

**T.C.  
DİCLE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BAZI N-SÜBSTİTÜE ANTRANİLİK ASİTLERİN  
TELLÜRYUM TÜREVLERİNİN HAZIRLANMASI VE  
BOYARMADDE ÖZELLİKLERİNİN  
ARAŞTIRILMASI**

**Mustafa COŞKUN**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**KİMYA ANABİLİM DALI**

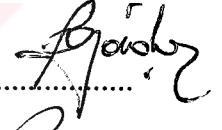
**DİYARBAKIR**


**MART 1996**


**T.C.**  
**DİCLE ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRLÜĞÜNE**  
**DIYARBAKIR**

Bu çalışma Jurimiz tarafından KİMYA Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyelerinin Ünvanı, Adı ve Soyadı: İmzası

Başkan : Prof. Dr. Recep Ziyadanoğulları 

Üye : Yrd. Doç. Dr. Fuat Gürel 



Üye : Yrd. Doç. Dr. Eray TOPAL 

Üye : .....

Yukarıdaki bilgilerin doğruluğunu onaylarım.

08.04/1996

Enstitü Müdürü

İmza/Mühür  
Prof. Dr. Zalkıy GÜNELİ   


## ÖNSÖZ

Toplumsal deęişmelerin yarattığı ya da getirdiğı yeni ortam, insanın etrafında yeni bir uyarıcı ağı ve çok deęişmiş yaşama koşulları yaymaktadır. Bu nedenle bilimsel eser :

Hiç bir deęer yargısı kurmamalıdır .

Okuyucunun kendisini nesnel gerçekten uzaklaştırabilecek iyi ya da kötü her türlü dilek ve duygudan kurtulmalıdır.

Özellikle çok önemli olan, sorun ve sorunların nesine, nelerine öncelik verilmeli, bunu önceden bilmek, önceden düşünebilmektir. Aslında pozitivizm bir gerçeklik hat-ta bir şeyciliktir. Fakat toplumsalın nesneliğı hiç bir şekilde bir doğacılığa (natüralizme) indirgenemez. Çünkü doğacılık, her gerçeğı doğal gerçeklere indirgeyen bir öğretilerdir.

Araştırma konusu olan herşey belirli bir şekilde ya da toplumsal gerçeğın bir ol-gusu olarak tek başına ayrı olarak incelenir. Üzerine başka şeylerin katılmadığı ya da başka şeylerle birleşmediğı bir biçimde incelenir. Çünkü, düşünce gelişme ve deęişmeyi birden bire algılayamaz.

Bu çalışmada ilginiz, katkınız ve önerinizle dahada iyiye ulaşacağıma canı gönülden inanıyorum.<sup>1,2,3</sup>

## TEŐEKKÜR

Bu alıŐma, Dicle Üniversitesi Eđitim Fakóltesi Kimya Eđitimi Anabilim Dalı BaŐkanı Sayın Hocam **Yrd. Do. Dr. Giray TOPAL**'ın danıŐmanlıđında y¼r¼t¼lm¼Őt¼r. alıŐmamda ihtiya hissettiđim konularda yardımlarını esirgemediđinden ¼t¼r¼ kendisine teŐekk¼r¼ bir bor bilirim.

Bu alıŐma esnasında, baŐarıya ulaŐmamda emeđi **geen** t¼m ¼đretim elemanlarına ve manevi desteklerini esirgemeyen ArŐ.Gör. arkadaşlarıma m¼teŐekkirim.

ArŐ. Gör. Mustafa COŐKUN



## İÇİNDEKİLER

	SAYFA
<b>ÖNSÖZ</b>	<b>I</b>
<b>TEŞEKKÜR</b>	<b>II</b>
<b>AMAÇ</b>	<b>V</b>
<b>ÖZET</b>	<b>VI</b>
<b>1. GİRİŞ</b>	<b>1</b>
1.1 Genel Bilgiler	1
<b>2. RENKVE RENKLİLİK</b>	<b>4</b>
2.1 Renk	4
2.2 Renklilik	7
<b>3. BOYARMADDE TARİHÇESİ VE BOYAMA</b>	<b>9</b>
3.1 Boyarmadde Tarihçesi	9
3.2 Çeşitli Kimyasal Mordanlar	10
3.3 Uygulama Alanına Göre Boyarmaddeler	10
3.4 Boyama	15
3.5 Boyaların Adlandırılması	18
3.6 Dünyada Boyarmadde Üreten Başlıca Firmalar	19
<b>4. TELLÜR ELEMENTİ HAKKINDA GENEL BİLGİ</b>	<b>21</b>
4.1 Bulunuşu ve Özellikleri	21
4.2 Organotellür Bileşiklerinin Sınıflandırılması	22
<b>5. DENEYSEL BÖLÜM</b>	<b>25</b>
5.1 Deney Koşulları	25
5.2 Tellüryum Tetra Bromür Sentezi	26
5.3 N - o - Karboksi Fenil Antranilik Asit Sentezi	26

5.4	N-p-Nitro Fenil Antranilik Asit Sentezi	27
5.5	4 [2 - karboksi anilino] Azobenzen Sentezi	28
5.6	N - Benzil Antranilik Asit Sentezi	28
5.7	N - P -Toluil Antranilik Asit Sentezi	29
5.8	N - Fenil Antranilik Asit Sentezi	29
5.9	Bis[N-p-nitro fenil-o-karboksi anilino] Tellüryum Monobromür	30
5.10	Bis [4 (2 - karboksi anilino) azobenzenin] Tellüryum Monobromür	31
5.11	Bis [N-benzil-o-karboksi anilino] Telüryum Dibromür	32
5.12	Bis[N-fenil-o-karboksi anilino] Telüryum Dibromür	32
5.13	Yün, Pamuk ve Naylon Elyafların Boyanması	33
5.13.1	Azo Grubu Taşıyan Türevle Boyama	33
5.13.2	Fenil Grubu Taşıyan Türevle Boyama	33
5.13.3	Benzil Grubu Taşıyan Türevle Boyama	33
5.13.4	Nitro Grubu Taşıyan Türevle Boyama	34
6.	<b>SONUÇ VE TARTIŞMA</b>	35
7.	<b>TABLO VE ŞEKİLLER</b>	41
8.	<b>KAYNAKLAR</b>	78
9.	<b>ÖZGEÇMİŞ</b>	81

## AMAÇ

Doğal elyaf boyamacılığı, bitkisel ve hayvansal kökenli boyarmaddelerden yararlanılarak yapılan bir işlemdir. Doğal boyarmaddelerin yeterli miktarda üretilmemesi nedeniyle, 1856 yılında **Perkin (1838 - 1907)** tarafından **Mauvein**'in sentezi ile hızlı bir şekilde sentetik boyarmadde üretilmeye başlanmıştır.

Sentetik boyarmaddelerin endüstriyel düzeyde üretilmesi, doğal boyarmaddelerin üretimini azaltmıştır. Bu durum gözönüne alınarak, antranilik asit türevlerinin hazırlanması ve bu türevlerin tellüryum tetrabromür ile etkileşmiş ürünlerinin, boyarmadde karakteri taşıyıp taşımadığı bir kaç örnekle; yün, pamuk ve naylonu boyayıp boyamadığı amaçlanmış ve düşüncenin doğruluğu ispatlanmaya çalışılmıştır.

Bizi bu çalışmaya iten, Montignie ve arkadaşlarının 1960 yılında yaptıkları bir çalışmadır. Bu çalışmada Montignie antranilik asitin  $\text{TeBr}_4$  ile etkileştirildiğinde bir boyarmadde oluşturduğunu öne sürmüştür. Biz de bazı N-süstitüe antranilik asit türevleri hazırlayarak aynı reaksiyonu yapmayı ve elde ettiğimiz yeni maddelerin boyarmadde özelliği taşıyıp taşımadıklarını araştırmayı amaçladık.<sup>4</sup>

Bu düşünceden hareketle N-süstitüe antranilik asit türevlerinin bilinen yöntemlerle hazırlanması düşünülmüş ve bu türevlerden dört tanesinin  $\text{TeBr}_4$  ile etkileştirilerek yeni bazı diorgano tellüryum dihalojenürlerin sentezinin yapılması amaçlanmıştır.

## ÖZET

Bu çalışmada antranilik asidin tellüryum türevlerinin hazırlanması ve bu türevlerin; yün, pamuk ve naylon elyafı asidik ortamda boyayıp bayamadığı incelenmiştir.

Yaptığımız araştırma sonucunda: sentezlediğimiz maddelerin fonksiyonel grubunun değişmesi renk üzerinde önemli değişikliklere sebebiyet verdiği için, azo grubu taşıyan boyarmaddenin değişik mordanlarla yün, pamuk ve naylonu değişik renklere boyadığı kanıtlanmıştır.

Sentezlediğimiz antranilik asit türevleri çeşitli yollarla önceden sentezlendiği halde bu asidin tellüryum türevlerinin sentezi yapılmamıştı. Aynı zamanda boyarmadde özellikleri de araştırılmamıştı.

Bu çalışmada N-fenil, N-benzil, N-p-nitrofenil, N-o-karboksifenil, N-p-toluil antranilik asitlerle, 4[2-karboksi anilino]azobenzen sentezi bilinen yöntemlerle yapılmış, sonuçların literatürle uyum içinde olduğu spektroskopik yöntemlerle kanıtlanmıştır. Daha sonra bu türevlerden hareketle dört yeni bis[diorgano] tellüryum mono halojenür ve yine iki yeni bis[diorgano]tellüryum dihalojenür bileşiği sentezlenmiştir. IR, <sup>13</sup>C NMR, <sup>1</sup>H NMR, element analizi ve M.A tayini gibi spektroskopik verilerle dört yeni türevin yapıları aydınlatılmıştır.



## RÉSUMÉ

Dans cette étude, On a examiné des dérivés Te de l'acide antranilique, S'il peut colorier en laine, en coton et en fibres de nylon au milieu acide.

À la fin de notre étude, il a prouvé les substances qu' on a déjà fait synthèse. Changement la groupe fonctionnelle cause important changement, substance à colorier, que porte la groupe azo, en différentes mordans. Colorier en différences colore de laine, coton et nylon.

Les dérivés de l'acide antranilique qu'on a fait la syntè malgré qu'il a fait synthèse en différences façon, on n' a pas déjà, non seulement fait la synthè de dérives Te de l'acide antranilique; mais aussi, on n' a pas fait la recherche de propriétés de substance à colorier.

Il a aussi prouvé la methode spectroscopique dans cette etude les synthèses de l'acide antranilique azobenzène N-fénil, N-benzil, N-p-nitrofénil, N-o-carboxifénil, N-p-toluil, 4[2-carboxi anilino] des résultats qui a fait par des methodes connues est dans une harmonie avec la littérature de chmie, Et puis, en commencement de ces dérivés, on a fait la synthèse de quart nouveaux bis[diorgano alkilamino] téllurium monohalojenure et dihalojenure IR,  $^{13}\text{C}$  NMR,  $^1\text{H}$  NMR, analyse de l'élémente et détermination de la masse de la maulécule avec les données spectroscopique, on a fait éclairer des structures de ces quatre nouvelles dérivés.

## 1.GİRİŞ

### 1.1 Genel Bilgiler :

İlk organik tellüryum bileşiği olan "dietil tellüryum" sulu ortamda dumanlı sülfirik asit, baryum etoksit ve disodyum tellüritten 1840 yılında **Friederich WÖHLER** tarafından hazırlandı.<sup>5</sup>

Yalnız 1840-1900 yılları arasında altmış yıllık periyod boyunca tellüryum bileşikleri ihtiva eden yirmi adet yayın tespit edilmiştir. 1910 - 1920 yılları arasında **Karl LEDERER** bir seri makale yayınladı. Berichte'de yayınlanan bu makaleler, aril tellüryum bileşiklerinin hazırlanması hakkında idi .

**Gilbert T. MORGAN** ve çalışma arkadaşları<sup>6</sup> 1920'den sonraki on yılda tellüryum ihtiva eden beş ve altı üyeli 1,3 - diketon halka sistemlerini hazırladı.

1910 - 1950 yılları arasındaki çalışmalar beş dergide yayınlandı. Takip eden yıllarda yayınlanan çalışmalar 1977'de 140 dergide olmak üzere maksimum düzeye ulaştı.

**Petragnani** ve arkadaşları Brezilya'da Sao Paulo Üniversitesi'nde çok sayıda organo tellür bileşiği elde ettiler.<sup>7</sup>

Silikon, germanyum, kalay, kurşun<sup>8</sup>, fosfor<sup>9</sup>, arsenik ya da antimona<sup>10</sup> bağlanmış tellüryumlu organik bileşikler sentezlenip, sonradan karakterize edilmiştir.

Geçiş metallerin komplekslerindeki ligantlar gibi organik tellüryum bileşiklerinin yararlılığı araştırılmıştır.<sup>11</sup>

Tetra aril tellüryum bileşiklerinin kimyası ve tellüryum verimini arttırmak<sup>12</sup> üzere, "tellürosiyanat" hazırlandı, floroorganik tellür bileşikleri sentezlendi, heterosiklik içeren tellüryumla çalışıldı. Tellür ve onun türevleri detaylı bir şekilde araştırıldı<sup>13</sup>.

Keza tellüroheterosikliklerden sekiz üyeli olanı dikkat çekti.<sup>123m</sup> Te (gama aktif) içeren organik tellüryum bileşikleri, organları resimleyici gibi ve farmakolojik özellikli olarak geliştirildi, hazırlandı.<sup>5,6</sup>

Organik iletkenlik araştırmaları tellürofuvalens<sup>6</sup> sentezine yol açtı. Organik kimyadaki, organik selenyum bileşiklerinin geniş bir uygulama alanı olması, organik tellür bileşiklerinin üzerinde de aynı bakış açısıyla gözlem ve deneyler yapılmasını sağladı.<sup>8,11</sup>

Çok yakın zamanda uçucu organik tellüryum bileşikler ve metal tellüritler ve yarı iletkenlik için öncelikli olarak araştırıldı. İlk organik tellürlü boyarmadde bileşikleri 1960 yılında sentezlendi<sup>4</sup>.

