

**DİKLOROTRİAZİN REAKTİF BOYARMADDENİN
(REAKTİF TURUNCU 86) SELÜLOZİK ELYAFA UYGULANMASI VE
YIKAMA ŞARTLARININ İNCELENMESİ**

Lütfiye Sercan TURHAN

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

EYLÜL 2006

ANKARA

Lütfiye Sercan TURHAN tarafından hazırlanan DİKLOROTRİAZİN REAKTİF BOYARMADDENİN (REAKTİF TURUNCU 86) SELÜLOZİK ELYAFA UYGULANMASI VE YIKAMA ŞARTLARININ İNCELENMESİ adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. M. Atilla MURATHAN
Tez Yöneticisi

Doç. Dr. Ayşe MURATHAN
Tez Yöneticisi

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: : Prof. Dr. Yılmaz YILDIRIR

Üye : Prof. Dr. M. Atilla MURATHAN

Üye : Prof. Dr. Ahmet ALICILAR

Üye : Prof. Dr. Emine KILIÇ

Üye : Doç.Dr. Ayşe MURATHAN

Tarih : 11/09/2006

Bu tez, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygundur.

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Lütfiye Sercan TURHAN

**DİKLOROTRİAZİN REAKTİF BOYARMADDENİN
(REAKTİF TURUNCU 86) SELÜLOZİK ELYAFA UYGULANMASI VE
YIKAMA ŞARTLARININ İNCELENMESİ
(Yüksek Lisans Tezi)**

Lütfiye Sercan TURHAN

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Eylül 2006**

ÖZET

Reaktif boyarmaddeler yüksek renk haslıkları ve geniş renk spektrumlarından dolayı selülozik elyafın boyanmasında önemli bir yere sahiptir. Devlet Planlama Teşkilatı Projesi kapsamında yürütülen bu çalışmada öncelikle diklorotriazin ve asetilamino reaktif gruplarını içeren boyarmadde sentezi yapılmıştır. Elde edilen boyarmaddenin karakterizasyonu için ^1H NMR, UV, IR ve kütle spektrumlarına bakılmıştır.

Çektirme yöntemine göre bu boyarmadde ile selülozik elyafın boyanması işlemine düşük sıcaklıkta ve sodyum klorürün en başta boyama banyosuna ilave edilmesi ile başlanmıştır. Sıcaklığın yükseltilmesi ve sabitlenmesinin ardından sodyum karbonatın boyama banyosuna eklenmesi ile pH arttırılmıştır.

Boyama koşulları sabit tutularak boyanan numunelerin yıkama işlemlerinde, kullanılan kimyasal maddeler değiştirilmiştir. Böylece boyarmaddenin selülozik elyaf üzerindeki çektirme derecesine, fikse oranına ve renk haslıklarına beş farklı alkali (sodyum hidroksit, potasyum hidroksit, sodyum karbonat, amonyum hidroksit, sodyum bikarbonat), ticari sabun ve şehir suyu kullanılarak yapılan yıkama işlemlerinin etkileri incelenmiştir.

Sabit boyama koşullarından dolayı tüm farklı yıkama şartları için çekirme yüzdesi 99,29 bulunmuştur. Elde edilen reaktif boyarmaddenin heterobifonksiyonel yapıda olması, tüm şartlar için yüksek fikse oranına neden olmuştur.

Boyanmış numunelerin yıkama, sürtünme, ter ve ılık haslığı deneylerinde ise beklenildiği üzere yüksek değerler tespit edilmiştir. Yıkama ve sürtünme gibi yaş haslıkların yüksek olması, boyama işlemi ardından yapılan yıkama işlemlerinin başarılı olduğunu göstermektedir.

Bilim Kodu : 912
Anahtar Kelimeler :Reaktif boyarmadde, yıkama
Sayfa Adedi : 69
Tez Yöneticisi : Doç. Dr. Ayşe MURATHAN

**DYEING CELLULOSIC FIBER WITH DICHLOROTRIAZINYL
REACTIVE DYESTUFF (REACTIVE ORANGE 86) AND
EXAMINATION OF WASHING-OFF CONDITIONS
(M.Sc. Thesis)**

Lütfiye Sercan TURHAN

**GAZI UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY
September 2006**

ABSTRACT

Since reactive dyestuffs have high color fastness and wide color spectrum, in dyeing of cellulosic fiber they have always importance. In this study, under DPT project, firstly reactive dyestuff, insisting of dichlorotriazinyl and acetylamino reactive group is synthesized. For characterization of this dyestuff, ^1H NMR, UV, IR and mass spectra were taken.

By using exhaust method, the dyeing of cellulosic fiber with this dyestuff is begun at low temperature and with presence of sodium chloride in the dye bath. After increasing and fixing the temperature, pH is increased by adding sodium carbonate.

Under fixing the dyeing conditions, the chemicals which are used in the washing-off conditions were changed. Thus, the effect of washing-off conditions to the fixation ratio and color fastness of the dye to the fiber were examined by using five different alkali (sodium hydroxide, potassium hydroxide, sodium carbonate, ammonium hydroxide and sodium bicarbonate), commercial soap and tap water.

Since all of the dyeing conditions were same, the percentage of exhaustion is found as 99.29 for all different type of washing-off conditions. Because the dyestuff is heterobifunctional, for all cases of washing-off the high fixation ratio was obtained.

The washing-off, friction, perspiration and light fastnesses of the dyed fiber are also obtained as expected as high values. The high values of wet fastness as washing-off and friction are the evidence of the successful washing-off processes.

Science Code : 912

Key Words : Reactive dyestuff, washing

Page Number: 69

Adviser : As. Prof. Dr. Ayşe MURATHAN

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca değerli yardımlarından ötürü Gazi Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyeleri Prof. Dr. M. Atilla MURATHAN'a ve Doç. Dr. Ayşe MURATHAN'a, katkılarıyla beni yönlendiren Gazi Üniversitesi Kimya Bölümü Başkanı Prof. Dr. Yılmaz YILDIRIR'a, yine kıymetli tecrübelerinden faydalandığım Gazi Üniversitesi Kimya Bölümü Arş. Gör. Dr. Hasan ESENER'e, Arş. Gör. Dr. Naki ÇOLAK'a, Arş. Gör. Dr. Hamdi ÖZKAN'a ve Uz. Suzan VASFİ'ye, ayrıca Erciyes Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Öğr. Gör. Mustafa TUTAK'a, laboratuarda bana yardımlarından dolayı değerli arkadaşlarım M. Can ŞAMILOĞLU, Gözde DEMİRCİOĞLU ve İdil BAĞCI'ya, manevi desteklerinden ötürü sevgili anne ve babama teşekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca çalışmalarım süresince; Başbakanlık Devlet Planlama Teşkilatı'nın 2001K120590 sayılı projesi kapsamında kurulan Gazi Üniversitesi İleri Malzemeler ve Boya Araştırma Merkezi'ne ve sağladığı olanakları kullanmama imkan tanıyan Gazi Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi'ne ve Devlet Planlama Teşkilatı'na teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xv
RESİMLERİN LİSTESİ.....	xvi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xvii
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	5
2.1. Tekstil Boyarmaddelerinin Sınıflandırılması.....	5
2.1.1. Tekstil boyarmaddelerinin uygulama alanlarına göre sınıflandırılması.....	6
2.1.2. Tekstil boyarmaddelerinin kimyasal yapılarına göre sınıflandırılması.....	8
2.1.3. Azo boyarmaddeler.....	10
2.2. Reaktif Boyarmaddeler.....	12
2.2.1. Reaktif boyarmaddelerin yapısı.....	14
2.2.2. Reaktif boyarmaddelerin avantajları ve dezavantajları.....	17
2.2.3. Reaktif boyarmaddeler ile selülozik elyafın boyanması.....	17
2.2.4. Reaktif boyarmaddeler ile boyama yöntemleri.....	19
2.2.5. Reaktif boyarmaddelerde substantivite ve reaktivlik	22

Sayfa

2.2.6. Reaktif boyarmaddeler ile boyanan kumaşın yıkanması.....	23
2.2.7. Boyamanın çektirme derecesi ve fıkse oranı.....	24
2.3. Boyarmaddelerin Karakterizasyonu.....	25
2.3.1. Nükleer Manyetik Rezonans (NMR) spektroskopisi.....	25
2.3.2. Ultraviyole (UV) spektroskopisi	26
2.3.3 Infrared (IR) adsorpsiyon spektroskopisi.....	27
2.3.4. Kütle spektroskopisi.....	28
2.4. Boyarmaddelerde Renk Değerlendirilmesi.....	28
2.4.1. Boyarmaddelerin renk haslıkları.....	28
2.4.2 Renk ölçümü.....	30
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	32
3.1. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Ekipmanlar ve Kimyasal Maddeler.....	32
3.2. 7-[3-Asetilamino-5-(4,6-diklor-[1,3,5]triazin-2-ilamino)- fenilazo]-naftalin 1,3,6- trisülfonik asit Sentezi.....	34
3.3. Boyarmaddenin Karakterizasyonu.....	34
3.3.1. ¹ H NMR spektrumu ile boyarmaddenin organik yapısının tayini.....	34
3.3.2. UV spektrumu ile boyarmaddenin dalga boyu tayini.....	34
3.3.3. IR spektrumu ile boyarmaddenin yapısının tayini.....	34
3.3.4. Kütle spektrumu ile boyarmaddenin molekül yapısının ve molekül kütlelerinin tayini.....	35
3.3.5. Boyarmaddenin erime noktası tayini.....	35
3.4. Selülozik Elyafın Boyanması.....	35
3.4.1. Selülozik elyafın ıslatılması.....	35

Sayfa

3.4.2. Çektirme yöntemine göre boyama işlemi.....	35
3.5. Boyanan Selülozik Elyafın Yıkanması.....	37
3.6. Boyamanın % Çektirme Derecesi (E) ve % Fikse Oranı (T) Tayini.....	39
3.7. Yıkama Sonrası Selülozik Elyafın Renk Haslığı Testleri.....	39
3.7.1. Yıkama haslığı testleri.....	39
3.7.2. Ter haslığı testleri.....	39
3.7.3. Sürtünme haslığı testleri.....	40
3.7.4. Işık haslığı testleri.....	40
3.8. Selülozik Elyafın Renk Değerlendirmesi.....	40
4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA.....	41
4.1. Boyarmaddenin ^1H NMR Spektrumu.....	41
4.2. Boyarmaddenin UV Spektrumu.....	42
4.3. Boyarmaddenin IR Spektrumu.....	43
4.4. Boyarmaddenin Kütle Spektrumu.....	44
4.5. Boyama Öncesi (C_1) ve Sonrası (C_2), Yıkama Sonrası (C_3) Boyarmaddenin Derişim Hesaplamaları.....	45
4.5.1. C_1 , C_2 ve C_3 miktarlarının belirlenebilmesi için “absorbans şiddeti-derişim” grafiğinin çizimi.....	45
4.5.2. C_1 , C_2 ve C_3 hesaplamaları.....	46
4.6. % Çektirme Derecesi (E) ve % Fikse Oranı (T) Sonuçları.....	49
4.7. Renk Haslığı Testlerinin Sonuçları.....	51
4.8. Boyanan Selülozik Elyafların L, a, b Sonuçları.....	51
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	53
KAYNAKLAR.....	56

Sayfa

EKLER.....	59
EK-1 DMF'in ^1H NMR spektrumu.....	60
EK-2 Boyanan numunenin NaOH ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri.....	61
EK-3 Boyanan numunenin KOH ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri.....	62
EK-4 Boyanan numunenin Na_2CO_3 ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri.....	63
EK-5 Boyanan numunenin NH_4OH ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri.....	64
EK-6 Boyanan numunenin NaHCO_3 ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri.....	65
EK-7 Boyanan numunenin ticari sabun ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri.....	66
EK-8 Boyanan numunenin şehir suyu ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri.....	67
EK-9 Boyanan kumaşın Na_2CO_3 ile yıkandıktan sonraki resmi.....	68
ÖZGEÇMİŞ.....	69

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 1.1. Pamuk lifinin kimyasal bileşimi.....	1
Çizelge 1.2. Türkiye’de ve dünyada pamuk üretim ve tüketim değerleri.....	2
Çizelge 1.3. Türkiye’nin reaktif boyarmadde ithalat değeri.....	3
Çizelge 2.1. Batı Avrupa’daki başlıca boyarmadde imalatçıları.....	5
Çizelge 2.2. Dünya genelindeki boyarmadde imalatçıları.....	6
Çizelge 2.3. Tekstil boyarmaddelerinin uygulama alanlarına göre sınıflandırılması.....	7
Çizelge 2.4. Pamuklu mamullerin boyanmasında kullanılan boyarmaddelerin karşılaştırılması.....	8
Çizelge 2.5. En yaygın olarak kullanılan reaktif boyarmaddeler.....	13
Çizelge 2.6. Mavi yün standartları için boyalar.....	29
Çizelge 3.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan ekipmanlar.....	32
Çizelge 3.2. Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasal maddeler.....	33
Çizelge 3.3. Çektirme yöntemine göre boyama işleminde kullanılan kimyasal maddeler ve miktarları.....	36
Çizelge 3.4. Boyama makinesinin program adımları.....	37
Çizelge 3.5. Yıkama işleminin adımları.....	38
Çizelge 3.6. Yıkama işleminde kullanılan farklı kimyasallar.....	38
Çizelge 4.1. Absorbans şiddeti sonuçları.....	45
Çizelge 4.2. Boyama sonrası boyama banyosundaki çözeltinin boyarmadde derişimi.....	46
Çizelge 4.3. Yıkama metodu-1 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri.....	47
Çizelge 4.4. Yıkama metodu-2 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri.....	47

Çizelge	Sayfa
Çizelge 4.5. Yıkama metodu-3 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri.....	47
Çizelge 4.6. Yıkama metodu-4 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri.....	48
Çizelge 4.7. Yıkama metodu-5 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri.....	48
Çizelge 4.8. Yıkama metodu-6 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri.....	48
Çizelge 4.9. Yıkama metodu-7 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri.....	49
Çizelge 4.10. Yıkama sonrası boyarmadde derişimleri.....	49
Çizelge 4.11. %E ve %T sonuçları.....	50
Çizelge 4.12. Gri ve mavi skala ile renk haslığı testlerinin sonuçları.....	51
Çizelge 4.13. Boyanan selülozik elyafların L, a, b sonuçları.....	52

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Selülozun yapısal formülü.....	1
Şekil 1.2. Dünya genelinde tekstil lifleri üretimi.....	2
Şekil 1.3. Dünya genelinde boyarmadde üretimi.....	3
Şekil 2.1. Reaktif boyarmadde örnekleri.....	12
Şekil 2.2. Reaktif boyarmaddelerin kimyasal yapısı.....	14
Şekil 2.3. Diklorotriazin reaktif boyarmaddenin fikse reaksiyonu.....	18
Şekil 2.4. Diklorotriazin reaktif boyarmaddenin hidroliz reaksiyonu.....	18
Şekil 2.5. Reaktif boyarmaddelerin bağıl reaktivlikleri.....	23
Şekil. 2.6. Elektromanyetik spekturumda görünür bölge.....	30
Şekil 2.7. CIELab 3 boyutlu renk koordinat sistemi.....	30
Şekil 3.1. Boyama işleminin şematik görünümü.....	36
Şekil 3.2. Yıkama işleminin şematik görünümü.....	37
Şekil 4.1. Elde edilen boyarmaddenin yapısal formülü.....	45
Şekil 4.2. Absorbans şiddeti-derişim grafiği.....	46
Şekil 4.3. %E ve %T sonuçları.....	50

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 4.1. Elde edilen boyarmaddenin ^1H NMR spektrumu.....	41
Resim 4.2. Elde edilen boyarmaddenin UV spektrumu.....	42
Resim 4.3. Elde edilen boyarmaddenin IR spektrumu.....	43
Resim 4.4. Elde edilen boyarmaddenin Kütle spektrumu.....	44

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
C	derişim (mol/L, M)
e	yük
E	çektirme derecesi
m	kütle
M_w	molekül ağırlığı (g/mol)
T	fikse oranı
w/v	kütle/hacim
$\lambda_{\max}$	maksimum absorplama dalga boyu (nm)
Kısaltmalar	Açıklama
CI	Colour Index
DCT	Diklorotriazin
DMF	Dimetilformamit
DPT	Devlet Planlama Teşkilatı
¹H NMR	Hidrojen Nükleer Manyetik Rezonans
IR	Infrared (kıızıl ötesi)
MCT	Monoklorotriazin
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
TSE	Türk Standartları Enstitüsü
UV	Ultraviyole
VS	Vinilsülfon

1. GİRİŞ

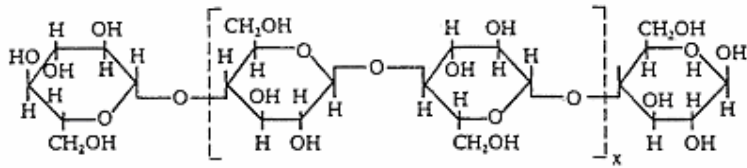
Pamuk en eski ve en önemli tekstil lifidir. Pamuk bitkisi çok nemli ve sıcak iklimi sevdiği için hemen hemen dünyanın her yerinde yetişmektedir.

Çizelge 1.1’de pamuğun kimyasal bileşimi verilmiştir. Bu yüzdeler pamuğun yetiştirme koşullarına göre değişiklik gösterebilir.

Çizelge 1.1. Pamuğun kimyasal bileşimi [1]

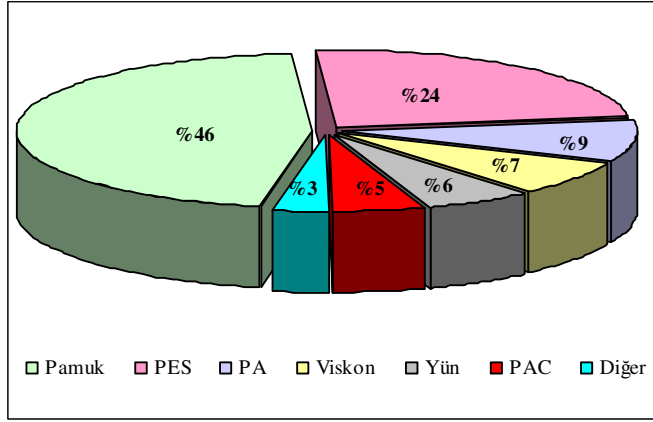
Bileşen	% Ağırlık
Selüloz	88-96
Protein ve pektin	1,5-5
Anorganik maddeler	1-1,2
Nem	2-3,5
Mum ve yağ	0,5-0,6

Pamuğun yapısında bulunan selülozun genel formülü $(C_6H_{10}O_5)_n$ ’ dir ve kabul edilen yapısal formülü Şekil 1.1’de görüldüğü gibidir.



