sağlanandan daha fazla olduğu görülmüştür. Örneğin, ozonlama + UB işleminde 90 dakika sonucunda ulaşılan beyazlık değeri 73,7 stensby iken, aynı beyazlık değerine ozonlama

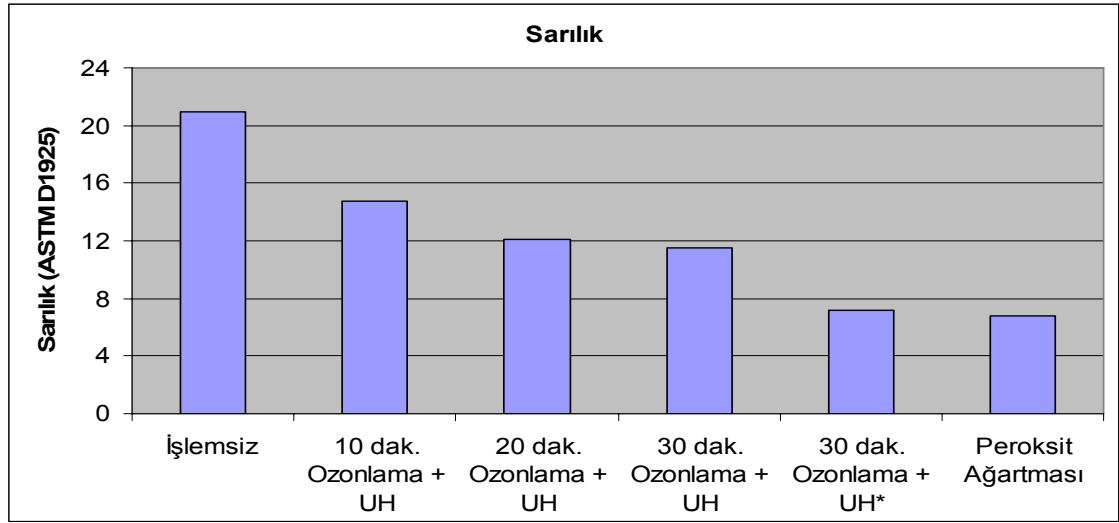
+ UH işlemi ile sadece 20 dakikada ulaşılmıştır. Beyazlık değerlerine paralel olarak kısa işlem sürelerinde düşük sarılık değerlerine ulaşmakta mümkün olmuştur.

Pamuk kumaşın 30 dakika ozonlama + UH işlemine tabi tutulması sonucu beyazlığının 74,3 ve sarılığının 12,1 olduğu saptanmıştır. Daha önce de bahsedildiği gibi, ozonlama ve ultrasonik homojenizatörün kombine kullanıldığı işlem sırasında çözelti banyosunun sıcaklığı artmaktadır. 30 dakikalık işlem sonucunda sıcaklık 70 °C' ye kadar yükselmektedir.

Ozonlama işleminin etkisini arttırmak için, ozonlama + UH işleminde banyonun sıcaklığı 30 dakikalık işlem süresince soğutma yapılarak 30 °C 'de sabit tutulmuştur. Ozonlama + UH işleminde 30 dakikada 30 °C sabit sıcaklıkta beyazlık ve sarılık değerleri sırasıyla 80,2 ve 7,2 olarak bulunmuştur. Görüldüğü gibi ozonlama + UH işleminde 30 dakika sonucunda sıcaklık 70 °C iken elde edilen beyazlık ve sarılık değerleri 74,3 ve 12,1 iken aynı işlem 30 dakikada sıcaklık 30 °C' de sabit tutularak gerçekleştirildiğinde beyazlık ve sarılık değerleri 80,2 ve 7,2' ye ulaşmıştır. Sıcaklığın yükselmesi çözülmüş ozon miktarında düşüğe neden olduğu için daha düşük etkili bir ozonlama işlemi gerçekleşmektedir.



**Şekil 5.21.** Ozonlama + UH işleminin pamuk kumaşın beyazlık derecesi üzerine etkisi (ozonlama + UH\* ; soğutularak 30 °C 'de sabit tutulan örnek)



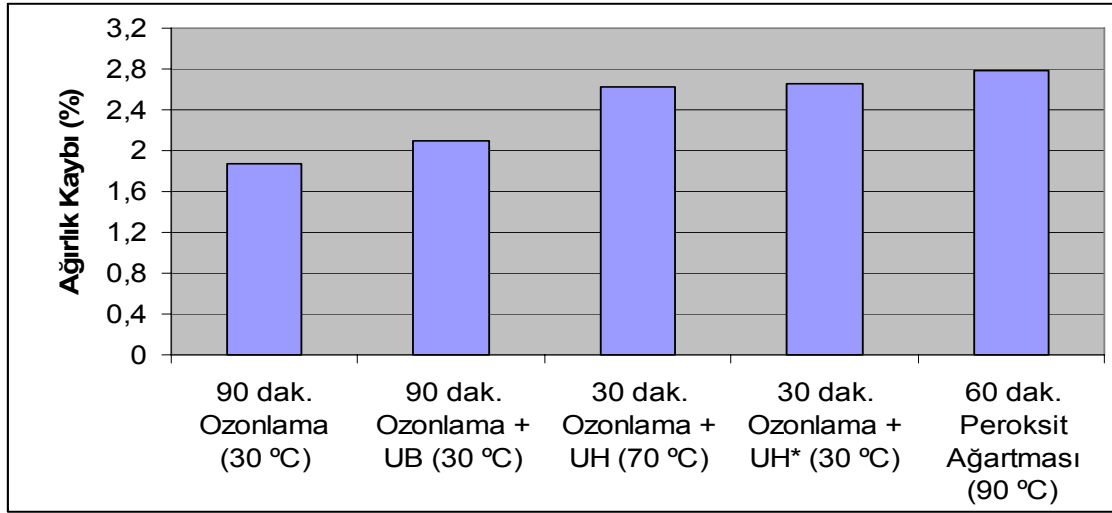
**Şekil 5.22.** Ozonlama + UH işleminin pamuk kumaşın sarılık derecesi üzerine etkisi (ozonlama + UH\*; soğutularak 30 °C 'de sabit tutulan örnek)

Sonuç olarak 3 farklı ozonlama işlemi arasında en iyi beyazlık ve sarılık değerlerine 30 dakika soğutma yapılarak sıcaklığın 30 °C' de sabit tutulduğu ozonlama + UH işlemi sonucu ulaşıldığı gözlenmiştir. Ayrıca ozonlama + UH işlemi ile konvansiyonel peroksit ağartmasında ulaşılan beyazlık değerlerine yaklaşık değerlere ulaşılmıştır. Peroksit ağartması 90 °C' de 60 dakikada gerçekleştirilirken ozonlama + UH işlemi 30 °C' de 30 dakikada gerçekleştirilmektedir. Özetle ozonlama + UH işlemi peroksit ağartmasına göre daha kısa işlem süresinde (30 dakika daha az sürede) ve daha ılıman işlem koşullarında (60 °C daha düşük sıcaklık) gerçekleşmesine rağmen peroksit ağartma işleminde elde edilen beyazlık ve sarılık değerlerine çok yakın değerler elde edilmiştir.