Renkli olmaları nedeniyle eski Mısır'lı kadınların bazı boyarmaddeleri gözlerinin önüne sürdüklerine dair bir çok delil vardır.<sup>14</sup>

İ.Ö. 2500'de Mısır'lılar yine İ.Ö. 1600 yıllarında Yunan'lıların meşe ve palamut kabuğundan yünü boyadıkları anlaşılmıştır.<sup>15</sup>

Kumaşı renklendiren ve ona metalik temele göre farklı renkler veren metalik bileşenlerin çok eskiden beri kullanıldığı bilinmektedir.<sup>16</sup>

Aynı zamanda Purpur'un elde edilmesi de ilginçtir. "Akdeniz'deki salyangozlardan elde edilirdi."<sup>16</sup>

Boya sanayisi alanında en erken çalışmalar Mısır'da olmuştur. İ.Ö. 1500'lerde çeşitli boya elde etmeyi başarmışlardır.<sup>17</sup>

Eski çağlarda yaklaşık M.Ö. 2000 yıllarında mezar ve tapınakların renkli boyalarla boyandıkları yapılan arkeolojik çalışmalardan anlaşılmaktadır. "Hilar mağarlarındaki bu bulgular net ve kesindir". M.S. 1500 yıllarında Venedik ve İtalya'da ilk boya kitabı çıkarılmıştır.<sup>18</sup>

Günümüzde en büyük boyarmadde fabrikaları şu ülkelerde bulunmaktadır :

**İNGİLTERE:**İmperial Chemical Industries Limited, London [ I.C.I.]

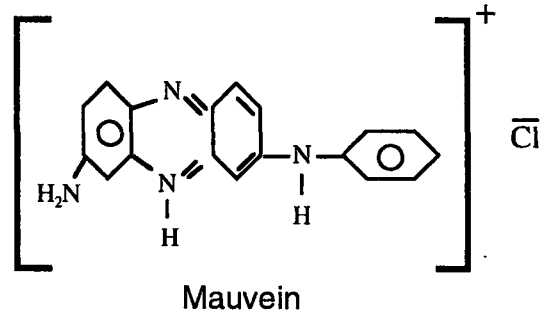
**AMERİKA:**Du Pont De Nemours & Co. Wilmington [D.P.]

**ALMANYA:**I.G.= Interessengemeinschaft Farben industrie A.G. Frankfurt A.M. [ I.G.]

**İSVİÇRE:**Gesellschaft Für Chemische Industrie A.G. Basel [CIBA]

**FRANSA:**Campagne Nationale de Matieres Colarantes et Manufactures de Produits Chimeiques du Nord Reuniers, Etablissements Kuhlmann [KU]

En yakın ilimiz olan Gaziantep'te Boysan ve Ritaş; Adana'da ise Sapkim boyarmadde üretmektedir. Modern anlamda boyarmadde endüstrisinin kurucusu **William Henry PERKİN ( 1838 - 1907 )** 'dir. 1856 yılında ilk kez sentetik olarak Mauvein'i anilinden elde etmeyi başarmıştır.<sup>19</sup>



Mauvein molekülünde C, H, N, Cl atomları yer almaktadır.

## 2.RENK VE RENKLİLİK

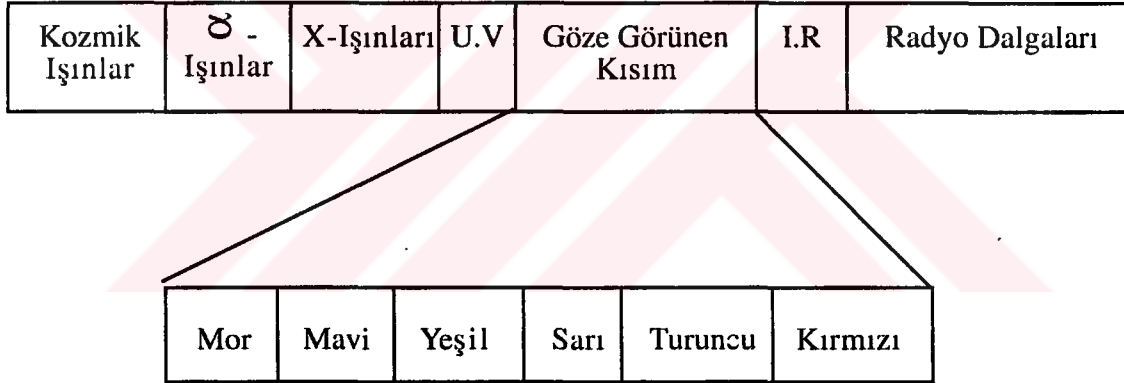
### 2.1-Renk :

Renk : 400 - 750 nm dalgaboyundaki ışığın gözdeki retina tabakasına düşmesiyle oluşan karmaşık psikolojik ve fizyolojik bir vakadır<sup>20</sup>. Bir renk, aynı sistemin içinde üç ayrı oluşumun birbirini izlemesi sonucu oluşur. Bu sistemde gözün, ışık ile beyin arasındaki ilişkiyi sınırlar vasıtasıyla kuran bir araç olduğu söylenebilir<sup>21</sup>.

Fiziksel sistemde renk : Işığın ölçülebilir rakamlarla geniş bir bazda incelendiği fiziksel olaylar topluluğudur.

Fizyolojik sistemde renk : Göz retinası üzerine düşen ışığın sınırlarda meydana getirdiği değişimdir.

Psikolojik sistemde renk : Çeşitli ışık etkilerinin beyinde hüsule getirdiği etkilerdir. Gözün görebildiği ışık 400 - 750 nm dalga boyunda olup elektromangnetik spektrumun küçük bir kısmını oluşturur. (Şekil: 2.1)



Şekil 2.1

İnsan gözünün bir maddeyi veya cismi görebilmesi için onun ya görünür bölgede ışık yayması ya da soğurması gerekir. Görünür bölgede ışın yaymayan maddeler, dışardan bir ışık kaynağı olmadan görülmezler. Eğer madde ışığı tamamen yansıtırsa biz onu beyaz, bütün ışığı absorbluyorsa siyah, kısmen absorpluyorsa absorplanan ışığın rengini beyaza tamamlayan renkte görürüz. (Tablo: 2.2)

Mutlak sıfırdan daha büyük bir sıcaklığa sahip her madde, sürekli olarak elektromagnetik spektrumun değişik bölgelerinde ışıma yapar. Maddenin sıcaklığı görünür bölgede ışın yayacak düzeye çıkınca ışın kaynağına gereksinim duyulmadan onu görürüz<sup>22</sup>. Eflatun renginin spektrumda yer almamasının nedeni, spektrumun iki ucunda olan kırmızı ve morun karışması sonucu oluşmasıdır<sup>23</sup>.

(Işık Absorpsyonu ve Renk. Tablo: 2.2)

IŞIK ABSORPSYONU VE RENK. ABSORBLANAN IŞIK		MADDENİN RENGİ
Dalga Boyu (nm)	Renk	(Tamamlayıcı Renk)
400 - 440	Mor	Yeşil - Sarı
440 - 480	Mavi	Sarı
480 - 490	Yeşil - Mavi	Turuncu
490 - 500	Mavi - Yeşil	Kırmızı
500 - 560	Yeşil	Eflatun
560 - 580	Yeşil - Sarı	Mor
580 - 595	Sarı	Mavi
595 - 605	Turuncu	Yeşil - Mavi
605 - 750	Kırmızı	Yeşil - Mavi

Bir maddenin ışığı absorbe etmesinin neden ileri geldiğini; atomun yapısı hakkında ciddi ve büyük yankı uyandıran ilk teori olan 1923 yılında Danirmarkalı Fizikçi Niels BOHR'un kuvantlar teorisini ortaya atmasıyla, atom veya moleküllerdeki elektronlar için bir sıra muayyen enerji seviyeleri mevcuttur düşüncesinin yerleşmesiyle belirginleşmiştir.

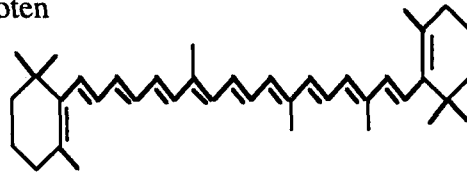
$$mvr = n h/2\pi \rightarrow \text{planck sabiti } (6.6256 \cdot 10^{-27} \text{ erg.sn}) \quad (1)$$

(mvr = Açısal momentum)

En düşük enerji seviyesi  $E_0$ , daha fazla enerji ihtiva eden seviyeler  $E_1, E_2, E_3, \dots$  v.b. ile gösterilirse, absorbe edilen ışık miktarı " $h \nu$ " enerji seviyeleri arasındaki farka eşittir. Yani :  $E = E_1 - E_0 = h\nu$ 'dir<sup>24</sup>.

Konjuge sistemlerde çift bağ sayısı arttıkça orbital kaynaşmaları olur ve absorpsiyon dalga boyu büyür, bileşik renkli görünüme bürünür.

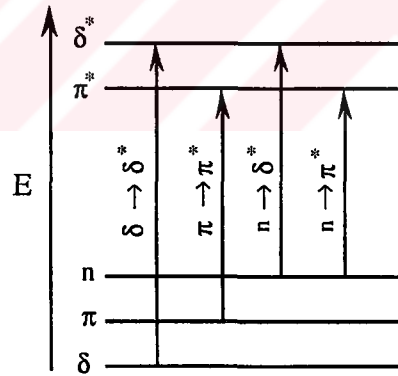
Örnek:  $\beta$ - karoten



Karotenlerde konjüge durumda onbir tane çift bağ vardır. Yaklaşık 450 nm'de absorpsiyon yaparlar. Karotenlerin rengi kırmızıdır<sup>25</sup>.

**Graebe ve Lieberman**, bütün organik bileşiklerin indirgenince renginin gideildiğini görerek rengin doymamışlıkla ilişkili olduğunu ileri sürmüşlerdir<sup>26</sup>.

Dış orbitalinde tek elektron bulunan iki veya daha fazla atomun atomik orbitallerinin etkileşmeleriyle molekül orbitaller oluşur. Moleküllerde elektronlar farklı enerji seviyelerinde bulunabilir. Normal sıcaklık ve basınçta en düşük seviyede bulunanlar ki buna **temel hal** denir; dışarıdan enerji absorplayarak daha yüksek enerji seviyesine çıkabilir. Buna da **uyarılmış hal** denir. Absorbe edilen ışık enerjisi iki orbitalin enerji seviyeleri arasındaki farka eşittir. Temel haldeki organik molekül üç farklı moleküler orbitallerde bulunan değerlik elektronlarına sahiptir. Bu moleküler orbitaller sigma ( $\delta$ ), pi ( $\pi$ ) ve ancak bağ yapmamış dolu (n) orbitalleridir<sup>27</sup>. Atomik orbitallerin etkileşmeleriyle  $\delta$  ve  $\pi$  orbitallerinin ikise de oluşabilir. Bu moleküler orbitallerin her birinin  $\delta^*$  ya da  $\pi^*$  karşı bağ moleküler orbitali vardır. Buna karşın (n) elektronlarını içeren bir moleküler orbitalin karşı bağ orbitali yoktur. Elektron geçişleri, üç temel haldeki orbitallerden ( $\delta$ ,  $\pi$  ve n) birinden uyarılmış haldeki iki orbitalden ( $\delta^*$  ve  $\pi^*$ ) birine olur. Bu durumda altı geçiş olasılığı vardır. Bunlardan önemli dört geçiş şekil 2.3'de görülmektedir.



Şekil 2.3

Eşitlik (1) de görüldüğü gibi enerji ile dalga boyu ters orantılıdır. Fazla enerjiye gereksinim duyulan  $\delta \rightarrow \delta^*$  geçişleri uzak ultraviyole ( $< 200 \text{ nm}$ ) ve  $n \rightarrow \delta^*$  geçişleri ise yakın ultraviyole bölgede ( $200 - 400 \text{ nm}$ ) absorpsiyon yaptıklarında gözümüze renksiz görünürler. Elektronik spektrumda  $n \rightarrow \pi^*$  ve  $\pi \rightarrow \pi^*$  geçişleri  $200 - 700 \text{ nm}$  dalga boyları arasında yer alırlar. Buna sahip moleküllerden sadece  $400 - 700 \text{ nm}$  arasında absorpsiyon yapanlar renkli görünürler<sup>23,28</sup>.

Çözücünün polarlığındaki artış, genel olarak hipsokromik kaymaya neden gösterilebilir. Çözücünün hidrojen bağı yapısındaki  $n \rightarrow \pi^*$  geçişlerinde iki  $n$  orbitali elektronundan birinin uyarılmasıyla geriye kalan tek  $n$  elektronu bağı koruyamaz. Bunun sonucu  $n$  orbitalinin eneji düşer ve  $n$  ile  $\pi^*$  orbitalleri arasındaki eneji farkı büyür, neticede dalga boyu kısılacığından hipsokromik kayma gözlenir. (Şekil: 2.3)

## 2.2-Renkliklik :

Organik maddelerde bulunan her grup kendine özgü dalga boyunu absorplar. Ama grubun yakınında meydana gelen süstitüent değışimi bu dalga boyunu az veya çok değıştirir. Dalga boyu değışmesinin veya frekans kaymasının en çok değıştiğı durumlar  $-\text{OH}$ ,  $-\text{NH}_2$ ,  $-\text{Cl}$  süstitüentleri olduğı zaman görölür. Bu grupların bulunması İR spektrumunda kaymalara neden olmaktadır.<sup>29</sup>

Bir bileşigin renkli olmasıyla doymamış karakterde bulunması arasında bir münasebetin bulunduğunu ilk defa 1868'de **Graebe** ve **Liebermann** müşahade etmiştir. Bu müşahadeye dayanarak 1876'da **O. N. WITT** ilk renk teorisini kurmuştur. Bu teoriye göre; bir bileşigin renkli olması, bileşiminde  $\text{C} = \text{C}$ ,  $\text{C} = \text{O}$ ,  $\text{C} = \text{N}$ ,  $\text{N} = \text{N}$ ,  $\text{N} = \text{O}$  gibi doymamış karakterde muayyen atom gruplarının bulunmasından ileri gelir. WITT bu gruplara **kromofor** (chromophor) yani renk verici gruplar adını vermiştir.