Şekil 1.1. Selülozun yapısal formülü [1]

Pamuk dünyada en fazla üretilen ve tüketilen tekstil hammaddesidir. Şekil 1.2’de görüldüğü üzere tekstil lifleri üretiminde pamuk %46’lık oranla en fazla paya sahiptir.



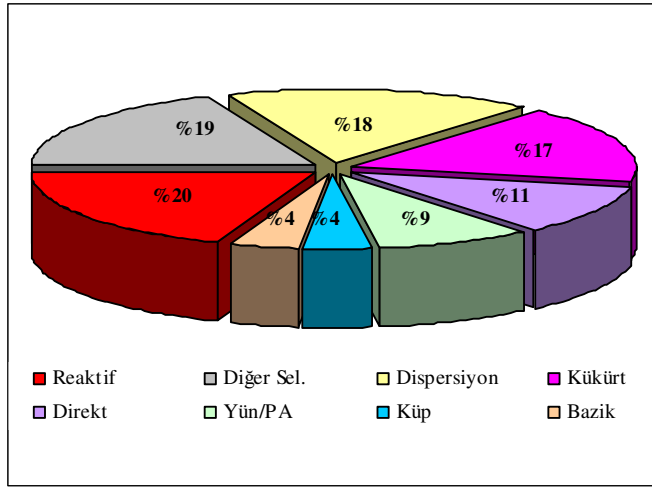
Şekil 1.2. Dünya genelinde tekstil lifleri üretimi (2001) [2]

Ülkemizin coğrafi koşulları pamuk üretimi için oldukça elverişlidir. Her geçen yıl dünya genelinde pamuk üretimi ve tüketimi artmaktadır (Çizelge 1.2).

Çizelge 1.2. Türkiye’de ve dünyada pamuk üretim ve tüketim değerleri [3]

(milyon ton)						
	1989-1990		1998-1999		1999-2000	
	Üretim	Tüketim	Üretim	Tüketim	Üretim	Tüketim
Çin	3 788	4 150	4 400	4 300	3 750	4 250
A.B.D	2 655	1 907	3 026	2 253	3 971	2 254
Hindistan	2 308	1 876	2 746	2 550	2 890	2 584
Rusya	2 654	2 640	-	-	-	-
Özbekistan	-	-	1 010	168	1 150	200
Pakistan	1 455	1 100	1 343	1 530	1 475	1 564
Türkiye	617	600	858	900	865	1 000
Brezilya	666	764	425	730	403	780
Toplam	17 387	18 798	19 455	18 030	19 626	18 211

Reaktif boyarmaddeler, günümüzde pamuklu mamullerin boyanmasında en yaygın kullanılan boyarmadde sınıfıdır (Şekil 1.3). Reaktif boyarmaddeler yüksek renk haslıkları ve geniş renk spektrumlarından dolayı tekstil boyamacılığında her zaman çok önemli bir yere sahip olmuştur. Son zamanlarda bu boyarmaddelerin tüketimi diğer boyarmaddelerin tüketiminin 4-5 katı daha fazladır [4].



Şekil 1.3. Dünya genelinde boyarmadde üretimi (2001) [2]

Türkiye’de reaktif boyarmadde üretimi yok denecek kadar azdır. Bu yüzden ülkemiz reaktif boyarmadde ihtiyacını ithalat ile karşılamaktadır (Çizelge 1.3). Reaktif boyarmadde ithalatı yaptığımız başlıca ülkeler Hindistan, Almanya, Tayvan, Güney Kore Cumhuriyeti, İsviçre, Japonya, İngiltere, Tayland ve Endonezya’dır.

Çizelge 1.3. Türkiye’nin reaktif boyarmadde ithalat değeri [5]

Yıl	İthalat miktarı (kg)	İthalat değeri (\$)
1999	13 572 381	108 155 697
2000	14 949 668	100 028 413

Reaktif boyarmaddelerle boyamanın yaklaşık %60'ı çektirme, %40'ı ise emdirme yöntemine göre yapılmaktadır [6].

Çektirme yöntemine göre boyamada, elyaf boyarmadde ile kapalı bir makine içinde, normal atmosfer şartlarında veya yüksek basınç altında, uzun sürede ve yüksek banyoda muamele edilir [7]. Bu boyama yönteminde, boyarmadde elektrolit yardımı ile kumaş üzerine çektirilir ve daha sonra alkali ilavesinin de etkisiyle boyarmadde elyaf ile kovalent bağ oluşturur. Bu kuvvetli bağdan dolayı boyanan mamulün yaş haslıkları yüksek olur [8].

Emdirme yöntemine göre boyamada ise, düşük banyoda ve kısa sürede elyaf bir küvet içerisinde bulunan boyarmadde ile muamele edilir ve boyarmaddenin emdirilmesi sonrasında iki merdane arasında sıkıştırılır [7]. Boyarmadde başta olmak üzere kimyasal maddelerin fazla tüketilmesi ve elyafın boyama kalitesinin düşük olması bu boyama yönteminin dezavantajlarıdır [8].

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1. Tekstil Boyarmaddelerinin Sınıflandırılması

Genel olarak tekstil boyarmaddeleri boyama özellikleri ve kimyasal yapılarına göre sınıflandırılırlar. Ancak boyarmadde imalatçıları genellikle boyarmaddenin kimyasal yapısı ile değil, elyafı boyama özellikleri bakımından hangi gruba girdiği ile ilgilenir.

Çizelge 2.1 Batı Avrupa'daki başlıca boyarmadde imalatçıları göstermektedir. Çizelge 2.2'de ise dünya genelindeki tüm boyarmadde imalatçıları verilmiştir.

Çizelge 2.1. Batı Avrupa'daki başlıca boyarmadde imalatçıları [9]

Ülke	Orijinal firma adı	Günümüzdeki firma adı
Almanya	Bayer Hoechst BASF } →	Dystar
İngiltere	ICI → Zeneca	Avecia
İsviçre	Sandoz → (+Hoechst Specialty Chemicals)	Clariant
	Ciba Geigy →	Ciba Specialty Chemicals

Çizelge 2.2. Dünya genelindeki boyarmadde imalatçıları [9]

Geleneksel Firmalar	Yerli Firmalar	Ülkeler
Clariant	Everlight	Tayvan
Ciba Specialty Chemicals	Lucky Gold Star	Kore
Dystar	Daekwang	Kore
Avecia	Atul	Hindistan
	Crompton&Knowles	A.B.D
	Miliken	A.B.D
	Mitsubishi	Japonya
	Sumitomo	Japonya
	Nippon Kayaku	Japonya
	Hodogaya	Japonya
	Orient	Japonya

2.1.1. Tekstil boyarmaddelerinin uygulama alanlarına göre sınıflandırılması

Çizelge 2.3’de tekstil boyarmaddelerinin uygulandığı elyaf sınıfları, uygulama metotları, özellikleri ve kimyasal sınıfları verilmiştir.

Çizelge 2.3. Tekstil boyarmaddelerinin uygulama alanlarına göre sınıflandırılması
[9, 10, 11]

Sınıf	Uygulandığı elyaf sınıfı	Uygulama metodu ve özellikleri	Kimyasal sınıfı
Bazik	modifiye naylon, polyester	- renkli kısmı katyon olarak bulunduğu için katyonik boyarmadde olarak da adlandırılır - elyafın anyonik gruplarına iyonik bağlarla bağlanarak tuz oluşturur	siyanin, azo, azin ksanten, oksazin, antrokinon
Asit	naylon, yün, ipek, modifiye akrilik	- organik asitlerin tuzlarıdır - boyama, asidik banyolarda boyarmadde ile elyafın iyonik bağ oluşturmasıyla gerçekleşir	azo, antrokinon, ksanten, nitro
Direkt	pamuk, viskon, rayon, suni ipek, yün, naylon	- sülfonik ve karboksilik asitlerin sodyum tuzlarıdır - ön işlem yapılmaksızın boyarmadde çözeltisinden elyafa direkt çekilirler	azo, fitalosiyanin, oksazin
Kükürt	pamuk, naylon, suni ipek	- sülfür içeren kompleks yapıli organik bileşiklerden oluşur - çözünür hale geldikten sonra soydum sülfür çözeltisiyle birlikte elyafa aktarılır ve daha sonra tekrar oksidasyon işlemiyle suda çözünmeyen forma dönüşür	bir çok yapı
Naftol	pamuk, suni ipek, selüloz asetat, polyester, keten	- elyafa karşı afinitesi olan bileşen önce elyafa emdirilir ve daha sonra ikinci bileşenle tepkimeye sokularak suda çözünmeyen boyarmaddeye dönüştürülür	azo
Dispers	polyester, poliamit, naylon asetat, akrilik	- suda çok az çözünbildiği için dispersiyon şeklinde uygulanır - boyama dispersiyon ortamından boyarmaddenin elyaf üzerine difüzyon yoluyla çekilmesi ve elyaf içinde çözünmesi ile gerçekleşir	azo, antrokinon, nitro
Reaktif	pamuk, yün, ipek, naylon	- boyama sıcaklık ve pH (alkali) etkisi altında boyarmaddedeki reaktif grubun elyaftaki fonksiyonel grupla kovalent bağ oluşturması ile gerçekleşir	azo, antrokinon, fitalosiyanin, oksazin
Pigment	tüm elyaf çeşitleri	- boyarmadde kimyasal bağ olmaksızın bağlayıcı madde ile elyaf yüzeyine bağlanır	azo, dioksazin, antrokinon
Vat	pamuk, suni ipek, yün	- suda çözünmeyen fakat sodyum hidrojen sülfat ile indirgenerek çözödürölen boyarmaddelerdir - daha sonra elyaf üzerine çektilir ve tekrar oksitlenirler	antrokinon, indigo

Çizelge 2.3’de de görüldüğü üzere pamuğu direkt, kükürt, naftol, reaktif, pigment ve vat boyarmadde sınıfları boyamaktadır. Bu boyarmadde sınıfları arasından reaktif boyarmaddeler pamuklu mamullerin boyanmasında en yaygın kullanılan boyarmadde sınıfıdır. Bunun nedeni Çizelge 2.4’de görülen avantajlarının yanında reaktif boyarmaddelerin pamuğun yapısında bulunan selülozun -OH grubu ile kovalent bağ oluşturabilen tek boyarmadde sınıfı olmasıdır. Reaktif boyarmaddelerin özellikleri ayrıntılı olarak ilerleyen bölümlerde anlatılacaktır.

Çizelge 2.4. Pamuklu mamullerin boyanmasında kullanılan boyarmaddelerin karşılaştırılması [12]

Sınıf	Ekonomiklik	Mukavemet	Emniyet	Kullanım kolaylığı	Çevresel etki
Direkt	4-5	3-4	3-4	5	4-5
Kükürt	5	4	3-4	3	2-3
Vat	3	5	3-4	3-4	3-4
<i>Reaktif</i>	<i>3-4</i>	<i>4</i>	<i>4</i>	<i>4</i>	<i>4</i>

*1: çok kötü 2: kötü 3: orta 4: iyi 5: çok iyi

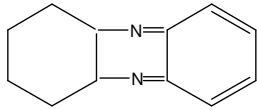
2.1.2. Tekstil boyarmaddelerinin kimyasal yapılarına göre sınıflandırılması

Yapısal gruplara göre tekstil boyarmaddelerinin sınıflandırılması ile ilgili başlıca kimyasal yapılar aşağıda gösterilmiştir [11].

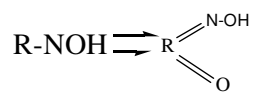
Azo boyarmaddeler

Monoazo	$R-N=N-R'$
Disazo	$R-N=N-R'-N=N-R''$
Trisazo	$R-N=N-R'-N=N-R''-N=N-R'''$
Poliazo	$R-N=N-R'-N=N-R''-N=N-R'''-N=N-R''''$

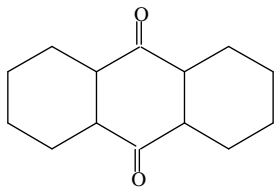
Azin boyarmaddeler



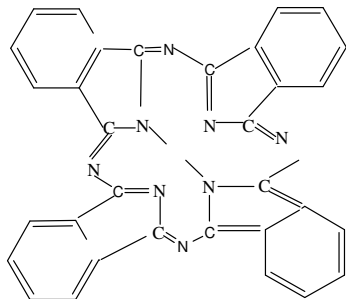
Nitrozo boyarmaddeler



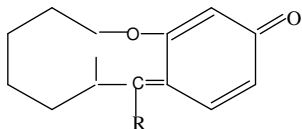
Antrokinon boyarmaddeler



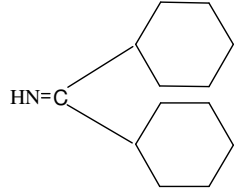
Fitalosiyenin boyarmaddeler



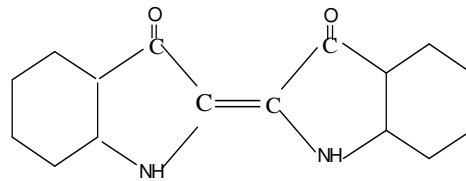
Ksanten boyarmaddeler



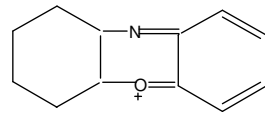
Difenilmetan boyarmaddeler



İndigo boyarmaddeler



Oksazin boyarmaddeler



Bu çalışmada azo yapıdaki boyarmadde kullanıldığı için bu konu aşağıda belirtilmiştir.

2.1.3. Azo boyarmaddeler [10, 13]

Azo bileşenleri gerek sayısal gerekse üretilen miktarıyla endüstriyel olarak en çok grubu olan boyarmaddelerdir. Azo boyarmaddeler, yapılarında sp^2 hibritleşmesi ile karbon atomlarına bağlanan azo gruplarını ($-N=N-$) içeren bileşenlerdir. İçermiş oldukları azo grubunun sayısına göre (mono-, dis-, tris-, tetrakis- vb.) tanımlanırlar. Azo gruplar çoğunlukla benzen veya naftalen halkasına bağlanırlar. Fakat bazı durumlarda bu gruplar aromatik heterosiklik (pirazol gibi) ya da enolleşebilen alifatik gruplarına (asetoasetik ve türevleri gibi) da bağlanabilirler.

Azo boyarmaddelerin sentezi

Azo boyarmaddelerin elde edilmesinde başlıca iki ayrı yöntem uygulanabilir. Bunlardan biri azo grubunun oluşturulmasına dayanan diğeri ise üzerinde azo grubu bulunan bileşiklerle yapılan sentezlerdir. Bu sentezler, aşağıda belirtildiği gibi farklı yöntemler uygulanarak gerçekleştirilir.

1. Azo grubunun oluşturulmasına dayanan sentez yöntemleri:

- a. Kenetlenme reaksiyonu
- b. Aminlere nitro bileşiklerinin katılması
- c. Nitro bileşiklerinin indirgenmesi
- d. Amino bileşiklerinin oksidasyonu

2. Azo grubu içeren bileşiklerle yapılan sentez yöntemleri:

- a. Korunmuş amino gruplarının açılması
- b. Amino azo bileşiklerinin açılmesi
- c. Fenolik hidroksi gruplarının açılmesi veya alkilenmesi
- d. Metal-kompleks oluşturulması

Diazolama yöntemi ile azo boyarmadde sentezi

Diazolandırma başlangıç maddesi, aromatik yapıda bir primer amindir. Aşağıda gösterildiği üzere bu madde sodyum nitrit (NaNO_2) ile 0°C 'de anorganik asidi sulu çözelti içinde reaksiyona sokularak diazonyum tuzu elde edilir. En azından iki eşdeğer asit kullanılır.



Burada; Ar: Aril X: Cl^- , Br^- , NO_3^- , HSO_4^- tır.

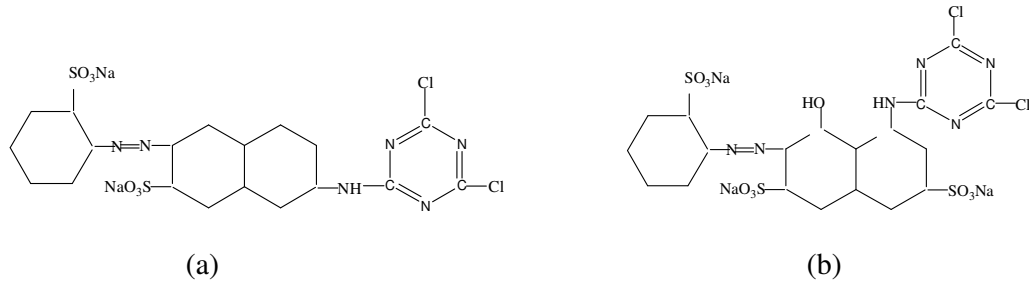
Zayıf bazik karakterdeki aminlerin diazolandırılmasında yukarıdaki denklemin gösterdiği miktardan daha fazla hidrojen iyonu gerekir. Fazla asit ilavesi, amin-amonyum dengesini reaktif olmayan amonyum iyonları yönüne gitmesini engeller. Çok zayıf bazik aminlerde diazolandırmada sülfürik asit (HSO_4) kullanılır. Burada diazolandırma maddesi kolayca meydana gelen nitrozil sülfürik asittir (HSO_4NO).

2.2. Reaktif Boyarmaddeler

Reaktif boyarmaddelerle selülozik elyafın boyamasında ilk kez 1956 yılında ICI tarafından Procion-M boyarmaddelerin piyasaya sürülmesiyle başarı elde edilmiştir. Bu boyarmaddeler, oda sıcaklığında ve alkali varlığında selüloz ile reaksiyona girebilen oldukça reaktif “diklorotriazin” (DCT) grubunu içerir. Reaktif boyarmaddeler yüksek reaktivlik ve bifonksiyonellikleri ile karakterize edilir.

