



TEKSTİL VE MÜHENDİS
(Journal of Textiles and Engineer)



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

Kahve Kokulu Mikrokapsül İçeren Titanyum ve Silisyum Esaslı Nanosoller ile Multifonksiyonel Kumaş Üretimi

Multifunctional Fabric Production with Titanium and Silicon Based Nanosols Containing Coffee-Scented Microcapsules

Nurhan ONAR ÇAMLİBEL^{1*}, Mehtap ŞAHİN², İlker KANDEMİR³

¹Pamukkale Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Denizli, Türkiye

²Meyteks Tekstil San. ve Tic. Ltd. Şti., Denizli, Türkiye

³Gamateks, Denizli, Türkiye

Online Erişime Açıldığı Tarih (Available online):30 Eylül 2021 (30 September 2021)

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

Nurhan ONAR ÇAMLİBEL, Mehtap ŞAHİN, İlker KANDEMİR (2021): Kahve Kokulu Mikrokapsül İçeren Titanyum ve Silisyum Esaslı Nanosoller ile Multifonksiyonel Kumaş Üretimi, Tekstil ve Mühendis, 28: 123, 171-179.

For online version of the article: <https://doi.org/10.7216/1300759920212812302>

Arastırma Makalesi / Research Article

KAHVE KOKULU MİKROKAPSÜL İÇEREN TİTANYUM VE SİLİSYUM ESASLI NANOSOLLER İLE MULTİFONKSİYONEL KUMAŞ ÜRETİMİ

Nurhan ONAR ÇAMLİBEL^{1*} 

Mehtap ŞAHİN² 

İlker KANDEMİR³ 

¹Pamukkale Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Denizli, Türkiye

²Meyteks Tekstil San. ve Tic. Ltd. Şti., Denizli, Türkiye

³Gamateks, Denizli, Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 13.02.2021

Kabul Tarihi / Accepted: 23.08.2021

ÖZET: Bu çalışmada kahve kokulu hazır mikrokapsüller farklı konsantrasyonlarda titanyum ve silisyum esaslı başlatıcılar içeren nanosollere ilave edilerek pamuklu kumaşa emdirme-kurutma-fiksaj yöntemiyle aktarılmıştır. Nanosollerin hazırlanmasında kullanılan glisiloksipropil trimetoksisilan (GPTMS) ve titanyum isoprosit (TIPT) başlatıcı maddelerin farklı konsantrasyonlarında kullanımının kumaşların koku dayanımı, antibakteriyel aktivite, buruşmazlık ve aşınma dayanımı sonuçlarına etkileri araştırılmıştır. Kumaş örneklerinin kullanım boyunca koku dayanımını tespit edebilmek amacıyla 60 gün açık hava koşullarında bekletme sonrası koku salım özellikleri subjektif yöntemle değerlendirilmiştir. Aynı zamanda sol-jel yöntemi ile kaplanan kumaşların aşınma dayanımları, yıkama öncesi ve sonrası buruşmazlık ve sertlik özellikleri araştırılmıştır. Kantitatif antibakteriyel aktivite testi ile kumaş örneklerinin antibakteriyel özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca 10 evsel yıkama ve 100 devir aşındırma öncesi ve sonrası kumaşlarda mikrokapsüllerin ve kaplamanın varlığı FESEM-EDS analizi ile incelenmiştir. FTIR-ATR analizi ile kumaşların kimyasal ve bağ yapıları araştırılmıştır. Sonuç olarak GPTMS ve TIPT başlatıcı maddelerinin her ikisinin düşük konsantrasyonda kullanılması kullanım boyunca daha yüksek koku dayanımına ve nanosoller ile kaplanan kumaşların buruşmazlık ve aşınma dayanımının gelişmesine yol açmıştır. Yıkama ve aşındırma sonrası FESEM görüntüleri, kaplamaların ve mikrokapsüllerin yıkamaya ve aşınmaya dayanımını kanıtlamıştır. GPTMS ve TIPT başlatıcı maddelerinin her ikisinin düşük konsantrasyonda kullanılması yalnızca *S.aureus* bakterisine karşı yüksek antibakteriyel aktivite ile sonuçlanırken, TIPT konsantrasyonu artırılmış nanosoller ile işlem görmüş numunelerde yıkama sonrası hem *E.coli* ve hem de *S.aureus* bakterilerine karşı daha yüksek antibakteriyel aktivite elde edilmiştir. Sonuç olarak bu çalışmada mikrokapsüllerin sol-jel yöntemiyle kumaşlara aktarılması ile koku salımı yapan pamuklu kumaş üretilmiş ve aynı zamanda kumaşın antibakteriyellik, buruşmazlık ve aşınma dayanımı özellikleri geliştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Mikrokapsül, Nanosol, Koku Salımı, Antibakteriyel, Buruşmazlık

MULTIFUNCTIONAL FABRIC PRODUCTION WITH TITANIUM AND SILICON BASED NANOSOLS CONTAINING COFFEE-SCENTED MICROCAPSULES

ABSTRACT: In the study, coffee-scented microcapsules in nanosols based on titanium and silicon with various concentrations were deposited to cotton fabrics by pad-dry-cure process. The effect of usage of glycidyoxypropyl trimethoxysilane (GPTMS) and titanium isopropoxide (TIPT) with various concentration on fragrance release properties, antibacterial activity, wrinkle resistance and abrasion resistance properties of cotton fabric samples were investigated. The fragrance release properties of fabric samples were subjectively evaluated after staying under ambient conditions during 60 days. Moreover stiffness and wrinkle resistance before and after washing cycles and abrasion resistance of fabrics coated by sol-gel process. The antibacterial properties of fabric samples were determined by quantitative antibacterial activity test. The presence of film and microcapsules on fabric before and after 10 cycles of domestic washing and 100 cycle abrasion was investigated by FESEM-EDS analysis. Besides chemical and bond nature of coatings on cotton fabric were investigated by FTIR-ATR analysis. During the study, it was found out that nanosol containing GPTMS and TIPT at low concentration caused high fragrance stability during wearing and development of wrinkle resistance and abrasion resistance. Durability of coating and microcapsules on fabric against washing and abrasion cycle was proved by FESEM images. Fabric samples treated with nanosols containing GPTMS and TIPT at low concentration possessed higher antibacterial activity while fabric samples treated with high TIPT concentration exhibited higher antibacterial activity against *E.coli* and *S.aureus* after 10 domestic washing cycles. In conclusion, fragrance release properties, abrasion resistance, wrinkle resistance and antibacterial properties of cotton fabric was improved with application of microcapsules by sol-gel process.