Böyle atom gruplarının ihtiva eden bileşiklere de **kromogen** (chromogen) denilmiştir.<sup>19</sup> Molekülde yalnız birtek doymamış merkez içeren bileşikler tayfın yalnız bir tek ve gayet dar bölgesinde ışık absorplarlar. Genelde 2500-10000 °A arası seçimli absorpsyon yapan gruplar, kromofor gruplardır. Aşağıdaki tabloda çeşitli kromofor gruplar ve bu kromofor grupların belirli bir dalga boyundaki maksimum absorpsyon şiddetleri görölmektedir.

(Tablo: 2.4) Çeşitli Kromofor Gruplarının Dalga Boylarına Göre Absorpsyon

GRUP	MOLEKÜL	$\lambda_{\text{MAX}}$ (°A)	ŞİDDET
$\text{C} = \text{C}$	Etilen	1930	10000
$\text{C} \equiv \text{C}$	Asetilen	1730	6000
$\text{C} = \text{N}$	Asetoksim	1900	5000
$\text{C} \equiv \text{N}$	Asetonitril	< 1600	-----
$\text{C} = \text{O}$	Aseton	2706	15,8
$\text{COOH}$	Asetik Asit	2040	40
$\text{N} = \text{N}$	Diazometan	4100	1200
$\text{N} = \text{O}$	Nitrozobütan	3000, 6650	100, 20
$\text{NO}_2$	Nitrometan	2710	18.6



Bu tabloda görülecegi gibi absorplanan ışığın dalga boyu ve şiddeti çeşitli kromofor gruplar için çeşitli degerdedir. Bu kromofor gruplar herhangi bir molekülde, daima hemen hemen aynı dalga boyunda, aynı şiddette ışık absorplar<sup>30</sup>.

WITT'e göre bir kromogenin boyarmadde olabilmesi için, molekülünde auksokrom grupları ihtiva etmesi gerekir. Auksokrom grupların en önemlileri kuvvetliden zayıfa doğru  $-NR_2$ ,  $-NHR$ ,  $-NH_2$ ,  $-OH$ ,  $-X$ ,  $-OCH_3$  şeklinde sıralanmıştır. Auksokromların rengi koyulaştırmak ve boyarmadde ile elyafın iyice birleşmelerini temin etmek gibi iki önemli vazifesi vardır. Tuz teşekkülünün de arasıra rengin koyulaşmasına ve keskinliğinin artmasına sebep olduğu bulunmuştur<sup>19</sup>.



### 3.BOYARMADE TARİHÇESİ VE BOYAMA

#### 3.1.Boymarmadde Tarihçesi :

Eski çağlardan beri boyarmadde insanlık aleminin ihtiyaç duyulan gözalıcı materyali haline gelmiş, bu materyel zaman zaman günümüze kadar kullanılagelmiştir. Önem sırasına göre değişik kaynaklar değişik boyarmaddeler ileri sürmektedir. Bunlardan indigo ve alizarini örnek verebiliriz.

Keşfedilmiş, boyarmadde 1856 yılında İngiliz kimyacı Wiliam Henry PERKİN tarafından daha sonra buna benzer sentetik boyarmaddeler üretilmiştir. Hoffman menekşesi, aldehit yeşili v.b.

- 1868 yılında Graebe ve Liebermann ilk sentetik alizarini elde ettiler.
- 1870 yılında Keküle diazolanmış anilini fenole kenetleyip boyarmadde elde etmiştir.
- 1880 yılında A.Bayer ilk sentetik indigoyu elde etmiştir .
- 1880 yılında Read ve Holliday elyaf üzerine azo boyarmaddesini tespit edebilmeyi başarıp, para kırmızısını oluşturmuştur.
- 1884 yılında P. Boettiger kongo kırmızısını sentezledi.
- 1889 - 1890 yılında R. Lauch, K. Krekeler ve H. Kuzer yün için ilk krom boyayı sentezlediler.
- 1890 yılında K. Hauman ucuz indigoyu sentezledi.
- 1893 - 1899 yılında H. R. VIDAL tiyolama metodunu geliştirdi.
- 1894 - 1899 yılında E.Schmidt tarafından alizarin siyanin yeşilini sentezledi.
- 1901 yılında Bohn indantren mavisin sentezledi.
- 1910 yılından sonra azoboyaları yavaş yavaş önem kazanmaya başladı<sup>22</sup>.

#### 3.2.Mordan ve Mordanlama Teknikleri :

Boyarmadde çözeltisiyle elyafın boyanması yardımcı bir maddenin katkısıyla yapılır. Bu yardımcı maddelere mordan, işleme de mordanlama denir. Halen ülkemizde çeşitli bölgelerde değişik mordanların kullanım alanlarının çok yaygın olduğu görülmektedir.

Mordanlar doğal ve kimyasal olarak iki gruba ayrılır.

**3.2.1. Doğal Mordanlar:** Pelit, korukkuşu, sirke, pirinç suyu, sığır idrarı, taş yosunlar v.b.

**3.2.2. Kimyasal Mordanlar:** Merc ve Fischer firmaları tarafından çeşitli katalog numaralarıyla üretilmektedir<sup>32,36</sup>. (Tablo: 3.1)

Çeşitli Mordanlar. (Tablo 3.1)

MADDENİN ADI	KİMYASAL FORMÜLÜ	TİCARİ KAYNAK	KATALOG NO:
Şap	$KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$	Merc	1042
Demir Sülfat	$FeSO_4 \cdot 7 H_2O$	Merc	3963
Bakır Sülfat	$CuSO_4 \cdot 5 H_2O$	Merc	2787
Potasyum Bikromat	$K_2Cr_2O_7$	Merc	4951
Kalay Klorür	$SnCl_2$	Merc	7810
Asetik Asit	$CH_3COOH$	Merc	62
Kobalt Klorür	$CoCl_2 \cdot 6 H_2O$	Merc	2532
Lantan Nitrat	$La(NO_3)_3 \cdot 6 H_2O$	Fischer	491825

**3.2.3. Mordanlama mekanizmasının üç basamakta gerçekleştiği sanılmaktadır :**

- Yündeki elektrostatik çekim kuvvetini oluşturan bazik grupların negatif yüklü grupların adsorplanması.
- Adsorplanan grupların yündeki sistin grupları tarafından indirgenmesi.
- Yündeki karboksil gruplarının pozitif yüklü değerlikli metal iyonlarına bağlanması.

Mordan ile boyarmadde arasındaki kompleks oluşumunun ise; iki basamakta gerçekleştiği sanılmaktadır. Önce metal boyarmaddedeki hidrojen ile yer değiştirir. İkinci basamakta oksijenlerle metal arasında koordinasyon bağları oluşur<sup>37</sup>.

**3.3.Uygulama Alanlarına Göre Boyarmaddeler :**

Herhangi bir boyama metoduyla mensucat boyacılığında kullanılan bileşiklere organik kimyada **boyarmadde** denir. Bir bileşimin mensucat boyacılığında kullanılabilmesi için, o bileşimin bizzat renkli olması ve elyaf ile sıkı sıkıya birleşebilmesi lazımdır .

Organik kimyacıların kullandığı boyarmaddelerin sentezindeki çıkış maddelerini genelde: alifatik, aromatik ve heterosiklik bileşikler oluşturmaktadır. Özellikle kullanılan sübstitüentler: -kloro, -sülfo, -bromo, -nitrozo, -azo, -amino, -alkil amino, -aril amino, -hidroksi, -alkoksi v.b.'dir. Teorik ve pratik olarak boya üretiminde bilinen sentezler genelde şunlardır :

- |                  |                 |                                |
|------------------|-----------------|--------------------------------|
| 1 - Halojenasyon | 5 - Alkillasyon | 9 - Dehidrojenasyon            |
| 2 - Sülfonasyon  | 6 - Arilasyon   | 10 - Friedel-Crafts reaksiyonu |
| 3 - Oksidasyon   | 7 - Diozonlaşma |                                |
| 4 - Redüksiyon   | 8 - Kenetleşme  |                                |

**Boya :** Auksokrom + Kromojen ( Aromatik gruba bağlı kromofor grup demektir.)

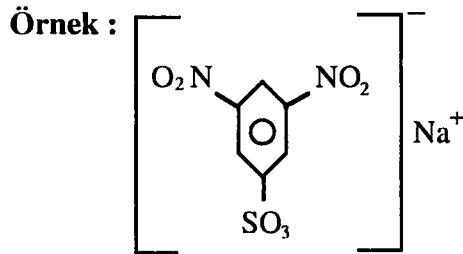
Azo boyarmaddelerin sentezlenmesi kolay olduğundan, ticarete ve üretimde önemli yer teşkil etmektedir.

Boyarmaddeler boyacılık bakımından kimyasal konstitüsyonlarına göre değil, boyama metodlarına göre sınıflara ayrılırlar. Genelde şöyle sınıflandırılmıştır<sup>19</sup> :

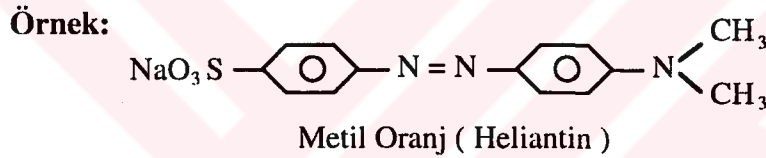
### 3.3.1. Uygulama Alanlarına Göre :

- |                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| 1 - Tekstil Alanında Kullanılanlar : | 2 - Tekstil Alanının Dışında Kullanılanlar : |
| a) Elyafın Cinsine Göre :            | Deri Boyarmaddeler                           |
| b) Boyama Metoduna Göre :            | Kağıt Boyarmaddeler                          |
| Asid Boyarmaddeler                   | Gıda Boyarmaddeler                           |
| Bazik Boyarmaddeler                  | Yağlı Boyarmaddeler                          |
| Substantif Boyarmaddeler             | İndikatör Boyarmaddeler                      |
| Mordan Boyarmaddeler                 | Fotoğrafçılıkta Kul. Boyarmaddeler           |
| Azo Boyarmaddeler                    |  |
| Reaktif Boyarmaddeler                |  |
| Pigment Boyarmaddeler                |  |
| Dispers Boyarmaddeler                |  |
| Sülfür Boyarmaddeler                 |  |

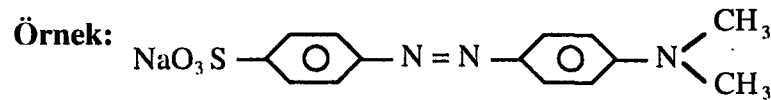
**3.3.1.1. Asid Boyarmaddeler:** Kullanılan birçok boyalar tuz halindedir. Tuz halindeki boyalardan sodyum, potasyum, kalsiyum ve amonyum gibi katyonlardan boya iyonu anyonunun yapmış olduğu tuzlara asit boyarmaddeler denir. Bir boyanın asidik veya bazik olması eriyik halindeki boya reaksiyonunun asit veya baz oluşu değil, auksokrom grubunun elektrik yükünün (+) ve (-) oluşuyla ilgilidir.<sup>32</sup>



**3.3.1.2. Bazik Boyarmaddeler:** Bu boyalar amino ve amino türevlerini içerirler. Diazolanmış sülfanilik asitle dimetilanilinden oluşan metil oranjın auksokromu bazik dimetilamino grubu olduğundan, bu bileşik bazik bir azoboyarmaddesidir<sup>24</sup>.



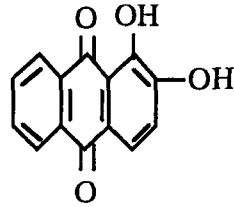
**3.3.1.3. Substantif Boyarmaddeler:** (İstihraç Boyarmaddeler) Elyafı doğrudan doğruya boyayan boyarmaddelere denir. Bu boyama metodu çok basit olduğundan, elyaf da zarar görmediğinden bu boyarmaddelerin pratik önemleri vardır. Boyama genelde nötral ve bazik ortamda yapılır. Boya molekülü çözelti ortamında anyonik durumdadır.<sup>32</sup> Bu tip boyarmaddeler oldukça yüksek molekül ağırlıklı ve kolloidal özellik gösteren bileşiklerdir. Kumaşla birleşmelerinin nedeni absorplama veya elyaftaki hidroksil (eğer varsa) hidrojeniyle hidrojen bağı yapabilme özelliğine sahip olduğuna inanılmaktadır<sup>24</sup>.



**3.3.1.4. Mordan Boyarmaddeler:** Keten, pamuk, selüloz ve asetilselülozdan oluşan süni ipekler nötr olduğundan, ne asidik ne de bazik boyarmaddelerle birleşir. Böyle kumaşlar boyarmadde banyosuna katılmadan önce mordanlanırlar. Mordan, kumaşa devamlı olarak yapışıp boyarmaddeyle tuz oluşturur. Bazik mordan olarak hidrolizle Al (OH)<sub>3</sub>, Fe (OH)<sub>3</sub>, Sn (OH)<sub>4</sub> gibi hidroksit verebilen tuzlar örnek verilebilir.

Organik mordan boyarmaddeler olarak alizarini örnek verebiliriz<sup>24</sup>. Mordan maddesi ile yünün bir arada su ile kaynatılması işlemine mordanlama denir.

Örnek :

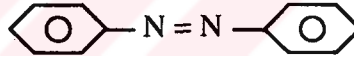


Alizarin

**3.3.1.5. Küpe Boyarmaddeler:** Bu tip boyarmaddeler elyaf üzerinde oluşmasına rağmen istihraç boyarmaddelerinden farklıdır. Çünkü bu yöntemde, boyarmadde önce hazırlanıp sonradan bazik ditiyonat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ) çözeltisiyle muamele edilerek, bazik ortamda çözünebilen ve genelde renksiz olan, küpe denen bir bileşiğe indirgenir.