İlerleyen yıllarda Hoechst, yapısında “vinilsülfon” (VS) (soğuk boyama) reaktif grubunu bulunduran Remazol boyarmaddelerini satışa çıkarırken, ICI ve Ciba daha düşük reaktivliğe sahip monoklorotriazin (MCT) (sıcak boyama) reaktif gruplu boyarmaddeleri satışa çıkarmıştır. Bu her iki reaktif grup geçmişten günümüze, yaklaşık 50 senedir yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [14].

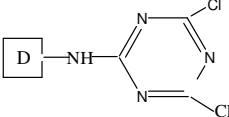
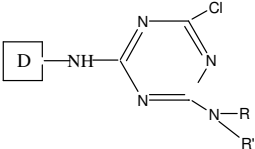
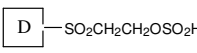
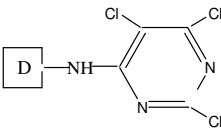
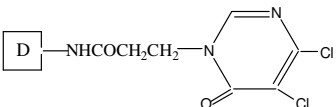
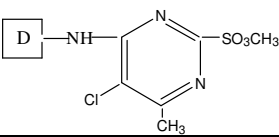
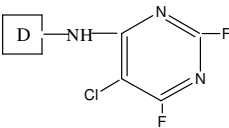
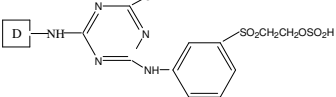
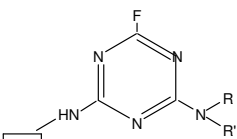
Reaktif boyarmaddelerin ilk serileri olan DCT türevleri Şekil 2.1’de gösterilmektedir.



Şekil 2.1. Reaktif boyarmadde örnekleri a) C.I. Reactive Orange 1
b) C.I. Reactive Red 1 [11]

Günümüzde piyasada bulunan önemli reaktif boyarmadde grupları, piyasaya çıkış tarihleri, ticari isim ve imalatçıları ve kullanım alanları Çizelge 2.5’de gösterilmektedir.

Çizelge 2.5. En yaygın olarak kullanılan reaktif boyarmaddeler [15]

Reaktif grup	Piyasaya çıkış tarihi	Ticari ismi ve imalatçıları	Kullanım alanı
	1956	Procion MX (ICI)	Selüloz
	1957	Cibacron (CIBA)	Selüloz
	1958	Remazol (HOE)	Selüloz
	1960	Drimarene Z ve X	Selüloz
	1964	Primazin	Selüloz
	1967	Levafix P (BAY)	Selüloz
	1970	Veofix (BAY)	Yün
	1980	Sumifix Supra (NSK)	Selüloz
	1988	Cibacron C (CGY)	Selüloz

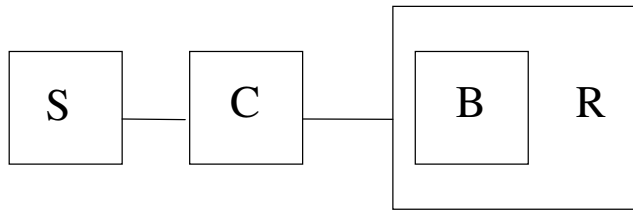
2.2.1. Reaktif boyarmaddelerin yapısı

Reaktif boyarmaddelerin yapısı kimyasal, fiziksel ve organik olmak üzere 3 başlık altında incelenebilir.

Reaktif boyarmaddelerin kimyasal yapısı [8, 10, 16, 17]

Bu boyarmadde sınıfının “reaktif” ismini almasının sebebi, doğal ve bazı kimyasal yapıları liflerdeki fonksiyonel gruplarla kuvvetli kovalent bağlar oluşturan -Cl, -F, -SO₂ ve -CH=CH₂ gibi atom veya atom gruplarını içermesidir. Reaktif boyarmaddeler selülozun -OH, poliamidin -NH₂ ve protein esaslı liflerin -NH ve -SH gruplarıyla kovalent bağ oluşturacak şekilde reaksiyona girer ve bu kovalent bağ sayesinde elyaf üzerine kuvvetle tutunurlar. Bütün reaktif boyarmaddelerde ortak olan özellik hepsinin kromofor grup taşıyan renkli grup yanında reaktif ve moleküle çözünürlük sağlayan grup içermesidir.

Reaktif boyaların karakteristik yapısı Şekil 2.2’de gösterilmektedir.



Şekil 2.2. Reaktif boyarmaddelerin kimyasal yapısı

Kromofor grup (C)

Reaktif boyarmaddeye rengini veren grup olarak tanımlanır. Kromofor grup selüloza ve diğer elyaflardaki fonksiyonel gruplara bağlanır. Kromofor grubun yapısı genelde boyarmaddenin rengini, rengin ışığa dayanıklılığını, boyarmaddenin elyafa olan afinitesini, suda çözünürlüğünü ve difüzyonunu belirler. Bu grup azo, azo metal

kompleks, antrokinon veya ftalosiyenin yapısında olabilir. Sarı, turuncu ve kırmızı reaktif boyarmaddeler basit monoazo, mor, koyu kırmızı ve lacivert reaktif boyarmaddeler azo metal kompleks, açık mavi reaktif boyarmaddeler ise antrokinon ve ftalosiyenin renk verici gruplarını taşımaktadırlar.

Reaktif grup (R)

Reaktif boyarmadde molekülündeki reaktif grup elyafın yapısındaki fonksiyonel grup ile kovalent bağ oluşturur. Reaktif grup selülozun -OH, yün ve ipeğin -NH₂, -COOH, -OH, poliamidin -NH₂ ve -COOH grupları ile bağ oluşturur. Reaktif grubun yapısı boyarmaddenin reaksiyon kabiliyetini, boyarmadde ile elyaf bağının sağlamlığını ve boyarmaddenin boyama banyosundaki dayanıklılığını belirler.

Köprü grup (B)

Bu grup, kromofor ve reaktif grup arasındaki köprü oluşturur. Boyarmadde ile elyaf bağının kopmasını engeller. Köprü grubunun yapısı sadece boyarmaddenin aktivitesini, kuvvetini ve nüansını etkilemez ayrıca boyarmadde ile elyaf bağlarının reaktifliğini ve stabilitesini de önemli ölçüde etkiler. Bu gruba örnek olarak -NH, -NHCO, -SO₂, -NHSO₂ ve -NHCH₃ verilebilir.

Suda çözünebilir grup (S)

Boyarmadde molekülünün su içerisinde uniform bir şekilde çözünmesini sağlayan gruplardır. Bu gruba örnek olarak -SO₃Na, -SO₃H ve -COOH verilebilir.

Reaktif boyarmaddelerin fiziksel yapısı [9, 18]

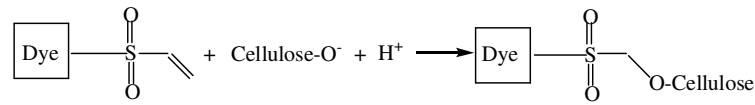
Reaktif boyarmaddelerin elyafın fonksiyonel grupları ile oluşturduğu kovalent bağın yüksek bağ enerjisinden (bu bağların bağ enerjileri 20-200 kcal/mol olup bu değer, C-H için 85,6 kcal/mol, N-N için 27 kcal/mol ve C-C için 58,5 kcal/mol'dür) dolayı bu tip bağların bozunması ve boyarmaddenin elyafı terk etmesi çok zordur.

Kovalent bağ ile bağlanan reaktif boyarmaddelerin yaş haslıkları hidrojen, van der Waals gibi bağlarla diğer elyaf sınıflarına bağlanan boyarmaddelere göre çok daha yüksektir.

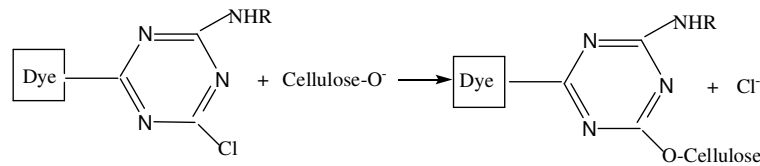
Reaktif boyarmaddelerin organik yapısı [9, 10]

Reaktif boyarmaddelerin organik yapısı incelendiğinde VS gruplarının boyama işleminin nükleofilik katılma tepkimesi, MCT gruplarının boyama işleminin ise nükleofilik yer değiştirme tepkimesi ile gerçekleştiği görülmektedir.

1. Nükleofilik katılma tepkimesi: Bu gruplar, önce bazla katalizlenen bir eliminasyon reaksiyonu, ardından yine bazla katalizlenen bir katılma reaksiyonu verirler. Katılma reaksiyonu tekstil elyafın fonksiyonel grubuna olur. Elyaf, boyarmaddeye eter bağı ile bağlanır.



2. Nükleofilik yer değiştirme tepkimesi: Nükleofilik yer değiştirme reaksiyonu iki kademede yürür. Birinci kademede tekstil elyafın nükleofilik fonksiyonel grubu bazik ortamda katalizlenerek reaktif grubun elektrofilik merkezine katılır. İkinci kademede ise nükleofilik yapıda bir başka grubun eliminasyonu gerçekleşir. Reaksiyon sonunda elyaf ile boyarmadde arasında ester bağı meydana gelir.



2.2.2. Reaktif boyarmaddelerin avantajları ve dezavantajları

Reaktif boyarmaddelerin diğer boyarmadde sınıflarına göre önemli avantajları vardır. Bunlar: geniş renk spektrumu, parlak renk tonları, çok çeşitli yöntemlerle düzgün boyama, rahat çalışma ortamı, küçük molekül yapısından ötürü elyafa rahat difüzyon, elyaf ve boyarmadde arasında oluşan kovalent bağdan dolayı yüksek yaş haslılığı, mükemmel ışık haslılığı, basit ve hızlı uygulanması sayesinde enerji tasarrufu, uygun koşullar altında depolandıkları taktirde uzun süreli depolama ömrü ve kullanımı (5-10 yıl) ve yüksek ölçüde tekrarlanabilirliktir [4, 6, 19, 20].

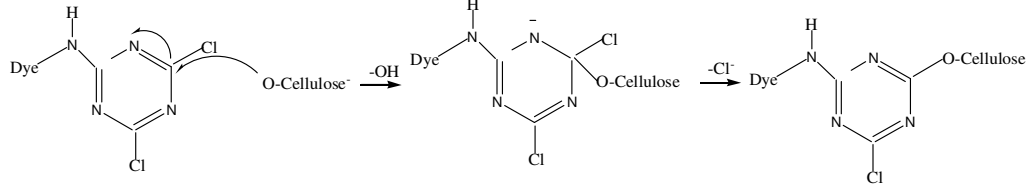
Reaktif boyarmaddeler sahip olduğu bu avantajların yanı sıra bazı dezavantajlara da sahiptir. Bunlar: farklı kimyasal grup içermelerinden dolayı optimum boyama koşullarının değişmesi, düşük ter, klorlu su, peroksit yıkama haslıkları, boyama sırasında bazik işlemlerden dolayı istenmeyen yan reaksiyonların oluşması sonucu boyarmaddenin %15-40'ının hidroliz olması, boyama ya da baskı sonrası uzun, zaman alıcı, dikkat gerektiren ard işlemler (aksi taktirde düşük yaş haslıkları) ve bu işlemlerin maliyetli olmasıdır [21].

2.2.3. Reaktif boyarmaddeler ile selülozik elyafın boyanması

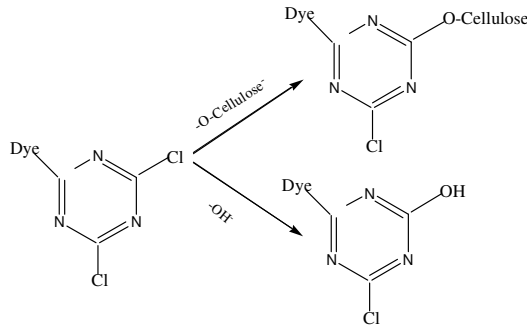
Boyama, kumaşın boyarmadde ve kimyasal madde içeren banyo ile muamele edilmesi ve boyarmaddenin kumaş elyafına sabitlenmesinin sağlanması işlemidir. Boyama işlemi, selülozun bazik ortamda reaksiyona girme isteğinin fazla olması ve boyarmaddenin selülozun -OH gruplarıyla kovalent bağ oluşturması sırasında oluşan ve elyafa zarar veren hidroklorik asidi (HCl) nötrleştirerek ortamdan uzaklaştırmak için bazik ortamda, boyamanın düzgün olmasını sağlamak içinse tuz varlığında gerçekleştirilir [21].

Reaktif boyarmaddelerle boyama sırasında, boyarmaddenin reaktif grubu, yalnız selülozun -OH gruplarıyla değil, aynı zamanda suyun -OH gruplarıyla da tepkimeye girerek hidrolize uğrar (Şekil 2.4). Hidrolize uğrayan boyarmadde elyafı reaksiyona

girme aktivitesini kaybederek boyama veriminin düşmesine neden olur ve boyarmaddenin %15-40'ı atık suda yer alır [20].



Şekil 2.3. Diklorotriazin reaktif boyarmaddenin fikse reaksiyonu [22]



Şekil 2.4. Diklorotriazin reaktif boyarmaddenin hidroliz reaksiyonu [22]

Reaktif boyarmaddeler ile selülozik elyafın boyanması beş basamaktan oluşmaktadır.

1. Selülozik elyafın ıslatılması: Kuru halde bulunan doğal ve kimyasal lifli materyallerin gözenek çapları 0,2-0,5 nm arasında olduğu için çapı 2-4 nm arasında olan boyarmadde moleküllerinin bu tür gözeneklere girmesi oldukça zordur. Hidrofil lifli materyaller önce su ile yıkandığında gözenek yüzeyi 3-7 nm olacak şekilde büyür ve sonuçta boyarmadde moleküllerinin lif gözenekleri tarafından adsorplanması kolaylaşır [23].

2. Elektrolit ilavesi ve boyarmaddenin elyaf yüzeyine adsorpsiyonu: Selülozik elyafın boyanması bir adsorbsiyon olayına dayanmaktadır. Boyama sırasında elyaf tarafından boyarmadde iyonu değil, molekülü adsorbe edilir. Boyarmadde molekülünün iyonlara ayrışması ne kadar az olursa boyama dengesi o kadar elyaf

tarafına kayar. Bu nedenle banyoya sodyum klorür (NaCl), sodyum sülfat (Na_2SO_4) gibi sodyum tuzları ilave edildiğinde iyonlara ayrışması azalır ve böylece elyaf tarafından bağlanan boyarmadde miktarı artar. Bunun sonucu elyafa fikse olan boyarmadde miktarı da o kadar fazla olur [24].

3. Elyaf içerisine boyarmadde difüzyonu: Elyaf yüzeyine adsorplanan boyarmadde moleküllerinin değişen bir hızla elyaf içerisine doğru ilerlemesi olayıdır. Boyarmaddenin elyaf içerisine difüzyonu boyama koşullarına, boyarmadde molekülü ve elyafın yapısına bağlı olarak değişim göstermektedir [25].

4. Alkali ortamında boyarmaddenin selüloz ile kovalent bağ oluşturmaları (fikse reaksiyonu): Reaktif boyarmaddeler alkali varlığında selülozun $-\text{OH}$ gruplarıyla tepkimeye girerek oluşan kovalent bağlar sayesinde elyafa bağlanır.

5. Hidroliz olan boyarmaddenin uzaklaştırılması (yıkama işlemi): Suyun yapısında bulunan $-\text{OH}$ grubuyla hidroliz reaksiyonu veren boyarmaddenin uzaklaştırılması için boyama sonrasında iyi bir yıkama işlemi gereklidir [26].

2.2.4. Reaktif boyarmaddeler ile boyama yöntemleri

Reaktif boyarmaddelerle boyamanın yaklaşık %60'ı çektirme, %40'ı ise emdirme yöntemine göre yapılmaktadır [6].

Çektirme yöntemine göre boyamada, elyaf boyarmadde ile kapalı bir makine içinde, normal atmosfer şartlarında veya yüksek basınç altında, uzun sürede ve yüksek banyoda muamele edilir [7]. Bu boyama yönteminde, boyarmadde elektrolit yardımı ile kumaş üzerine çektilir ve daha sonra alkali ilavesinin de etkisiyle boyarmadde elyaf ile kovalent bağ oluşturur. Bu kuvvetli bağdan dolayı boyanan mamulün yaş haslıkları yüksek olur [8].

Emdirme yöntemine göre boyamada ise, düşük banyoda ve kısa sürede elyaf bir küvet içerisinde bulunan boyarmadde ile muamele edilir ve boyarmaddenin

emdirilmesi sonrasında iki merdane arasında sıkıştırılır [7]. Boyarmadde başta olmak üzere kimyasal maddelerin fazla tüketilmesi ve elyafın boyama kalitesinin düşük olması bu boyama yönteminin dezavantajlarıdır [8].

Bu çalışmada çektirme yöntemine göre boyama yapıldığı için bu yöntem aşağıda ayrıntılı olarak anlatılacaktır.

Reaktif boyarmaddelerin çektirme yöntemine göre boyanması

Çektirme yöntemine göre boyamada, genellikle yüksek veya orta derecedeki substantiviteye sahip boyarmaddeler kullanılmaktadır. Boyarmaddelerin reaktivliklerine göre optimum boyama koşulları belirlenir. Soğukta boyamalar 30-50°C'de ve pH 10-11'de, sıcakta boyamalar 70-90°C'de ve pH 11-12'de gerçekleşir. Substantiviteyi arttırmak için boya banyosuna NaCl veya Na₂SO₄ gibi elektrolit ilave edilir. Fikse reaksiyonu ve pH kontrolü ise sodyum karbonat (Na₂CO₃) veya sodyum hidroksit (NaOH) gibi alkalilerin varlığında gerçekleşir.