#### ***Ultrasonlu ve ultrasonuz ozonlama işlemleri sonrası ağırlık kayıpları sonuçlarının değerlendirilmesi***

Ozonlamanın tek başına yapıldığı işlemde kumaşın ağırlık kaybı % 1,62-1,88 değerleri arasında değişmektedir. Genel olarak ozonlamanın tek başına yapıldığı işlemle karşılaştırıldığında ultrasonik etki altında kumaşlarda meydana gelen ağırlık kayıplarının arttığı görülmektedir. 3 tip ozonlama işleminde de (Sadece ozonlama, Ozonlama + UB, Ozonlama + UH) artan işlem sürelerinde ağırlık kayıplarının da attığı tespit edilmiştir. Ancak ozonlama + UH işleminde diğerlerine nazaran ağırlık kayıplarının daha fazla olduğu görülmüştür. Klasik peroksit ağartma işlemi sonrası

pamuk kumašta meydana gelen ađırlık kaybı % 2,79 iken diđer 3 tip ozonlama iřleminde de daha az ađırlık kaybı meydana gelmektedir. Ozonlama iřlemleri ile karřılařtırıldıđında daha agresif iřlem kořulları altında gerekleřtirilen klasik peroksit ađartma iřlemi sırasında daha fazla vaks uzaklařtırılmaktadır. Bu da ađırlık kaybı sonularında aıka grlmektedir. En yksek beyazlıkların elde edildiđi ozonlama iřlemi (ozonlama + UH) sonrasında ađırlık kaybı % 2,65 iken peroksit ađartması sonrasında bu deđer % 2,79 olmuřtur. Sonu olarak peroksit ađartmasıyla benzer beyazlık ve sarılık deđerlerini veren 30 dakika ozonlama + UH iřleminin daha az ađırlık kayıplarına neden olduđu grlmřtr.

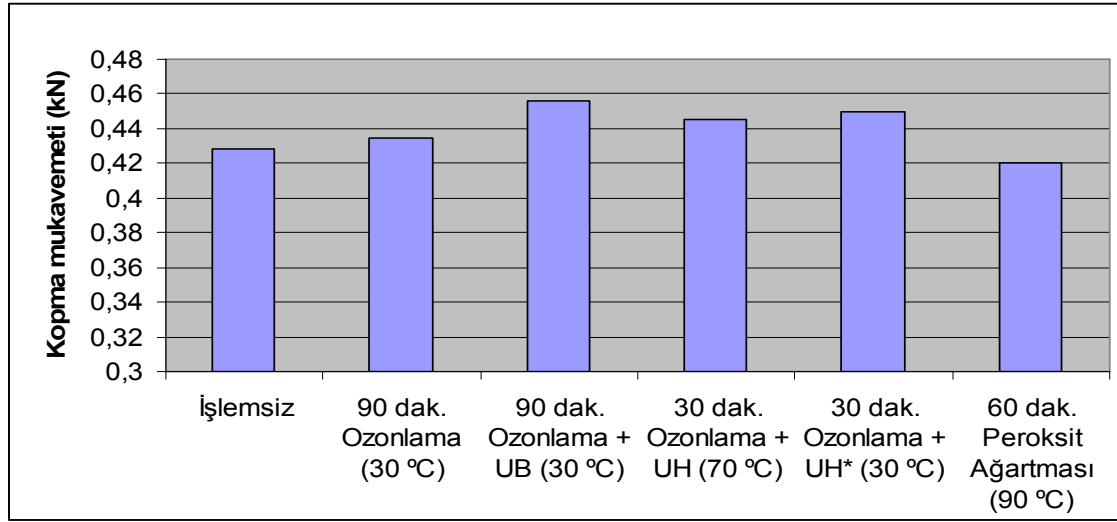


**řekil 5.23.** Farklı tip ozonlama iřlemleri ve peroksit ađartması sonucu pamuk kumařların ađırlık kaybı

#### *Ultrasonlu ve ultrasonsuz ozonlama iřlemlerinin kumař mukavemetine etkisinin incelenmesi*

İřlem grmemiř pamuk kumařın kopma mukavemeti ve kopma uzaması sırasıyla 0,428 kN ve % 17,8 iken 90 dakika ozonlama iřleminde bu deđerler sırasıyla 0,435 kN ve % 19,9 olmuřtur. Ozonlama + UB iřleminde ise en yksek kopma mukavemeti ve kopma uzaması deđerleri elde edilmiřtir ancak btn iřlem gren pamuk kumařlar arasında en dřk beyazlık bu iřlem sonucunda grlmřtr.

70 °C ve 30 °C’ de gerçekleşen Ozonlama + UH işlemleri sonrasında kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerlerinde anlamlı bir fark görülmemiştir. Ozonlama + UH (30 °C’ de) işlemine tabi tutulan kumaşın kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerleri sırasıyla 0,45 kN ve % 20,2’ dir. Diğer taraftan peroksit ağartma işlemine maruz kalan kumaşların kopma mukavemeti 0,42 kN ve kopma uzaması % 19,1 değerlerine düşmektedir. Sonuç olarak 90 °C’ de alkali şartlarda yapılan 60 dakikalık klasik peroksit ağartma işlemi daha fazla vaks uzaklaşmasını sağlamış ve mukavemette büyük azalmalara yol açmıştır. Ancak klasik peroksit ağartması sonucu ulaşılan beyazlık ve sarılık değerlerine benzer sonuçlar veren, 30 °C’ de gerçekleştirilen Ozonlama + UH işlemi ile daha düşük mukavemet kayıpları görülmüştür.