Keywords: Microcapsule, Nanosol, Fragrance Release, Antibacterial, Wrinkle Resistance

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: nonar@pau.edu.tr

DOI: <https://doi.org/10.7216/1300759920212812302> www.tekstilvemuhendis.org.tr

1. GİRİŞ

Mikrokapşüller bir etken maddenin bir kılıfla kaplanması sonucu oluşan 5-500 µm çapında partiküllerdir. Tekstil alanında uçucu yağlar, kozmetik ve ecza ürünleri, böcek kovucu maddeler, güç tutuşurluk maddeleri ve antibakteriyel maddeler gibi etken maddelerin mikrokapşülasyon teknolojisi kullanarak tekstillere aktarılması üzerine araştırmalar mevcuttur. Mikrokapşüllerin tekstillere aktarılmasıyla kumaşa tutunmaları ve etkinliklerini uzun süre devam ettirebilmeleri beklenmektedir. Pamuklu kumaşlara mikrokapşüllerin aktarılması için emdirme, daldırma, baskı, kaplama ve püskürtme gibi çok çeşitli teknikler önerilmiştir. Mikrokapşüllerin kumaş üzerinde stabilizasyonu genellikle yüksek sıcaklıkta ısıtma işlemi (130-170 °C) ile sağlanır. Hızlı buharlaşma ve şişme kapşül duvarının kırılmasına ve kapşül içeriğinin açığa çıkmasına ve stabilitenin azalmasına neden olabilmektedir. Dolayısıyla kokunun kumaş üzerindeki dayanımı farklı fiksaj maddeleri ve farklı fiksaj koşulları kullanımına bağlı olarak önemli miktarda değişir [1]. Mikrodalga ve UV fiksajı termal fiksaja alternatif olarak sunulmuştur [2-4]. UV ile fikse edilen bitim işlemi görmüş kumaşların dayanıklı-lığının ısıtma fiksajdan 50 yıkama daha fazla olduğu bildirilmiştir [2, 3, 5]. Bazı araştırmacılar çektirme yönteminin mikrokapşül aktarmak için uygun yöntem olmadığını ifade etmişlerdir [6]. Fakat mikrokapşüller bazı yıkama ve yumuşatma reçetelerine ilave edilmiştir, dolayısıyla mikrokapşüller çektirme yöntemi kullanılan yıkama banyosunda kumaşlara uygulanabilir. Bu reçetelerden bazıları bağlayıcı içermez ve bazıları akrilik reçinesi içerir. Ayrıca bazı patentler önyıkama/ana yıkama işleminden sonra 38-100 °C arasında otomatik kurutucuda kurutmayı önermiştir [7, 8]. Araştırmacılar 3 fiksaj maddesi (DMDHEU, akrilik ve poliüretan binder), 3 farklı ısıtma ekipmanı (ramöz, kızılötesi fiksaj, mikrodalga fiksajı) ve farklı fiksaj koşulları kullanımının mikrokapşüllerin dayanımına etkisini incelemişlerdir [1]. Bir çalışmada evsel yıkamalar sırasında yıkama makinesinde öz malzemesi olarak lavanta yağı ve kılıf olarak melamin-formaldehit içeren mikrokapşüller akrilik asit reçinesi ve butantetrakarboxilik asit veya süksinik asit kullanarak kumaşlara aktarılmıştır. Bağlayıcı olarak süksinik asit ile 150 °C'de 2 dakika fiksaj koşullarında çalışıldığında optimal sonuçlar elde edildiği bulunmuştur [8]. Bir başka çalışmada öz malzemesi olarak lavanta, biberiye ve adaçayı yağı ve kılıf malzemesi olarak melamin-formaldehit polimeri içeren mikrokapşülleri pamuklu kumaşa baskı ve emdirme yöntemi ile aktarılmıştır. Her iki tekniğin de koku salımı için uygun olduğu bulunmuştur [9]. Araştırmacılar misket limonu yağını (LO) kapşülleyerek pamuklu kumaşa antioksidant ve antibakteriyel aktivite kazandırmaya çalışmışlardır. LO mikrokapşüllerini kumaşa bağlamak için binder olarak süksinik asit kullanılmıştır. LO kapşüllerinin ılımlı yıkama koşullarına dayanıklı antibakteriyel ve antioksidant etkinliği doğrulanmıştır [10]. Bir diğer çalışmada kitosan: yasemin yağı esaslı mikrokapşüller koaservasyon yöntemi ile hazırlanmıştır ve emdirme-kurutma fiksaj yöntemi ile jüt kumaşlara uygulanmıştır. Performans testleri sonucu mikrokapşüllerin jüt kumaş üzerine fikse edildiği ve 5 evsel yıkama

sonrasında halen koku salımının devam ettiği bulunmuştur [11]. Günümüzde halen mikrokapşüllerin etkinliğinin ve dayanımlarının artırılması üzerine çalışmalar devam etmektedir. Literatürde mikrokapşüllerin sol-jel yöntemi ile tekstillere aktarılması üzerine çalışmaya rastlanmamıştır. Sol-jel teknolojisi ile pamuklu kumaşlara buruşmaz, antibakteriyel, güç tutuşur, UV-koruyucu, superhidrofob, su-kir-yağ itici ve kendi kendini temizleme özellikleri kazandırılabilir [12-17]. Basit ve kolay uygulanabilir bir yöntem olan sol-jel teknolojisinin tekstil işletmesinde tek adımlı bir proses ile tekstillere çoklu fonksiyonel özellikler kazandırma potansiyel bulunmaktadır. Silisyum esaslı başlatıcı maddeler hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucu oluşturdukları silika ağı içerisine çeşitli boya pigmentlerini, nanopartikülleri, antibakteriyel maddeleri, güç tutuşurluk maddelerini hapsedebilmektedirler. Sol-jel yöntemi ile üretilen ağ içerisine hapsedilen etken maddelerin kontrollü salımı sağlanabilmektedir. Sol-jel yönteminin kontrollü salım amacıyla kullanımı üzerine gıda ve eczacılık alanında çalışmalara rastlanmıştır. Fakat tekstil bilimleri alanında bu konuda çalışmalar sınırlıdır [18, 19]. Antibakteriyel etkinlik amacıyla titanyum esaslı başlatıcıların ve buruşmazlık etkisi amacıyla silisyum esaslı başlatıcıların pamuklu kumaşlara uygulanması üzerine literatürde çalışmalar bulunmaktadır [20, 21].

Bu çalışmada sol-jel yöntemi kullanarak kahve kokulu hazır uçucu yağ mikrokapşüllerinin kumaş üzerindeki silika ve titan-yum esaslı kserojel film yapısı içerisinde hapsedilmesi ve böylece mikrokapşüllerin etkinlik sürelerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Ayrıca titanyum ve silisyum esaslı başlatıcılar kullanarak kumaşların buruşmazlık ve aşınma dayanımı özelliklerinin geliştirilmesi ve kumaşlara antibakteriyel aktivite kazandırılması hedeflenmiştir. Kumaş üzerindeki mikrokapşüllerin ve kaplamanın 10 evsel yıkamaya ve 100 devir aşındırmaya dayanımı alan emisyon taramalı elektron mikroskobu- Enerji Dispersiv Spektrum (FESEM-EDS) analizi ile değerlendirilmiştir. Ayrıca kaplanan kumaşların 10 evsel yıkama sonrası antibakteriyel aktivite, buruşmazlık ve sertlik özellikleri tespit edilmiştir. Böylece literatürde ilk defa olarak sol-jel yöntemi ile mikrokapşüllerin pamuklu kumaşlara aktarılması, mikrokapşüllerin silika-titanyum esaslı ağ içerisine hapsedilmesi ve kumaş üzerinde kalıcılığı ve etkinlik süresinin artırılması araştırılmıştır.

