



Ozonlama İşleminin Ham İpek Kumaşların Fiziksel ve Mekanik Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi

Semiha Eren¹, Aliye Akarsu Özenç²

¹B.U.Ü., Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, TÜRKİYE, ORCID ID 0000-000202326-686X

²B.U.Ü., Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, TÜRKİYE, ORCID ID 0000-0001-5603-5913

Corresponding Author: Semiha EREN, semihaeren@uludag.edu.tr

Özet

Ozon, oksidatif çevreci bir gaz olmasıyla bilinen bir bileşiktir ve tekstil endüstrisinde kullanılması, sürdürülebilir tekstil uygulamalarında önemli bir potansiyele işaret etmektedir. İpek lifi, serisin ve fibroin proteininden oluşan önemli ve kıymetli bir doğal lifdir. Bu çalışmada, ham ipek kumaşlarına uygulanan 15 dakikalık ozonlama sürelerinin nötr, asidik ve bazik ortamlarda meydana getirdiği etkiler değerlendirilmiştir. Numunelere ağırlık kaybı, beyazlık-sarıklık, hidrofilité ve mukavemet testleri yapılmış ve sonuçlar incelenmiştir. Sonuçlar, ozonlama işleminin etkilerini değerlendirerek, ağırlık kaybı, beyazlık-sarıklık ve mukavemet açılarından en etkili ortamın nötr ortam olduğu tespit edilmiştir.

Article Info

Research Article

Received: 21/11/2023

Accepted: 08/12/2023

Anahtar Kelimeler

Suda ozonlama, ipek kumaş, nötr ortam, asidik ortam, bazik ortam

Öne Çıkanlar

Ozon, tekstil endüstrisinde sürdürülebilirlik için umut vadeden bir çözümdür. İpek lifinin ozonlanmasında ağırlık kaybı, beyazlık-sarıklık ve mukavemet açılarından nötr ortam, optimum tercih olmuştur.

Investigation of the Effect of Ozonation Process on the Physical and Mechanical Properties of Raw Silk Fabrics

Abstract

Ozone, recognized as an environmentally friendly oxidative compound, holds substantial promise for sustainable applications in the textile industry. Silk fiber, a valuable natural material composed of sericin and fibroin proteins, is particularly significant in this context. This study focuses on assessing the impact of 15-minute ozonation periods applied to raw silk fabrics under neutral, acidic, and basic conditions. The evaluation includes weight loss, whiteness-yellowness, hydrophilicity, and strength tests performed on the samples, with a thorough examination of the obtained results. The results were evaluated the effects of the ozonation process and it was determined that the most effective medium in terms of weight loss, whiteness-yellowness and strength was the neutral medium.

Keywords

Water ozonation, silk fabric, neutral medium, acidic medium, basic medium

Highlights

Ozone is a promising solution for sustainability in the textile industry. Neutral environment was the optimum choice in terms of weight loss, whiteness-yellowness and strength in ozonation of silk fiber.

1. Giriş

Küresel ısınma ile gelecek için yaşanabilir bir çevre arayışının gündeme gelmesinin ardından bilimsel bulgular, veriler ve yeni kavramlar önem kazanmaya başlamıştır. Bu yeni çevre odaklı anlayış, tekstil endüstrisinde doğal liflerin önemini daha çok vurgulamıştır [1]. Doğal lifler, sentetik liflere göre çevre dostu ve sürdürülebilir bir tercih oluşturmaktadır [2]. Bu doğal liflerden biri de ipek lifidir.

İpek lifi, doğal olarak böcek türleri tarafından üretilen bir protein lifidir ve çevreye zarar vermeyen bir üretim sürecine sahiptir [3,4]. İpek lifi, birbirine bağlı iki lif proteini olan fibroinlerden oluşur ve bu proteini bir arada tutan yapışkan, amorf bir protein olan kısım serisin adını taşır [5,6,7]. Serisin, ipeğin dayanıklılığını artıran ve lifin doğal parlaklığını koruyan önemli bir bileşendir [8]. Ancak tekstil endüstrisinde ipek liflerinin kullanımı için bu tabakanın uzaklaştırılması gerekmektedir [9]. İpek lifi üzerinden bu uzaklaştırılması için çeşitli yöntemler mevcuttur [10, 11, 12, 13, 14].