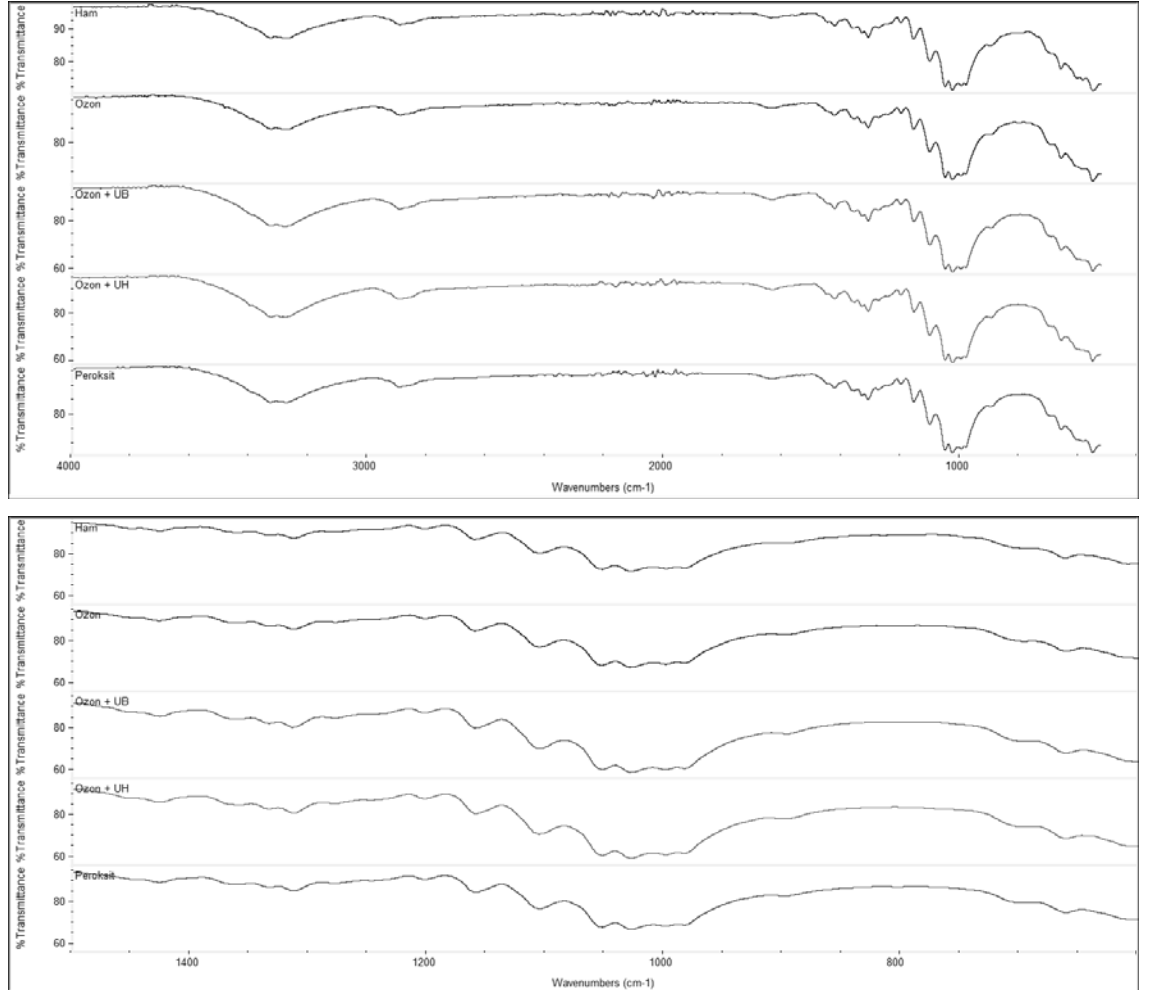
**Şekil 5.24.** Farklı tip ozonlama işlemleri ve peroksit ağartması sonucu pamuk kumaşların kopma mukavemeti

### ***KOI testi sonuçlarının değerlendirilmesi***

Ozon kullanımı durumunda banyoda sadece su bulunmakta, yardımcı kimyasal kullanımı bulunmamaktadır. Ozonun kendisi de oksijene dekompoze olduğundan atık yükü oluşturmayacağı açıktır. Banyoda oluşabilecek atık türü ozonun lif üzerindeki safsızlıklarla verdiği reaksiyonlar neticesinde banyoya geçen çeşitli bileşikler olabilir ki bunun da yüksek miktarda olması beklenmez. Nitekim ozonlama denemelerine ait banyoların KOİ değerleri ihmal edilebilir derecede düşük değerler çıkmıştır. Bu sonuçlar ozonlama işleminin çevresel yük oluşumu açısından avantajını bir kez daha teyid etmiştir.