All-in prosesinde, boyarmadde, elektrolit ve alkali boyama banyosuna boyamanın başında eklenir. Burada kullanılan boyarmaddeler düşük reaktivlikte ve yüksek substantivitede olup MCT esaslıdır. Sıcakta boyayan reaktif boyarmaddelerin sıcaklık artışı ile azalan substantiviteyi indirmek için yüksek miktarda elektrolit kullanılmaktadır. Burada kullanılan boyarmaddenin reaktivliği düşük olduğu için 50°C'nin altında fikse reaksiyonu gerçekleşmemektedir. Banyoda alkali olduğu için elyafın düzgün bir şekilde şişmesi sağlanmakta ve bundan ötürü kumaşın içine işlenerek boyama gerçekleşmektedir.

Stepwise prosesi ise çektirme ve fikse fazını içerir. Örneğin boyarmadde elyafa absorbe olduktan sonra alkali eklenir. Stepwise prosesi elyafa nüfuz etmede zorluk çeken boyarmaddeler için daha avantajlıdır [9].

Reaktif boyarmaddelerin çektirme yöntemine göre boyanmasına etki eden parametreler [25, 27]

Elyaf cinsi, elyafın ön terbiye işlemleri, boyarmaddenin cinsi, elektrolit, alkali cinsi ve miktarı, banyo oranı, boyarmadde konsantrasyonu, boyama sıcaklığı, pH'ı ve süresi boyama esnasında reaktif boyarmaddelerin boyama verimine etki eden parametrelerdir.

Bunların arasında boyama sıcaklığı ve zamanı, elektrolit, alkali cinsi ve miktarı çektirme yöntemine göre boyamada en önemli parametrelerdir.

Boyama sıcaklığı ve zamanı

Reaktif boyarmaddelerde en fazla uygulanan yöntem, boyamaya düşük sıcaklıkta başlanıp banyo sıcaklığının yavaş bir şekilde artırılması veya sabit bir sıcaklıkta boyamanın yapılmasıdır. Sabit sıcaklıkta boyama, yüksek reaktifliğe sahip boyarmaddeler ile daha yaygın olarak yapılmaktadır.

Boyama banyosuna elektrolit ilavesi

Boyama esnasında elyaf tarafından yüksek çektirme sağlayabilmek için banyo oranı mümkün derece az tutulur veya banyoya bol miktarda elektrolit ilave edilir. Bu amaçla NaCl veya Na₂SO₄ ile yapılan boyamalar iyi sonuç vermektedir.

Elektrolit ilavesinde dikkat edilmesi gereken en önemli husus elektrolitin alkalisiz bir ortamda banyoya eklenmesidir. Böylelikle boyarmaddenin erken hidrolizi ya da fiksesi engellenmiş olur.

Boyama banyosuna alkali ilavesi

Boyarmaddenin elyaf üzerine fiksesi için boya banyosuna alkali ilavesi gerekir. Na₂CO₃ en çok kullanılan alkalidir.

Sodyum bikarbonat (NaHCO_3) ise az miktarda hidroliz özelliğine sahiptir fakat bazı dezavantajları da bulunmaktadır. NaHCO_3 tüm tonlar için uygun olmayabilir ve böylelikle fikse süresi uzayabilir. Bu nedenle Na_2CO_3 daha yaygın kullanılır.

2.2.5. Reaktif boyarmaddelerde substantivite ve reaktivlik [6, 9, 15]

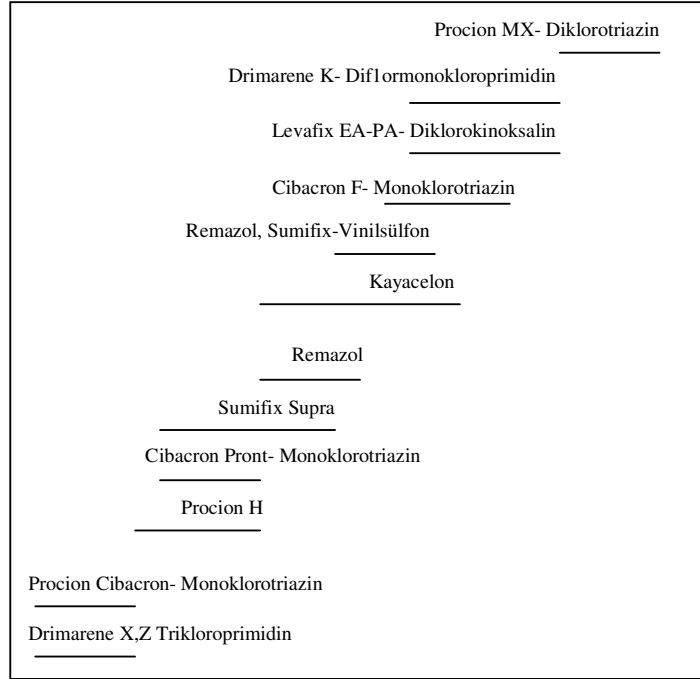
Substantivite boyarmadde molekülünün banyodan ayrılıp elyaf üzerine bağlanması olayıdır. Başka bir deyişle boyama dengesine erişildikten sonra (kimyasal reaksiyon olmaksızın) elyaftaki boyarmadde miktarının boya likörüne oranıdır.

Reaktif boyarmaddelerde renk ve substantivite renk verici gruba bağlıdır. Elyaf cinsi, boyarmadde molekülünün yapısı ve konsantrasyonu, elektrolit cinsi ve miktarı, banyo sıcaklığı, konsantrasyonu ve pH'ı substantiviteyi etkileyen parametrelerdir.

Bu parametrelerin değişmesi ile substantivite de düşük veya yüksek olur. Örneğin banyo oranı azaltılıp ve banyodaki boyarmadde konsantrasyonu arttırıldıkça, boyama daha elverişli olmaktadır. Banyo sıcaklığı yükseldikçe boyarmadde ile elyaf arasındaki reaksiyon hızı artmaktadır (sıcaklığın 10°C yükseltilmesi reaksiyon hızını 2-3 kat arttırır). Fakat diğer taraftan yükseltilen sıcaklıkta boyarmaddenin suyla olan reaksiyonunun da hızı artmaktadır ve buradaki artış daha fazladır. Selülozik elyafın boyanmasında elektrolit ilavesi, boyarmaddelerin substantivitelerini arttır. Boyarmaddenin elyafa bağlanmamış kısmının yıkama ile kolay veya zor ayrılması da yine substantivite ile ilgili bir durumdur.

Boyarmadde gruplarının reaktivliği alkali ilavesinden sonraki 10 dakika içerisinde kimyasal olarak elyafa bağlanan boyarmadde miktarı olarak tanımlanmaktadır. Reaktivlik, boyarmaddenin kimyasal yapısına bağlı olup kromofor gruplarından etkilenir. Boyarmaddenin fikse oranı ve reaktivliği birbiriyle yakın ilişkilidir .

En yaygın olarak kullanılan reaktif boyarmaddelerin bağıl reaktivlikleri Şekil 2.5’de verilmiştir.



Şekil 2.5. Reaktif boyarmaddelerin bağıl reaktivlikleri [15]

2.2.6. Reaktif boyarmaddeler ile boyanan kumaşın yıkanması [9, 26, 27, 28, 29]

Boyarmaddelerin özellikle yıkama ve sürtünme gibi yaş haslıklarının yüksek olması için boyama sonrası yapılan yıkama işlemi çok önemlidir. İyi bir yıkama, yani hidroliz olmuş boyarmaddenin uzaklaştırılması için yıkama suyu miktarı ve sertliği, yıkama süresi, banyo sıcaklığı ve pH'ı, banyodaki elektrolit miktarı gibi çeşitli parametreler etkilemektedir. Yıkama işlemi üç fazda incelenebilir.

1. Değiştirme fazı: Bu faz, hidroliz olmuş boyarmaddenin büyük oranda uzaklaşması ve substantivitesinin azalması için çözeltinin elektrolit konsantrasyonunun seyrelmesini içerir. Bu işlemin yüksek sıcaklıkta yapılması daha verimli olsa da kullanılan suyun ısıtılması ekstra bir maliyettir.

2. Difüzyon fazı: Hidroliz olmuş boyarmaddenin elyaf içerisinden dışarıya doğru taşınması tamamen difüzyon yardımıyla olur. Bu amaçla boyama derinliğine bağlı olarak yüksek sıcaklık (80-98°C) ve daha uzun süre gereklidir.

3. Desorpsiyon fazı: Bu faz difüzyon fazı sonunda desorbsiyona uğrayan kısmın uzaklaştırılmasını kapsar.

Soğuk bir çalkalama yıkama işlemini tamamlar.

Kaynama noktasına yakın yüksek sıcaklıktaki yıkama, daha sonra elyaf içerisinden hidrolize boyarmaddeyi taşımada kullanılır. Yüksek sıcaklık; difüzyon katsayısının artmasına ve afinitenin azalmasına yardımcı olduğu için yıkamayı olumlu bir yönde geliştirir. Yıkama veya durulama suyunun renklenmesi çoğu zaman yıkama kriterleri olarak kullanılır. Elyaftan ayrılan kısmın miktarı banyo hızına, yıkama süresine göre değişir. Bu nedenle, özellikle farklı yıkama metotları kullanıldığında, yıkama suyundaki hidrolize olmuş boyarmadde ile yaş haslık değeri arasında uygun bir bağıntı kurulamaz.

2.2.7. Boyamanın çektirme derecesi ve fikse oranı

% Çektirme Derecesi

Boyamanın çektirme derecesinin yüzdesi Eş. 2.1’de görüldüğü üzere boyama öncesi ve sonrası boyarmadde derişimi ile hesaplanır [9].

$$\% E = [(C_1 - C_2) / C_1] \times 100 \quad (2.1)$$

C_1 : Boyama öncesi boyarmadde derişimi (M)

C_2 : Boyama sonrası boyarmadde derişimi (M)

% Fikse Oranı

Eş. 2.2’de verildiği üzere boyamanın fikse oranı yüzdesini hesaplayabilmek için boyama sonrası gerçekleşen yıkamadan önce ve sonraki boyarmadde derişimlerinin bilinmesi gerekir [9].

$$\% T = [(C_1 - C_2 - C_3) / C_1] \quad (2.2)$$

C₃: Yıkama sonrası boyarmadde derişimi (M)

Monofonksiyonel reaktif boyarmaddeler ile yapılan boyama işlemlerinde %80'e, bifonksiyonel reaktif boyarmaddeler ile yapılan boyama işlemlerinde %90'a yakın fikse oranı elde edilir. Heterobifonksiyonel reaktif boyarmaddeler ile boyama işlemlerinde ise %90'ın üzerinde fikse oranı elde edilir [30].

2.3. Boyarmaddelerin Karakterizasyonu

2.3.1. Nükleer Magnetik Rezonans (NMR) spektroskopisi

NMR spektroskopisi bir tür absorpsiyon spektroskopisi yöntemidir. Madde kendi karakteristik özelliğine bağlı olarak belirli frekans aralığında elektromanyetik ışımayı absorplar. Bu absorpsiyon, moleküldeki belirli bir çekirdeğin fonksiyonudur. Absorpsiyon piklerinin frekanslarının pik şiddetine göre grafiğı NMR spektrumunu oluşturur [31].

NMR spektroskopisi de öteki spektroskopi dalları (IR, UV ve görünür alan spektroskopiler) gibi maddede iki seviye arasındaki enerji farkını ölçmek için geliştirilmiştir. Ancak öteki spektroskopilerden iki noktada farklıdır. Bu farklar; elektronlarla değil, çekirdeklerle ilgili olması ve kuvvetli bir manyetik alana ihtiyaç göstermesidir.

NMR' ın yaygın olarak kullanılmasının başlıca nedeni; hidrojen, karbon çekirdeğı gibi çekirdekler üzerine kurulmuş olmasıdır. Bilindiğı gibi bu çekirdekler organik maddelerden başka, pek çok inorganik ve koordinasyon bileşiklerinin de yapısında bulunur.

Bu metotla bir molekülde hidrojen içeren grupların sayılarının yanında, bu gruba komşu olan gruplar da tespit edilebilmektedir [32].

2.3.2. Ultraviyole (UV) spektroskopisi

Bir madde, üzerine düşürülen çeşitli dalga boylarından (UV ışınlarından radyo dalgalarına kadar) ancak bazılarını absorplar. Maddenin bu özelliğinden yararlanılarak yapısı, konsantrasyonu tayin edilebilir. Bunun için madde üzerine dalga boyu 110 nm'den 300 nm'ye kadar değişen ışınlar düşürülür. Bütün bu dalga boylarını verecek ve hangi dalga boylarının absorplandığını tespit edecek tek bir cihaz yapmak mümkün olmadığından, belirli dalga boyları arasında çalışan cihazlar geliştirilmiştir. 110-1 000 nm dalga boylarındaki ışınlarla çalışan cihazlara UV ve görünür alan, 2 500-25 000 nm dalga boylarında çalışan cihazlara infrared ve dalga boyları yüzlerce metreye kadar değişen radyo dalgalarıyla çalışan cihazlara da nükleer magnetik rezonans cihazları denir.

Hem organik hem de inorganik maddeler UV ve görünür alanda absorpsiyon yaparlar. Her iki grup maddede de elektron geçişinin temeli aynı olmakla beraber açıklanma metotları farklıdır.

UV spektroskopisinden çeşitli yönlerden yararlanılır. Bunlar başlıca: kalitatif analiz, kantitatif analiz, titrasyon, molekül ağırlığı tayini, asit ve bazlık sabitlerinin tayini, kompleks stokiometrisi ve sabitinin bulunmasıdır.

Bu çalışmada UV spektroskopisinin kantitatif analiz yönteminden faydalandığı için bu yöntem anlatılmıştır.

Kantitatif analiz için ilk şart, tayini yapılacak maddeyi bilmektir. Bundan sonra bir takım işlemler yapmak gerekir. Bunları şöyle özetlemek mümkündür.

1. Tayini yapılacak maddeyi saflaştırmak
2. Tayinin yapılacağı dalga boyunu seçmek
3. Tayinin sıcaklığını ayarlamak
4. Tayin için uygun çözücü seçmek ve pH'ını ayarlamak
5. Tayin için çalışma grafiğini çizmek [32]

2.3.3. Infrared (kızıl ötesi) adsorpsiyon spektroskopisi

IR spektroskopisi moleküllerin elektromanyetik spektrumun görünür bölge ile mikrodalga bölgeleri arasındaki bölgede kendilerine özgü dalga boylarında absorpsiyon yapma özelliklerine dayanır.

IR spektroskopisi organik kimyacılar tarafından kullanılan spektropik tekniklerin en ucuzu ve en hızlısıdır. Örnek hazırlama kolaydır. Optik izomerlerin dışında hiçbir bileşiğin IR spektrumu birbirinin aynı değildir. Bu teknikle kantitatif analiz yapılabilmesine rağmen genellikle kalitatif uygulamalar için kullanılır [31, 32].

2.3.4. Kütle spektroskopisi

Pozitif yüklü parçacıkların meydana getirilmesi, bu parçacıkların m/e (kütle/yük) oranlarına göre ayrılmaları, belirlenmeleri ve bunlardan yararlanarak numunenin tayin edilmesi üzerine kurulmuş olan metotlar topluluğuna kütle spektroskopisi denir. Pozitif yüklü tanecikler bir molekül iyonu veya metal iyonu olabildiği gibi molekülün parçalanmasıyla meydana gelen herhangi bir parçacık da olabilir. Böylece söz konusu numuneye göre ortamda çok sayıda pozitif yüklü tanecik bulunabilir. Bu taneciklerden her biri spektrumda m/e değerlerine göre birer pik verirler.

Kütle spektrometresi katı, sıvı ve gaz halindeki maddelerin molekül kütlelerinin bulunması ve yapılarının belirlenmesinde kullanılan etkin bir yöntem olmakla birlikte en çok organik moleküllerinin yapı analizlerinde ve izotop bolluğu tayinlerinde kullanılır [31, 33].

2.4. Boyarmaddelerde Renk Değerlendirilmesi

2.4.1. Boyarmaddelerin renk haslıkları

Boyama işlemi sırasında boyarmaddenin verimi gibi endüstriyel uygulamalarda elverişli kılan özellikleri boyarmaddeleri ticari kılmaya yeterli değildir. Bu özelliklere ek olarak renk haslığı gibi niteliklerin de bilinmesi gerekir.

Haslık, bir tekstil materyalinin üretim ve kullanım esnasında karşılaştığı çeşitli etkenlere karşı gösterdiği direnme gücü olarak da tanımlanır. Bu tanımdan anlaşıldığı gibi haslıklar genel olarak ikiye ayrılır.

- a. Kullanım esnasında istenen haslıklar: ıslık, yıkama, sürtünme, ter, ütü v.b.
- b. Üretim esnasında istenen haslıklar: asit, alkol, soda, pişirme, klor, merseize, karbonize, kükürt, kaynatma, su v.b.

Boyalı bir materyalin en önemli özelliği renk haslıklarıdır. Fakat bir boyarmaddenin haslığı mutlak bir özellik değildir. Hem ıslık, su, ter gibi belirli bir etkene karşı, hem de boyarmaddenin uygulandığı materyale göre farklılık gösterir. Bir boyarmaddenin haslığı örneğin yün üzerinde düşük, fakat orlon üzerine yüksek olabildiği gibi, ışığa karşı yüksek, fakat diğer bir etkene (suya, klora v.b.) karşı düşük olabilir. Ülkemizde haslık test metotlarını TSE (Türk Standartları Enstitüsü) düzenlemektedir.

Yıkama ve ıslık en önemli haslıklardır. Çünkü boyamanın yıkama şartlarına ve gün ışığına karşı ne kadar dayanıklı olduğu bu haslıklar doğrultusunda anlaşılır [11, 25].

Renk haslıklarının değerlendirilmesi

Haslık değerlendirmeleri genellikle boyalı tekstil materyalinin değişik etkilere maruz bırakılmasıyla yapılır. Bu işlem sonunda renkte meydana gelen değişme ışık haslığında *mavi skala*, ışık haslığı dışındaki diğer bütün haslıklarda ise *gri skala* ile değerlendirilir.

Mavi skalanın kullanımı

Mavi skala Çizelge 2.6’da gösterilen boyalarla boyanmış 8 adet mavi renkli yün kumaştan oluşur. Mavi skala 1-8 arasına bölünmüştür. 8 ışık haslığı açısından en iyi boyayı, 1 en kötü boyayı temsil eder.