Yenilikçi yöntemlerin, tekstil endüstrisinde sürdürülebilirlik ve çevresel bilinç arttıkça büyük önem kazandığı gözlemlenmektedir [15]. Bu yenilikçi yöntemler, çevresel ve kimyasal açıdan daha sürdürülebilir ve daha az zararlı sonuçlar doğuran geleneksel kimyasal işlemlere alternatifler sunmaktadır. Bu çalışmada ham ipek kumaşta etkisini görebilmek için çevre dostu bir gaz olan ve çevreye zararlı atıklar veya yan ürünler bırakmayan ozon (O₃) gazı kullanılmıştır [16]. Ozon gazının doğal olarak ortaya çıkan bir gaz olduğu ve zamanla yeniden oksijene dönüştüğü bilinmektedir. Bu nedenle,

ozonun kullanımı çevresel açıdan daha sürdürülebilir bir seçenektir [17]. Ozon, 2.07 eV oksidasyon potansiyeline sahip bir oksidatif gazdır [18]. Ozon gazının, serisinin oksidasyonunu teşvik ederek serisi tabakasının çözünmesini sağlayacağı düşünülmektedir. Bu amaçla çalışma kapsamında numuneler asidik, nötr ve bazik ortamda su içerisinde ozonlanmıştır. Yapılan çalışmada numunelerin kumaş gramajları, hidrofilite, beyazlık ve mukavemet değerleri belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlarda kumaş gramajında azalma görülmüş, beyazlık değerinde olumlu bir artış görülmemiştir. Ozonlama işleminin numunelerin mukavemetinde herhangi bir olumsuz etki oluşturmadığı tespit edilirken hidrofilite değerlerinde değişim gözlemlenmemiştir.

2. Materyal ve Yöntem

2.1. Materyal

Deneysel çalışmada %100 ham ipek dokuma kumaş kullanılmıştır. Suda ozonlama işlemlerinde asidik ortam koşullarının sağlanması için asetik asit (Merck); bazik ortam koşullarının sağlanması için sodyum hidroksit (Merck) kullanılmıştır.

Ozonlama işlemleri için gereken ozon 25 g/saat kapasiteli Prodozon PRODO25 model ozon jeneratöründe üretilmiştir. Ozon jeneratöründen çıkan gaz bir difüzer yardımı ile numunelerin bulunduğu behere aktarılmıştır.

2.2. Metot

Numuneler nötr (pH 7), asidik (pH 5.5) ve bazik (pH 10.5) ortamda 10 L/dk ozon gaz akış oranında 15 dakika boyunca beher içerisinde ozonlanmıştır. İşlem sonrasında numuneler kurumaya bırakılmıştır. Ozonlama öncesi ve sonrası numunelerin ağırlık değerleri ölçülmüş ve kaydedilmiştir. Ağırlık kaybı aşağıda verilen formüle göre belirlenmiştir;

$$\text{Ağırlık Kaybı (\%)} = \frac{W_0 - W_1}{W_0} * 100$$

Burada W_0 ilk ağırlık W_1 ise ozonlama işlemi sonrası ağırlıktır.

Hidrofilite testi TS 866 standartına göre tespit edilmiştir.

Numunelerin beyazlık-sarılık değerlerini belirlemek amacıyla Konica Minolta CM3600D model spektrofotometre kullanılmıştır. Pamuk numunelerinin beyazlık formülü olarak Stensby değerleri belirlenmiştir.