Örnek: İndigo

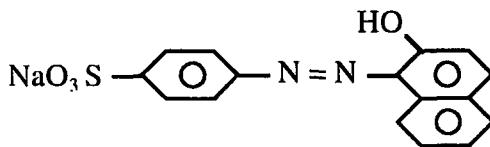
**3.3.1.6. Azo Boyarmaddeleri:** Boyayı meydana getiren maddelerin elyafa ayrı ayrı uygulanmak suretiyle boyanın elyaf üzerinde belli bir sıcaklıkta oluşturulması sağlanır. Bütün azoboyarmaddeleri kromofor grup olarak  $-\text{N} = \text{N}-$  azo grubunu ihtiva ederler. Hepsi sentetik olarak elde edilirler. Azo grubunu ihtiva eden tabiat boyarmaddelerine tesadüf edilmemiştir. En basit azo bileşiği azobenzen dir.



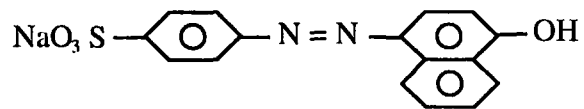
Azobenzen

1858 yılında **P. GRİES** tarafından keşfedilen p - amino azobenzen, organik kimyanın gelişmesinde çok büyük rol oynamıştır. Aynı zamanda diazonyum bileşiklerinin kenetlenme reaksiyonlarını da keşfetti. P - amino azobenzen çabuk solduğundan dokuma sanayisinde pek kullanılmaz. Aynı zamanda P. GRİES'in bulunduğu ilk azo boyarmaddesidir. Serbest baz zehirli olmadığından, yağ ve peynir gibi gıda maddelerinin boyanmasında kullanılır. Azo bileşiklerinde her iki azot atomuda  $sp^2$  hibridize halde dir. Azo bileşiklerinde geometrik izomeri görülür " cis - trans gibi."<sup>18,19</sup>

Örnek: Asidik azo boyarmaddelerinin, ilk keşfedilenlerine,  $\alpha$  - naftol oranj ile  $\beta$ - naftol oranjı örnek verebiliriz<sup>30</sup>.



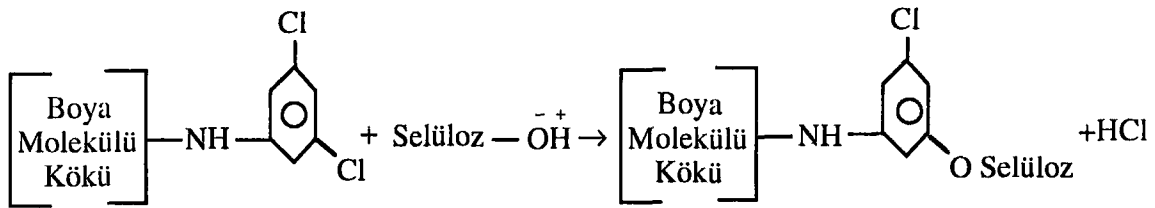
$\beta$  - Nafol oranj



$\alpha$  - Nafol oranj

Diazo boyalarının ışık haslığı ortanın üstünde, hatta çok iyidir. En zayıf tarafları sürtünme haslıklarının o kadar iyi olmamasıdır. Bu boyarmadde sınıfı en parlak, kırmızı v.b. renkleri ihtiva eder. Lacivertleri parlak ve hastır. Boyarmaddenin koyuluğuna bağlı olarak ışık haslığı yükselir<sup>19</sup>.

**3.3.1.7. Reaktif Boyarmaddeler:** 1956 yılında sentez edilmişlerdir. Renkliliği sağlayıcı kromofor, çözünürlüğü sağlayıcı sülfonik asit gurubu ihtiva eder. Genelde pamuğun boyanmasında kullanılır. Elyafa bazik ortamda kimyasal olarak **kovalent** bağla bağlanır. Yıkama ve ışık haslıkları çok iyidir<sup>19</sup>.

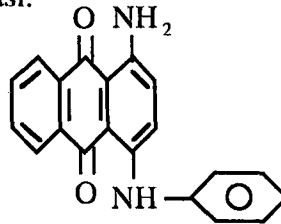


Kromoforu taşıyan moleküller genelde; azo, antrakinon ve ftalosiyenin türevleridir<sup>22</sup>.

**3.3.1.8. Pigment Boyarmaddeler:** Bu tür boyarmaddeler suda çözünmeyen en yeni tip boyarmaddelerdir. Mürekkep, deri ve selüloz için kullanılır. Pigmentler bağlayıcı maddeler yardımıyla (sentetik reçineler) elyafa bağlanırlar. Suda çözünmeyen azoik boyarmaddelerdir. Anilin siyahını anorganik pigmentlere örnek verebiliriz<sup>32</sup>.

**3.3.1.9. Dispers Boyarmaddeler:** Bu tür boyarmaddeler suda hiç çözünmezler. Selülozasetat ve sentetik elyafaların boyanmasında kullanılır. Genellikle antrakinon boyarmaddelerini kapsar .

**Örnek:** Bir antrakinon boyası.



**3.3.1.10. Sülfür Boyarmaddeleri:** Kromofor olarak sülfür grubu içeren boyarmaddeler, kimyasal yapı bakımından sülfür boyarmaddeleri sınıfına girer. Bu boyarmaddelerle boyamanın  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  banyosunda yapılması nedeniyle, sülfür boyarmaddeleri ile boyama yöntemleri açısından, sınıflandırılmasına sülfid boyarmaddeleri de denir<sup>32</sup>.

### 3.4. Boyama :

Boyarmaddelerin suda çözünüp çözünmemesi önemli bir problemdir. Suda çözünmeyi sağlamanın temelinde bağlanacak grupların suda çözünüp çözünmemesi yatar. Bu amaç için çeşitli gruplar kullanılabilir ise de genelde  $-HSO_3$ ,  $-COOH$ ,  $-NH_2$  'dir. Yurdumuzda organik boyarmadde üretimi 1940'lı yıllara dayanır. Halen yakın illerimiz Gaziantep'te Boysan ve Ritaş, Adana'da ise Sapkim boyarmadde üretmektedir<sup>19</sup>. Asitli boyarmaddelerle yapılan boyamalarda boyarmadde anyonu ile yün veya ipeğin bazı grupları arasında tuz teşekkülünün vukuu bulunduğunu belirtmiştik. Ticarete asitli boyarmaddeler genellikle alkali tuzlar halinde bulduklarından, boyarmaddelerin asitli gruplarını serbest hale geçirmek için boya banyosuna ayrıca asit ilave etmek lazım geldiği unutulmamalıdır. Selüloz, asitlerle tuz teşkil edemediğinden ve kuvvetli asitli çözeltilerde çok zarar gördüğünden, nebati elyaf asitli boyarmaddelerle **boyanamaz**.

Mordansız boyama yapıldığı gibi, mordanlanarak da boyama yapılmaktadır. Anadoluda en çok kullanılan mordanlar şunlardır .

$FeSO_4 \cdot 7 H_2 O$  - Siyah boyaların elde edilmesinde kullanılır .

$CuSO_4 \cdot 5 H_2 O$  - Yeşil boyaların elde edilmesinde kullanılır .

$K_2Cr_2O_7$  -  $Na_2Cr_2O_7$

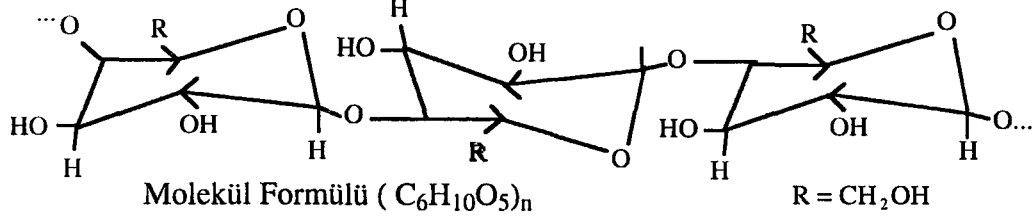
$KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2 O$

Tayfın göze görünen kısmındaki absorpsyon yani subjekt rengin tezahürü, karbon bileşiklerinde kromofor denilen grupların molekülde bulunmasıyla mümkün olur. Azo gruplarının önemi oldukça dikkate değer ise de, yalnız aromatik sistemlerde kendini gösterir. Nitro grubunun kromofor etkisi çok azdır. Yün, ipek ve protein maddeler amfoterdirler. Buna göre asitlerle de ve bazlarla da bileşik verirler. Bundan dolayı yün ve ipek; aoksokrom grupların sayesinde, boyarmaddeler tarafından doğrudan doğruya boyanabilir.

**Pamukta** durum başkadır. Pamuk hemen hemen kimyaca saf selüloz olduğundan boyacılık bakımından hiç bir etkisi olmayan bir maddedir. Bundan dolayı boyarmadde ile bileşik veremez. Bu taktirde boyama işleminden önce koloidal adsorpsyonla elyaf üzerine tespit edilmiş olan mordan; boyarmadde ile bir bileşik verir. Asit karakteri gösteren boyarmaddeler için; krom, alüminyum, demir, antimon ve kalay gibi metallerin hidroksitleri mordan vazifesi görür.



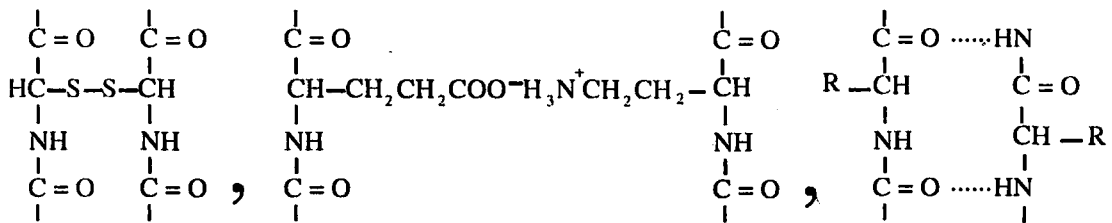
Selüloz, D - glikopiranoz birimlerinin 1  $\beta$  - O - 4 şeklinde birleşmesiyle oluşmuştur. 1  $\beta$  - O - 4 çizgisel olduğundan, molekülün tümü çizgiseldir<sup>17</sup>. Selüloz suda çözünmeyen bir polisakarittir. Selülozun asitler yardımıyla tam hidrolizinden D- (+) - glükoz birimleri ele geçer ki, bu da selülozun D - (+) - glükoz birimlerinden oluşmuş bir polisakarit olduğunu gösterir<sup>35</sup>.



**Naylon** en önemli yapay elyaflardan biridir. İlk kez 1928'de ve **W.H KA-RATHES** tarafından elde edilen naylon, 1940 yılında endüstride üretilmeye başlanmıştır. Bu tarihe kadar kullanılan yapay elyaflar gerçekte selülozdan kaynaklanmaktadır. Oysa naylon, tamamen yapay bir elyaftır. Günümüzde çorap, misina iplik, makina parçaları v.b. yapımında naylondan geniş ölçüde yararlanılmaktadır. Naylon 6.6; adipik asit ve heksametilen diamin (1,6 - diamino hekzan) 'den elde edilir<sup>26</sup>.



**Yün**, yapısında keratin bulunduran bir proteindir. Bileşiminde %50 C, %7 H, %22 O, %15 N, %3,5 S var.  $d \approx 1,3 \text{ gr/cm}^3$  dir. Bileşiminde bulunan S (kükürt), mukavemet ve kimyasal etkenlere karşı koyma bakımından önemlidir. Yünün fiziksel ve kimyasal olaylara karşı direncinin çok olmasının sebebinin şöyle tarif edebiliriz. Yünde bir çok kimyasal bağ bulunur; disülfür bağları, hidrojen bağları, elektrostatik çekim kuvvetler ve hidrofobik etkileşimleri gösterebiliriz. Yündeki amino asitler  $\alpha$  - helix yapısındadır.

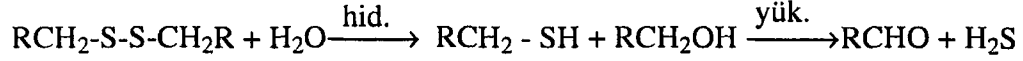


S - S Köprüsü

Elektrostatik Çekim Köprüsü

Hidroje Bağı Köprüsü

Yün soğuk suyla mamele edildiğinde yünün çok az bir miktarı çözünür, kaynatılınca ise bir miktar sistin bağlarının hidroliz olması sonucu parçalanma söz konusu olabilir.



Nitrik asidin yüne etkisi diğer asitlerden çok fazladır. NaOH, KOH gibi alkaliler ise, yünün hızlı çözünmesini temin ederler<sup>25</sup>. İzoyonik noktanın dışındaki pH'larda yündeki bağların kopmasına neden olur. pH: 5-7 'de çift tabaka sebebiyle yüne bağlanma gerçekleşmez<sup>24</sup>. Boya banyosu içinde lifler, ısının artmasıyla şişmeye başlayacağından, amorf bölgeler arasındaki gözenekler büyür, diğer taraftan ısının artmasıyla küçülen boya tanecikleri bu gözeneklerin içine girerek yığılırlar. Boyama sona erdikten sonra, soğuyan lifin gözenekleri tekrar küçüleceğinden aralarına girmiş olan boya kökleri dışarı çıkamaz .

### 3.4.1. Boyamada Genelde İki Metod Kullanılır :

- 1 - Önce mordanlama sonra boyama
- 2 - Önce mayalama sonra mordanlama tekrar mayalama ve boyama

### 3.4.2. Boyarmadde Haslıkları :

- 1 - Üretim Haslıkları: Pişirme, klor, peroksit haslığı.
- 2 - Kullanılış Haslıkları: Ter, sürtünme ve yıkama haslığı.
- 3 - Kimyasal Yapısı ve Yaş Haslıkları: Yapıyla ilgili haslıklar.
- 4 - Işık Haslığı: Işığa karşı göstermiş olduğu direnç.

Tablo 3.2

BOYARMADDE TÜRÜ	YIKAMA HASLIĞI	IŞIK HASLIĞI
Direk Boyarmaddeler	1 - 2 - 3	1 - 8
Bazik Boyarmaddeler	1 - 2	1 - 2
Asit Boyarmaddeler	1 - 4	1 - 8

Yukarıdaki değerler selüloz ve yün elyaf içindir.<sup>26</sup> Boya molekülü ile elyaf arasındaki etkileşim fiziksel olabileceği gibi kimyasal da olabilmektedir. Burada sözkonusu olan kuvvetler kimyasal bağlardaki kuvvetlerin aynısıdır.