## FTIR Analizleri

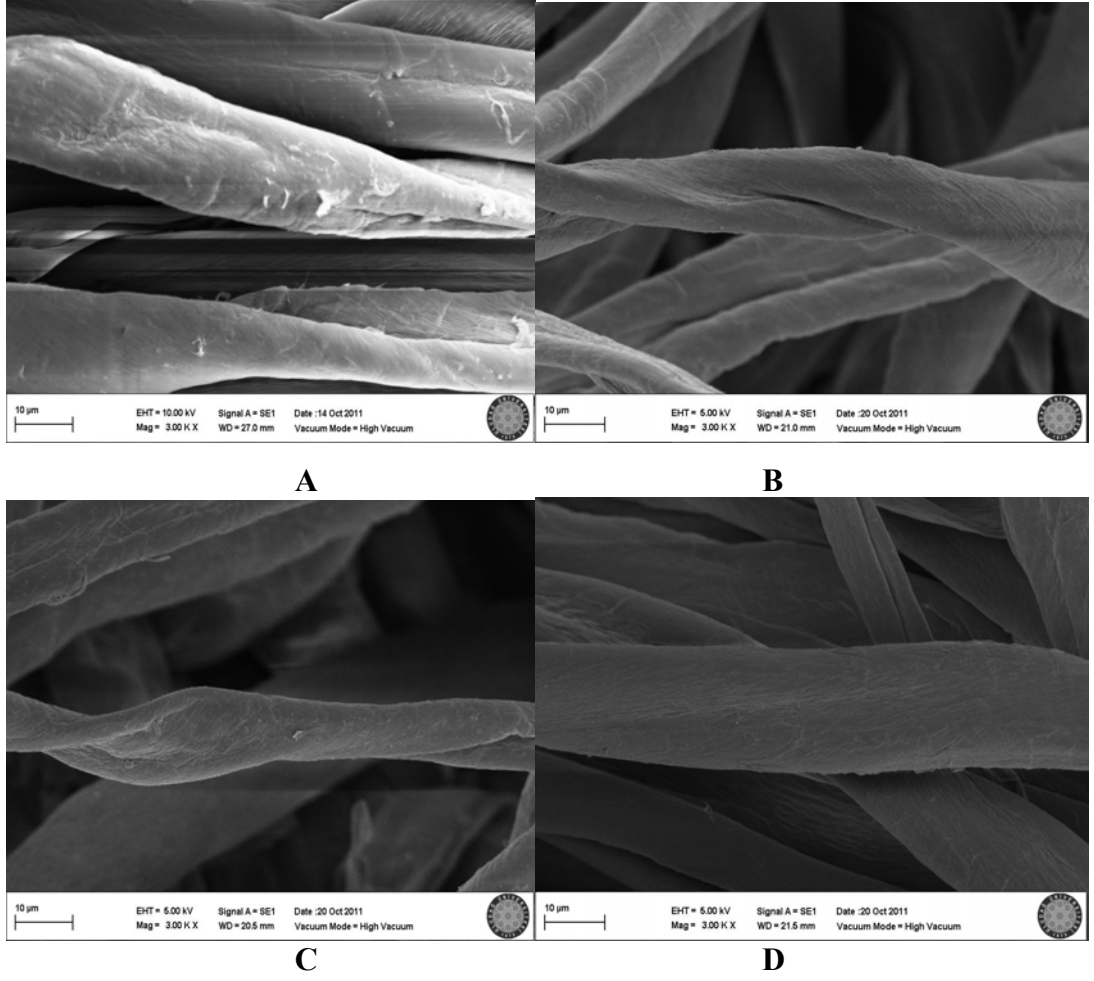
İşlem görmemiş, peroksit ile ağartılmış ve ozon ile ağartılmış kumaş numunelerine ait FTIR eğrileri Şekil 5.25’ de verilmiştir. FTIR analizlerinde örneklerin birbirlerinden farkı temel takip edilen konu olmuştur, bu amaçla örneklere ait FTIR eğrileri aynı grafiğe yerleştirilerek Şekil 5.25’ de gösterilmiştir. Projede hedef, yapılan farklı muameleler sonucu oluşan etkileri incelemek ve karşılaştırmak olduğundan ve literatürde pamuğa ait FTIR analizleri zaten var olduğundan dolayı FTIR eğrilerinde herbir pikin hangi grubu temsil ettiği durumu ayrıca irdelenmemiştir. FTIR analizi sonucunda işlemsiz kumaş ile ozonla ve peroksitle ağartma yapılmış kumaş numuneleri arasındaki piklerde anlamlı/belirgin bir fark görülmemiştir.



Şekil 5.25. Ozonlama ve peroksit ile ağartma işlemlerine maruz kalmış kumaş numunelerine ait FTIR sonuçları

### *SEM Analizleri*

Şekil 5.26’ da verilen fotoğraflar incelendiğinde ozonla muameleler sonucu lif yüzeyinin daha pürüzsüz hale geldiği görülmektedir. Ozonlanmış kumaşlar için verilen beyazlık değerlerinde işlemsiz kumaşa göre görülen artış ile bu fotoğraflar uyumludur.



**Şekil 5.26.** Ozonlama ile ağartma işlemlerine maruz kalmış pamuk kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları (A – işlemsiz numune, B – yalnız ozon ile muamele edilmiş numune, C – ozon + UH (ultrasonik homojenizatör) ile muamele edilmiş numune, D - ozon + UB (ultrasonik banyo) ile muamele edilmiş numune)

### 5.1.3.2. Yünün ozon ve ultrasonla ağartılması sonuçlarının değerlendirilmesi

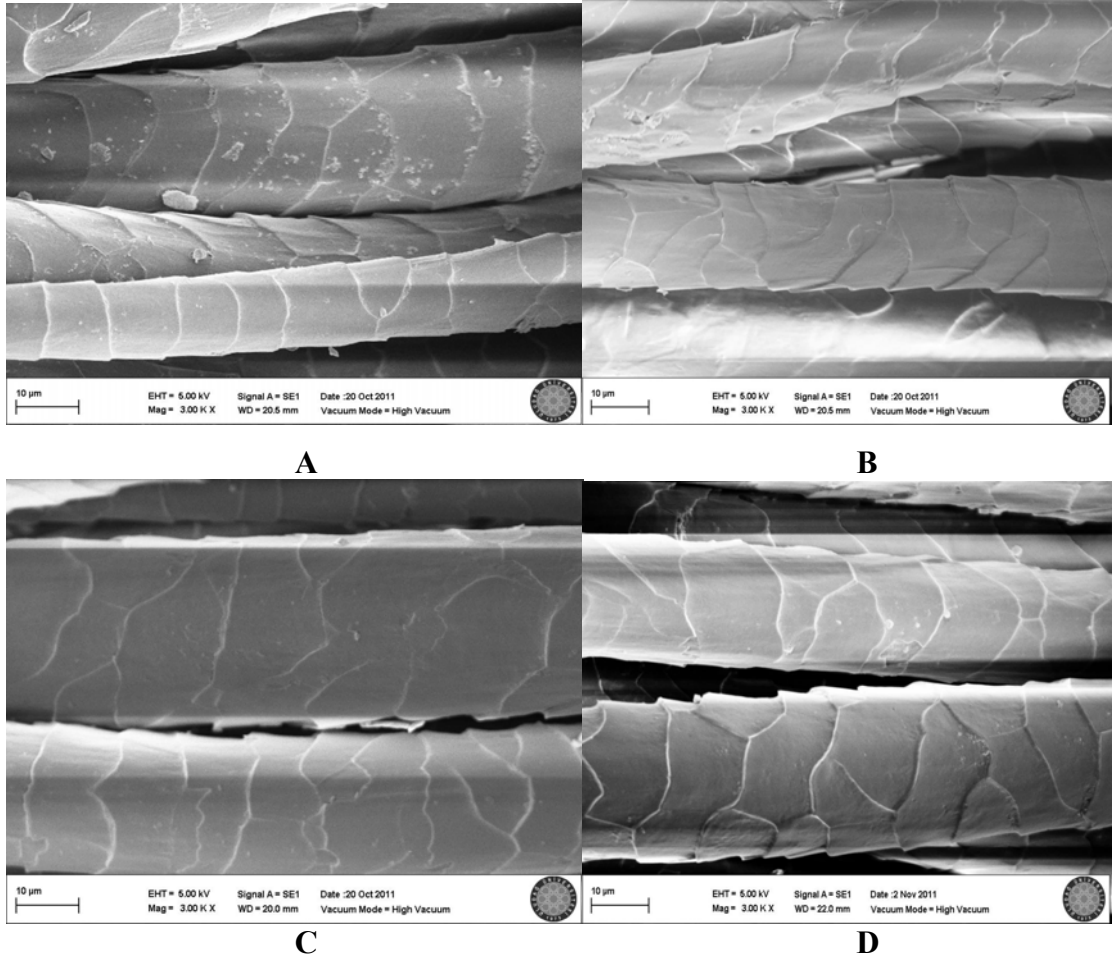
Ozonla muamelenin yün kumaşın beyazlığında kayda değer bir artış oluşturmadığı görülmektedir. İşlemsiz kumaşta 38 (Stensby) seviyesinde olan beyazlık değerleri 1,5 saat (90 dakika) gibi uzun süreli ozonlama işlemlerinden sonra bile ancak 40-41 Stensby derecelerine çıkarılabilmektedir. Sarılık derecelerindeki değişim de benzer şekilde kayda değer değerlere ulaşamamıştır. Aslında bu sonuç literatürde rapor edilenlerle uyumludur. Gülümser ve ark (2009), koyunyünü üzerine çalışmış ve yünlü kumaşın belirli bir nem oranında ozonla işleme tabi tutulması gerektiği bulunmuştur. Ozonla işlem süresi arttıkça beyazlık derecesinin artmadığı ve sıcaklık arttıkça kumaşların beyazlık derecelerinin düştüğü tespit edilmiştir. Önceki çalışmalarda da belirtildiği üzere bu çalışmada da asidik pH' larda ozonlama işlemlerinin beyazlık derecesine daha olumlu etkisi olduğu bildirilmiştir. Fakat çalışılan hiçbir koşulda konvansiyonel yöntemlerle elde edilen sonuçlara ulaşamamıştır. (Gülümser ve ark. 2009). Bu proje çalışmalarında uygulanacak ultrason desteği ile beyazlık değerlerinin tek başına ozonlama uygulamalarına göre geliştirilebileceği düşünülmüştü ancak beyazlık derecelerinde ultrason desteği ile de kayda değer bir artış sağlanamamıştır.