Numunelerin kopma yüklerinin belirlenmesi için SHIMADZU Model AG-Xplus (Kyoto, Japan) cihazı kullanılarak ISO 13934-1 test standardına uygun olarak gerekli ölçümler yapılmıştır.

Sonuçların değerlendirilmesinde, elde edilen veri grafikleri ve ANOVA istatistiksel veri analiz yöntemi kullanılmıştır.

3. Bulgular ve Tartışma

Ozonlama işlemi sonucunda numuneler ait ağırlık kaybı değerleri Şekil 1’de sunulmuştur, işlem sonucunda her üç koşulda da ağırlık kaybının gerçekleştiği tespit edilmiştir. Son yıllarda ipek lifinden serisinin uzaklaştırılmasında su ve kullanılan kimyasal maddelerin azaltılması ve alternatif çevre dostu yöntemlerle giderilmesi üzerine çalışmalar önem kazanmıştır. Şekil 1 incelendiğinde ozonlama ile işlemin de ağırlık kaybına yol açtığı ve serisin giderimine destek olacağı görülmüştür. Ayrıca literatürde ham ipek lifinde, %1,2-1,6’sı oranında karbonhidrat [19] ve serisin içeriğinin ağırlığının %0,37’si oranında balmumu bulunduğu ifade edilmiştir. Hōjō, [20] tarafından yürütülen çalışmada ozonlama işleminin karbonhidrat ve mumlardan daha küçük asitler, esterler, aldehytler ve ketonların oluşumuna yol açtığı vurgulanmıştır [21, 22]. İşlem sonrasında ağırlık kaybının bu sebeple yaşanmış olabileceği düşünülmektedir. En yüksek ağırlık kaybının nötr ortamda gerçekleşmesi, ozonlamanın bu koşul altında daha etkili olduğunu göstermektedir. Ayrıca, asidik ve bazik ortamlardaki ağırlık kaybının belirgin ancak daha düşük olduğu göz önüne alındığında, ozonlama etkisinin pH koşullarındaki değişimden etkilendiği anlaşılmıştır. Yapılan istatistiki değerlendirmede işlem öncesi ve sonrası ağırlık kaybı arasında anlamlı bir fark olduğu tespit edilmiştir ($p<0.001$). Anova analiz tablosu ve SNK tablosu sırasıyla Tablo 1 ve Tablo 2 de verilmiştir.



Şekil 1. Numunelere ait ağırlık kaybı grafikleri

Tablo 1. Ozonlama işlemi sonucu elde edilen numunelerin ağırlık kaybına ait ANOVA tablosu

Varyans kaynağı	Kareler toplamı	df	Kareler ortalaması	F	Sig.
İşlem tipi	1,860	2	,930	18601,3	<,001
Hata	,000	3	5.000E-5		

Toplam	31,653	6			
--------	--------	---	--	--	--

Tablo 2. Ozonlama işlemi sonucu elde edilen numunelerin ağırlık kaybına ait SNK tablosu