### 3.5. Boyaların Adlandırılması:

Boyarmaddelerin yapılarının kompleks olması nedeniyle, bu molekülleri adlarıyla tanımak ve öğrenmek bilahare güçtü. Bu problemi gidermek için Amerika Tekstil Kimyacıları ve Boya Komitesi'nin **COLOUR INDEX** adlı yayın organınca verilen adlar kabule şayan görülmektedir. Ancak burada belirtmekte yarar vardır. Her firmanın genelde kendi simgelerini kullanıldığı, hala keyfiyetin hakim olduğu bir adlandırma sisteminin varlığının sürdüğünü belirtebiliriz. Bir boyarmaddenin sonunda bulunan harfler boyanın rengi, dayanıklılığı, sınıfı hakkında bize bilgi verir. Renk indeksi adlarıyla genel adları, sonlarında harf ve/veya rakam bulunmasıyla ayırt edilebilir. Genel adların sonunda harf bulunabilirdi gibi bulunmaya da bilir. Genel adların sonlarında bulunan harflerin anlamı şöyledir.

B:Mavi Rengi      L:Kolay Solar      K: Soğukta Uygulanan Boya  
 F:Solmaz      W:Yün Boyası      R: Kırmızı Rengi  
 G:Sarı Rengi      S:Sülfo Boyası veya İpek Boyası

Bu harflerin çoğu Almanca kelimelerin baş harfleridir. Renk indeksi numaraları boyaların kimyasal yapıları bakımından sınıflandırmalarına göre verilmiştir. Bu sebeple boyarmaddelerin renk numarasına bakarak ne tür boya olduğunu anlayabiliriz.(Tablo 3.4)

Tablo 3.4

BOYA GRUPLARI	C.I.NUMARALARI
Nitrozo	10000-10299 arası
Nitro	10300-10999 arası
Monoazo	11000-19999 arası
Diazo	20000-29999 arası
Triazo	30000-34999 arası
Stilben	40000-40999 arası
Difenilmetan	41000-41999 arası
Trifenilmetan	42000-44999 arası
Kinolin	47000-47999 arası
Tiazol	49000-49399 arası
Sülfür	53000-54999 arası

### 3.5.1. Renk Kodlaması:

Kodlama, C.I.E. renk üçgeni veya renk diyagramında koordinatlar bulunarak yapılabileceği gibi renk atlaslarından yararlanılarak da yapılabilir. Bu amaçla **H.KÜPPERS'in Farbenatlası** (renk atlası) yaygın bir şekilde kullanılmaktadır.<sup>36</sup>

### 3.6. Dünyada Boyarmadde Üreten Başlıca Firmalar:

AAP-Amkerica Anilin Products, İNC(A.B.D.)

ACNA-Aziende C6lori Nazionella Affini A.C.N.A.(İtalya)

ATS-Althouse Texture S.A.(A.B.D.)

BASF-Bodische Anilin and Soda Fabrik A.E.(Batı Almanya)

CFM-Casella Farbwerke Mainkur A.G.(Batı Almanya)

CGY-Ciba -Geigy S.A.(İsviçre )

DUP-E.İ.Du Pont deNemars And CO.İNC.(A.B.D.)

FAB-Fabrikolor Chemical Corp.(A.B.D.)

FBY-Farbenfabriken Bayer A.G.(Batı Almanya)

FDN-N.V.Frado(Hollanda)

FH-Fabbwerke Hoechst A.G.(Batı Almanya)

FNC-Fabricacion National de Colorantes S.A.(İspanya)

FRAN-(FMC)Compangnie Francoise des Matieres Colorantes(Fransa)

FW-Web Chemiekombinat (Doğu Almanya)

GAF-Gaf Corportaion(A.B.D.)

ICI-Imperial Chemical Industries LTD(İngiltere)

IMP-İmperial Color and Chemical Dept.(A.B.D.)

JR-James Robinson and Co.LTD.(İngiltere)

KKK-Kaseihin Kogyo Kyokai (Japonya)

LBH-L.B.Hallyday and Co.LTD.(İngiltere)

NSK-Sumitomo Chemical Co.LTD (Japonya)

QUIM-Quimanil Industrias Quimicas S/A(Brezilya)

RL-Rohner LTD.(İsviçre)

S-Sandoz LTD (İsviçre)

SDH-Hilton-Davis Chemical Co.(ABD)

SNA-Sum Chemical Corporation (ABD)

VOND-N.V.Fabriek Van Chemische Producten (Hollanda)

YDC-Yorkshire Chemicals LTD. (İngiltere)<sup>35</sup>

Yurdumuzda ilk kez 1943 yılında Karabük Demir Çelik Fabrikasında boyarmadde üretilmeye başlanmıştır.<sup>26</sup>



## 4. TELLÜR

### 4.1. Tellür : ( Lat : Tellüs topraktan , Fr : Tellüre )

Kükürt grubunda bulunan ametal; 1782 yılında **Müller Von REİCHENSTEİN** tarafından Transilvanya altın madenlerinde bulunan ve Kloproth tarafından incelenen tellür, atom numarası : 52, atom ağırlığı: 127,6 gr/atom olan bir elementtir. Maden görünüşünde, billur dokulu ve beyaz renkli bir katıdır. Özgül ağırlığı: 6.2 gr/cm<sup>3</sup>, en: 452 °C, kn : 1390 °C, ısı ve elektriği iletir. Buharındaki atom sayısı sıcaklıkla değişir. Ayrıca, çökeltmeyle elde edilen bir amorf tellür de bilinmektedir.

Kimyasal bakımdan tellür; kükürt ve selenyuma benzer, verdiği bileşikler bu iki elementin bileşikleriyle eş biçimlidir. Fosfor ve arsenikle birleşir, madenlerle tellürürler meydana getirir. Hava temasında ısıtıldığında tutuşur ve beyaz TeO<sub>2</sub> dumanları yayarak mavi bir alevle yanar. Ayrıca halojenlerle enerji vererek birleşir. Tellür element halinde veya bizmut, kurşun, altın ve gümüşle bileşikleri halinde bulunur. Tellür bu cevherlerinden selenyum üretim metodlarına benzeyen usüllerle ayrıştırılır. Genelde iki oksitinden bahsedilir: Tellür (IV) oksit, tellür (II) oksit.

Tellür (IV) ve (VI) oksit su ile birleşerek H<sub>2</sub>TeO<sub>3</sub> ve H<sub>2</sub>TeO<sub>4</sub> asitlerini verir. Tuzları tellürit ve tellüratlar, sülfid ve sülfatlara benzer. Tellür (IV) oksit, elementel tellürün yanmasıyla elde edilir, çözünmeyen beyaz bir katıdır. Klorla yükseltgenerek tellürik asit haline dönüşür.<sup>42</sup> Yer kabuğunda altının kimyasal olarak bağlı bulunduğu tek elementtir. Elementin en kararlı şekli hegzagonal ya da metalik haldir. Yapısı selenyuma benzese de, fotoiletkenliği çok azdır. Bir yarı iletkenidir. Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> ısıyı doğrudan doğruya elektrik akımına çevirmesi bakımından önemli bir **katı-hal** maddesidir. Tellür bileşiklerinin çok kötü kokulu olması sonucu, incelenmesini geciktirmiştir<sup>37</sup>.

Aynı grupta olması bakımından, oksijen iki ve üç atomlu bir gazdır. Tellürün ise bir çok halleri vardır. Tellür bileşiklerinde elementin yarı çapı önemli bir husustur. Grubundaki elementlere nazaran uzun zincir oluşturma eğilimi daha fazladır. Her ne kadar VI A grubunda bulunan ametal ise de; elektronları tutma bakımından gözönüne alındığında metalik davranış beklenebilir<sup>18</sup>

Aynı grupta bulunan elementlerle kıyaslandığında erime ve kaynama noktasında yükseklik, iyonlaşma potansiyelinde düşme, yükseltgenme potansiyelinde ise kayda değer bir artış sözkonusudur.

Bu bileşikler vucuda herhangi bir yolla girer ve solunumla dışarı atılırlar. Bu atılış çok yavaştır ve tellürün solunumla dışarı atılması aylarca sürebilir.<sup>37</sup>

Tablo 4.1

SEMBOL	Z	ELEKTRON KONFÜGRASYONU	EN°C	KN°C	İYONLAŞMA ENERJİSİ	YÜKSELGEME POTANSİYELİ
O	8	2s <sup>2</sup> 2p <sup>4</sup>	-219	-183.0	13.61	-1.23
S	16	3s <sup>2</sup> 3p <sup>4</sup>	119	444.6	10.36	-0.14
Se	34	4s <sup>2</sup> 4p <sup>4</sup>	220	685	9.75	+0.40
Te	52	5s <sup>2</sup> 5p <sup>4</sup>	450	1390	9.01	+0.72
Po	84	6s <sup>2</sup> 6p <sup>4</sup>	-	-	8.43	>1.0

Tellürün yükseltgenme basamağı : -2, +2, +4, +6 .

Tellür havada yavaş, oksijen içinde ise şiddetle oksitlenir. Derişik sülfirik asitte  $STeO_3$ 'i verir, bununla beraber nitrik asit içinde ise tellür (IV)'de yükseltgenir ( $TeO_2$ ). Alkalilerle muamele edilirse veya eritiliş yaptırılsa, alkali tellüritleri verir ( $Na_2Te$ ). Suda az çözünen tuzları:  $BaTeO_3$ ,  $Ag_2TeO_3$ ,  $BaTeO_4$ ,  $Ag_2Te_4$ .<sup>18</sup>

Tellüryumun selenyuma nazaran daha az toksit etkisi olduğu zannedilmektedir. Tellüryumun endüstriyel kullanımda çok tehlikeli olmadığı bulunmuştur. Mutlak tellüryum bileşikleri  $H_2Te$  ve  $TeF_6$  hariç, oldukça yüksek zehirliliği vardır. İnsanlardaki tellüryum zehirlenmelerinde ise; baş ağrısı, metalik tat, ağız kuruluğu belirtileri ortaya çıkar. Endüstriyel zehirlenmelerde ciddi sorunlar çıkarmadığı bilinmektedir. Selenit ve selenatlar gibi suda çözünen tellüryum bileşiklerinin de deride absorplandığı hususunda bazı belirtiler vardır.<sup>38-51</sup>

Tellüryumla ilgili bilimsel bazda en erken organik-inorganik çalışma 1940 yılına denk gelir.<sup>40</sup>

#### 4.2. Organo Tellür Bileşiklerinin Sınıflandırılması :

1. **C \*Te** bağı olmayan bileşikler. Molekülde en az bir karbon atomu bulunan, fakat karbon ile tellür arasında bağı olmayan bileşikler. Bu bileşiklerde hetero atom karbon ve tellür arasında bir köprü görevi görür. Bu bileşikler; tellüroksilik asit, tellüroz asit, tellürik asit ve türevleri olarak göz önüne alınabilir.

2. **C-Te** bağı olan bileşikler. Bu bileşiklerdeki tellüryum atomunun değeriği : di, tetra ve heksa olabilir.

3. **Te-C-Te, C=Te** bağı içeren bileşikler. Sadece birkaç Te=C çift bağı bileşikler (tellüroaldehit, tellüroketon, tellürokarboksilik asitler) bilinmesine karşın, bazı diorgano tellüryum türevleri hazırlanmış ve karakterize edilmiştir.

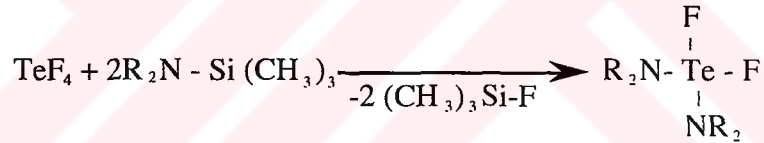
4. **C-Te-Te-Te** bağı içeren bileşikler. Tellüryum tuzları olarak bilinen bu bileşikler, diorgano tellüryum ve organik halojenürlerden kolaylıkla hazırlanan kararlı katılardır.