2. MATERYAL METOD

2.1. Materyal

Bu çalışmada kahve kokulu hazır mikrokapşüller (AromaBall, Insilico, South Korea) Nanorenk (İstanbul) firmasından temin edilmiştir. Kasar ve ağartma işlemi görmüş bezayağı dokuma %100 pamuklu kumaşa (30x40 cm, gramaj: 110 g/m², atkı sıklığı 22 tel/cm, çözgü sıklığı 32 tel/cm) mikrokapşüller sol-jel yöntemi kullanarak aktarılmıştır. Sol-jel yönteminde başlatıcı madde olarak titanyum (IV) izopropoksit (TIPT, VERTEC, +97%, Alfa Aesar), tetraetoksilan (TEOS, Si(OC₂H₅)₄, %98, Sigma-Aldrich), 3-glisidil oksipropil trimetoksilan (GPTMS, >C₉H₂₀O₅Si, %98, Sigma-Aldrich), asit katalizörü olarak asetik

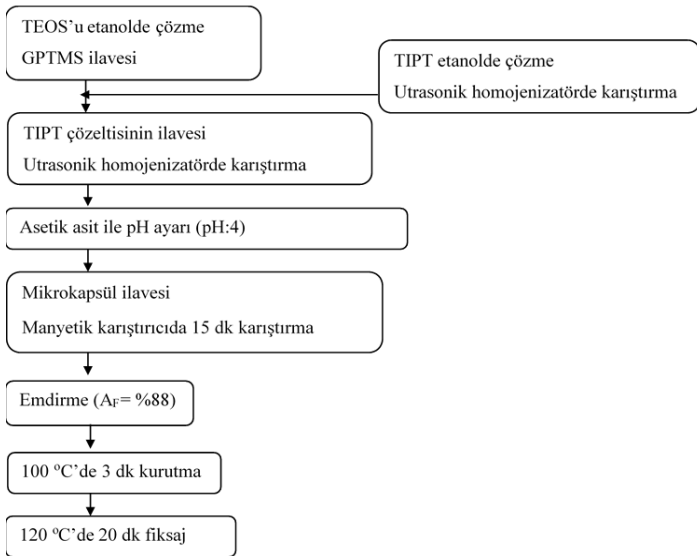
asit (C₂H₄O₂, %100, Sigma-Aldrich) ve çözücü olarak etanol (C₂H₅OH, Carlo Erba) kullanılmıştır.

2.2. Kaplama Prosesi

Nanosol çözeltilerinin hazırlanmasında ilk olarak TIPT başlatıcı maddesi 20 ml etanol içerisinde çözülmüştür. Bu çözelti ultrasonik homojenizatörde (Bandelin UW 2200, Germany) 1 dk %50 amplitüd ile karıştırılmıştır. Silan esaslı başlatıcılar olan GPTMS ve TEOS 20 ml etanol içerisinde ayrı olarak çözülmüştür. İlk çözelti silan esaslı çözeltiye ilave edilmiş ve ultrasonik homojenizatörde 1 dk %50 amplitüd ile karıştırılmıştır. pH metre (HI 221, Hanna Instrument, Romanya) kullanarak asetik asit ilavesi ile pH değeri 4'e ayarlanmıştır. Daha sonra hazır mikrokapsül çözeltisi ilave edilerek 15 dk manyetik karıştırıcıda (MTops HS15-26P, Kore) 1500 rpm'de karışmaya bırakılmıştır. Pamuklu kumaşlar bu çözeltiye daldırılmış, dikey fulardta (Ataç F-350) sıkılmış (AF=%88) ve ramözde (Ataç GK-40) 100 °C'de 3 dk kurutulmuş ve ardından 120 °C'de 20 dk fikse edilmiştir. Denemeler 2 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Nanosollerin hazırlanmasında kullanılan reçeteler ve işlem akışı sırasıyla Tablo 1 ve Şekil 1'de verilmiştir. G1 kodlu örneklerde GPTMS konsantrasyonu sabit ve düşük (5 ml) tutulmuş ve T1 ve T2 olarak iki farklı (sırasıyla 1 ve 2 g) TIPT konsantrasyonunda çalışılmıştır. Aynı şekilde G2 kodlu örneklerde GPTMS konsantrasyonu sabit ve yüksek (10 ml) tutulmuş ve T1 ve T2 olarak iki farklı (sırasıyla 1 ve 2 g) TIPT konsantrasyonunda çalışılmıştır.

Tablo 1. Nanosollerin hazırlanması kullanılan reçeteler

	T1G1	T2G1	T1G2	T2G2
TIPT	1 g	2 g	1 g	2 g
Mikrokapsül	3 g	3 g	3 g	3 g
TEOS	5 ml	5 ml	5 ml	5 ml
GPTMS	5 ml	5 ml	10 ml	10 ml
Etanol	40 ml	40 ml	40 ml	40 ml
Asetik asit	4,5 ml	6 ml	5,5 ml	6,5 ml
pH	4,11	4,09	4,05	4,08



Şekil 1. Nanosollerin hazırlanmasında ve kumaşa aktarılmasında kullanılan işlem akışı

2.3. Karakterizasyon

Sabit ağırlığa getirilen kumaş numunelerinin kütleli artış değerleri denklem 1'e göre hesaplanmıştır.

$$W_{artış}(\%) = \left[\frac{W_2 - W_1}{W_1} \right] \times 100 \quad (1)$$

W₁: Kaplamadan önce kumaş ağırlığı

W₂: Kaplama sonrası kumaş ağırlığı

W_{artış}: Kütleli artış değeri

4 kat katlanan kumaşların beyazlık (Stensby) ve sarılık değerleri (ASTM E313) spektrofotometre (Datacolor 600) kullanarak (UV-incl., Spec excl., USAV modu) 10° bakış açısı altında beyazlık değerleri ölçümü için D65 lambası ve sarılık değerleri ölçümü için C lambası kullanarak ölçülmüştür. Kumaşların eğilme uzunluğu değerleri yıkamadan önce (YÖ) ve sonra (YS) ve atkı (AY) ve çözgü yönünde (ÇY) Shirley kumaş sertlik test cihazı (SDL Atlas, Etki Ltd. Şti.) kullanarak BS 3356, 1992 standardına göre ölçülmüştür. Kumaşların buruşmazlık açısı değerleri Shirley kırışıklık tespit cihazı (SDL Atlas, Etki Ltd. Şti.) kullanarak BS EN 22313: 1992 standardına uygun olarak atkı ve çözgü yönünde ölçülmüştür. Atkı ve çözgü yönünde elde edilen buruşmazlık açıları ortalamalarının toplamı alınarak toplam buruşmazlık açıları hesaplanmıştır. Kumaşların gram negatif *Escherichia coli* bakterisi ve gram pozitif *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı antibakteriyel aktiviteleri ASTM 2149 standardında uygun olarak tespit edilmiştir. % Bakteri azalması denklem 2'ye göre işlemsiz kumaşa karşılaştırılarak hesaplanmıştır [22].

$$R(\%) = \left[\frac{A-B}{A} \right] \times 100 \quad (2)$$

R = Azalma oranı

A = İşlemsiz kumaşlardaki bakteri kolonileri sayısı

B = İşlemli kumaşlardaki bakteri kolonileri sayısı

Kumaşlar 60 gün oda koşullarında açık havada bekletildikten sonra koku salım özellikleri değerlendirilmiştir. Kumaşların koku salımı, kumaşa plastik bir çubuk ile "X" (3x3cm) kazındıktan sonra kumaş 15 dk aralıklarla 3-4 defa 6 paneliste koklatılarak değerlendirilmiştir. Kokular 1 (koku yok)- 5 (mükemmel koku) aralığında değerlendirilmiştir [23-24].

Kumaşlar TS EN ISO 105-C06-A1S standardına uygun olarak yıkanmıştır. 4x10 cm boyutlarında kesilen kumaşlar 5 g/l stan-dart deterjan (Ece deterjan A) içeren 150 ml su içerisinde 40°C'de 30 dk Rotawash cihazında (SDL Atlas, M228) yıkanmıştır. 10 tekrarlı yıkama işlemi sonrası kumaşların buruşmazlık açısı ve eğilme uzunluğu ölçülmüş ve FESEM-EDS analizleri yapılmıştır.