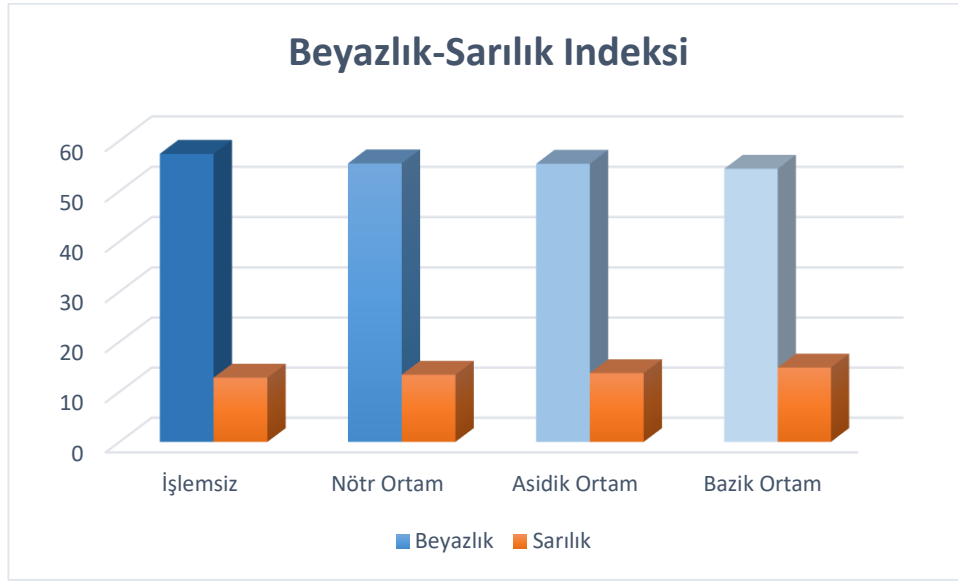
İşlem tipi	Ağırlık kaybı		
	1	2	3
Bazik Ortamda ozonlama	1,805		
Asidik Ortamda ozonlama		1,865	
Nötr Ortamda ozonlama			3,01

Numunelere ait hidrofilité değerleri Tablo 3’de sunulmuştur. Buna göre üç ortamda da ozonlama sonucunda hidrofilité değerlerinin gelişmediği anlaşılmıştır. Yapılan istatistiki değerlendirmede işlem öncesi ve sonrası hidrofilité değerlerinde anlamlı bir değişime sebep olmadığı tespit edilmiştir.

Tablo 3. Numunelere ait hidrofilité değerleri

	Hidrofilité Değerleri (s)
İşlemsiz (Ham kumaş)	>300
Nötr ortamda ozonlama	>300
Asidik ortamda ozonlama	>300
Bazik ortamda ozonlama	>300

Şekil 2’de görülen verilere göre, ozonlama işlemi sonrasında numunelerin 15 dakikalık ozon uygulamalarının ardından beyazlık indeksinin bir miktar azaldığı ve sarılık indeksinin arttığı gözlenmiştir. Bu durum, literatürde de belirtildiği gibi karbonil grupları ve formil kinurenin oluşumuna bağlanmaktadır [23, 24]. Tablo 4 ‘deki Anova sonuçları incelendiğinde, ozonlama işlemi sonrasında beyazlık değişiminde anlamlı bir değişiklik olduğunu gösterse de ozonlama ile beyazlık çok fazla gelişmemiştir. ($p < 0.001$). Tablo 5 ‘deki SNK analizi sonuçlarına göre, asidik ve nötr ortamda ozonlama ile elde edilen beyazlık değerlerinin ham kumaşa ve bazik ortamda ozonlanmış kumaşın beyazlık değerine göre daha fazla olduğu görülmüştür. Sarılık değerlerinde de anlamlı bir değişiklik olduğu gözlemlenmiştir ($p < 0.001$). SNK analizi sonucuna göre, ozonlama ortamlarının farklı etki düzeyine sahip olduğu belirlenmiştir.



Şekil 2. Numunelere ait beyazlık-sarılık indeksi değerleri

Tablo 4. Ozonlama işlemi sonucu elde edilen numunelerin beyazlık değerlerine ait ANOVA tablosu

Varyans kaynağı	Kareler toplamı	df	Kareler ortalaması	F	Sig.
İşlem tipi	8,849	3	2,950	2226,1	<,001
Hata	,005	4	,001		
Toplam	24815,408	8			