Çizelge 2.6. Mavi yün standartları için boyalar

Standardın Numarası	Boyalar
1	CI Acid Blue 104
2	CI Acid Blue 109
3	CI Acid Blue 83
4	CI Acid Blue 121
5	CI Acid Blue 47
6	CI Acid Blue 23
7	CI Solubilized Vat Blue 5
8	CI Solubilized Vat Blue 8

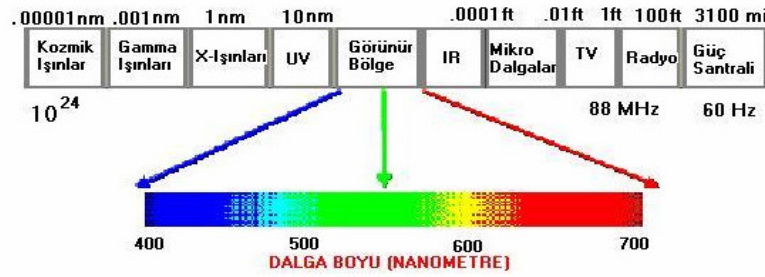
Gri skalanın kullanımı

Gri skala 5 basamaklı, algılanan renk farklılıklarını gösteren 5, 4, 3, 2 ve 1 renk haslığı değerlendirme basamakları ile belirtilen, parlak olmayan gri ve beyaz renkteki plakalar veya gri veya beyaz renkteki kumaş parçalarını içeren beş çiftten meydana gelir. Algılanan renk karşılıklarına karşı gelen 4-5, 3-4, 2-3 ve 1-2 haslık basamakları

ile tanımlanan yarım basamaklı haslık değerlerine imkan tanıyacak şekilde 9 basamağa artırılabilir [1].

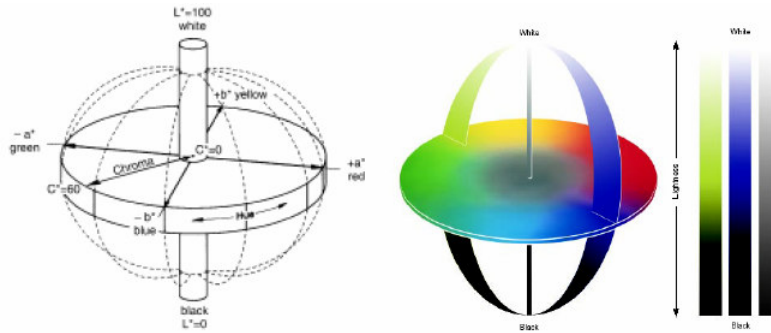
2.4.2. Renk ölçümü

Renk, insanın aklında olan fiziksel bir değerlendirmedir. Rengin insan tarafından algılanması Şekil 2.6'da da görüldüğü üzere elektromanyetik spektrumdaki görünür bölgede gerçekleşmektedir.



Şekil 2.6. Elektromanyetik spekturumda görünür bölge

Boyanmış tekstil yüzeylerinin renklerinin ölçülmesi yansıma spektrofotometreler ile yapılmaktadır. Elde edilen veriler üç boyutlu renk koordinat sisteminde değerlendirilmektedir. Bu amaçla CIELab sistemi pigment boyalı kaplamaların incelenmesinde dünya çapında benimsenmektedir. Munsell sisteminden türetilen bu sistem üç uzaysal koordinattan oluşur (Şekil 2.7).



Şekil 2.7. CIELab 3 boyutlu renk koordinat sistemi

Sistemin merkezinde beyaz nokta (U) bulunmaktadır. a (kırmızı-yeşil) ve b (sarı-mavi) eksenleri beyaz nokta üzerinde kesişirler. Üçüncü eksen ise a-b eksenlerinin oluşturduğu eksene dik gelen L ekseni olup, rengin açıklığını gösterir. CIELab renk sisteminde birbirleri ile eşit tonda bulunan renkler aynı düzlem üzerinde bulunurlar. Düzlem üzerinde renksiz noktadan rengin bulunduğu noktaya çizilen doğrunun a ekseni ile yaptığı h açısı, renk tonu (cinsi) için bir ölçektir. [7, 33].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Ekipmanlar ve Kimyasal Maddeler

Deneysel çalışmalarda kullanılan tüm ekipmanlar ve kimyasal malzemeler Çizelge 3.1 ve Çizelge 3.2’de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan ekipmanlar

Kullanılan cihaz	Kullanıldığı deney
Bruker Avance 300 MHz	¹ H NMR spektrumu
Büchi 510 Melting Point	Erime noktası tayini
EXTECH Instruments	pHmetre (boyama ve yıkama)
HOT&STIR Model:Ms300	Isıtıcı (boyama ve yıkama)
Mattson 1000 FTIR Spectrometer	IR spektrumu
Perkin Elmer Lambda 900 UV/VIS/NIR Spectrometer	L, a, b
TERMAL	Boyama
TERMAL	Etüv (ter haslığı deneyi)
TERMAL	Sürtünme haslığı
TERMAL	Yıkama haslığı
The Bausch & Lomb Spectronic 2000 Spectrophotometer System	UV spektrumu (absorbans şiddeti)
Thermo Finnigan Trace GC	Kütle spektrumu
UNICAM UV/Vis Spectrometer UV 2	UV spektrumu (λ_{max})
Xenotest 150 S+ ATLAS	Işık haslığı

Çizelge 3.2. Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasal maddeler

Kimyasal madde	Temin edilen firma	Kimyasal formülü	Kimyasal özellikler
Amonyum hidroksit	Riedel-de Haën	NH ₄ OH	Mw: 35 g/mol %26 Amonyak
Aseton	J.T.Baker	(CH ₃) ₂ CO	Mw: 58,08 g/mol % Saflık: %99
Dimetilformamit	Merk	C ₃ H ₇ NO	Mw: 73,09 g/mol % Saflık: %99,9
Disodyumhidrojen ortofosfat dodehidrat	Riedel-de Haën	Na ₂ HPO ₄ .12H ₂ O	Mw: 358 g/mol % Saflık: %98,5
Histidin monohidroklorit monohidrat	Aldrich	C ₆ H ₉ O ₂ N ₃ HCiH ₂ O	Mw: 209,50 g/mol % Saflık: %99
Potasyum bromür	Aldrich	KBr	Mw: 119 g/mol % Saflık: %99
Potasyum hidroksit	Riedel-de Haën	KOH	Mw: 56,11 g/mol %Saflık: %85
Sabun	SETAŞ	Ticari sabun	
Siyanürik klorür	Fluka	C ₃ Cl ₃ N ₃	Mw: 184,41 g/mol % Saflık: >%98
Sodyum bikarbonat	Riedel-de Haën	NaHCO ₃	Mw: 106,90 g/mol % Saflık: %99,5
Sodyum hidroksit	Riedel-de Haën	NaOH	Mw: 40 g/mol % Saflık: %99
Sodyum karbonat	Riedel-de Haën	Na ₂ CO ₃	Mw: 105,90 g/mol % Saflık: %99,5
Sodyum klorür	Riedel-de Haën	NaCl	Mw: 58,44 g/mol % Saflık: %99
7-[3-Asetilamino-5-fenilazo)-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit	Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim dalında çalışılmış olan ‘Monoklorotriazin Reaktif Boyarmaddenin Pamuklu Elyafa Uygulanması’ isimli Yüksek Lisans Tez çalışmasından alınmıştır.		

3.2. 7-[3-Asetilamino-5- (4,6-diklor-[1,3,5]triazin-2-ilamino) -fenilazo]-naftalin 1,3,6- trisülfonik asit Sentezi [14]

Siyanürik klorürün ($C_3Cl_3N_3$) (1,85 g, 0,0125 mol) %11'lik (w/v) sulu aseton çözeltisi içine ilavesiyle süspansiyon hazırlanmıştır. Temin edilen 7-[3-asetilamino-5-fenilazo]-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit (8,10 g, 0,01 mol) bu süspansiyonun içinde çözülmüştür. $5^{\circ}C$ 'un altında gerçekleşen $C_3Cl_3N_3$ 'ün boyarmadde ile reaksiyonu sırasında %10'luk (w/v) Na_2CO_3 çözeltisinin ilavesi ile pH 6-6,5 aralığında tutulmuştur. pH 6-6,5 arasında sabitlendikten sonra sıcaklık $35^{\circ}C$ 'a yükseltilmiştir. Oluşan ürün süzülerek kurutulmuştur. 5,45 g ürün (erime noktası: $165-170^{\circ}C$) elde edilmiştir.

3.3. Boyarmaddenin Karakterizasyonu

3.3.1. 1H NMR spektrumu ile boyarmaddenin organik yapısının tayini

Daha sağlıklı bir 1H NMR sonucu için öncelikle elde edilen boyarmadde kristalize edilmiştir. Boyarmaddenin dimetilformamit- d_7 (DMF- d_7) içinde çözülmesinden sonra 1H NMR spektrumu Bruker Avance 300 MHz cihazında çekilmiştir.

3.3.2. UV spektrumu ile boyarmaddenin dalga boyu tayini

Boyarmaddenin DMF içinde çözülmesiyle elde edilen çözeltinin maksimum dalga boyu UNICAM UV/Vis Spectrometer UV 2 cihazı ile tayin edilmiştir.

3.3.3. IR spektrumu ile boyarmaddenin yapısının tayini

Potasyum bromür (KBr) kullanılarak, elde edilen boyarmaddenin IR spektrumu Mattson 1000 FTIR Spectrometer cihazında çekilmiştir.

3.3.4. Kütle spektrumu ile boyarmaddenin molekül yapısının ve molekül kütlesinin tayini

DMF içinde çözülen boyarmaddenin yapısı ve molekül kütlesi, Thermo Finnigan Trace GC cihazında tespit edilmiştir.

3.3.5. Boyarmaddenin erime noktası tayini

Boyarmadde numunesi kapiler tüp içine alındıktan sonra tüp Büchi 510 Melting Point cihazına yerleştirilmiştir. Sıcaklığın artırılması ile boyarmaddenin erime sıcaklığı tayin edilmiştir.

3.4. Selülozik Elyafın Boyanması

Selülozik elyafın boyanması aşağıda belirtilen adımlarda gerçekleşmiştir.

3.4.1. Selülozik elyafın ıslatılması

11x14,5 cm² boyutunda 2 g Denizli TSE'den temin edilen, merserize olmamış, optik ağartılmış, 105 g/m² ağırlığında, %100 pamuklu dokuma kumaşı boyama işleminden önce saf su içerisinde 30 dakika bekletilmiştir.

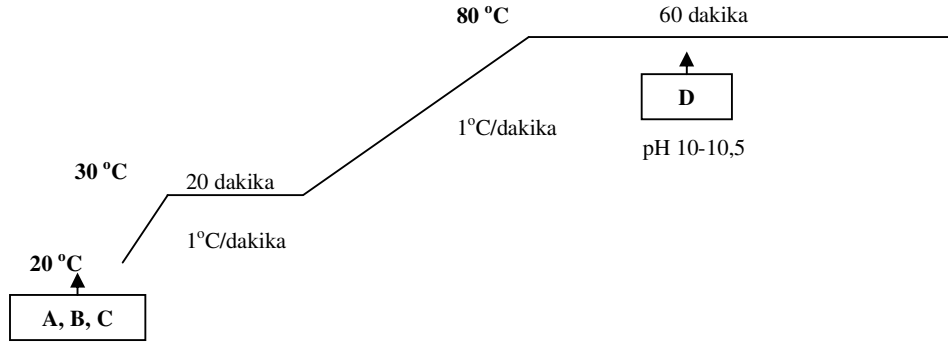
3.4.2. Çektirme yöntemine göre boyama işlemi [34]

Selülozik elyafın boyanmasında 10:1 likör oranı alınarak Çizelge 3.3'de verilen miktarlarda kimyasal maddeler kullanılmıştır.

Çizelge 3.3. Çektirme yöntemine göre boyama işleminde kullanılan kimyasal maddeler ve miktarları

Kimyasal	Miktarı
(A) Boyarmadde	0,20 g
(B) Saf su	20 mL
(C) Tuz (NaCl)	0,20 g
(D) Alkali (Na_2CO_3)	1 g

Şekil 3.1’de şematize edilen boyama işlemi gerçekleşmiştir.



Şekil 3.1. Boyama işleminin şematik görünümü

Çizelge 3.3’de verilen miktarlardaki boyarmadde, saf su ve NaCl paslanmaz çelikten oluşan boyama tüpü içine alınıp, karıştırılmıştır. Tüpün içine kumaşın rahat yerleştirilebilmesi için kumaş 2 kere katlanarak hazırlanan bu çözeltiye ilave edilmiştir. Boyama makinesi su ile doldurulduktan sonra boyama tüpü boyama makinesine yerleştirilmiştir. Boyama işleminin sıcaklık ve zaman parametreleri Çizelge 3.4’deki gibi boyama makinesinde programlanmıştır.

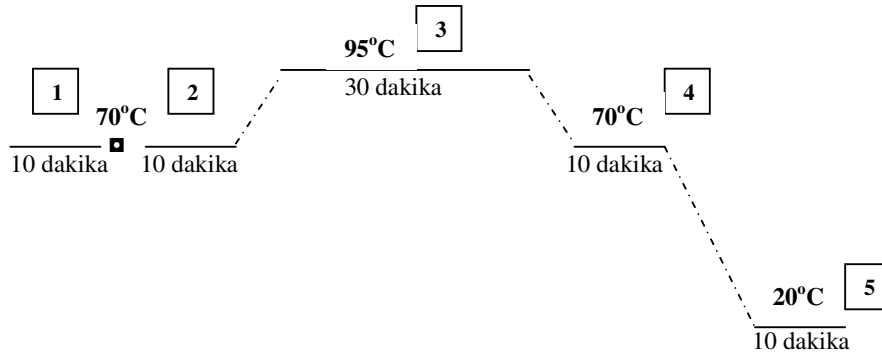
Çizelge 3.4. Boyama makinesinin program adımları

Adım no	Son sıcaklık (°C)	Süre (dakika)
1	30	10
2	30	20
3	80	50
4	80	60

Programlanan işlem sırasına göre boyama yapılırken, 4. adımda (fikse reaksiyonunda) boyama makinesi durdurulmuştur. Boyama çözeltisine Na_2CO_3 ¹ çözeltisi ilave edilerek pH 10-10,5 arasında sabitlenmiştir. Bu işlemin ardından program devam ettirilerek boyama işlemi tamamlanmıştır.

3.5. Boyanan Selülozik Elyafın Yıkama [20]

Boyama sonrası selülozik elyaf Şekil 3.2’de gösterildiği üzere 5 adımda yıkanmıştır .



Şekil 3.2. Yıkama işleminin şematik görünümü

Çizelge 3.5’de yıkama adımının süresi ve sıcaklığı verilmiştir.

¹ Fikse basamağında daha kuvvetli bir alkali olan NaOH de denenmiştir. NaOH ile pH 10,5-11 aralığına kadar artırılmıştır. Fakat kumaşta daha koyu renk tonları ve lekeler oluştuğu için NaOH kullanımı tercih edilmemiştir.

Çizelge 3.5. Yıkama işleminin adımları

Adım	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)
1	70	10
2	70	10
3	95	30
4	70	10
5	20	10

Yıkama sıcaklıkları ve süreleri sabit tutularak yıkama işleminin sadece 3. basamağında 7 farklı koşulda çalışılmıştır. Her bir yıkama deneyinin bu basamağında farklı kimyasal kullanılmıştır. Böylelikle fikse olmayan, hidroliz olmuş boyarmadde 7 farklı koşulda uzaklaştırılmıştır. Çizelge 3.6'da 3. basamakta kullanılan farklı kimyasallar ve miktarları verilmektedir.

Çizelge 3.6. Yıkama prosesinde kullanılan farklı kimyasallar

Yıkama metodu	Kimyasal	Miktar
1	NaOH	0,10 g/L
2	KOH	1 g/L
3	Na ₂ CO ₃	2 g/L
4	NH ₄ OH	2 g/L
5	NaHCO ₃	2 g/L
6	Sabun	5 damla
7	Şehir suyu	33,30 mL

3.6. Boyamanın % Çektirme Derecesi (E) ve % Fikse Oranı (T) Tayini

Boyamada kullanılan tüm kimyasal maddeler ile hazırlanan çözeltinin $\lambda_{\max}$ değeri UNICAM UV/Vis Spectrophotometer UV 2 cihazında tayin edilmiştir.

Daha sonra boyarmadde dahil olmak üzere selülozik elyafın boyanmasında kullanılan tüm kimyasal maddeleri içeren çözelti hazırlanmıştır. Daha sonra bu çözelti $2,94 \times 10^{-5}$, $5,87 \times 10^{-5}$, $11,75 \times 10^{-5}$, $23,50 \times 10^{-5}$ ve 47×10^{-5} derişimlerine seyreltilmiştir. Daha önce tayin edilen dalga boyunda The Bausch & Lomb Spectronic 2000 Spectrophotometer System cihazı ile bu derişimlerdeki çözeltilerin absorbens değerleri tayin edilerek *absorbans şiddeti-derişim* grafiğı çizilmiştir.

3.7. Yıkama Sonrası Selülozik Elyafın Renk Haslığı Testleri

Farklı yıkama şartlarının, selülozik elyafın kullanım esnasında dikkat edilecek olan yıkama, alkali-asit ter, kuru-yaş sürtünme ve ışık haslığı üzerindeki etkileri aşağıda belirtilen haslık testleri ile bulunmuştur.

3.7.1. Yıkama haslığı testleri

Yıkanan numunelerin yıkama haslığı testleri TS EN ISO 105-C06 yıkama haslığı standardına ve D1S deney şartlarına göre yapılmıştır.

3.7.2. Ter haslığı testleri

Yıkanan numunelerin ter haslığı testleri TS 398 prEN ISO 105-E04 ter haslığı standardına göre yapılmıştır.

3.7.3. Sürtünme haslığı testleri

Yıkanan numunelerin sürtünme haslığı testleri TS 717 EN ISO 105-X12 sürtünme haslığı standardına göre yapılmıştır.