Kumaşların aşınma dirençleri Martindale aşındırma cihazı (M235, SDL Atlas) kullanılarak ASTM D4966 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Kumaşlardan 2 tel kopması için gerekli devir sayıları ve 250, 1000, 10.000, 57.000, 102.000 ve 200.000 devir sayılarındaki kütle kayıpları kaydedilmiştir. Kaplanan kumaşların aşındırma işlemi sonrası alan emisyon taramalı elektron mikroskobu- Enerji Dispersiv Spektrum (FESEM-EDS) analizleri yapılmıştır. Analiz sonuçları istatistiksel analizi SPSS istatistik

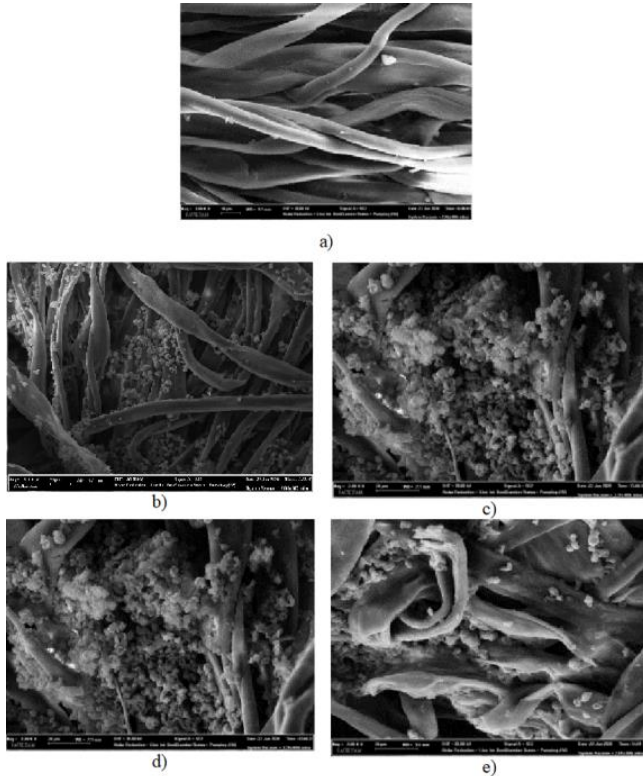
analiz programı kullanarak tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ve Duncan çoklu karşılaştırma testlerine göre gerçekleştirilmiştir.

Numunelerin FESEM incelemeleri, ZEISS Supra 40VP modelindeki cihaz ile 1000x ve 2000x büyütme ile gerçekleştirilmiştir. Ayrıca SEM cihazı kullanılarak kaplama tabakaları üzerinden EDS analizleri Pamukkale Üniversitesi İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İLTAM, Denizli, Türkiye) yapılmıştır. Kumaşların kimyasal ve bağ analizleri Fourier dönüşümlü kızılötesi- Zayıflatılmış toplam yansıma (FTIR-ATR) spektrofotometresi (Thermo Scientific, Nicolet iS50) ile İLTAM Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

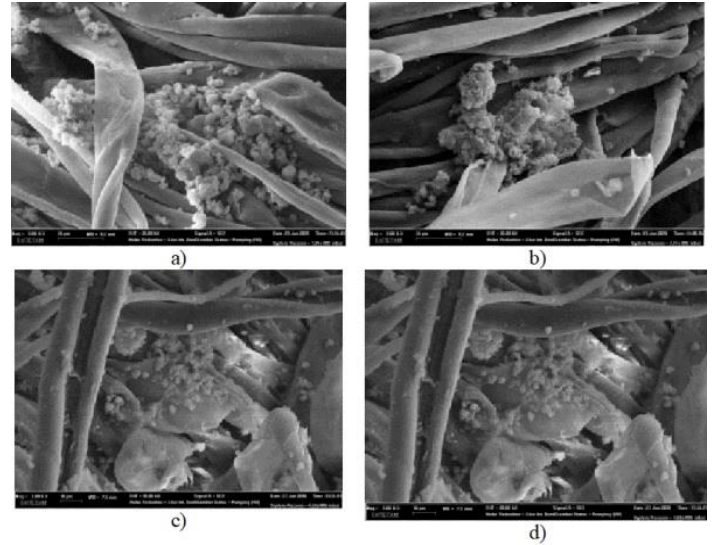
3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

3.1 SEM-EDS Analizi

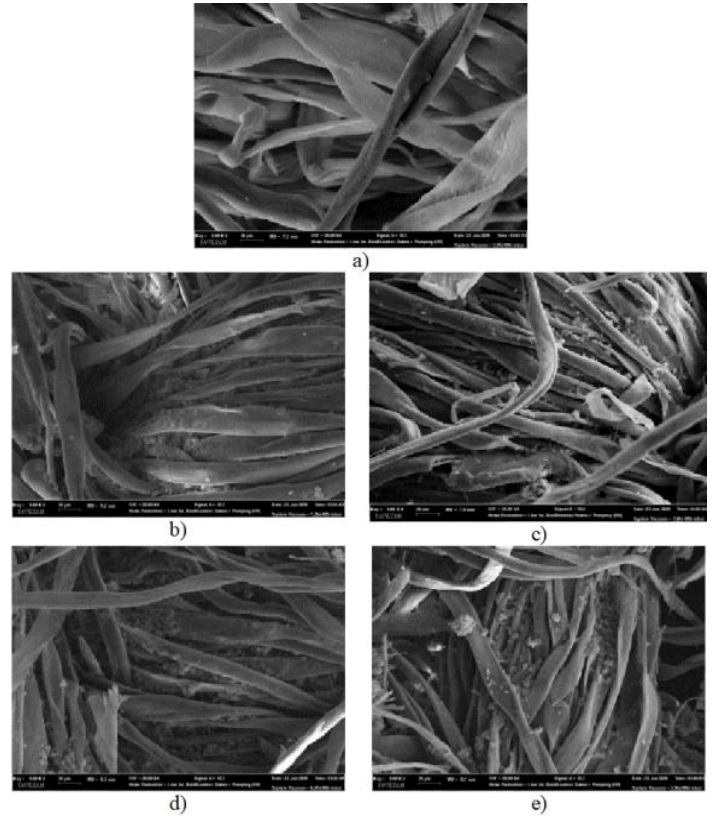
Kumaş örneklerinin kaplama sonrası Şekil 2'de, 10 evsel yıkamadan sonra Şekil 3'de ve 100 devir aşındırmadan sonra Şekil 4'te SEM görüntüleri verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde kumaş örneklerinde mikrokapsüllerin ve kaplamaların varlığı kanıtlanmıştır. Mikrokapsül içeren kaplamalar yoğun olarak kumaş yüzeyinde ve lif aralarında gözlenmiştir. Yıkamadan ve aşındırmadan sonra da kaplamaların ve mikrokapsüllerin varlığı kanıtlanmıştır.