Aslında ozonun yün üzerindeki etkisi klor, permonosülfirikasit ve permanganata benzetilmekte, bundan dolayı yün lifinin ozon gazı ile işleminden elde edilebilecek en önemli sonucun, pul tabakasının değişikliğe uğratılarak keçeleşmesinin azaltılması olduğu belirtilmiştir. Protein liflerinin ozon kullanımı ile kimyasal modifikasyonu ve çekmezlik kazandırılması üzerine 2005 yılında alınmış 2 adet patent (US Patent 6969409 ve US Patent 6964182) bulunmaktadır (Ichimura ve ark. 2005, Karakawa ve ark. 2005).

#### ***SEM Analizleri***

Bu bilgiler ışığında deneylerde ozonlama yapılan yün kumaşların SEM fotoğrafları alınmıştır ve Şekil 5.27' de gösterilmiştir.





**Şekil 5.27.** Ozonlama ile ağartma işlemlerine maruz kalmış yün kumaş numunelerine ait 3000 kat büyütme SEM fotoğrafları (A – işlemsiz numune, B – yalnız ozon ile muamele edilmiş numune, C – ozon + UH (ultrasonik homojenizatör) ile muamele edilmiş numune, D - ozon + UB (ultrasonik banyo) ile muamele edilmiş numune)

Bu bilgiler ışığında incelenen SEM fotoğraflarında ozonlama işlemi sonrasında yünde pul tabakasının hala mevcut olduğu görülmektedir. Ozon + UH işlemi temsil eden Şekil 5.27 –c fotoğrafında pul tabakasının belirginliğinin daha düşük olduğu, dolayısıyla uygulanan işlem neticesinde zayıflatıldığı, görülmektedir. Çizelge 3.44’de yün kumaşların farklı muameleler sonrasındaki ağırlık kayıpları da verilmiştir. Çizelge 3.44 incelendiğinde gerçekten de Şekil 5.27–c fotoğrafında pul tabakasındaki zayıflamanın en fazla gözlemlendiği Ozon+UH işleminde ağırlık kaybının da en yüksek olduğu görülmektedir.

## 5.2. Sonuç

Bu çalışmada yeni ve üzerinde arařtırmalar süren bir konu olan ultrason kullanımının ozon ve enzim kullanımı ile kombine edilmesi ve bunların bazı tekstil terbiye uygulamalarında kullanımları arařtırılmıřtır.

Çalıřmanın birinci bölümünde boyama atıksularındaki renk ve kimyasal oksijen ihtiyacını (KOİ) gidermek için ultrason ve ozon kombine bir proseste kullanılarak reaktif ve dispers boyama atıksularının renk ve KOİ giderimi saęlanmıřtır. Reaktif ve dispers boyarmadde çözeltileri hem sadece boyarmadde ile hem de boyarmadde ile birlikte yardımcı kimyasal madde içerecek řekilde hazırlanmıř ve bu sayede hazırlanan çözeltilerin gerçek atıksuya benzetilmesi amaçlanmıřtır.

Ozonlama ve ultrason destekli ozonlama işlemleri sonrası renk ve KOİ giderimi deęerleri incelendięinde her iki boya tipine ait (reaktif ve dispers) azo ve antrakinon kromofor gruplu boyama çözeltileriyle çalıřma durumunda da ultrasonik homojenizatör desteęinin işlem veriminde ciddi artışlar saęladığı görölmüřtür. Ultrason ile ozonun çözeltiliyle etkileřimi hızlandırılması sonucu renk giderimi sürelerinde ciddi bir azalma saęlanmıřtır.

Çalıřmanın ikinci bölümünde enzimatik hidrofilleřtirme için pektinaz, enzimatik aęartma için lakkaz ve glikozoksidaz enzimleri kullanılarak ultrasonun enzimatik işlemler üzerine etkisi belirlenmiřtir.

Enzimatik muamelede ultrason desteęinin etkisini arařtırmak için yapılan ilk deneyler pamuęun alkali pektinaz enzimi ile hidrofilleřtirilmesi üzerine olmuřtur. Farklı konsantrasyonlarda kullanılan alkali pektinaz enziminin, farklı enzim aplikasyon sürelerinin ve enzim aplikasyonundan sonra deęiřen süre ve sıcaklıklardaki ard yıkama şartlarının pamuklu kumařın hidrofilitesi üzerine etkileri belirlenmiřtir. Kontrol muamelesi olarak klasik alkali hidrofilleřtirme işlemi yapılmıřtır.

Ultrason teknolojilerinin ikisi de (UB ve UH) pamuğun hidrofilitesini pektinaz enziminin tek başına uygulandığı (Enzim) işleme göre biraz daha arttırarak olumlu yönde etki yapmıştır.