5. **Te-Te-C-Te-Te, Te-Te-C, C-Te-C** bağı bileşikler. Tetraorgano bileşiklerinin hemen hemen tümü aromatik türevlerdir. Her ne kadar son zamanlarda tetrametil tellüryum izole edilmiş olsa da, alifatik ve aromatik tellüryum türevleri bilinmektedir.<sup>5-13</sup>

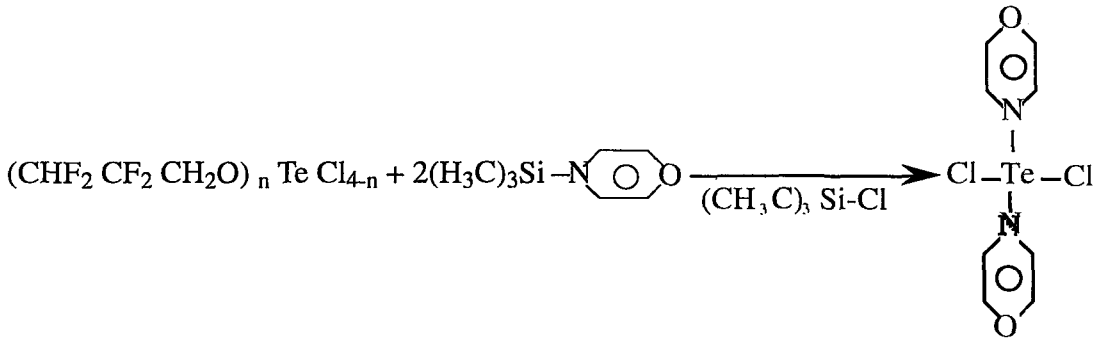
#### 4.3. Aril Tellüryumlu Bileşikler:

Yakın zamanlarda alkilamino tellüryum bileşiklerinin sentezi literatürde yer almaya başlamış bulunmaktadır. Çalışmamıza temel oluşturan teorik bilgiyi kapsayan bu çalışmalar, bis [dialkilamino] tellüryum halojenürlerin hazırlanmasıyla ilgilidir.<sup>34</sup>

1977 yılında L.N. Markovski ve arkadaşlarının yaptıkları bir çalışma dikkate değerdir.<sup>52</sup>

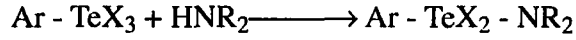


1984 yılında E.A. Stukalo ve arkadaşları bis[dimorfolin] tellüryum diklorürü aynı yöntemle sentezlediler.<sup>53</sup>

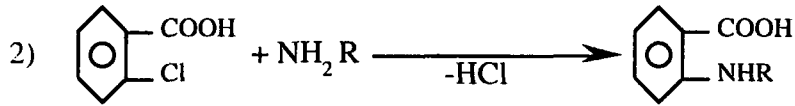
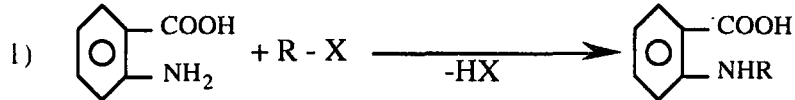




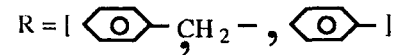
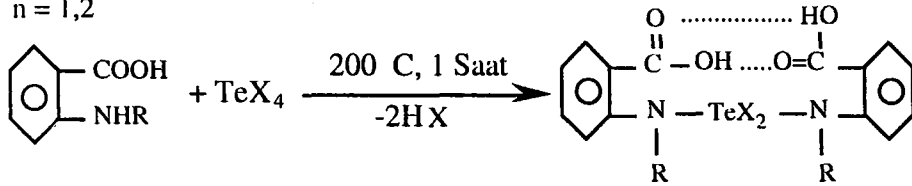
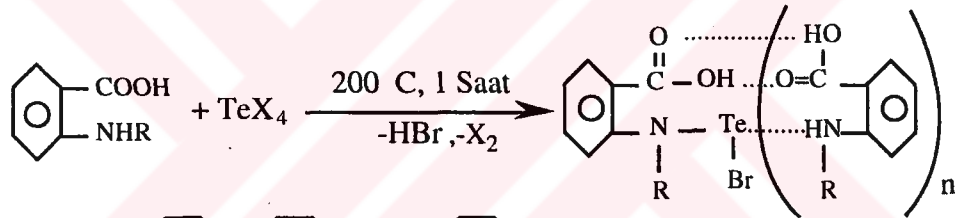
Yakın zamanda yeni bazı bis[diakilamino] tellüryum dihalojenür türevleri sentezlendi. Ayrıca R.K. Chadha ve arkadaşları 1982 yılında aşağıdaki çalışmayı yayınladılar.<sup>54</sup>



Amonyakla antranilik asitin N-süstitüe türevlerinden çıkılabilir. Antranilik asitin N-süstitüe türevleri aşağıdaki iki genel reaksiyona göre hazırlandı.<sup>55</sup>



Yeni bazı bis[diakilamino] tellüryum dibromür bileşiklerinin sentezi aşağıdaki genel reaksiyonlara göre yapıldı.



Ayrıca Montignie ve arkadaşlarının 1960 yılında yaptıkları bir çalışmada<sup>4</sup> tellüryumun antranilik asitli türevlerinin boyarmadde özelliği taşıdığı belirtilmiştir.

## 5. DENEYSEL BÖLÜM

### 5.1. Deney Koşulları :

Deneyler 4 ana bölümde toplanabilir;

Tellüryum tetrabromür hazırlanması, N-Süstitüe antranilik asit türevlerinin hazırlanması, N-Süstitüe antranilik asitlerin tellüryum tetrabromür ile reaksiyonları, N-Süstitüe antranilik asitlerin tellüryumlu türevleriyle boyama deneyleri.

Çalışmada kullanılan tellüryum tetrabromür laboratuarda tarafımızdan hazırlanmıştır. Yine tarafımızdan saflaştırılıp, saflığından emin olunduktan sonra kullanılmıştır.

Sentezler iki boyunlu bir balon içerisinde yağ banyosunda geri soğutucu altında ve ısıtıcılı magnetik karıştırıcı kullanılarak yapılmıştır. Erime noktası tayinleri e.n. tabancası ile yapılmıştır. Sentezlenen maddelerin e.n.'larının literatürle uyum içinde oldukları bulunmuştur.<sup>26,33</sup>

Sentezlenen maddelerin IR spektrumları D.Ü.Fen-Edb. Fak. Kimya Böl. Arş. Lab.ve TÜBİTAK T.B.A.E. Gebze Enstrümental Analiz Laboratuarlarında Perkin Elmer 983 Mod. IR spektrofotometresiyle alınmıştır. <sup>1</sup>H ve <sup>13</sup>C NMR spektrumları Atatürk Üniv. Fen-Edeb. Fak. Kimya Bölümünde Gemini-Varian Marka 200 MHz'lik NMR spektrometresiyle alınmıştır.

Tellüryum tetrabromür ile N-süstitüe antranilik asitlerin reaksiyonları, üzerine geri soğutucu takılmış tek boyunlu bir balonda gerçekleştirilmiştir. Yağ banyosu içinde ve magnetik karıştırıcı kullanılarak yapılan deneylerde reaksiyon sıcaklığının 200 °C 'yi aşmamasına özen gösterilmiştir. Hazırlanan bu maddelerin yüksek sıcaklıklarda bile erimediği, ancak 300 °C 'nin üzerindeki sıcaklıklarda bozdukları gözlenmiştir.

Element analizleri D.Ü.Fen-Edeb. Fak. Org. Kim. Arş. Lab.ında Carlo-Erba Marka Element analiz cihazıyla yapılmıştır.

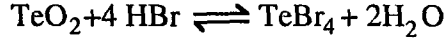
Bu türevlerin molekül ağırlığı tayinleri TUBİTAK T.B.A.E. Gebze Enstrümental Analiz Laboratuarlarında Gaz-Kütle (GPC) tekniği ile yapılmış, çözünürlük sorunlarıyla karşılaşıldığından yalnızca iki tanesinin molekül ağırlıkları tayin edilebilmiştir.

Boyama deneyleri 500 ml' lik bir beher içinde yapılmıştır. Beher bir yağ banyosu içerisine yerleştirilmiştir. Bu sistem ısıtıcılı bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılarak boyama, >100 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ve pH 4'ün altında sabit tutularak yapılmıştır. Kullanılan kimyasal maddeler Fluka ve Merck marka olup ayrıca saflaştırma işlemine gerek duyulmamıştır.

### 5.2. Tellüryum Tetrabromürün Hazırlanması:

Bromun aşırısı alınarak, tellürle reaksiyona sokulmasıyla oda sıcaklığında gerçekleştirilebilir. Bromun aşırısı destilasyon veya kuru havada sürüklenerek elimine edilebilir (başka bir açıdan CO<sub>2</sub> akıntısında). Ürün tercihen, brom tarafından süblime edilerek (brom atmosferinde) yada kristal esetik asitte kristallendirilir.

Susuz HBr eriyiği içinde TeO<sub>2</sub>'in reaksiyonuyla da hazırlanabilir.



Reaksiyon geri dönüşümlüdür. Ürün elde edilmesi için; pH<4.5 olması gerekmektedir. Aksi takdirde TeBr<sub>4</sub> suyla hidroliz olup başlangıç ürününe dönüşür. pH<4.5'in altında tutabilmesi için, HBr içine ve TeO<sub>2</sub> eriyiği içine damla damla HNO<sub>3</sub> damlatılır.

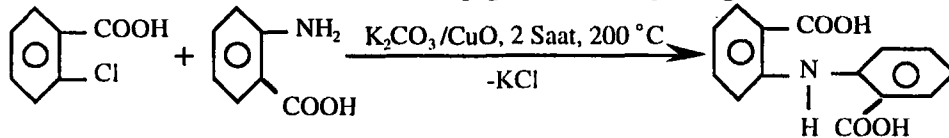
TeBr<sub>4</sub> sarı bir çökelektir; 280 °C'ye doğru yaşavça bozunur, 380 °C'de tamamen erir, (Brom atmosferi altında 363 °C'de), sıvı hali kırmızı, kn: 414-427 °C arasındadır. 432 °C'deki buharının yoğunluğu %90'dan fazlası dibrom ve bromdur, 600 °C'ye doğru ise tamamen ayrışır.

Sharma, Hussain ve Samuel TeBr<sub>4</sub>'ün spektrofotometrik özelliklerini incelemişlerdir. Bileşiğin U.V. incelenmesi yapılmış, oluşum sıcaklığının 57.000 cal/mol olduğu tespit edilmiştir. Tellüryum tetrabromür su ve alkali eriyikle hidrolizlenirse tellürik asit oluşur. Özellikle tellüryum tetrabromür üzerine NH<sub>3</sub> ilave edildiğinde, kuşkusuz tellür azodüre dönüşmüş (N<sub>4</sub>Te<sub>3</sub>) olur, ki bu bileşik sarı bir çökelektir ve suyla temasında hemen patlar. Bu nedenle laboratuarda eldesi yapılırken çok dikkat edilmesi gereken en önemli husustur.<sup>42,48</sup>

İyice kurutulmuş 250 mL'lik bir behere 31.8 gr TeBr<sub>4</sub>, 16.8 gr HBr alındı. Damlatma hunisine alınmış olan HNO<sub>3</sub> bu karışımın üzerine damla damla damlatıldı. (PH<4.5 olana kadar.) Bir süre kendi haline bırakıldıktan sonra, trompta süzüldü, adi süzgeç kağıdı üzerinde oda sıcaklığında kurutuldu ve glasiyel asetik asitte kristallendirildi. Verim: %60, en: 280 °C olduğu tespit edilmiştir.

### 5.3. N-o-Karboksi Fenil Antranilik Asitin Hazırlanması:

N-O-karboksi fenil antranilik asit aşağıdaki reaksiyona göre sentez edilmiştir.



İki boyunlu 500 ml spiralli geri soğutucu takılmış bir balona; 5.5 gr o-kloro-benzoik asit, 5.5 gr  $K_2CO_3$ , 0.125 gr  $CuO$ , 29 gr antranilik asit alındı. Yağ banyosu üzerine yerleştirilen düzenek, bir saat boyunca reflux edildi. Düzenek sökülüp, balon içerisine yaklaşık 5 gr aktif kömür eklendikten sonra beş dakika süreyle kaynatıldı. Karışım sıcak sıcak trompta süzüldü; katı atık atılıp, sıcak süzüntü üzerine derişik  $HCl$  eklendi. Antranilik asit tuzu halinde ortamda çözünürken, ürün çöktü. Karışım trompta süzüldü. Katı, süzgeç kağıdı üzerine alınarak oda sıcaklığında kurumaya bırakıldı. Ürünün, asitlerle ve bazlarla deęişik renk verdięi gözlendi, suda ve alkolde çözünmez.<sup>26</sup> Verim: %12, en: 295 °C

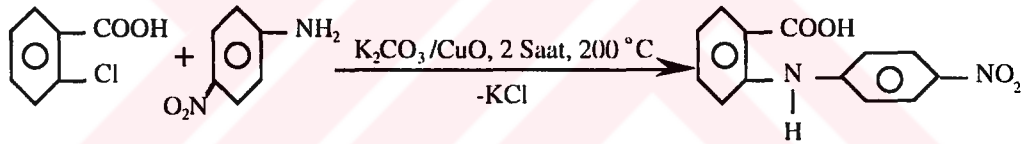
Kristallendirilmesi: Asetikasit + metanol veya amonyak + su karışımında yapıldı.

İR spektrumunda  $3260\text{ cm}^{-1}$ 'de N-H esneme titreşiminden dolayı zayıf bir pikin gözlenmesi, sekonder amin olduğunu göstermektedir. (Şekil 7.1)

$^1H$  ve  $^{13}C$  NMR spetrumu yapıyı desteklemektedir. (Şekil 7.2, 7.3)

#### 5.4. N-p-Nitro Fenil Antranilik Asitin Hazırlanması :

N-p-nitro fenil antranilik asit aşağıdaki reaksiyona göre sentezlenmiştir..

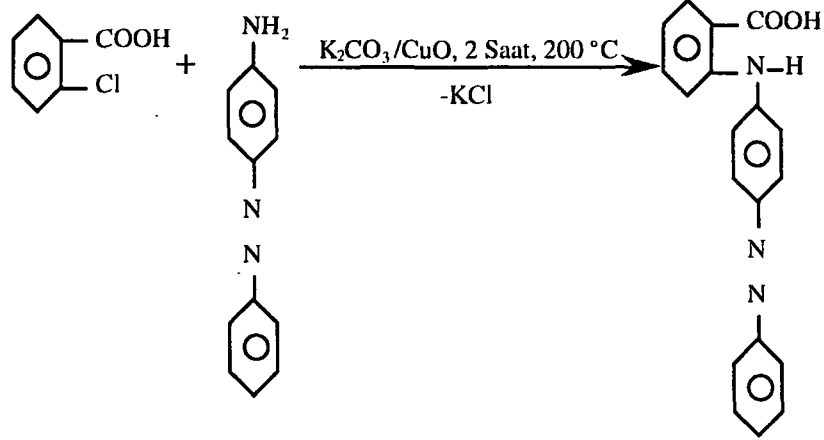


İki boyunlu 500 ml spiralli geri soğutucu takılmış bir balona; 5.5 gr o-kloro-benzoik asit, 5.05 gr  $K_2CO_3$ , 0.125 gr  $CuO$ , 18.98 p-nitro anilin alındı. Yağ banyosu içerisine yerleştirilen düzenek, ısıtıcılı bir mağnetik marıştırıcı üzerinde bir saat boyunca reflux edildi. Düzenek sökülüp, ürün soğumaya bırakıldı. P-nitro anilinin fazlası su buharı destilasyonu ile uzaklaştırıldı. Kalan karışım üzerine 5 gr aktif kömür eklenip beş dakika süreyle kaynatıldı. Sonra sıcak sıcak trompta süzüldü, katı atık atıldıktan sonra sıcak süzüntü üzerine derişik  $HCl$  eklendi. P-nitro anilinin fazlası tuzu halinde çözünürken, ürün çöktü. Trompta süzüldükten sonra oda sıcaklığında kurutuldu. Verim: %16.7, en: 200-204 °C olan n-p-nitro fenil antranilik asit; sülfirik, nitrik asitte çözüldüğü halde, suda çözünmez.<sup>26</sup> Kristallendirilmesi: Etil alkol + su karışımında kristallendirildi. İR spektrumunda  $3321\text{ cm}^{-1}$ 'de N-H esneme titreşiminden dolayı tekli pik verdiğinden yapının skonder amin olduğu anlaşılmaktadır.(Şekil 7.4)

$^1H$  ve  $^{13}C$  NMR spetrumu yapıyı doğrulamaktadır. (Şekil 7.5, 7.6)

### 5.5. 4 [2-karboksi anilino] Azobenzenin Hazırlanması:

4[2-karboksi anilino] azobenzen aşağıdaki reaksiyona göre sentezlendi.