Şekil 2. İşlemsiz kumaş ve kaplanmış kumaş örneklerinin SEM görüntüleri a) İşlemsiz kumaş, b) T1G1, c) T1G2, d) T2G1 ve e) T2G2

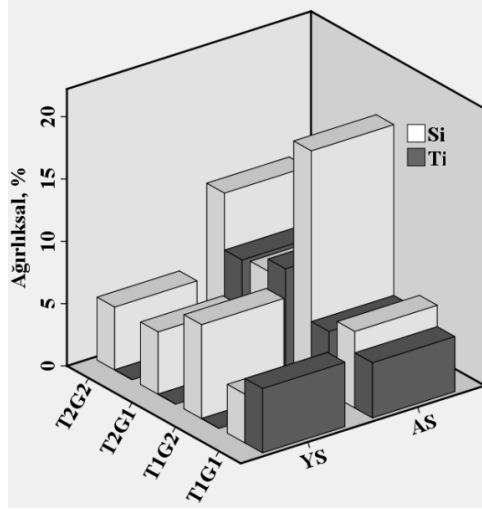


Şekil 3. Kaplanmış kumaş örneklerinin 10 yıkamadan sonra SEM görüntüleri a) T1G1, b) T1G2, c) T2G1 ve d) T2G2



Şekil 4. Kaplanmış kumaş örneklerinin 100 devir aşındırmadan sonra SEM görüntüleri a) İşlemsiz kumaş, b) T1G1, c) T1G2, d) T2G1 ve e) T2G2

Şekil 5'de kumaş örneklerinin kaplama sonrası, 10 yıkama işlemi sonrası (YS) ve 100 devir aşındırma sonrası (AS) EDS analizi ile elde edilen elemental analiz sonuçları verilmiştir. TIPT ve GPTMS konsantrasyonunun artışı ile kumaş numunelerindeki Ti ve Si içeriği artmıştır. Kaplamalarda Si ve Ti varlığı kanıtlanmıştır. Yıkama işlemi sonunda T1G1 dışında diğer örneklerde Ti varlığı gözlenmezken, aşındırma sonrası kumaş örneklerinde Si ve Ti varlığını korumuştur.



Şekil 5. Kumaş örneklerinin EDS analizi ağırlıksal element yüzdeleri. YS: Yıkama sonrası, AS:100 devir aşındırma sonrası

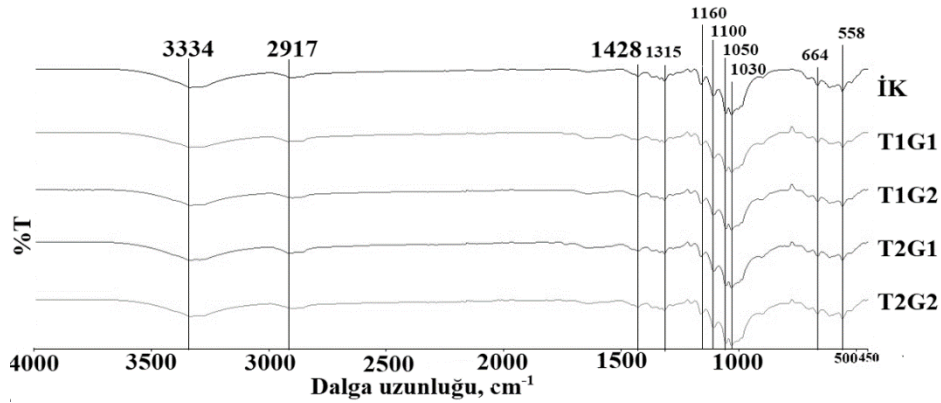
3.2. FTIR-ATR Sonuçları

İşlemsiz kumaş (İK) ve işlem gören kumaş örneklerinin FTIR-ATR spektrumları Şekil 6’te verilmiştir. Bu spektruma göre selüloza ait -OH gerilme titreşimi 3333 cm^{-1} , alkil zincirindeki -CH gruplarının gerilme titreşimi 2900 cm^{-1} civarında gözlenmiştir. $-\text{CH}_2$ -nin deformasyon titreşimi 1428 cm^{-1} ’de, C-H eğilme titreşimi 1315 cm^{-1} civarında, C-O-C bağları $1160\text{-}1035\text{ cm}^{-1}$ aralığında pikler vermiştir [25-28]. Si-O-C ve Si-O-Si

bağlarının karakteristik pikleri 1030 , 1050 ve 1100 cm^{-1} ’de gözlenmektedir, Ti-O titreşimi nedeniyle $500\text{-}900\text{ cm}^{-1}$ arasında geniş band gözlenmektedir ve bu pikler selülozun pikleri ile üst üste binmiştir [29-31]. FTIR-ATR analizi ile kaplamalarda silisyum ve titanyum varlığı kanıtlanmıştır.

3.3 Kumaş Özellikleri

Kumaş örneklerinin beyazlık indeksi, sarılık indeksi, kütleli artış, buruşmazlık açısı ve eğilme uzunluğu değerlerinin tek yönlü varyans analiz sonuçları Tablo 2’de verilmiştir. Yıkamadan sonra buruşmazlık açısı değerleri dışında diğer değerler arasında önemli farklılık gözlenmiştir. Kumaş örneklerinin kütleli artış, beyazlık ve sarılık indeksi değerleri Tablo 3’de verilmiştir. Duncan analizine göre kütleli artış değerleri karşılaştırıldığında $T1G2 \leq T1G1 < T2G1 \leq T2G2$ şeklinde sıralanmıştır. Özellikle T2 kodlu örneklerde görüldüğü gibi TIPT konsantrasyonundaki artış kütleli artış değerlerinde önemli miktarda artışa neden olmuştur. Artan başlatıcı madde konsantrasyonu ile beyazlık değerlerindeki düşme ve sarılık değerlerindeki artış önemli miktarda değişmemiştir. İşlemsiz kumaşla karşılaştırıldığında ise işlem gören kumaşların beyazlık ve sarılık indeksi değerleri önemli miktarda değişmiştir. Titanyum ve silisyum esaslı başlatıcı maddeler sıcaklığın artırılması ile selülozun hidroksil grupları ile 1 molekül su açığa çıkararak reaksiyon vermekte ve okzo köprüleri ile selüloz bağlanmaktadır. Bu reaksiyon sırasında selülozun sararmasına neden olan çeşitli fonksiyonel gruplar oluşabilmektedir [32]. Bu da kumaş örneklerinin beyazlık değerlerinin işlemsiz kumaşa göre önemli miktarda düşmesine neden olmuştur.



Şekil 6. Kumaş örneklerinin FTIR-ATR spektrumu. İK: İşlemsiz kumaş

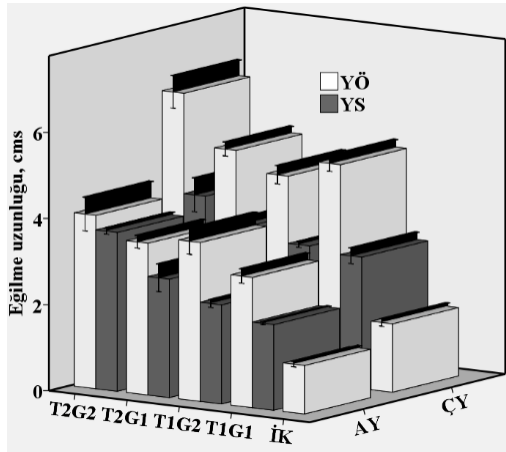
Tablo 2. Kumaş örneklerinin tek yönlü varyans analiz sonuçları. YÖ: Yıkamadan önce, YS: Yıkamadan sonra, ÇY: Çözgü yönü, AY: Atkı yönü

		df	Ort.karesi	F	Önemlilik derecesi (p)
Beyazlık indeksi	Gruplar arası	4	182,427	64,975	,000
Sarıklık indeksi	Gruplar arası	4	75,234	42,719	,000
Kütleli artış	Gruplar arası	3	66,375	14,838	,000
Toplam buruşmazlık açısı, YÖ	Gruplar arası	4	247,650	6,675	,031
Toplam buruşmazlık açısı, YS	Gruplar arası	3	7,458	,303	,823
Eğilme uzunluğu, YÖÇY	Gruplar arası	4	25,589	357,580	,000
Eğilme uzunluğu, YÖAY	Gruplar arası	4	10,570	125,463	,000
Eğilme uzunluğu, YSÇY	Gruplar arası	3	1,543	20,682	,000
Eğilme uzunluğu, YSAY	Gruplar arası	3	4,384	106,043	,000

Tablo 3. Kumař rneklerinin ktlesel artıř, beyazlık ve sarılık indeksi deęerleri±Standart sapma deęerleri.