Pektinaz ile enzimatik hidrofilleştirme işlemi (Enzim), klasik alkali hidrofilleştirme işlemine göre daha ılıman işlem şartlarında yapılmaktadır (daha az sıcaklık, daha az süre ve daha az alkali). Ayrıca ultrasonik homojenizatör desteği ile enzimatik hidrofilleştirme işleminin klasik alkali hidrofilleştirmeye nazaran düşük KOİ değerleri ile ne kadar ekolojik bir fayda sağladığı görülmüştür, KOİ değeri % 64 daha düşüktür.

Enzimatik işlemlerde ultrason desteğinin etkisini araştırmak için yapılan ikinci kısım deneyler pamuğun lakkaz ve glikozoksidaz enzimleri ile ağartılması üzerine olmuştur.

Lakkaz enzimi ile yapılan denemeler neticesinde farklı sıcaklık değerlerinin enzimin beyazlatma etkisi üzerinde belirgin bir etkisinin olmadığı belirlenmiştir. Diğer taraftan ultrason teknolojileri (UB ve UH) pamuk kumaşın beyazlığını lakkaz enziminin tek başına uygulandığı işleme nazaran biraz daha arttırmıştır.

Özellikle henüz endüstriyel uygulama alanı bulmamış olan enzimatik ağartmada glikoz oksidaz ile banyoda peroksit üretimi ultrasonik homojenizatör desteği ile ciddi artışlar göstermiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda saf GOx enzimi ile % 0,01 enzim kullanılarak pH 4' de, 40 °C' de 90 dakika süre ile 2 gr/lit sodyum asetat varlığında en fazla hidrojen peroksit açığa çıktığı saptanmıştır. En yüksek hidrojen peroksit üretimi ultrasonik homojenizatör (UH) destekli banyoda gerçekleşmiştir. Ultrasonik homojenizatör destekli banyoda 5 g/l glikoz kullanılıp 1020-1054 mg/l hidrojen peroksit üretilen işlemlerde 75,5–75,6 Stensby beyazlık derecelerine kadar ulaşmak mümkün olabilmektedir. Banyoya doğrudan 1000 mg/l (1 g/l) peroksit katılarak ağartma yapılması durumunda yine benzer (75,16 ve 74,95 stensby derecesi) beyazlıklara ulaşıldığı görülmüştür. Bu sonuç GOx enzimi ile banyoda üretilen peroksidin pamuğun ağartılmasında etkin şekilde kullanıldığını, enzimatik ağartma (GOx) ile klasik peroksit ağartmasına yakın beyazlıklara başarılı şekilde ulaşıldığını göstermiştir.

Çalışmanın üçüncü bölümünde yün ve pamuklu kumaşların ağartılmasında ultrason ve ozon kombinasyonunun ağartma işlemindeki etkinliği belirlenmiştir. Her iki lif içinde sabit ozon dozunda ultrason desteği sağlanmıştır ve süre değişken parametre olmuştur.

Ozonla muamelenin yün kumaşın beyazlığında kayda değer bir artış oluşturmadığı görülmüştür. Ancak pamuk kumaşın ağartılmasında ultrasonun, ozonun etkileşim ve reaksiyonlarını arttırarak daha kısa işlem sürelerinde amaçlanan beyazlığa ulaşılmasını sağladığı bulunmuştur. Sonuç olarak 3 farklı ozonlama işlemi arasında en iyi beyazlık ve sarılık değerlerine 30 dakika soğutma yapılarak sıcaklığın 30 °C' de sabit tutulduğu ozonlama ve ultrasonik homojenizatör kombine işlemi sonucu ulaşıldığı gözlenmiştir ayrıca konvansiyonel peroksit ağartmasında ulaşılan beyazlık değerlerine yaklaşık değerlere ulaşılmıştır.

Ozon kullanımı durumunda banyoda sadece su bulunmakta, yardımcı kimyasallar bulunmamaktadır. Ozonun kendisi de oksijene dekompoze olduğundan atık yükü oluşturmayacağı açıktır. Elde edilen sonuçlar ozonlama işleminin çevresel yük oluşumu açısından avantajını bir kez daha teyid etmiştir. Ayrıca ozon soğukta (oda sıcaklığında) etkin olduğu için proses suyunu ısıtma gerekliliği olmadığından dolayı enerji tasarrufu da sağlanmaktadır.

## KAYNAKLAR

- Abou-Okeil, A., El-Shafie, A., El Zawahry, M. M. 2009.** Ecofriendly laccase–hydrogen peroxide/ultrasound-assisted bleaching of linen fabrics and its influence on dyeing efficiency. *Ultrasonics Sonochemistry*, 17: 383-390.
- Ahmed, N. S. E., El-Shishtawy, R. M., Kamel, M. M. 2007.** Ultrasound assisted pre treatment and dyeing of linen fibres with reactive dyes. *Pigment & Resin Technology*, 36(6): 363–372.
- Anonim, 2011.** Ultrasound. <http://en.wikipedia.org/wiki/ultrasound->(Eriřim tarihi: 01.11.2011).
- Anonim, 2011.** Ozone. [www.ozoneapplications.com-](http://www.ozoneapplications.com-)(Eriřim tarihi: 01.10.2011)
- Arslan, I., Balcioglu, A. 2000.** Effect of common reactive dye auxiliaries on the ozonation of dyehouse effluents containing vinylsulphone and aminochlorotriazine ring. *Desalination*, 130: 61-71.
- Ay, İ., Anaç, N. 2002.** Ultrasonik yöntemle parça temizleme. Balıkesir Üniversitesi, IV. Mühendislik-Mimarlık Sempozyumu, 11-13 Eylül 2002, Çağış Kampüs, Balıkesir.
- Basto, C., Tzanov, T., Cavaco-Paulo, A. 2007.** Combined ultrasound-laccase assisted bleaching of cotton. *Ultrasonic Sonochemistry*, 14: 350-354.
- Beckham, H.W., Carr, W.W., Michielsen, S., Good, J., Merriman, T., Zhan, J. 1996.** Fundamental Investigation of Ultrasonic Effects in Textile Wet Processing, National Textile Center Annual Report, Georgia Institute of Technology, 143-151
- Boz, S. 2008.** Ultrasonik enerjinin konfeksiyon sanayinde kullanımının incelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi*, EÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, İzmir.
- Buschle-Diller, G., Radhakrishnaiah, R., Freeman, H., Zeronian, S. H. 1999.** Environmentally benign preparatory process – introducing a closed-loop system. *Annual Report*, C99-A07: 1-6.
- Ciardelli, G., Ranieri, N. 2001.** The treatment and reuse of wastewater in the textile industry by means of ozonation and electroflocculation. *Wat. Res.*, 35(2): 567-572.
- Değirmenci, S. B. 2005.** Sentetik liflerin ve karışımlarının ultrasonik enerji yardımıyla boyanması. *Yüksek Lisans Tezi*, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Eğitimi Anabilim Dalı, İstanbul.
- Duran, K., Korkmaz, A. 1999.** Ön terbiyede enzim kullanımı. *Tekstil ve Konfeksiyon Dergisi*, 9(4): 321-325.