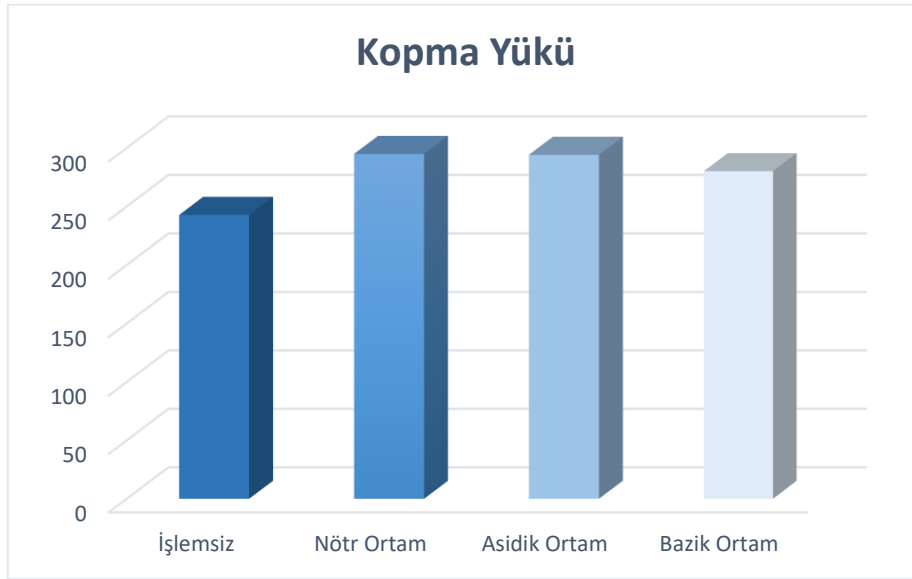
Tablo 5. Ozonlama işlemi sonucu elde edilen numunelerin beyazlık değerlerine ait SNK tablosu

İşlem tipi	Beyazlık değerleri		
	1	2	3
Bazik Ortamda ozonlama	54,4		
Asidik Ortamda ozonlama		55,4	
Nötr Ortamda ozonlama		55,5	
Ham kumaş (işlemsiz)			57,3

Numunelere ait kopma yükü grafikleri Şekil 3'te sunulmuştur. İpek kumaşlara uygulanan kopma testleri, nötr, asidik ve bazik ortamlarda gerçekleştirilen ozonlama işlemi sonrasında belirgin bir kopma yükü artışını ortaya koymaktadır.

Çalışmada, ham ipek kumaşlara uygulanan ozonlama işlemi sonrasında lif mukavemetinde gözlemlenen artış, ozonlamanın suda yapılmasıyla kumaş sıklığının artmasına bağlı olduğu düşünülmektedir. Ayrıca literatürde belirtilen bilgilere göre ipek yapısındaki fibroin ve serisin, yapıları arasındaki temel fark, amorf ve kristal moleküllerin miktarındaki farklılıktır. Fibroin bölgesinin yaklaşık %60'ının kristal yapıda olduğu bilinmektedir ve fibroin makromolekülleri alfa yerine beta yapısının varlığı nedeniyle sarmal bir yapıya sahip değildir. Bu durum, makromoleküller arasında çok sayıda H bağının gözlenebileceği anlamına gelir [23, 25]. Dolayısıyla, literatürdeki bilgilerle uyumlu olarak, ozonlama işleminin fibroin yapısına zarar vermeden lif mukavemetine olumsuz bir etki göstermediği söylenebilir.

Yapılan istatistiki değerlendirmede, Anova analizi Tablo 6'da verilmiştir ve ozonlama işleminin kopma yükü değişimi üzerinde etkili olduğu bulunmuştur ($p < 0.001$). Tablo 7'deki SNK analizi sonucunda, nötr, asidik ve bazik ortamda ozonlanmış numunelerin kopma yükünün ham ipek kumaşın kopma yükünden ve birbirlerinden farklı olduğu görülmüştür. Fakat ipek kumaş için bu fark ticari olarak mukavemet açısından sorun teşkil etmemektedir.