3.7.4. Işık haslığı testleri

Yıkanan numunelerin ışık haslığı testleri TS 1008 EN ISO 105-B02 ışık haslığı standardına göre yapılmıştır.

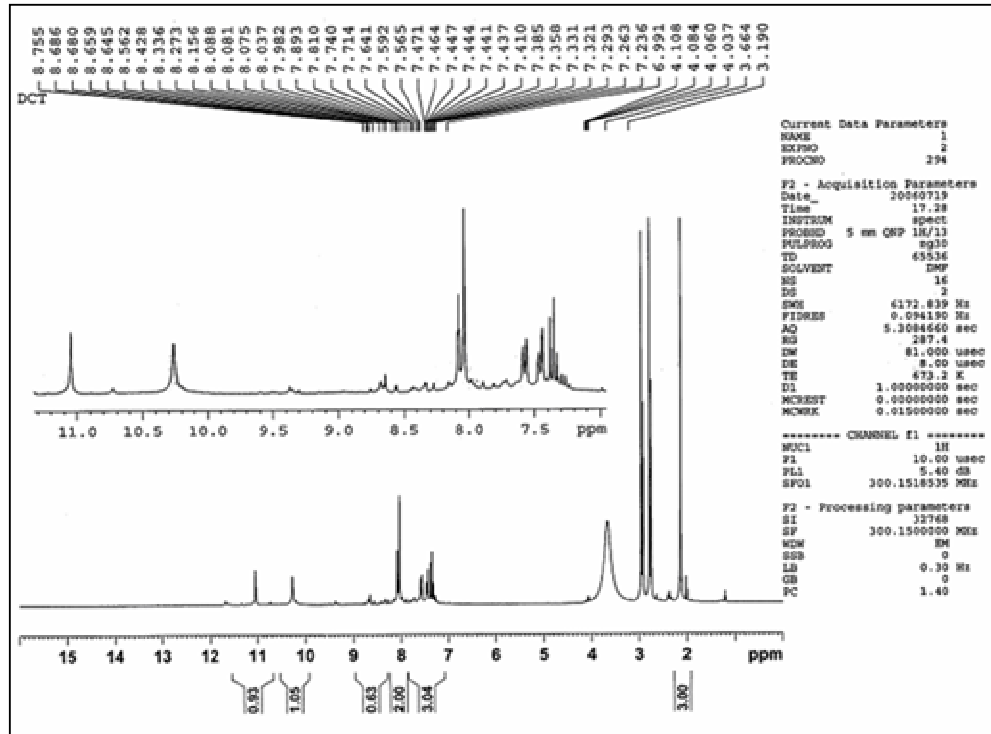
3.8. Selülozik Elyafın Renk Değerlendirmesi (L, a, b)

Boyama ve yıkama işlemlerinden sonra selülozik elyafların L, a, b değerlerine Perkin Elmer Lambda 900 UV/VIS/NIR Spectrophotometer cihazında bakılmıştır.

4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Boyarmaddenin ^1H NMR Spektrumu

Elde edilen boyarmaddenin ^1H NMR spektrumu Resim 4.1’de verilmiştir.

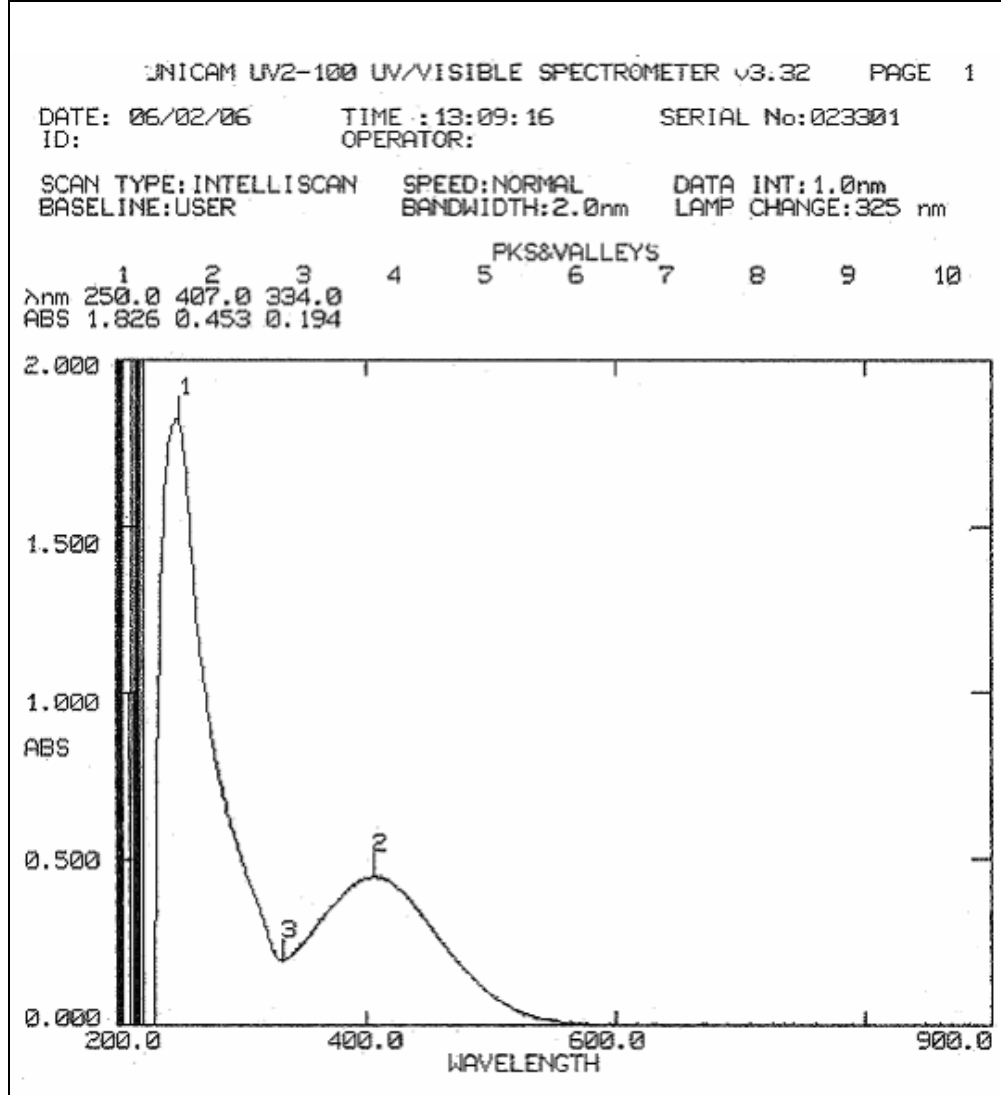


Resim 4.1. Elde edilen boyarmaddenin ^1H NMR spektrumu

Çözücü olarak kullanılan DMF'nin ^1H NMR spektrumu EK-1’de verilmiştir.

4.2. Boyarmaddenin UV Spektrumu

Elde edilen boyarmaddenin UV spektrumu Resim 4.2’de verilmiştir.

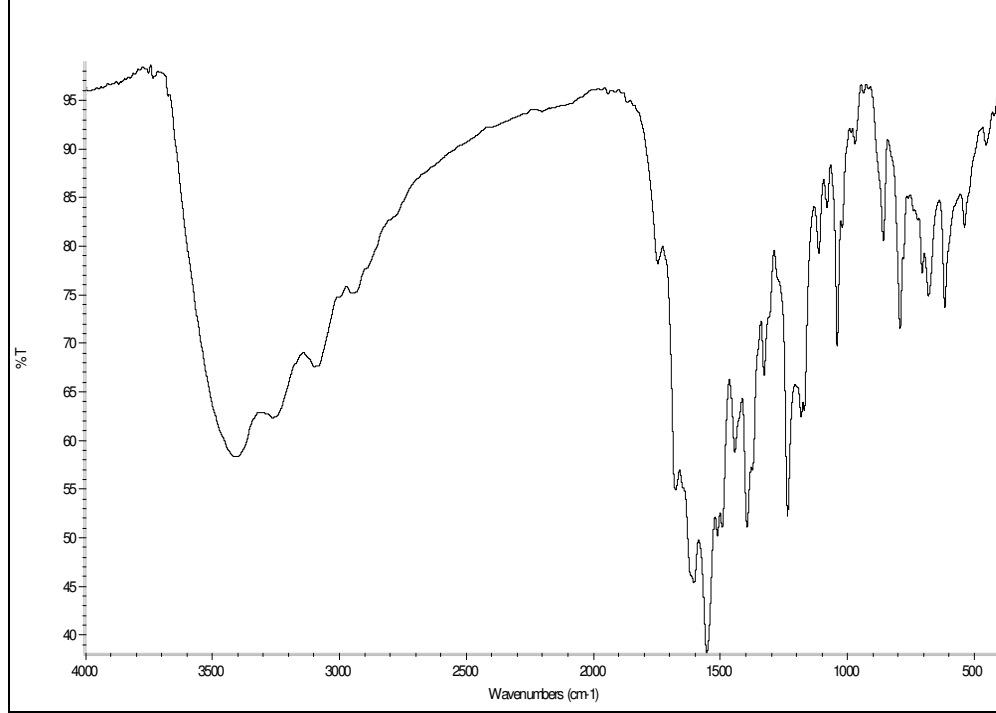


Resim 4.2. Elde edilen boyarmaddenin UV spektrumu

Elde edilen boyarmaddenin maksimum dalga boyu 407 nm bulunmuştur.

4.3. Boyarmaddenin IR Spektrumu

Elde edilen boyarmaddenin IR spektrumu Resim 4.3'de verilmiştir.

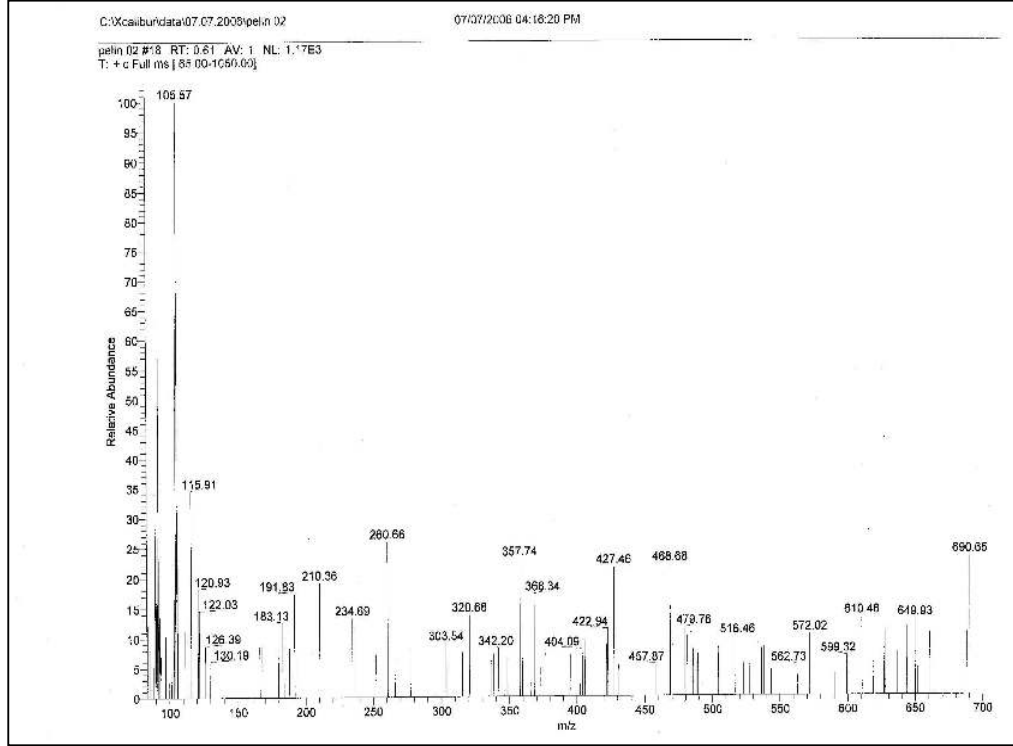


Resim 4.3. Elde edilen boyarmaddenin IR spektrumu

Burada, 1550 cm^{-1} 'deki gerilme titreşimine ait bant $\text{N}=\text{N}$ grubuna, 1650 cm^{-1} 'deki gerilme titreşimine ait bant $\text{C}=\text{O}$ grubuna, $1600\text{-}1450\text{ cm}^{-1}$ 'deki gerilme titreşimine ait bant aromatik $\text{C}=\text{C}$ grubuna, $3600\text{-}2500\text{ cm}^{-1}$ 'deki gerilme titreşimine ait bant $-\text{SO}_3\text{H}$ 'in $-\text{OH}$ grubuna, 2925 cm^{-1} 'deki gerilme titreşimine ait bant alifatik C-H grubuna, 3060 cm^{-1} 'deki gerilme titreşimine ait bant aromatik C-H grubuna aittir.

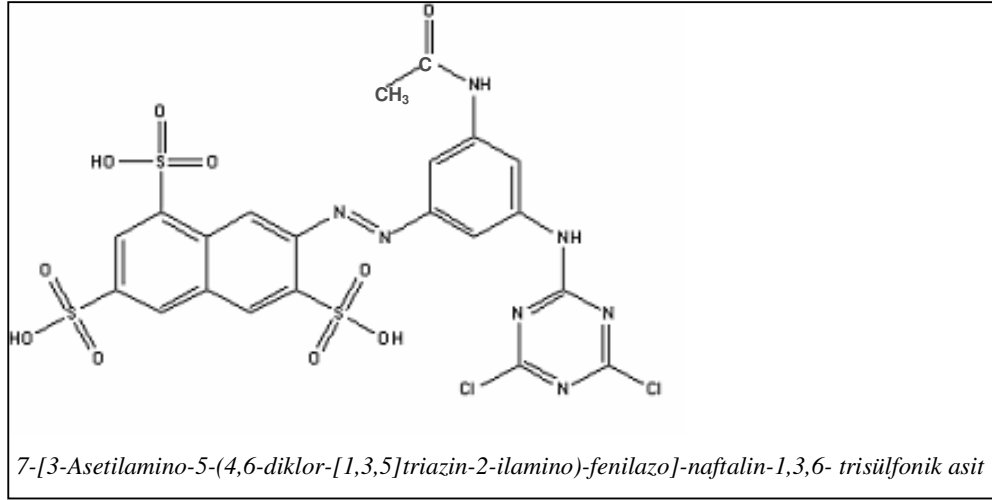
4.4. Boyarmaddenin Ktle Spektrumu

Elde edilen boyarmaddenin ktle spektrumu Resim 4.4’de verilmiştir.



Resim 4.4. Elde edilen boyarmaddenin ktle spektrumu

Bileşğin moleküler iyon piki gözlenmiştir. Elde edilen boyarmaddenin molekül kütlesi 691’dir. Resim 4.4’deki ktle spektrumuna göre elde edilen boyarmaddenin yapısal formülü Şekil 4.1’de verilmiştir.



Şekil 4.1. Elde edilen boyarmaddenin yapısal formülü

4.5. Boyama Öncesi (C₁) ve Sonrası (C₂), Yıkama Sonrası (C₃) Boyarmaddenin Derişim Hesaplamaları

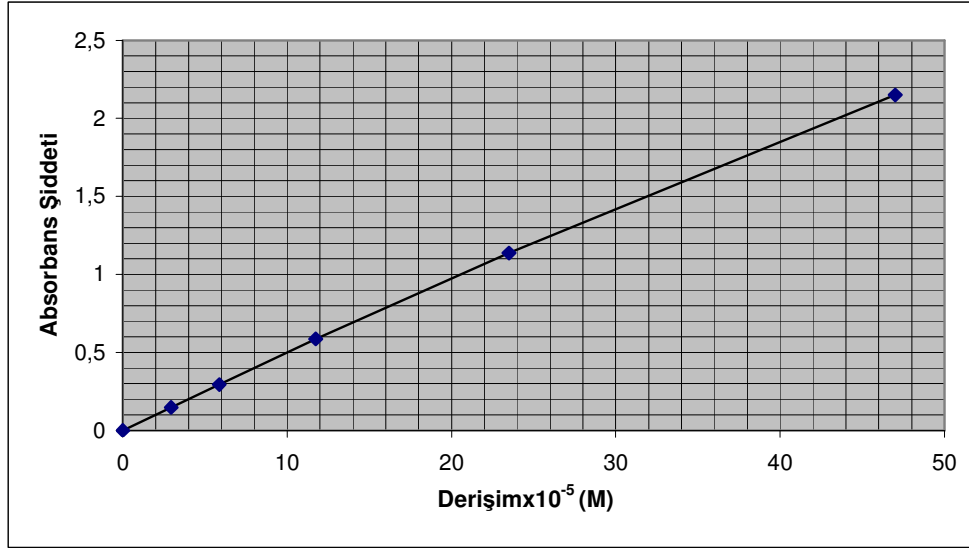
4.5.1. C₁, C₂ ve C₃ miktarlarının belirlenebilmesi için “absorbans şiddeti-derişim” grafiğinin çizimi

Boyarmadde çözeltisinin hazırlanan her bir derişiminin absorbans şiddeti Çizelge 4.1’de belirtilmiştir.

Çizelge 4.1. Absorbans şiddeti sonuçları

Çözelti	Derişim x 10 ⁻⁵ (M)	Absorbans şiddeti
1	2,94	0,148
2	5,87	0,295
3	11,75	0,587
4	23,5	1,137
5	47	2,150

Bu veriler doğrultusunda Şekil 4.2’de gösterilen grafik elde edilmiştir.



Şekil 4.2. Absorbans şiddeti-derişim-grafiğı

4.5.2. C₁, C₂ ve C₃ hesaplamaları

C₁, boyama banyosundaki konsantrasyonunun (10 g/L) elde edilen boyarmaddenin molekül ağırlığına (691g/mol) oranıdır.

$$C_1 = \frac{10 \text{ g/L}}{691 \text{ g/mol}} = 1447 \times 10^{-5} \text{ M} \quad (4.1)$$

Boyama işlemi ve farklı koşullar altında çalışılan yıkama işlemlerinin ardından boyama ve yıkama banyosunda kalan boyarmadde miktarının tayini için her bir çözeltinin absorbans şiddetine bakılmıştır. Şekil 4.2'deki grafikten yararlanılarak her bir çözeltinin absorbans değerine karşı gelen boyarmadde derişim miktarları bulunmuştur (Çizelge 4.2-Çizelge 4.9).