**Duran, K., Karaboğa, C., Körlü, A. E. 2003.** Ultrasonun tekstil ön terbiyesinde kullanılabilirliği. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 9(4): 321-325.

**Duran, K., Bahtiyari, M. İ., Körlü, A. E., Perincek, S., Özdemir, D. 2006a.** Ultrason teknolojisi. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 16(3): 155-158.

**Duran, K., Bahtiyari, M. İ., Körlü, A. E., Perincek, S., Özdemir, D. 2006b.** Ozonun tekstilde kullanım olanakları. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 16(4): 258-261.

**Duran, K., Perincek, S., Körlü, A. E., Bahtiyari, M. İ. 2007.** Ultrason teknolojisinin tekstilde kullanım olanakları. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 3: 162-166.

**El-Shishtawy, R. M., Kamel, M. M., Hanna, H. L., Ahmed, N. S. E. 2003.** Ultrasonic assisted dyeing: II. nylon fibre structure and comparative dyeing rate with reactive dyes. *Polymer International*, 52: 381-388.

**Eren, H. A., Anis, P. 2006.** Tekstil boyama atıksularının ozonlama ile renk giderimi. *Uludag Üniversitesi Müh-Mim.Fak. Dergisi*, 11(1): 83-91.

**Eren, H. A. 2007.** Simultaneous afterclearing and decolorisation by ozonation after disperse dyeing of polyester. *Coloration Technology*, 123(4): 224-229

**Eren, H. A., Anış, P., Günay, A. B., Demirhan, Ö. 2008.** Pamuklu dokuma kumaşın ozon ile oda sıcaklığında ağartılması olanağının araştırılması. IV Ulusal Tekstil Boya ve Kimyasalları Kongresi, 30-31 Ekim 2008, Pamukkale Üniversitesi-BUTAL, Denizli.

**Eren, H. A., Anış, P., Yılmaz, D., Kirişçi, Ş., İnkaya, T. 2009.** Pamuğun ağartılmasında lakkaz, ozon ve hidrojen peroksitin kombine kullanımı. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 19(4): 299-303.

**Erişmiş, B., Eren, H. A. 2010.** Tekstil terbiye işlemlerinde ultrason kullanımı. *Teknolojik Araştırmalar*, 4(3): 30-38.

**Gallego-Juarez, J. A. 2002.** Macrosonics: phenomena, transducers and application, *Revista de Acustica.*, 33(3-4): 36-42.

**Gülümser, T., Akça, C., Bahtiyari, M. İ. 2009.** Yün terbiyesinde ozonla işlemin beyazlık derecesine etkisinin araştırılması. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 19(1): 52-55.

**Hebeish, A., Sharaf, S., Abd El-Hady, M. M. 2011.** Ultrasound aided KMNO<sub>4</sub>-acid systems for bleaching linen fabric. *Carbohydrate Polymers*, 83: 1370–1376.

**Hurren, C. J. 2010.** A study into the ultrasonic cleaning of wool. *Ph.D. Thesis*, Deakin University, Australia.

**Ichimura, H., Umehara, R., Karakawa, T., Oshima, K., Nakase, T. 2005.** Animal fiber superior in shrink proofing and method for preparation thereof, US Patent 6969409.

**Iglesias, S. C. 2002.** Degradation and biodegradability enhancement of nitrobenzene and 2,4-dichlorophenol by means of advanced oxidation processes based on ozone. Ph.D. Thesis, Universitat De Barcelona.

**Ince, N. H., Tezcanlı, G. 2001.** Reactive dyestuff degradation by combined sonolysis and ozonation. *Dyes and Pigments*, 49: 145-153.

**İnkaya, T., Eren, H. A., Anış, P. 2007.** Pamuk ağartılmasında lakkaz/mediatör sistemlerinin oksijen ve ozon ile kombine edilmesi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 14(1): 77-82.

**Kamel, M. M., El-Shishtawy, R. M., Yussef, B. M., Mashaly, H. 2005.** Ultrasonic assisted dyeing III. dyeing of wool with lac as a naturel dye. *Dyes and Pigments*, 65: 103-110.

**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(4/63): 97-100.

**Karakawa, T., Umehara, R., Ichimura, H., Oshima, M., Sadoka, K. 2005.** Treatment apparatus for chemical modification of animal fibers of continuous web form, US Patent 6964182.

**Kennedy, J. E. 2005.** High-intensity focused ultrasound in the treatment of solid tumours. *Nature Reviews Cancer*, 5: 321-327.

**Khajavi, R., Azari, P. 2007.** Effects of ultrasound irradiation on wet wool chlorination treatment. *Pakistan Journal of Biological Sciences*, 10(16): 2732-2735.

**Koch, M., Yediler, A., Lienert, D., Insel, G., Kettrup, A. 2002.** Ozonation of hydrolysed azo reactive yellow 84. *Chemosphere*, 46: 109-113.

**Koçak, D., Merdan, N. 2002.** Sonokimya ve ultrasonik enerjinin tekstil sektöründe kullanımı. *Kimya Teknolojileri*, 17: 62.

**Konsowa, A. H. 2003.** Decolorisation of wastewater containing direct dye by ozonation in a batch bubble column reactor. *Desalination*, 158: 233-240.

**Küni, G. 2009.** Reaktif kırmızı 195 azo boyarmaddesinin ileri oksidasyon yöntemleriyle parçalanması. *Yüksek Lisans Tezi*, ÇÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, Adana.

**Lee, K. W., Chung, Y. S., Kim, J. P. 2003.** Characteristics of ultrasonic dyeing on poly(ethylene terephthalat). *Textile Research Journal*, 73(9): 751-755.