Şekil 3. Numunelere ait kopma yükü grafiği

Tablo 6. Ozonlama işlemi sonucu elde edilen numunelerin kopma yüküne ait ANOVA tablosu

Varyans kaynağı	Kareler toplamı	df	Kareler ortalaması	F	Sig.
İşlem tipi	3571,7	3	1190,5	238114	<,001
Hata	,02	4	,005		
Toplam	621850,4	8			

Tablo 7. Ozonlama işlemi sonucu elde edilen numunelerin kopma yüküne ait SNK tablosu

İşlem tipi	Beyazlık değerleri			
	1	2	3	4
Ham kumaş (işlemsiz)	242,7			
Bazik Ortamda ozonlama		280,1		
Asidik Ortamda ozonlama			294,2	
Nötr Ortamda ozonlama				294,9

4. Sonuç

Ham ipek kumaşlar nötr, asidik ve bazik ortamlarda 15 dakika süreyle ozonlanmış ve elde edilen sonuçlar ağırlık kaybı, beyazlık-sarıklık, hidrofilite ve kopma yükü grafikleri üzerinden değerlendirilmiştir. Numunelerde ozonlama işleminin serisin miktarında azalmayı destekleyen ağırlık kaybı gözlemlenmiş ve ozonlama işleminin beyazlık değerlerine olumlu bir katkısı olmamıştır. Ozonlamanın hidrofilite üzerinde belirgin bir etki oluşturmadığı, mukavemet değerlerinde ise herhangi bir azalma olmadığı gözlemlenmiştir. Bu bulgular, ozonlamanın ipek kumaşta mukavemeti düşürmediği, serisin gidermede etkili olabileceği ve bu konunun daha fazla araştırma gerektiren bir alan olduğunu göstermektedir. Konvansiyonel yöntemlerle serisin giderimi için sıcaklık, zaman, kimyasal madde kullanımı gerektirmektedir ve ayrıca yüksek sıcaklık ya da basınç fibroin fiberlerine zarar verebilmektedir. Deneysel çalışma sonucunda elde edilen veriler, ozonlamanın çevre dostu bir yöntem olarak sürdürülebilir bir çözüm olabileceği yönünde umut vadeden bir perspektif sunmaktadır. Çalışma ozon dozu ve süreleri değiştirilerek de ilerletilebilir. Bu bağlamda, ipek kumaşlarda ozonlama işleminin daha derinlemesine incelenmesi ve sürdürülebilir çözümler açısından potansiyel keşiflere odaklanan ileri çalışmalara ihtiyaç olduğu düşünülmektedir.

Finansal Destek

Yoktur.

Çıkar Çatışması

Yoktur

Yazar Katkısı

Semiha Eren: Deneysel planlama, metot ve test belirlenmesi sonuçların yorumlanması, makale yazımı

Aliye Akarsu Özenç: Deneysel çalışmaların yürütülmesi, makale yazımı

Teşekkür

Bu makale çalışmasında yardımlarından dolayı Bursa Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü lisans öğrencisi Berk Şaşmaz'a teşekkür ederiz.