Çizelge 4.2. Boyama sonrası boyama banyosundaki çözeltinin boyarmadde derişimi

Absorbans şiddeti	C ₂ x 10 ⁻⁵ (M)
0,56	10,23

Çizelge 4.3. Yıkama metodu-1 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri

Yıkama adımı	Absorbans şiddeti	$C_{yıkama} \times 10^{-5}$ (M)
1	0,134	2,65
2	0,104	1,96
3	0,092	1,84
4	0,047	0,88
5	0,009	0,18

Çizelge 4.4. Yıkama metodu-2 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri

Yıkama adımı	Absorbans şiddeti	$C_{yıkama} \times 10^{-5}$ (M)
1	0,134	2,65
2	0,104	1,96
3	0,080	1,63
4	0,046	0,86
5	0,010	0,20

Çizelge 4.5. Yıkama metodu-3 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri

Yıkama adımı	Absorbans şiddeti	$C_{yıkama} \times 10^{-5}$ (M)
1	0,134	2,65
2	0,104	1,96
3	0,100	1,94
4	0,048	1,02
5	0,008	0,16

Çizelge 4.6. Yıkama metodu-4 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri

Yıkama adımı	Absorbans şiddeti	$C_{yıkama} \times 10^{-5}$ (M)
1	0,134	2,65
2	0,104	1,96
3	0,094	1,90
4	0,046	0,86
5	0,009	0,18

Çizelge 4.7. Yıkama metodu-5 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri

Yıkama adımı	Absorbans şiddeti	$C_{yıkama} \times 10^{-5}$ (M)
1	0,134	2,65
2	0,104	1,96
3	0,078	1,54
4	0,040	0,81
5	0,012	0,24

Çizelge 4.8. Yıkama metodu-6 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri

Yıkama adımı	Absorbans şiddeti	$C_{yıkama} \times 10^{-5}$ (M)
1	0,134	2,65
2	0,104	1,96
3	0,070	1,40
4	0,375	0,79
5	0,015	0,29

Çizelge 4.9. Yıkama metodu-7 ile yıkama işleminde her adım sonrası boyarmadde derişimleri

Yıkama adımı	Absorbans şiddeti	$C_{yıkama} \times 10^{-5}$ (M)
1	0,134	2,65
2	0,104	1,96
3	0,065	1,30
4	0,032	0,67
5	0,017	0,33

Çizelge 4.10. her bir farklı yıkama işleminin ardından yıkama banyosundaki toplam boyarmadde derişimlerini (C_3) vermektedir.

Çizelge 4.10 Yıkama sonrası boyarmadde derişimleri

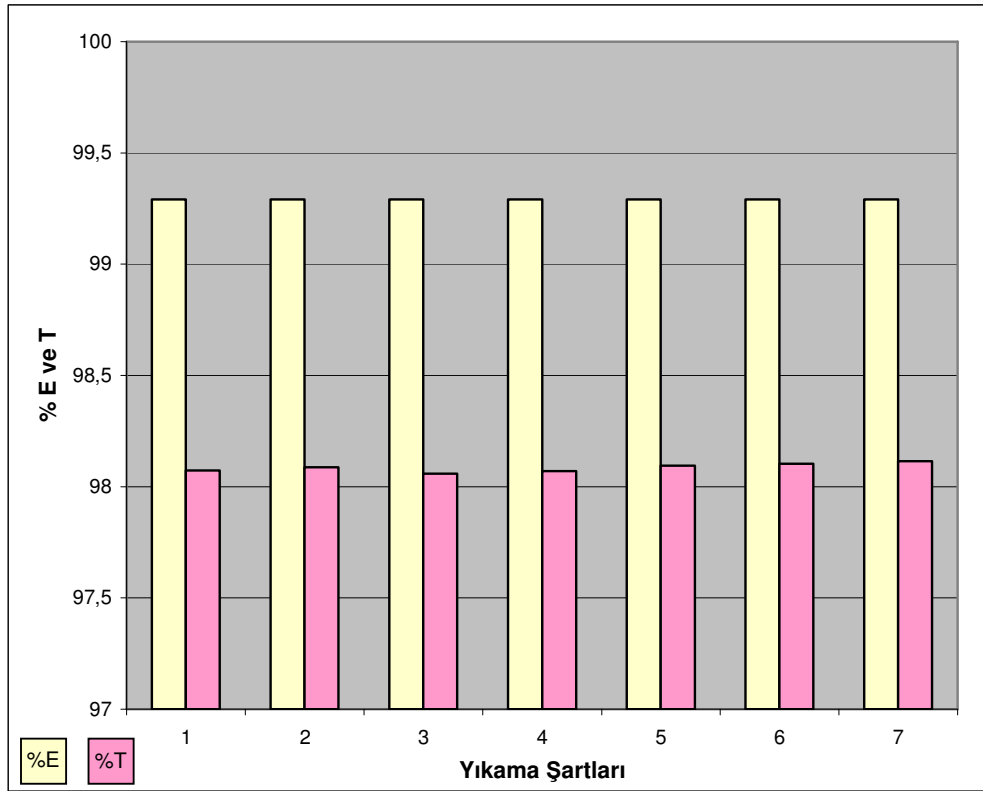
Yıkama metodu	$C_3 \times 10^{-5}$ (M)
1	7,51
2	7,30
3	7,73
4	7,55
5	7,20
6	7,09
7	6,91

4.6. % Çektirme Derecesi (E) ve % Fikse Oranı (T) Sonuçları

C_1 , C_2 ve C_3 Eşitlik 2.1 ve 2.2’de verilen formüllerdeki yerlerine konularak %E ve %T hesaplanmıştır (Çizelge 4.11-Şekil 4.3).

Çizelge 4.11. %E ve %T

Yıkama metodu	%E $[(C_1-C_2)/C_1] \times 100$	%T $[(C_1-C_2-C_3)/C_1] \times 100$
1	99,29	98,77
2	99,29	98,79
3	99,29	98,76
4	99,29	98,77
5	99,29	98,80
6	99,29	98,80
7	99,29	98,82



Şekil 4.3. %E ve %T sonuçları

4.7. Renk Haslıđı Testlerinin Sonuları

Gri ve mavi skala ile deęerlendirilen renk haslıklarının sonuları izelge 4.12’de verilmiřtir.

izelge 4.12. Gri ve mavi skala ile renk haslıđı testlerinin sonuları

Yıkama metodu	Kullanılan kimyasal	Haslıklar					
		Yıkama	Ter		Sürtünme		Iřık
			Asit	Alkali	Kuru	Yař	
1	NaOH	4-5	4-5	4-5	5	5	8
2	KOH	4-5	4-5	4-5	5	5	8
3	Na ₂ CO ₃	4-5	5	5	5	5	8
4	NH ₄ OH	4-5	4-5	4-5	5	5	7
5	NaHCO ₃	4-5	4-5	4-5	5	5	8
6	Sabun	4-5	5	5	5	5	8
7	řehir suyu	4-5	4-5	4-5	5	5	7

4.8. Boyanan Selülozik Elyafların L, a, b Sonuları

Boyalı tekstil mamulünün renk deęerlendirmeleri ile ilgili L, a, b sonuları izelge 4.13’de verilmiřtir.

Çizelge 4.13. Boyanan selülozik elyafların L, a, b sonuçları

Yıkama metodu	L	a	b
1	74,77	7,97	61,24
2	73,68	10,21	63,83
3	74	8,49	62,46
4	72,76	12,04	65,95
5	74,60	7,03	60,94
6	74,28	9,93	64,07
7	72,25	13,67	68,32

Elde edilen boyarmadde ile sabit koşullar altında boyama işlemi yapıldığı için her bir yıkama işleminin ardından birbirine çok yakın L, a, b değerleri elde edilmiştir.

Çizelge 4.13’de verilen L, a, b değerleri doğrultusunda L değerinin yüksek olmasından dolayı rengin parlak, a ve b değerlerinin EK-3-EK-9’da gösterilen eksenlerdeki yerlerinden dolayı rengin sarı olduğu görülmektedir. Sonuç olarak tüm yıkama şartlarında parlak sarı tonu elde edilmiştir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Sentezlenen reaktif boyarmaddenin ^1H NMR, UV, IR ve kütle spektrumları sonuçları bu boyarmaddenin diklorotriazin ve asetilamino reaktif gruplarını içerdiğini göstermektedir.

Elde edilen bu boyarmadde ile selülozik elyaf çektirme yöntemi kullanılarak boyanmıştır. Boyama işlemine düşük sıcaklıkta ve NaCl'ün 10:1 likör oranındaki boyama banyosuna en başta ilave edilmesi ile başlanmıştır. Burada elektrolit olarak kullanılan NaCl ile boyama esnasında boyarmaddenin selülozik elyaf yüzeyine adsorpsiyonu sağlanmaktadır. Boyama esnasında sıcaklığın artırılması ve 80°C 'da sabitlenmesinden sonra boyama banyosuna alkali olarak Na_2CO_3 ilave edilerek pH 10-10,5 arasında tutulmuştur.

Bilindiği üzere reaktif boyarmaddeler boyama esnasında sadece selülozik elyafın yapısında bulunan -OH grubuyla reaksiyona girmezler. Aynı zamanda boyama banyosundaki suyun yapısında bulunan -OH grubuyla da reaksiyona girerek hidroliz olurlar. Genellikle pH'ın yükselmesi fikse hızını arttırırken aynı zamanda boyarmaddenin hidroliz hızını da arttırmaktadır. Reaktif boyarmadde çözeltileri tek başlarına hidrolize karşı uzun süre dayanıklı olabilirler fakat alkali ilavesinden sonra hidroliz olma eğilimleri artar. Bu nedenle bu çalışmada alkali, boyama banyosuna elektrolit ile birlikte en başta ilave edilmemiştir.

Fikse basamağında Na_2CO_3 yerine daha kuvvetli alkali olan NaOH'de denenmiştir. Fakat kumaş üzerinde istenmeyen lekeler oluştuğu için NaOH boyama esnasında alkali olarak tercih edilmemiştir.

Sabit boyama koşulları altında boyanan selülozik elyaf numuneleri, fikse olmamış hidroliz olmuş boyarmaddenin uzaklaştırılması için 7 farklı koşulda yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Bu yıkama işlemleri sırasında yıkama adımlarının sıraları, sıcaklıkları ve süreleri sabit tutularak boyanan selülozik elyaf numuneleri beş farklı alkali (NaOH , KOH , Na_2CO_3 , NH_4OH , NaHCO_3), ticari sabun ve şehir suyu ile

yıkanmıştır. Yıkama koşullarındaki bu farklılığın, boyarmaddenin selülozik elyafa olan çektirme derecesine, fikse oranına ve renk haslıklarına olan etkileri bulunmuştur.

Boyama koşulları değiştirilmediği için boyarmaddenin selülozik elyaf üzerine çektirme yüzdesi tüm numuneler için %99,29 bulunmuştur. Bu yüksek yüzde, boyama esnasında NaCl elektrolitinin başarıyla boyarmaddeyi selülozik elyafa çektirdiğini gösterir. Bunun sonucunda da oldukça homojen boyamalar elde edilmiştir.

Fikse olmamış hidroliz olmuş boyarmaddenin selülozik elyaf üzerinden uzaklaştırılmasını sağlayan en iyi yıkama işleminin bulunabilmesinde her biri farklı kimyasal ile yapılan yıkama işlemlerinin sonucunda yıkama etkinliği ile fikse oranları arasında bir bağlantı kurulmuştur. Elde edilen boyarmadde yüksek reaktiflikte heterobifonksiyonel yapıda olduğu için boyama ve yıkama işlemleri sonunda yüksek fikse oranı beklenmektedir. Bu nedenle tüm farklı yıkama koşulları için birbirine yakın çok yüksek fikse oranı (yaklaşık % 98) elde edilmiştir. Bilindiği üzere heterobifonksiyonel reaktif boyarmaddelerde fikse oranı %90'ın üzerindedir.

Bunun sonucu olarak boyarmadde kaybının ve çevre kirliliğinin çok az miktarda olduğu bu çalışmanın tüm koşulları için yıkama etkinliğinin oldukça fazla olduğu söylenebilir.

Çektirme derecesi ve yıkama etkinliği boyarmaddeyi endüstriyel anlamda elverişli kılsa da ticari anlamda yeterli kılmaz. Bu özelliklere ek olarak kullanım esnasında önemli olan renk haslığı gibi niteliklerin bilinmesi gerekir. Bu amaçla yıkama, ter, sürtünme ve ışık haslığı testleri yapılmıştır. Tüm haslık testleri sonuçları beklenildiği üzere yüksek değerlerde olup, Na_2CO_3 ile yıkanan selülozik elyaf numuneleri en iyi haslık değerlerine sahiptir.

Özellikle yıkama ve sürtünme gibi yaş haslıklarının yüksek olması için boyama sonunda yıkama işlemi çok önemlidir. Bu yüksek haslık değerleri tüm farklı koşullar

altında da olsa başarılı yıkama işlemlerinin yapıldığını göstermektedir. Sonuç olarak çevre duyarlılığı olan bu çalışma, hem üretim hem de tüketim esnasında avantajlar sağlamaktadır.

Tüm bu testlerin ardından boyanan selülozik elyaf numunelerinin renk ölçümleri incelendiğinde L, a, b değerlerine göre renklerinin parlak sarı tonu olduğu (b eksen pozitif kısım) doğrulanmıştır.

Bundan sonraki çalışmalar için boyama şartları da değiştirilerek optimum boyama parametrelerinin hesaplanması öneri olarak sunulabilir.

KAYNAKLAR

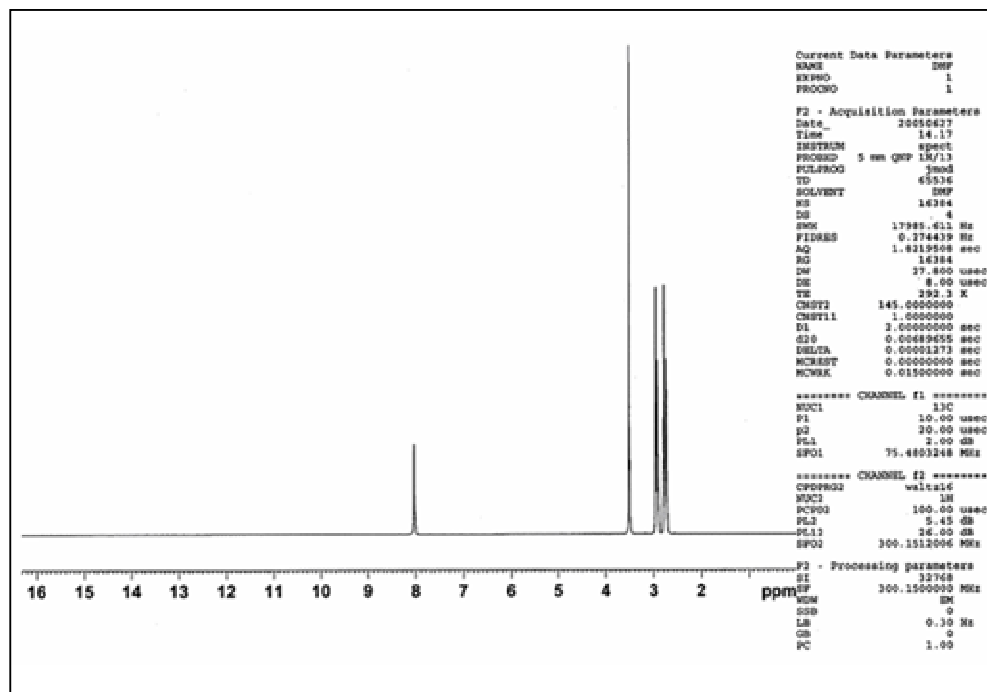
1. Zıba, C.A., “Pamuğun elyaf halinde boyanabilme yöntemlerinin araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, *K.S.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kahraman Maraş, 50-51 (2000).
2. Özen, İ., “Elektrolit ilavesinin anyonik boyarmaddelerle boyamaya etkisi, Yüksek Lisans Tezi, *Ege Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü*, İzmir, 34-47 (2001).
3. Tekstil ve Giyim Sanayi Özel İhtisas Komisyonu Raporu, Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı, *Devlet Planlama Teşkilatı Yayını*, DPT:2549-ÖİK:565, Ankara (2001).
4. Akçakoca, E.P., Özgüney, A.T., Atav, R., “The efficiency of washing agents in the post-dyeing removal of hydrolized reactive dye”, *Dyes and Pigments*, 71: 214-218 (2006).
5. “Maddeler Göre Dış Ticaret 2000”, *T.C Başbakanlık Devlet İstatistik Enstitüsü Yayını*, Ankara, 253-254 (2000).
6. Tarakçıoğlu, I., Reaktif boyarmaddelerle çektirme yöntemine göre boyamalarda bazı yeni gelişmeler, *Tekstil&Teknik*, İstanbul, 21-28 (1990).
7. Tekstil Mamullerinin Çektirme Yöntemine Göre Boyanması Deney Föyü, *Çukurova Üniversitesi Tekstil Mühendisliği*, Adana, 2,13 (2006).
8. Kalyoncu, S., “Yumuşatıcı ve fiksatorlerin reaktif boyarmaddeler ile boyanmış kumaşların haslıkları üzerine olan etkileri”, Yüksek Lisans Tezi, *Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı*, İzmir, 5 (2002).
9. Hunger, K., “Industrial Dyes Chemistry, Properties, Applications”, *Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGo.A*, Germany, 3-5, 10-11, 113-133, 339-358, 625-639 (2003).
10. Başer, İ., İnanıcı, Y., “Boyarmadde Kimyası”, *Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Tekstil Eğitimi Bölümü*, İstanbul, 7-17, 47-126 (1990).
11. Trotman, E.R., “Dyeing and Chemical Technology of Textile Fiber”, *M.B.E, Ph.D*, Charles Griffin and Company, 37-40, 59-63, 349-354, 540-554, 645-647 (1975).
12. “D1/1/A.Ö-00/2”, *Rekabet Kurumu*, İstanbul, 4 (2000).