İki boyunlu 500 ml'lik, üzerine spiralli geri soğutucu takılmış bir balona; 5.5 gr o-krolo-benzoik asit, 5.125 gr K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 0.125 CuO, 5.5 gr p-amino azobenzen alındı. Yağ banyosu içerisinde yerleştirilen düzenek iki saat boyunca reflux edildi. Sonra düzenek sökülerek karışım soğumaya bırakıldı. Soğuyan karışım üzerine 5 gr aktif kömür eklenip beş dakika boyunca kaynatıldı. Karışım trompta süzülde, katı atık atıldıktan sonra sıcak süzütü üzerine derişik HCl eklendi. P-amino azobenzen tuzu halinde çözünürken, ürün çöktü. Karışım trompta süzülde. Katı, bir adi süzgeç kağıdı üzerine alınıp oda sıcaklığında kurutuldu. Ürün sıcak suda, asetik asit, benzen, alkol, ve klorofm da çözünmektedir.<sup>33</sup> Verim: %27, en: 300 °C'dir.

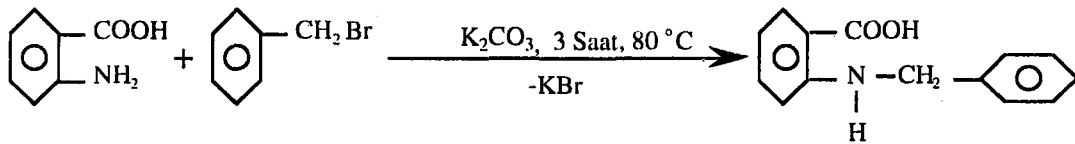
Kristallendirilmesi: Benzen + alkol + su karışımında kristallendirildi.

IR spektrumunda 3332 cm<sup>-1</sup>'de N-H esneme titreşiminden dolayı tekli pik gözlenmektedir. (Şekil 7.7)

<sup>1</sup>H ve <sup>13</sup>C NMR spektrumu yapıyı doğrulamaktadır. (Şekil 7.8, 7.9)

### 5.6 N-Benzil Antranilik Asitin Hazırlanması:

N-benzil antranilik asit aşağıdaki reaksiyona göre sentezlendi.



İki boyunlu 500 ml'lik üzerine spiralli geri soğutucu takılmış bir balona; 13.7 gr (0,1 mol) antranilik asit, 6.9 gr (0.05 mol) K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 200 ml t-bütül alkol alındı. Balona magnet atılıp, ısıtılmaya devam edildi.

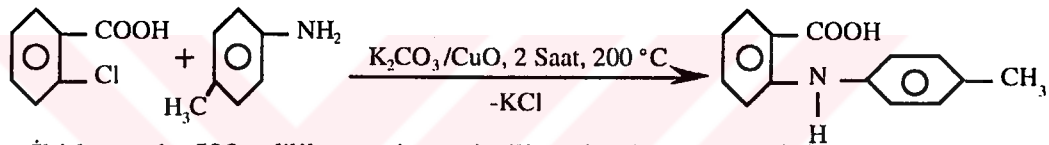
Sıcaklık 20 °C'den 80 °C'ye çıkarıldı, sıcaklık 80 °C'de iken ortama 50 ml saf su eklendi. Tekrar reflux edilmeye devam edildi. Sıcaklık oda sıcaklığına indiğinde balona 30 ml benzil klorür eklenip bir saat daha reflux yapıldı. Sıcaklık 30 °C'ye geldiği an sistem sökülerek adi hunide süzme işlemi yapıldı ve çözelti tuzdan arındırıldı. Çözelti bir behere alınıp kristallendirilmeye bırakıldı. Kristallenen maddenin suyla karışmadığı gözlemlendi. Trompta süzme işlemi yapıldıktan sonra; katı, benzen+etil alkol karışımında kristallendirildi.<sup>55</sup> Verim: %50, en: 164-167 °C

IR spektrumunda 3375 cm<sup>-1</sup>'de N-H esneme titreşiminden dolayı tekli pik gözlenmesinden yapının sekonder amin olduğu anlaşılmaktadır. (Şekil 7.10)

<sup>1</sup>H ve <sup>13</sup>C NMR spektrumu yapıyı doğrulamaktadır. (Şekil 7.11, 7.12)

### 5.7.N-p-Toluil Antranilik Asitin Hazırlanması:

N-p-toluil antranilik asit aşağıdaki reaksiyona göre sentez edilmiştir.



İki boyunlu 500 ml'lik, üzerine spiralli geri soğutucusu takılmış bir balona; 5.5 g o-kloro-benzoik asit, 19.5 gr p-toluidin, 5.1 gr K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 0.125 gr CuO alındı. Yağ banyosu içerisine yerleştirilen düzenek iki saat boyunca reflux edildi. Düzenek sökülüp, ortamda kalan p-toluidilin fazlası su buharı destilasyonuyla uzaklaştırıldı. Karışım üzerine 5 gr aktif kömür eklenip beş dakika süreyle kaynatıldı, karışım sıcak sıcak trompta süzülüp, süzüntü üzerine derişik HCl eklendi. (Sözüntüye HCl eklenmesinin sebebi tuzu haline gelmiş olan antranilik asit türevini geri kazanmaktır.) Trompta süzme işlemi yaptıktan sonra, ürün adi süzgeç kağıdı üzerinde kurumaya bırakıldı.<sup>26</sup> Verim: %69, en: 191-193 °C

Kristallendirilmesi: Bazen+alkol karışımında kristallendirildi.

IR spektrumunda 3327 cm<sup>-1</sup>'de N-H esneme titreşiminden dolayı tekli pik gözlenmesi yapının sekonder amin olduğunu göstermektedir. (Şekil 7.13)

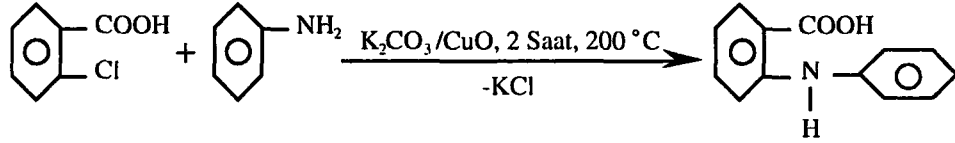
<sup>1</sup>H ve <sup>13</sup>C NMR spektrumu yapıyı doğrulamaktadır. (Şekil 7.14, 7.15)

### 5.8.N-Fenil Antranilik Asitin Hazırlanması:

N-fenil antranilik asit susuz K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ve çok az miktarda CuO varlığında o-kloro-benzoik asit üzerine anilinin saldırısı ile hazırlanabilir.

Bu bileşiğe bir başka açıdan bakıldığında  $K_2Cr_2O_7$  ve  $SeSO_4$  çözeltileriyle titrasyonlarda bir indikatör olarak kullanılabilir.

N-fenil antranilik asit aşağıdaki reaksiyona göre sentezlendi.



İki boyunlu 500 ml'lik, üzerine geri soğutucu takılmış bir balona; 11 gr o-klorobenzoik asit, 39(38 ml) gr taze destillenmiş anilin, 10.2 gr  $K_2CO_3$  ve 0.25 gr CuO alındı. Yağ banyosu içerisine yerleştirilen düzenek iki saat süreyle reflux edildi. Sonra düzenek sökülüp, anilinin fazlası buhar destilasyonu ile uzaklaştırıldı. Karışım üzerine 5 gr ak-tif kömür eklenip, beş dakika süreyle kaynatıldı. Karışım trompta süzülür, üzerine derişik HCl eklenip tekrar trompta süzülür. Katı kesim adi süzgeç kağıdı üzerine alınıp oda sıcaklığında kurutuldu<sup>26</sup>. Verim: %72, en: 181-182 °C.

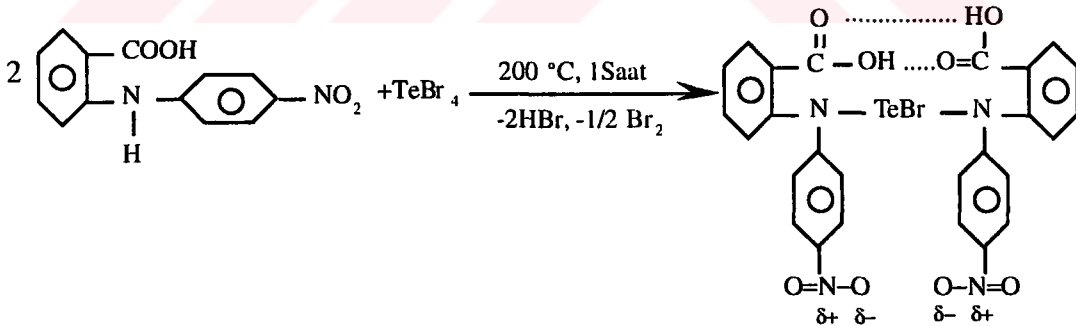
Kristallendirilmesi: Etil alkol+su+asetik asitte yapıldı.

IR spektrumunda 3338  $\text{cm}^{-1}$ 'de N-H esneme titreşiminden dolayı tekli pik gözlenmesi yapının sekonder amin olduğunu göstermektedir. (Şekil 7.16)

$^1\text{H}$  ve  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumu yapıyı göstermektedir. (Şekil 7.17, 7.18)

### 5.9. Bis[N-p-nitrofenil-o-karboksi anilino] Tellüryum Monobromürün Hazırlanması:

N-p nitrofenil antranilik asitin tellüryum türevi aşağıdaki reaksiyona göre sentezledi.



Tek boyunlu 50 ml'lik üzerine spiralli geri soğutucu takılmış bir balona;  $1.67 \cdot 10^{-3}$  mol  $\text{TeBr}_4$ ,  $9.6 \cdot 10^{-4}$  mol n-p-nitro fenil antranilik asit alındı. Yağ banyosu içerisine yerleştirilen düzenek bir saat boyunca reflux edildi. Sonra düzenek sökülüp, ürün sıcak suyla iyice yıkandı, koyu kahverenkli olan çökelek adi süzgeç kağıdı üzerine alınıp oda sıcaklığında kurumaya bırakıldı. Ürünün; alkol, benzen, asetik asit, nitrik asit, kloroform, sülfirik asitte çözündüğü yapılan çözünürlük denemelerinden alaşıldı.

Verim: %97, en: > 300 °C bozunma.



Kristallendirilmesi: Etanol + su karışımında kristallendirildi.

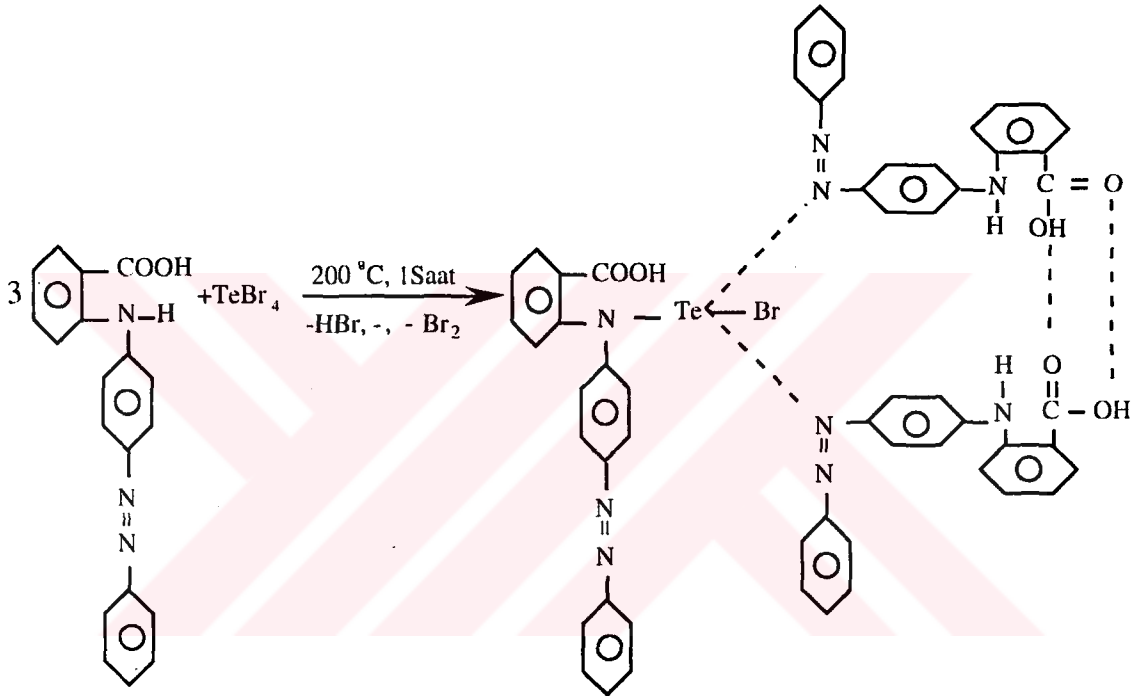
IR spektrumunda  $3400\text{ cm}^{-1}$ 'de O-H esneme titreşiminden dolayı yayvanlaşmış pik yapıda dimerleşme olduğunu göstermektedir. (Şekil 7.19)

$^1\text{H}$  NMR spektrumu yapıyı doğrulamaktadır. (Şekil 7.20)

Element analizi sonuçları. (Tablo 7.1)

### 5.10. [ 4 (2-karboksi anilino)] Azobenzen Telluryum Monobromürün Hazırlanması:

4-[2-karboksi anilino] azobenzenin tellüryum türevi aşağıdaki reaksiyona göre sentezlendi.