- Lin, C. C., Liu, W. T. 2003.** Ozone oxidation in a rotating packed bed. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 78: 138-141.
- Merdan, N., Akalin, M., Kocak, D., Usta, I. 2004.** Effects of ultrasonic energy on dyeing of polyamide (microfibre)/lycra blends. *Ultrasonics*, 42: 165-168.
- Merdan, N., İnanıcı Y. 2010.** Mikroelyafın boyanmasında ultrasonik enerjinin etkisi. *İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 18: 31-43.
- Mıstık, S. İ., Yükseloğlu, S. M. 2005.** Hydrogen peroxide bleaching of cotton in ultrasonic energy. *Ultrasonics*, 43: 811-814.
- Mock, G. N., Klutz, D. S., Smith, C. B., Grady, P. L., McCall, R. E., Cato, M. J. 1995.** Reducing salt and energy needs in direct dyeing of cotton through use of ultrasound. *The American Association of Textile and Colourists*, 55-64.
- Moholkar, V.S. 2002.** Intensification of textile treatments; sonoprocess engineering. *Ph.D. Thesis*, Universty of Twente, The Netherlands.
- Moholkar V. S., Nierstrasz V. A., Warmoeskersen M. M. C. G. 2003.** Intensification of mass transfer in wet textile processes by power ultrasound. *Autex Research Journal*, 3: 129-138.
- Moholkar V. S., Warmoeskersen M. M. C. G. 2004.** Mechanism of mass-transfer enhancement in textiles by ultrasound. *Chemical Engineering Science*, 59: 299-311.
- Muthukumar, M., Selvakumar, N. 2004.** Studies on the effect of inorganic salts on decolouration of acid dye effluents by ozonation. *Dyes and Pigments*, 62: 221-228.
- Neamtu, M., Yediler, A., Siminiceanu, I., Macoveanu, M., Kettrup, A. 2004.** Decolorization of Disperse Red 354 azo dye in water by several oxidation processes-a comparative study. *Dyes and Pigments*, 60: 61-68.
- Oğuz, E., Keskinler, B., Çelik, Z. 2005.** Ozonation of aqueous bomaplex red Cr-L dye in a semi-batch reactor. *Dyes and Pigments*, 64: 101-108.
- Öner, E. 2002.** Sonokimya, ultrasonik enerjinin tekstil endüstrisinde kullanımı ders notları, Marmara Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Tekstil Eğitimi Bölümü, İstanbul.
- Öztürk, E. 2010.** Ultrasonik radyasyon ile su ortamından amonyak azotunun uzaklaştırılması. *Yüksek Lisans Tezi*, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Çevre Mühendisliği Anabilim Dalı, Isparta.
- Perincek, S. D. 2006.** Ozon, uv, ultrason teknolojileri ve kombinasyonlarının ön terbiye işlemlerinde uygulanabilirliğinin araştırılması. *Yüksek Lisans Tezi*, EÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, İzmir.



- Perincek, S., Duran, K., Körlü, A. E., Bahtiyari, M. İ. 2007.** An Investigation in the use of ozone gas in the bleaching of cotton fabrics. *Ozone: Science and Engineering*, 29: 325–333.
- Perincek, S., Duran, K., Körlü, A. E., Bahtiyari, M. İ. 2009.** Tekstil terbiye işlemleri sırasında ultrason cihazı ile çalışmada işlem verimliliğine etki edebilecek faktörlerin incelenmesi. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 19(1): 70-76.
- Prabaharan, M., Rao, J. V. 2001.** Study on ozone bleaching of cotton fabric process optimization, dyeing and finishing properties. *Coloration Technology*, 117(2): 98-103.
- Saruşık, M. 2001.** Tekstil terbiye işlemlerinde enzimler. DEÜ Mühendislik Fakültesi Basım Ünitesi, İzmir.
- Sevimli, M. F., Sarıkaya, H. Z. 2002.** Ozone treatment of textile effluents and dyes: effect of applied ozone dose, pH and dye concentration. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 77: 842-850.
- Shukla, S. R., Mathur, M. R. 1995.** Low-temperature ultrasonic dyeing of silk. *Journal of the Society of Dyers and Colourists*, 111: 342-345.
- Şayan, E. 2005.** Ultrases kullanarak reaktif tekstil boyarmaddesinin renk ve KOİ gideriminin modellenmesi ve optimizasyonu. II. Mühendislik Bilimleri Genç Araştırmacılar Kongresi, 17-19 Kasım 2005, İstanbul Üniversitesi Avcılar Kampüsü, İstanbul.
- Temoçin, H. 2006.** Tekstil atık sularının renginin giderimi. *Yüksek Lisans Tezi*, Marmara üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Eğitimi Anabilim Dalı, İstanbul.
- Tzanko, T., Silgia, A. C., Georg, N. G., Artur, C. P. 2002.** Hydrogen peroxide generation with immobilized glucose oxidase for textile bleaching. *Journal of Biotechnology*, 93: 87-94.
- Vajnhandl, S., Le Marechal, A. M., Fakin, D., Volmajer, J. V. 2007.** Tekstil sektörü ve ultrason. XI. Uluslar arası İzmir Tekstil ve Hazır Giyim Sempozyumu, 26-29 Ekim 2007, İzmir.
- Yachmenev, V. G., Bertoniere, N. R., Blanvhard, E. J. 2002.** Intensification of the bio-processing of cotton textiles by combined enzyme/ultrasound treatment. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 77: 559-567.
- Yachmenev, V. G., Blanchard, E. J., Lambert, A. H. 2004.** Use of ultrasonic energy for intensification of the bio- preparation of greige cotton. *Ultrasonics*, 42: 87-91.
- Yasui, K., Tuziuti, T., Iida, Y. 2005.** Dependence of the characteristics of bubbles on types of sonochemical reactors. *Ultrasonics Sonochemistry*, 12: 43-51.
- Wu, J., Wang, T. 2001.** Ozonation of aqueous azo dye in a semi-batch reactor. *Wat. Res.*, 35(4): 1093-1099.

**Zhang, F., Yediler, A., Liang, X., Kettrup, A. 2004.** Effects of dye additives on the ozonation process and oxidation by-products: a comparative study using hydrolyzed C.I. Reactive Red 120. *Dyes And Pigments*, 60: 1-7.

**Zhang, H., Duanb, L., Zhang, D. 2006.** Decolorization of methyl orange by ozonation in combination with ultrasonic irradiation. *Journal of Hazardous Materials*, 138: 53-59.

**Zhao, L., Mab, J., Zhai, X. 2010.** Enhanced mechanism of catalytic ozonation by ultrasound with orthogonal dual frequencies for the degradation of nitrobenzene in aqueous solution. *Ultrasonics Sonochemistry*, 17: 84-91.

## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Burcu Erişmiş  
Doğum Yeri ve Tarihi : İzmir/1986  
Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Torbalı Anadolu Lisesi/2004  
Lisans : Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği/2008

İletişim (e-posta) : buycu\_22@hotmail.com