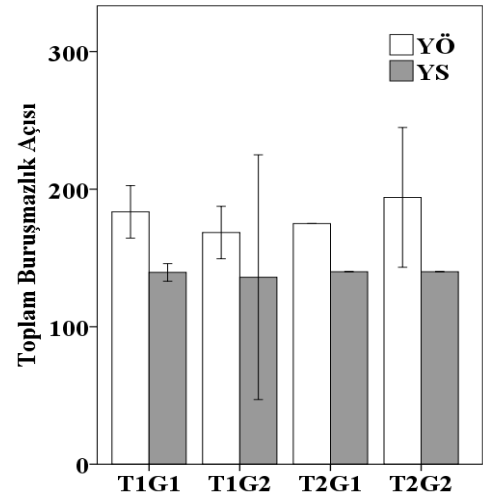
	Ktlesel artıř, %	Beyazlık indeksi, Stensby	Sarılık indeksi, E313
İK	-	82±0,96	7±0,48
T1G1	12±0,04	60±0,08	21±0,06
T1G2	11±0,02	64±0,38	19±0,23
T2G1	16±0,02	60±1,03	21±0,92
T2G2	18±0,02	61±2,20	20±1,80

Kumař rneklerinin 10 evsel yıkamadan nce ve sonra zę ve atkı ynnde eęilme uzunluęu deęerleri řekil 7’de verilmiřtir. İřlem gren kumařların atkı ve zę ynndeki eęilme uzunluęu deęerleri yıkama iřlemi sonrasında dřmř, fakat bu deęerlerin iřlemsiz kumařın eęilme uzunluęu deęerinden daha yksek olduęu gzlenmiřtir. Bu sonular bize kumařların sertleřtięini gstermiřtir. Varyans analizinde kumař yn, yıkama durumu ve konsantrasyon faktrlerinin ikili ve çl etkileřimleri nemli ıktıęı iin yıkama durumu sabit tutularak kumař ynnn etkisi ayrı ayrı incelenmiřtir. Duncan oklu karřılařtırma testine gre kumař rneklerinin yıkama ncesi zę ynnde eęilme uzunluęu deęerleri İK<T1G2<T1G1≤T2G1<T2G2 olarak sıralanmıřtır. zellikle GPTMS ve TIPT olarak her iki bařlatıcı konsantrasyonun artırıldıęı T2G2 denemesinde eęilme uzunluęu deęerleri nemli bir farkla en yksek eęilme uzunluęu deęerini vermiřtir. Yıkama sonrasında ise bu sıralama T1G1<T1G2<T2G1<T2G2 olarak deęiřmiřtir ve T2G2’nin en yksek sertlięe sahip olduęu tespit edilmiřtir. Bu sonular literatr tarafından desteklenmiřtir ve kumařların sertleřmesi sıcaklıęın da etkisi ile bařlatıcı maddelerin kondenzasyonu sırasında apraz baęlanması ve kumař yzeyinde kompakt, yoęun bir jel film oluřturmasına dayandırılmıřtır [33, 34].

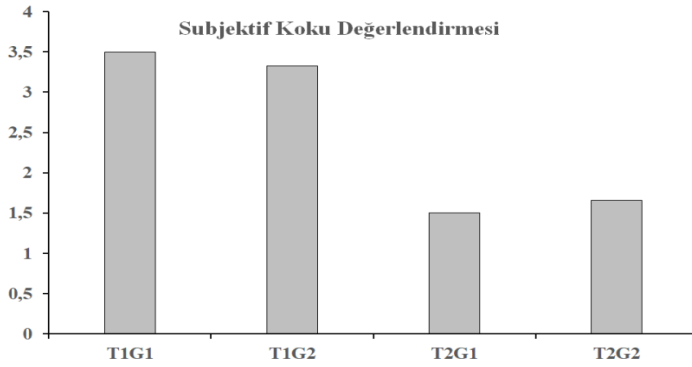
**řekil 7.** Kumař rneklerinin 10 evsel yıkamadan nce ve sonra zę ve atkı ynnde eęilme uzunluęu deęerleri

Kumař rneklerinin 10 evsel yıkama ncesi ve sonrası toplam buruřmazlık aısı deęerleri řekil 8’de verilmiřtir. Tekynl varyans analiz sonularına gre yıkama ncesi toplam buruřmazlık aısı deęerleri arasında nemli farklılık grlrken, yıkama sonrası sonularda nemli farklılık gzlenmemiřtir (Tablo 2). Duncan analizine gre oklu varyans analizi karřılařtırmalarına bakıldıęında ise İK≤T1G2≤T2G1≤T1G1<T2G2 sıralaması belir-

lenmiřtir. En yksek toplam buruřmazlık aısı deęerleri sırasıyla T2G2 (194°) ve T1G1 (184°) numunelerinde elde edilmiřtir ve bu deęerler arasında nemli farklılık tespit edilememiřtir. 40°C’de 30 dk yıkama kořullarında 10 evsel yıkama sonrası bu kumař rneklerinin buruřmazlık aısı deęerleri 140°’ye dřmř-tr. Bu sonu ise kaplanan kumařların buruřmazlık zelliklerinin yıkamaya dayanıklı olmadıęını gstermiřtir. Mikroapsllerin yksek sıcaklıklarda uzun sre iřlem sonrasında paralanmasını nlemek iin dřk sıcaklıkta ve kısa fiksaj sresi ile alıřmanın dřk yıkama dayanımına, dolayısıyla dřk fiksaj etkisine yol atıęı dřnlmřtir. Silan esaslı bařlatıcılar ile pamuklu kumařa buruřmazlık zellięi kazandırıldıęı literatrde de destek-lenmiřtir ve buruřmazlık zellięinin yzeyde oluřan jel filminin liflerinin birbirine gre hareketini kısıtlamasına dayandıęı dřnlmřtir [35].

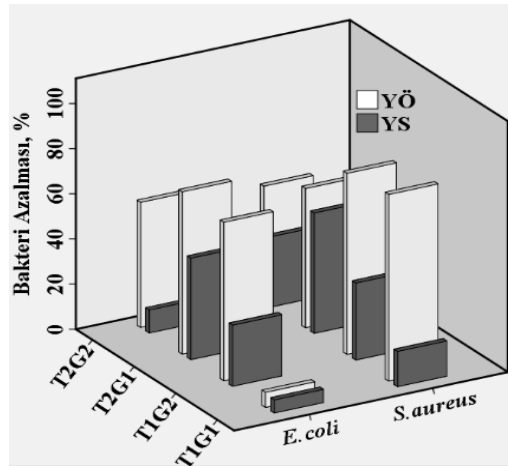
**řekil 8.** Kumař rneklerinin 10 evsel yıkamadan nce ve sonra toplam buruřmazlık aısı deęerleri

Kumař rneklerinin 60 gn bekletme sonrası sbjektif koku deęerlendirmesi sonuları řekil 9’da verilmiřtir. İřlem gren kumařların 60 gn aık havada bekletilmesi sonrasındaki koku salım zellikleri incelendięinde ise T1G1 numunesinin (5) kokuyu koruma etkinlięinin daha yksek olduęu ve koku deęerlerinin mkemmel kokuya (5) daha yakın olduęu bulunmuřtur. zellikle TIPT konsantrasyonundaki artıřın koku salım zelliklerinin olumsuz etkiledięi tespit edilmiřtir. Literatrde mikroapsllerin kumařa aktarılması iin sol-jel ynteminin kullanımına dair alıřmaya bulunmamıřtır, dolayısıyla bu alıřma literatrdeki bu bořluęu dolduracaktır. Bu alıřmada sol-jel ynteminin bu amala kullanım potansiyeli tespit edilmiřtir, kořulların optimize edilmesi iin daha ileri alıřmalara ihtiya bulunmaktadır.