5. Kaynaklar

- [1] Elfaleh, I., Abbassi, F., Habibi, M., Ahmad, F., Guedri, M., Nasri, M., & Garnier, C. (2023). A comprehensive review of natural fibers and their composites: An eco-friendly alternative to conventional materials. *Results in Engineering*, 101271.
- [2] Thyavihalli Girijappa, Y. G., Mavinkere Rangappa, S., Parameswaranpillai, J., & Siengchin, S. (2019). Natural fibers as sustainable and renewable resource for development of eco-friendly composites: a comprehensive review. *Frontiers in Materials*, 6, 226.
- [3] Asakura, T., Kametani, S., & Suzuki, Y. (2002). Silk. *Encyclopedia of polymer science and technology*, 1-19.
- [4] Arango, M. C., Montoya, Y., Peresin, M. S., Bustamante, J., & Álvarez-López, C. (2021). Silk sericin as a biomaterial for tissue engineering: A review. *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*, 70(16), 1115-1129.
- [5] Reddy, N. (2020). New developments in degumming silk. *Silk Mater Process Appl.*
- [6] Uddin, F. (2019). Introductory chapter: textile manufacturing processes. In *Textile manufacturing processes*. IntechOpen.
- [7] Biswal, B., Dan, A. K., Sengupta, A., Das, M., Bindhani, B. K., Das, D., & Parhi, P. K. (2022). Extraction of silk fibroin with several sericin removal processes and its importance in tissue engineering: A review. *Journal of Polymers and the Environment*, 30(6), 2222-2253.
- [8] Mondal, M., Trivedy, K., & NIRMAL, K. S. (2007). The silk proteins, sericin and fibroin in silkworm, *Bombyx mori* Linn.,-a review.
- [9] Anış, P., Çapar, G., Toprak, T., & Yener, E. (2016). Sericin removal from silk fibers with eco-friendly alternative methods. *Textile and Apparel*, 26(4), 368-374.
- [10] Freddi, G., Mossotti, R., & Innocenti, R. (2003). Degumming of silk fabric with several proteases. *Journal of Biotechnology*, 106(1), 101-112.
- [11] Mahmoodi, N. M., Arami, M., Mazaheri, F., & Rahimi, S. (2010). Degradation of sericin (degumming) of Persian silk by ultrasound and enzymes as a cleaner and environmentally friendly process. *Journal of Cleaner Production*, 18(2), 146-151.
- [12] Teh, T. K., Toh, S. L., & Goh, J. C. (2010). Optimization of the silk scaffold sericin removal process for retention of silk fibroin protein structure and mechanical properties. *Biomedical Materials*, 5(3), 035008.
- [13] Vyas, S. K., & Shukla, S. R. (2016). Comparative study of degumming of silk varieties by different techniques. *The Journal of the Textile Institute*, 107(2), 191-199.

- [14] Kutlu, B. (2020). Comparison of effects of several oxygen containing low frequency plasmas on the removal of silk sericin layer of raw silk fabrics. *Tekstil ve Mühendis*, 27(117), 41-47.
- [15] Stenton, M., Houghton, J. A., Kapsali, V., & Blackburn, R. S. (2021). The potential for regenerated protein fibres within a circular economy: Lessons from the past can inform sustainable innovation in the textiles industry. *Sustainability*, 13(4), 2328.
- [16] Eren, S., & Yetişir, İ. (2018). Ozone bleaching of woven cotton fabric. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 24(7), 1245-1248.
- [17] Eren, H. A., Yiğit, İ., Eren, S., & Avinc, O. (2020). Ozone: an alternative oxidant for textile applications. *Sustainability in the Textile and Apparel Industries: Production Process Sustainability*, 81-98.
- [18] Yigit, I., Eren, S., & Eren, H. A. (2018). Ozone utilisation for discharge printing of reactive dyed cotton. *Coloration Technology*, 134(1), 13-23.
- [19] Gulrajani, M. L. (Ed.). (1988). *Silk dyeing, printing, and finishing*. Department of Textile Technology, Indian Institute of Technology.
- [20] Hōjō, N. (2000). *Structure of silk yarn*. (No Title).
- [21] Sargunamani, D., & Selvakumar, N. (2006). A study on the effects of ozone treatment on the properties of raw and degummed mulberry silk fabrics. *Polymer degradation and stability*, 91(11), 2644-2653.
- [22] Langlais, B., Reckhow, D. A., & Brink, D. R. (Eds.). (2019). *Ozone in water treatment: application and engineering*. Routledge.
- [23] Balcı, N., Ömeroğulları, Z., Kut, D., Eren, H. (2015). Effects of plasma and ozone treatments on tensile and whiteness properties of 100% silk. *Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi*, 20(2), 43-56.
- [24] Sargunamani, D., & Selvakumar, N. (2007). Effects of ozone treatment on the properties of raw and degummed tassar silk fabrics. *Journal of Applied Polymer Science*, 104(1), 147-155.
- [25] Tarakçioğlu, I. (1979). *Tekstil terbiyesi ve Makinaları*. Ege Üniversitesi.