13. Rys, P., Zollinger, H., "Fundamentals of Chemistry and Application of Dyes", **Wiley-Interscience Publication**, Zurich, 43-46, 62-69 (1972).
14. Taylor, J.A., Pahsa, K., Philips, D. A.S., "The dyeing of cottons with heterobifunctional reactive dyes containing both a monochlorotriazinyl and chloroacetyl amino reactive group", **Dyes and Pigments**, 51: 145-152 (2001).
15. Johnson, A., "The theory of coloration of textiles", **Society of Dyers and Colorists**, 308-313, 428-473 (1989).
16. Özcan, Y., "Tekstil elyaf ve boyama tekniği", **İstanbul Üniversitesi Kimya Fakültesi**, İstanbul, 434 (1980).
17. Zollinger, H., "Color Chemistry, Synthesis, Properties and Application of Organic Dyes and Pigments", **Weinheim**, Germany, 4-9, 167-180, 268-274, 404-407 (1991).
18. Gordon, P.F., Gregory, P.G., "Organic Color in Chemistry", **Imperial Chemical Industries**, 23-28 (1987).
19. Burkinshaw, S.M., Anthoulas, A., "The wash-off reactive dyes on cellulosic fibres. Part 1: Dichlorotriazinyl dye on cotton", **Dyes and Pigments**, 31: 171-193 (1996).
20. Burkinshaw, S.M., Katsarelis, D., "A study of wash-off and aftertreatment of dichlorotriazinyl reactive dyes on cotton", **Dyes and Pigments**, 29: 139-153 (1995).
21. Tezer, S., "Investigation of bisorption of reactive dyes existing in textile wastewaters", Yüksek Lisans Tezi, **Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 3-7 (2002).
22. Allen, R.L.M., "Color Chemistry", **Imperial Chemical Industries**, 201-223 (1971).
23. Isıyel, H., "Bazı reaktif boyarmaddelerin farklı koşullardaki boyama özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, **İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, İstanbul, 23-26 (1997).
24. Ahmed, N.S.E., "The use of sodium edate in dyeing of cotton with reactive dyes", **Dyes and Pigments**, 65: 221-225 (2005).
25. Cegarra, J., Puente P., Valldeperas, J., "The Dyeing of Textile Materials", **Textilia Istituto per la Tradizione e la Tecnologia Tessile**, Italy, 140-158, 467-486 (1992).

26. Burkinshaw, S.M., Katsarelias, D., “The wash-off reactive dyes on cellulosic fibres. Part 4: The use of different alkalis with monochlorotriazinyl dyes on cotton”, *Dyes and Pigments*, 35: 249-259, (1997).
27. Eren, H.A., “Tekstil terbiyesinde temiz üretim yaklaşımı çerçevesinde boyama sonrası yıkamaların incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı*, Bursa, 20 (1999).
28. Burkinshaw, S.M., Katsarelias, D., “The wash-off reactive dyes on cellulosic fibres. Part 2: Monochlorotriazinyl dyes on cotton”, *Dyes and Pigments*, 33: 11-31 (1997).
29. Erhan, E., “Reaktif baskı sonu yıkamalarına etki eden parametrelerin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı*, Bursa, 16, 20, 22 (2001).
30. Cibacron-C Documents, *Reactive Dyes Basic Principles*, Ciba-Geigy, 49 (1996).
31. Türker, A.R., Hasdemir, E. Ve Yıldırım, Y., “Enstrümantel Analiz Laboratuvarı 2. Baskı”, *Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Matbaa Eğitimi Bölümü*, Ankara, 71-78 (1994).
32. Gündüz, T., “İnstrümantal Analiz”, *Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü*, Ankara, 185, 204 (1997).
33. Valz, H.G., “Industrial Color Testing”, *Wiley-VCH*, Germany, 23-29 (2001).
34. Bahrini, Z., Burkinshaw, S.M., “A study of dyeing cotton with commercial dichlorotriazinyl reactive dyes”, *Dyes and Pigments*, 27: 169-182 (1995).

EKLER

EK-1 DMF'in ^1H NMR spektrumu



EK-2 Boyanan numunenin NaOH ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri

```

Method          : c:\uvwinlab\meth900\alpay.mcx
Information     :
Mode            : STANDARD

Spectrum        : SERCAN1.SP
Information     :

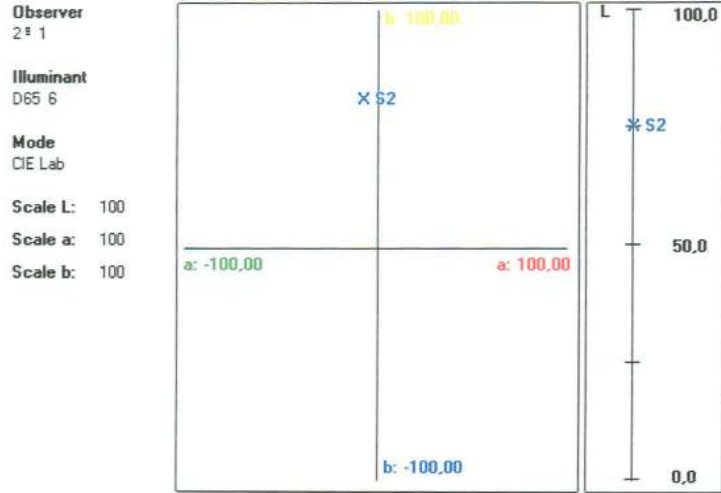
Illuminant      : D65
Observer       : 2 °                CIE Year : 1931

CIE X,Y,Z
CIE X          : 48,37      CIE Y      : 47,91      CIE Z      : 11,76

CIE Y,x,y
CIE Y          : 47,91      CIE x      : 0,4477      CIE y      : 0,4434

CIE L*,a*,b*
L*             : 74,77      a*         : 7,97         b*         : 61,24
Cab*           : 61,75      hab*        : 82,59

```



EK-3 Boyanan numunenin KOH ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri

```

Method                : c:\uvwinlab\meth900\alpay.mcx
Information           :
Mode                  : STANDARD

Spectrum              : SERCAN2.SP
Information            :

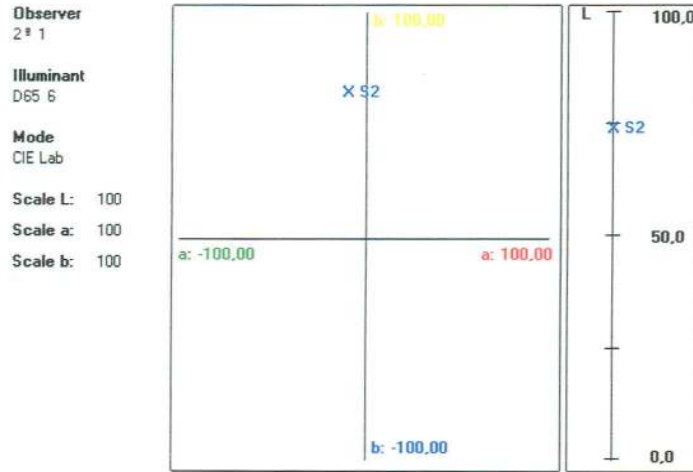
Illuminant             : D65
Observer              : 2 °                      CIE Year : 1931

CIE X,Y,Z
CIE X                  : 47,49      CIE Y          : 46,21      CIE Z          : 10,19

CIE Y,x,y
CIE Y                  : 46,21      CIE x          : 0,4571      CIE y          : 0,4448

CIE L*,a*,b*
L*                     : 73,68      a*             : 10,21      b*             : 63,83
Cab*                   : 64,64      hab*           : 80,91

```



EK-4 Boyanan numunenin Na_2CO_3 ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri

```

Method          : c:\uvwinlab\meth900\alpay.mcx
Information     :
Mode           : STANDARD

Spectrum       : SERCAN3.SP
Information     :

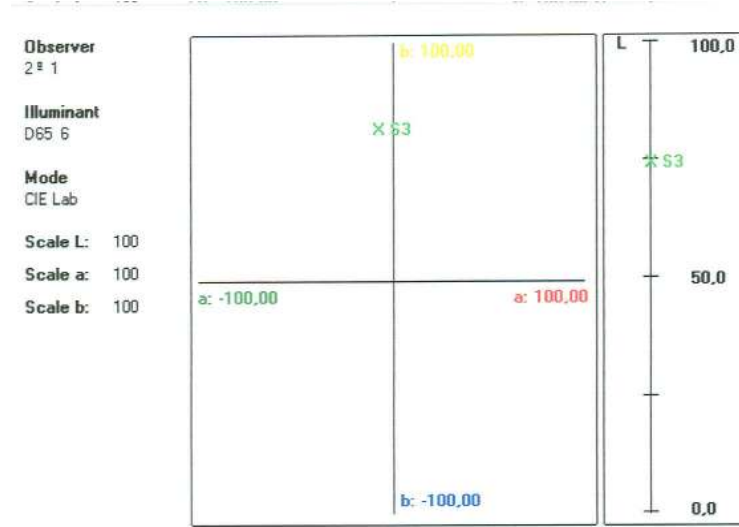
Illuminant      : D65
Observer       : 2 °                CIE Year : 1931

CIE X,Y,Z
CIE X          : 47,37      CIE Y      : 46,71      CIE Z      : 10,85

CIE Y,x,y
CIE Y          : 46,71      CIE x       : 0,4515     CIE y       : 0,4451

CIE L*,a*,b*
L*             : 74,00      a*          : 8,49       b*          : 62,46
Cab*           : 63,04      hab*        : 82,26

```



EK-5 Boyanan numunenin NH₄OH ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri

```

Method          : c:\uvwinlab\meth900\alpay.mcx
Information      :
Mode            : STANDARD

Spectrum        : SERCAN4.SP
Information      :

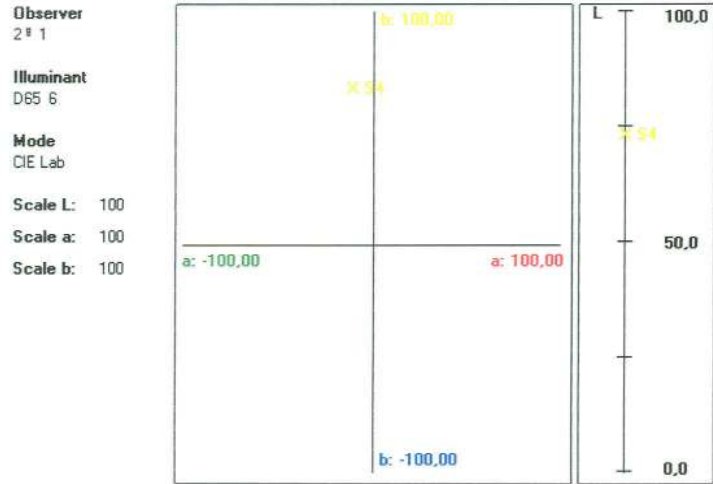
Illuminant      : D65
Observer        : 2 °                CIE Year : 1931

CIE X,Y,Z
CIE X           : 46,73      CIE Y      : 44,80      CIE Z      : 8,99

CIE Y,x,y
CIE Y           : 44,80      CIE x      : 0,4649      CIE y      : 0,4457

CIE L*,a*,b*
L*              : 72,76      a*         : 12,04      b*         : 65,95
Cab*            : 67,04      hab*        : 79,65

```



EK-6 Boyanan numunenin NaHCO₃ ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri

Method : c:\uvwinlab\meth900\alpay.mcx
 Information :
 Mode : STANDARD
 Spectrum : SERCAN5.SP
 Information :

Illuminant : D65
 Observer : 2 ° CIE Year : 1931

CIE X,Y,Z
 CIE X : 47,77 CIE Y : 47,64 CIE Z : 11,77

CIE Y,x,y
 CIE Y : 47,64 CIE x : 0,4457 CIE y : 0,4445

CIE L*,a*,b*
 L* : 74,60 a* : 7,03 b* : 60,94
 Cab* : 61,34 hab* : 83,42

Observer
 2° 1

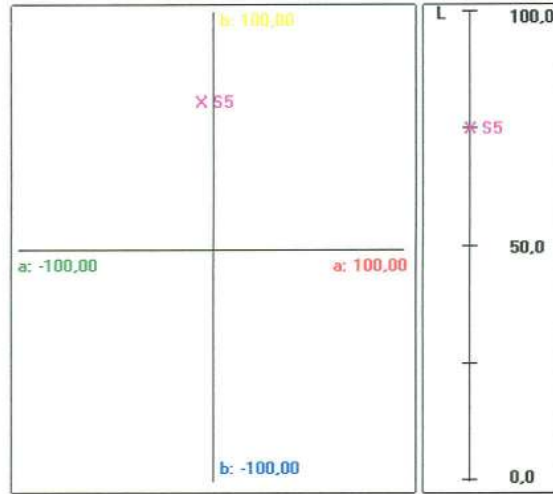
Illuminant
 D65 6

Mode
 CIE Lab

Scale L: 100

Scale a: 100

Scale b: 100



EK-7 Boyanan numunenin ticari sabun ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri

Method : c:\uvwinlab\meth900\alpay.mcx
 Information :
 Mode : STANDARD
 Spectrum : SERCAN6.SP
 Information :

Illuminant : D65
 Observer : 2 ° CIE Year : 1931

CIE X,Y,Z
 CIE X : 48,32 CIE Y : 47,14 CIE Z : 10,46
 CIE Y,x,y
 CIE Y : 47,14 CIE x : 0,4562 CIE y : 0,4451
 CIE L*,a*,b*
 L* : 74,28 a* : 9,93 b* : 64,07
 Cab* : 64,83 hab* : 81,19

Observer
 2° 1

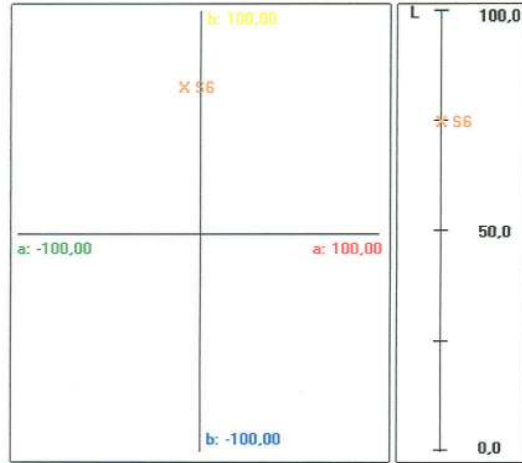
Illuminant
 D65 S

Mode
 CIE Lab

Scale L: 100

Scale a: 100

Scale b: 100



EK-8 Boyanan numunenin şehir suyu ile yıkanması sonucu L, a, b değerleri

```

Method                : c:\uvwinlab\meth900\alpay.mcx
Information            :
Mode                  : STANDARD

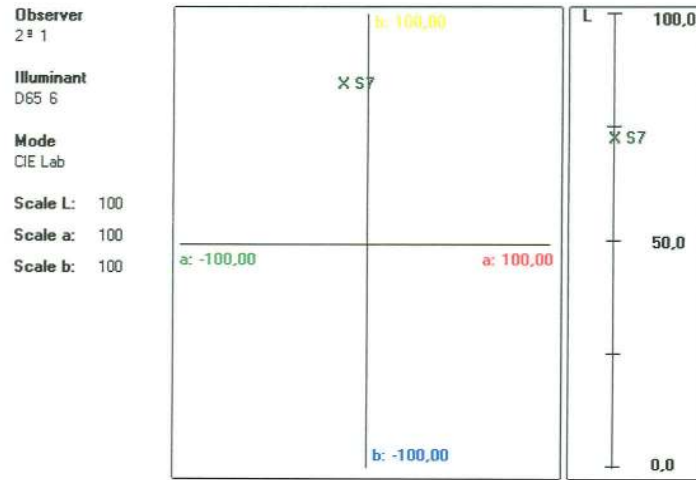
Spectrum              : SERCAN7.SP
Information            :

Illuminant            : D65
Observer              : 2 °                      CIE Year : 1931

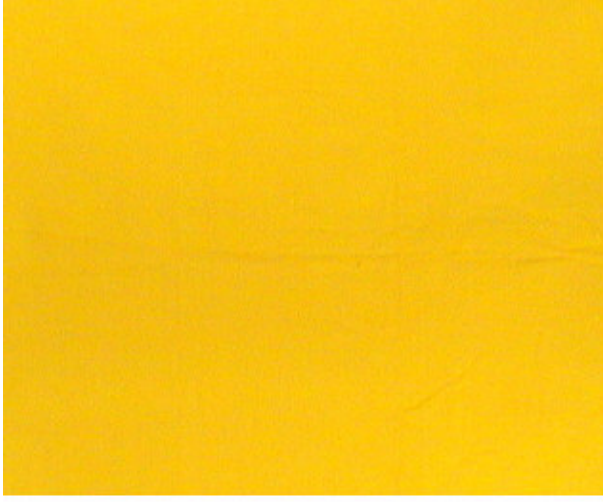
CIE X,Y,Z
CIE X                : 46,53      CIE Y      : 44,04      CIE Z      : 8,02

CIE Y,x,y
CIE Y                : 44,04      CIE x      : 0,4720      CIE y      : 0,4467

CIE L*,a*,b*
L*                   : 72,25      a*         : 13,67      b*         : 68,32
Cab*                 : 69,68      hab*        : 78,68
  
```



EK-9 Boyanan kumaşın Na_2CO_3 ile yıkandıktan sonraki resmi



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : TURHAN, Sercan
Uyruğu : T.C.
Doğum tarihi ve yeri : 21.02.1981 Ankara
Medeni hali : Bekar
Telefon : 0 (533) 217 56 12
e-mail : turhan.sercan@gmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Lisans	Gazi Üniversitesi Kimya Mühendisliği	2003
Lise	Arı Fen Lisesi	1999

İş Deneyimi

Tarih	Yer	Görev
2004- 2005	İSSE Int.Sağ.Ür.İth.İhr.	Pazarlama Grup Müdürü
2006-	SONMAK A.Ş	Kimya Mühendisi

Yabancı Dil

Çok iyi seviyede İngilizce, orta seviyede Almanca

Hobiler

Dans etmek, sinemaya gitmek, kitap okumak, bowling oynamak, yüzmek