Şekil 9. Kumaş örneklerinin 60 gün bekletme sonrası subjektif koku değerlendirmesi sonuçları

Kumaş örneklerinin bakteri azalması değerleri Şekil 10'da verilmiştir. Kumaş örneklerinin *S.aureus* bakterisine karşı antibakteriyel aktivite değerlerinin *E.coli* bakterisine göre daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Yıkamadan önce ve sonra *E.coli* bakterisine karşı en yüksek aktiviteyi T2G1 numunesi verirken, *S.aureus* bakterisine karşı yıkamadan önce T1G1 yıkamadan sonra ise T2G1 numunesi en yüksek aktivite göstermiştir. Genel olarak bakıldığında her iki bakteriye karşı aktivite açısından T2G1 numunesi önerilebilir. Yıkamadan sonra kumaş numunelerinde her iki bakteriye karşı düşük aktivite değerleri elde edilmiştir. İleriki çalışmalarda daha yüksek konsantrasyonda TIPT kullanımını önerilebilir. TIPT esaslı nanosol kaplamaların antibakteriyel etkileri literatürde bildirilmiştir ve bu çalışmanın sonuçlarını desteklemektedir [36, 37].



Tablo 4. Kumaş numunelerinde kopuş gözlenen devir sayısı ve farklı devirlerdeki kütle kayıpları±Standart sapma değerleri

İK	Devir/Devir	Kütle kaybı, %				
		1.000	10.000	57.000	102.000	200.000
T1G1	200.000	1,5±0,66	4,6±0,80	5,7±0,01	6,22±0,42	9,3±0,53
T1G2	10.000	0,3±0,25	2,4±0,12	-	-	-
T2G1	200.000	1,2±0,67	2,4±1,21	3,1±1,48	3,8±1,22	4,6±1,21
T2G2	102.000	0,5±0,17	3,7±0,46	10,9±0,73	13,8±0,01	-

Şekil 10. Kumaş örneklerinin % bakteri azalması değerleri

Kumaş numunelerinde 2 tel kopması gözlemlendiği andaki devir sayıları Tablo 4'te verilmiştir. En yüksek aşınma dayanımı T1G1 ve T2G1 numunelerinde elde edilmiştir. 200.000 devir sonrasında T2G1 numunesi (%4,6) T1G1 numunesinden (%9,3), daha düşük kütle kaybı göstermiştir. İşlemsiz kumaşa göre bu örneklerin aşınma dayanımının önemli miktarda arttığı tespit edilmiştir. Sol-jel yöntemi ile kumaş üzerinde üretilen yoğun ve sıkı jel film yapısı bu dayanımdan sorumlu olabilir. Bu sonuçlar literatürle desteklenmiştir [38].

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada titanyum katkılı silisyum esaslı nanosollere ilave edilen kahve kokulu mikrokapsüller pamuklu kumaşlara emdirme-kurutma-fiksaj yöntemi ile tek adımda aktarılmış ve koku salımı yapan, buruşmaz ve antibakteriyel pamuklu kumaşlar geliştirilmeye çalışılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre özellikle TIPT başlatıcı konsantrasyonundaki artış 60 gün açık havada bekleme sonrasında koku dayanımını azaltmış ve düşük GPTMS konsantrasyonunda antibakteriyel aktiviteyi artırmıştır. En yüksek koku dayanımı T1G1 numunesinde elde edilmiştir. Kumaş yüzeyinde kaplamaların ve mikrokapsüllerin varlığı, yıkama ve aşındırma işlemleri sonrasında SEM-EDS analizleri ile gösterilmiştir. Ayrıca özellikle T1G1 numunesinde yüksek koku dayanımını ile birlikte yüksek buruşmazlık değeri ve aşınma dayanımı tespit edilmiştir. Fakat bu numunede yalnızca *S.aureus* bakterisine karşı yüksek antibakteriyel aktivite tespit edilmiştir. Yıkama sonrası her iki bakteriye karşı en yüksek aktivite T2G1 numunesinde elde edilmiştir. İleri çalışmalarda antibakteriyel aktiviteyi artırmak için kitosan gibi organik, çinko, gümüş gibi inorganik esaslı aditifler nanosol çözeltisine ilave edilebilir. Ayrıca ileriki çalışmalarda buruşmazlık ve antibakteriyel aktivite özelliklerinin yıkama dayanımının artırılması için polikarboksilik asitler gibi çeşitli çapraz bağlayıcı aditif ilavesi önerilebilir. Mikrokapsüllerin kumaşa tutunması için çevreye zararlı çapraz bağlayıcıların kullanımına alternatif olarak sol-jel prosesi çevre dostu bir uygulama sunmuştur. Geliştirilen multifonksiyonel kumaşlar hem medikal tekstiller hem de günlük kıyafetlerde kullanım potansiyeline sahiptir. Ayrıca tek adımda kumaşa multifonksiyonel özellik kazandırmak su ve enerji tasarrufu sağlayabilecektir. Bu çalışmada sol-jel yönteminin koku salımı yapan aşınma dayanımı geliştirilmiş, buruşmaz ve antibakteriyel pamuklu kumaş geliştirme potansiyeli ortaya konmuştur.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon birimi tarafından 2019FEBE059 kodlu proje ile desteklenmiştir. Ayrıca SEM-EDS ve FTIR-ATR analizlerinin gerçekleştirildiği İLTAM laboratuvarına katkılarından dolayı teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

1. Li, S., Lewis, J. E., Stewart, N. M., Qian, L., Boyter, H., (2008), *Effect of finishing methods on washing durability of microencapsulated aroma finishing*, The Journal of The Textile Institute, 99(2), 177-183.
2. Li, S., Boyter, H., Stewart, N., (2004), *Ultraviolet (UV) Curing Processes for Textile Coloration*, AATCC review, 4(8).
3. Li, S., Boyter Jr, H., Qian, L., (2005), *UV curing for encapsulated aroma finish on cotton*, Journal of the Textile Institute, 96(6), 407-411.
4. Calamari, T. A., Harper, R. J., (2000), *Textiles, Finishing*. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology.
5. Ghayempour, S., Montazer, M., (2016), *Micro/nanoencapsulation of essential oils and fragrances: Focus on perfumed, antimicrobial, mosquito-repellent and medical textiles*, Journal of microencapsulation, 33(6), 497-510.
6. Bonet, M., Capablanca, L., Monllor, P., Díaz, P., Montava, I., (2012), *Studying bath exhaustion as a method to apply microcapsules on fabrics*, The Journal of The Textile Institute, 103, 629 – 635.
7. Schilling, K. J., (1980), *Fabric conditioning compositions*, U.S. Patent No. 4,234,627, Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
8. Aracil, M. Á. B., Bou-Belda, E., Monllor, P., Gisbert, J., (2016), *Binder effectiveness of microcapsules applied onto cotton fabrics during laundry*, The Journal of The Textile Institute, 107(3), 300-306.
9. Golja, B., Šumiga, B., Forte Tavčer, P., (2013), *Fragrant finishing of cotton with microcapsules: comparison between printing and impregnation*, Coloration Technology, 129(5), 338-346.
10. Wijesirigunawardana, P. B., Perera, B. G. K., (2018), *Development of a cotton smart textile with medicinal properties using lime oil microcapsules*, Acta Chimica Slovenica, 65(1), 150-159.
11. Pan, N. C., Ammayappan, L., Khan, A., Chakraborty, S., (2018), *Performance of chitosan: jasmine oil microcapsule on jute fabric*, Indian Journal of Fibre & Textile Research (IJFTR), 43(3), 375-380.
12. Onar, N., Ebeoglugil, M. F., Kayatekin, I., Celik, E., (2007), *Low - temperature, sol-gel - synthesized, silver - doped titanium oxide coatings to improve ultraviolet - blocking properties for cotton fabrics*, Journal of applied polymer science, 106(1), 514-525.
13. Onar, N., Mete, G., (2016), *Development of water-, oil-repellent and flame-retardant cotton fabrics by organic-inorganic hybrid materials*, The Journal of the Textile Institute, 107(11), 1463-1477.
14. Onar, N., Mete, G., Aksit, A., Kutlu, B., Celik, E., (2015), *Water and oil repellency properties of cotton fabric treated with silane, Zr, Ti based nanosols*, International Journal of Textile Science, 4(4), 84-96.
15. Onar Camlibel, N., Arik, B., Avinc, O., Yavas, A., (2018), *Antibacterial, UV protection, flame retardancy and coloration properties of cotton fabrics coated with polyacrylate polymer containing various iron ores*, The Journal of the Textile Institute, 109(11), 1424-1433.
16. Aksit, A., Onar Camlibel, N., Topel Zeren, E., Kutlu, B., (2017), *Development of antibacterial fabrics by treatment with Ag-doped TiO₂ nanoparticles*, The Journal of The Textile Institute, 108(12), 2046-2056.
17. Onar, N., Mete, G., (2016), *Development of water repellent cotton fabric with application of ZnO, Al₂O₃, TiO₂ and z₂O₂ nanoparticles modified with ormosils*, Tekstil ve Konfeksiyon, 26(3), 295-302
18. Li, C.P., Weng, M.C., Huang, S.L., (2020), *Preparation and Characterization of pH Sensitive Chitosan/3-Glycidyloxypropyl Trimethoxysilane (GPTMS) Hydrogels by Sol-Gel Method*, Polymers, 12(6), 1326.
19. Capra, C., (2005), *Controlled release of antioxidants from silica hybrids*. Loughborough University. Thesis. <https://hdl.handle.net/2134/35997>
20. Galkina, O. L., Sycheva, A., Blagodatskiy, A., Kaptay, G., Katanaev, V. L., Seisenbaeva, G. A., Kessler, V. G., Agafonov, A. V., (2014), *The sol-gel synthesis of cotton/TiO₂ composites and their antibacterial properties*, Surface and Coatings Technology, 253, 171-179.
21. Schramm, C., Rinderer, B., (2015), *Non-formaldehyde, crease-resistant modification of cellulosic material by means of an organotrialkoxysilane and metal alkoxides*, Cellulose, 22(4), 2811-2824.
22. Durán, N., Marcato, P. D., De Souza, G. I., Alves, O. L., Esposito, E., (2007), *Antibacterial effect of silver nanoparticles produced by fungal process on textile fabrics and their effluent treatment*, Journal of Biomedical Nanotechnology, 3(2), 203-208.
23. Specos, M. M., García, J. J., Tornesello, J., Marino, P., Vecchia, M. D., Tesoriero, M. D., & Hermida, L. G., (2010), *Microencapsulated citronella oil for mosquito repellent finishing of cotton textiles*, Transactions of the Royal Society of Tropical Medicine and Hygiene, 104(10), 653-658.
24. Kandemir, İ., (2020), *Mikro kapsülasyon ve sol-jel teknolojileri kullanılarak koku salımlı ve antibakteriyel kumaş geliştirilmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
25. Li, S., Lin, X., Liu, Y., Li, R., Ren, X., Huang, T. S., (2019), *Phosphorus-nitrogen-silicon-based assembly multilayer coating for the preparation of flame retardant and antimicrobial cotton fabric*, Cellulose, 26(6), 4213-4223.
26. Carosio, F., Alongi, J., Malucelli, G., (2012), *Layer by layer ammonium polyphosphate-based coatings for flame retardancy of polyester-cotton blends*, Carbohydrate Polymers, 88(4), 1460-1469.
27. Grancaric, A. M., Colleoni, C., Guido, E., Botteri, L., Rosace, G., (2017), *Thermal behaviour and flame retardancy of monoethanolamine-doped sol-gel coatings of cotton fabric*, Progress in Organic Coatings, 103, 174-181.
28. Liu, Y., Wang, Q. Q., Jiang, Z. M., Zhang, C. J., Li, Z. F., Chen, H. Q., Zhu, P., (2018), *Effect of chitosan on the fire retardancy and thermal degradation properties of coated cotton fabrics with sodium phytate and APTES by LBL assembly*, Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 135, 289-298.
29. Onar, N., Mete, G., (2016), *Development of water-, oil-repellent and flame-retardant cotton fabrics by organic-inorganic hybrid materials*, The Journal of the Textile Institute, 107(11), 1463-1477.
30. Qian, X., Song, L., Bihe, Y., Yu, B., Shi, Y., Hu, Y., Yuen, R. K., (2014), *Organic/inorganic flame retardants containing phosphorus, nitrogen and silicon: Preparation and their performance on the flame*

- retardancy of epoxy resins as a novel intumescent flame retardant system*, Materials chemistry and physics, 143(3), 1243-1252.
31. Valencia, S., Vargas, X., Rios, L., Restrepo, G., Marín, J. M., (2013), *Sol-gel and low-temperature solvothermal synthesis of photoactive nano-titanium dioxide*. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, 251, 175-181.
 32. Schramm, C., (2019), *Surface modification of cotton fabrics treated with organic-inorganic nanocomposites*, Indian Journal of Fiber and Textile Research, 44, 83-91.
 33. Li, Y., Cai, Z., (2012), *Effect of acid-catalyzed sol-gel silica coating on the properties of cotton fabric*. Journal of The Textile Institute, 103(10), 1099-1107.
 34. Gupta, V., Jose, S., Kadam, V., Shakyawar, D.B., (2021), *Sol gel synthesis and application of silica and titania nano particles for the dyeing and UV protection of cotton fabric with madder*, Journal of Natural Fibers, 1-11.
 35. Schramm, C., Amann, A., (2018), *Functional finishing of cellulosic material by means of alkoxy silane/polymer composites*, Cellulose Chemistry and Technology, 53(3-4), 347-356.
 36. Nazari, A., (2019), *Superior Self-cleaning and Antimicrobial Properties on Cotton Fabrics Using Nano Titanium Dioxide along with Green Walnut Shell Dye*. Fibers and Polymers, 20(12), 2503-2509.
 37. Galkina, O.L., Sycheva, A., Blagodatskiy, A., Kaptay, G., Katanaev, V.L., Seisenbaeva, G.A., Kessler, V.G., Agafonov, A.V., (2014), *The sol-gel synthesis of cotton/TiO₂ composites and their antibacterial properties*. Surface and Coatings Technology, 253, 171-179.
 38. Farouk, A., Textor, T., Schollmeyer, E., Tarbuk, A., Grancacic, A.M., (2010), *Sol-gel-derived inorganic-organic hybrid polymers filled with zno nanoparticles as an ultraviolet protection finish for textiles*, Autex Research Journal, 10(3), 58-63.