Tek boyunlu 50 ml'lik üzerine spiralli geri soğutucu takılmış bir balona;  $4.5 \cdot 10^{-3}$  mol  $\text{TeBr}_4$ ,  $2.7 \cdot 10^{-2}$  mol antranilik asit türevi alınıp, yağ banyosu içerisine yerleştirilen düzenek,  $200\text{ }^\circ\text{C}$ 'de bir saat süreyle ısıtıldı. Sonra düzenek sökülüp koyu mavi çökelek sıcak suyla iyice yıkandı. Adi süzgeç kağıdı üzerine alınan ürün, oda sıcaklığında kurumaya bırakıldı. Koyu mavi renkli ürünün; sıcak suda, benzen, alkol, ve kuvvetli asitlerde çözüldüğünü gözlemlendi. Verim: %85, en:  $>150\text{ }^\circ\text{C}$  bozunma.

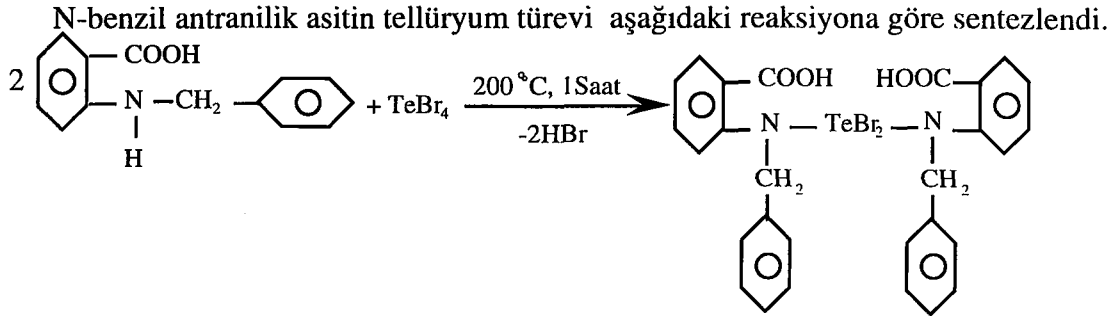
Kristallendirilmesi: %90 su + %10 alkol karışımında kristallendirildi.

IR spektrumunda  $3200\text{ cm}^{-1}$ 'de O-H esneme titreşiminden dolayı yayvanlaşmış pik yapıda dimerleşme olduğunu göstermektedir.. (Şekil 7.21)

$^1\text{H}$  NMR spektrumu yapıyı doğrulamaktadır. (Şekil 7.22). Molekül ağırlığı analiz sonucu (Tablo 7.2) Element analiz sonuçları (Tablo 7.3)'te verilmektedir.



### 5.11. Bis[N-Benzil-o-karboksi anilino ]Tellüryum Dibromürün Hazırlanması:



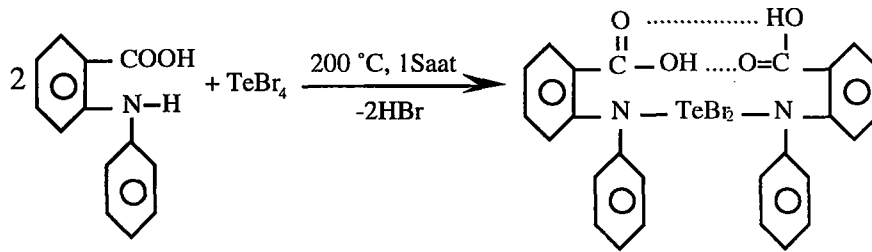
Tek boyunlu 50 ml'lik, üzerine spiralli geri soğutucu takılmış bir balona;  $1,1 \cdot 10^{-3}$  mol  $\text{TeBr}_4$ ,  $5,6 \cdot 10^{-3}$  mol antranilik asit türevi alınıp, yağ banyosu içerisine yerleştirilen düzenek  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de bir saat süreyle ısıtıldı. Sonra düzenek sökülüp, ürün iyice sıcak suyla yıkandı. Koyu kırmızı haldeki ürün bir adi süzgeç kağıdı üzerine alınıp oda sıcaklığında kurutuldu. Ürünün; alkol, benzen, bromik asit, nitrik asit, sülfirik asit, kloroformda çözüldüğü, suda çözünmediği gözlemlendi. Verim: %90, en:  $>100 \text{ }^\circ\text{C}$  bozunma.

IR spektrumunda  $3420 \text{ cm}^{-1}$ 'de O-H esneme titreşiminden dolayı yayvanlaşmış pik yapıda dimerleşme olduğunu göstermektedir. (Şekil 7.23)

$^1\text{H}$  NMR spektrumu yapıyı doğrulamaktadır. (Şekil 7.24). Molekül ağırlığı analiz sonucu (Tablo 7.4) Element analizi sonuçları. (Tablo 7.5)

### 5.12. Bis[N-fenil-o- karboksi anilino]Tellüryum Dibromürün Hazırlanması:

N-fenil antranilik asitin tellüryum türevi aşağıdaki reaksiyona göre sentezlendi.



Tek boyunlu 50 ml'lik, üzerine spiralli geri soğutucu takılmış bir balona;  $1,67 \cdot 10^{-3}$  mol  $\text{TeBr}_4$ ,  $8,3 \cdot 10^{-3}$  mol antranilik asit türevi alınıp, yağ banyosu içerisine yerleştirilen düzenek  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de bir saat süreyle ısıtıldı. Sonra düzenek sökülüp ham ürün sıcak suyla iyice yıkandı, adi süzgeç kağıdı üzerine alınan ürün oda sıcaklığında kurutuldu. Koyu mavi renkli ürünün, alkol, benzen, kloroform, asetik asit, nitrik asit, sülfirik asit ve kral suyunda çözüldüğü gözlemlendi. Verim: %97, en:  $>300 \text{ }^\circ\text{C}$  bozunma.

IR spektrumunda  $3400\text{ cm}^{-1}$ 'de O-H esneme titreşiminden dolayı pik yayınlanmış yapıda dimerleşme olduğunu göstermektedir. (Şekil 7.35)

$^1\text{H}$  ve  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumu yapıyı doğrulamaktadır. (Şekil 7.26,7.27). Element analizi sonuçları (Tablo 7.6)

### 5.13. Yün, Pamuk Ve Elyafın Boyanması:

#### 5.13.1 Azo Grubu Taşıyan Türevle Boyama:

İplik haline getirilmiş yün, pamuk ve naylon elyafın 10'ar gramının boyama işlemleri aşağıdaki şekilde yapıldı.

500 ml'lik, üzerine üç ayrı behere; eşit miktarlarda kabın  $3/4$ 'nü dolduracak şekilde %2'lik Soda, %15'lik  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , %20'lik NaCl ve etil alkolde çözülmüş %1'lik boyarmadde çözeltisi alındı. İplikler üç ayrı kaba daldırıldı. Yağ banyosu içerisine yerleştirilen düzenek, beherlerdeki çözeltilerin kaynama noktasına kadar ısıtıldı. (pH=3, sıcaklık  $> 110\text{ }^\circ\text{C}$ ) Boyarmaddenin asit grubu taşınması nedeniyle, ortama glasiyel asetik asitten 20 ml kaynayan çözeltilerin üzerine eklendi. Bir saat boyunca kaynatıldıktan sonra, kaplardaki çözelti hacminin kabın hacminin  $1/4$ 'ne indiği gözlemlendi. Hemen iplikler kaplardan alınarak soğuk suyla yıkandı ve oda sıcaklığında kurumaya bırakıldı.(Şekil: 7.28,7.29,7.30,7.31)

#### 5.13.2. Fenil Grubu Taşıyan Türevle Boyama:

İplik haline getirilmiş yün, pamuk ve naylon elyaflardan 10'ar gramının boyama işlemleri aşağıdaki şekilde yapıldı.

500 ml üç ayrı behere; eşit miktarda kabın  $3/4$ 'nü dolduracak şekilde %10  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , %4 asetik asit, %1'lik kloroformdaki boyarmadde çözeltileri alındı. İplikler üç ayrı kaba daldırıldı. Yağ banyosu içerisine yerleştirilen düzenek çözeltilerin kaynama noktalarına kadar ısıtıldı. pH=4, Sıcaklık  $>110\text{ }^\circ\text{C}$ 'de yarım saat kaynatılmaya devam edildikten sonra ortama %5'lik  $\text{NaHSO}_4$ 'den 40 ml ilave edildi ve yarım saat daha kaynatıldı. Kaptaki çözeltinin toplam hacme oranı  $1/4$  olduğu an, düzenek söküldü, iplikler kaplardan alınarak hemen soğuk suyla yıkandı ve oda sıcaklığında kurumaya bırakıldı. (Şekil: 7.32)

#### 5.13.3. Benzil Grubu Taşıyan Türevle Boyama:

500 ml'lik üç ayrı behere; eşit miktarlarda kabın  $3/4$ 'nü dolduracak şekilde %10'luk  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , %4'lük asetik asit, %1'lik kloroformdaki boyarmadde çözeltileri alındı.

İplikler üç ayrı kaba daldırıldı. Yağ banyosu içerisinde yerleştirilen düzeneğin sıcaklığı çözeltilerin kaynama noktalarına kadar yükseltildi. pH=4, Sıcaklık >110 °C'de yarım saat kaynatılmaya devam edildikten sonra %5'lik NaHSO<sub>4</sub>'den 40 ml ilave edildi ve yarım saat daha kaynatıldı. Kaptaki çözeltinin toplam hacme oranı 1/4 olduğu an, düzenek söküldü, iplikler kaplardan alınarak hemen soğuk suyla yıkandı ve oda sıcaklığında kurumaya bırakıldı. (Şekil: 7.33)

#### **5.13.4. Nitro Grubu Taşıyan Türevle Boyama:**

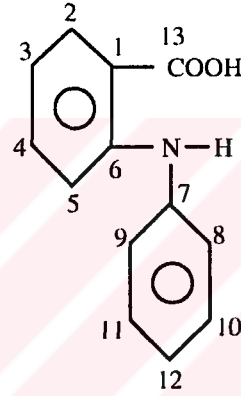
500 ml'lik, üç ayrı behere; eşit miktarlarda kabın 3/4'nü dolduracak şekilde %10'luk Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.10H<sub>2</sub>O, %4'lük asetik asit, %1'lik kloroformdaki boyarmadde çözeltileri alındı. İplikler üç ayrı kaba daldırıldı. Yağ banyosu içerisinde yerleştirilen düzeneğin sıcaklığı çözeltilerin kaynama noktalarına kadar yükseltildi. pH=4, Sıcaklık >110 °C'de yarım saat kaynatılmaya devam edildikten sonra ortama %5'lik NaHSO<sub>4</sub>'den 40 ml ilave edildi ve yarım saat daha kaynatıldı. Kaptaki çözeltinin toplam hacme oranı 1/4 olduğu an, düzenek söküldü, iplikler kaplardan alınarak hemen soğuk suyla yıkandı ve oda sıcaklığında kurumaya bırakıldı. (Şekil: 7.34)

## 6. SONUÇ ve TARTIŞMA

### 6.1. N-Fenil antranilik Asit ve Tellüryum Türevi:

N-fenil antranilik asitin C=O grubuna ait  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumundaki pik 176 ppm'de (Şekil 7.18), tellüryumlu türevinde ise aynı pik 178.5 ppm'de görülmektedir. (Şekil 7.27)

N-fenil antranilik asitin benzen halkasına ait  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumundaki pikler 112-131 ppm arası (Şekil 7.18), tellüryumlu türevinde ise 118-142 ppm arasında görülmektedir. (Şekil 7.27) Benzen halkasına ait  $^{13}\text{C}$  NMR  $\delta$  değerleri büyükten küçüğe doğru şöyle sıralanabilir,  $\text{C}_{13}$ ,  $\text{C}_6$ ,  $\text{C}_7$ ,  $\text{C}_1$ ,  $\text{C}_4$ ,  $\text{C}_2$ ,  $\text{C}_5$ ,  $\text{C}_{10}=\text{C}_{11}$ ,  $\text{C}_{12}$ ,  $\text{C}_3$ ,  $\text{C}_8=\text{C}_9$  şeklindedir.



$^{13}\text{C}$  NMR spektrumundaki 77 ppm'de görülen pik  $\text{CDCl}_3$ 'e ait piktir.  $^{13}\text{C}$  NMR'da görülen piklerin sayısı, bileşikteki karbon sayılarıyla orantılıdır. (Şekil: 7.18, 7.27)

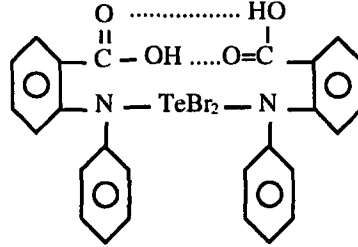
$^1\text{H}$  NMR spektrumunda 2-3 ppm arası çözücü sinyali, 6-8.5 ppm arası aromatik halkanın protonlarına ait pikler, 9.5 ppm'de asit sinyali gözlenmektedir. (Şekil: 7.17) Aynı asidin tellüryumlu türevinin  $^1\text{H}$  NMR'ında 3-4 ppm arasında DMSO'den gelen suyun protonlarına ait pik,  $\cong$  12 ppm'de ise asit sinyali gözlenmektedir. (Şekil: 7.26)

IR spektrumu incelendiğinde  $3338\text{ cm}^{-1}$ 'de keskin N-H esneme titreşimi gözlenirken (Şekil 7.16), tellüryumlu türevinin IR spektrumunda  $3450\text{ cm}^{-1}$ 'de geniş bir şekilde asosiye olmuş O-H bandı gözlenmektedir.(Şekil: 7.25) N-fenil antranilik asite ait C=O grubununa ait titreşim  $1659\text{ cm}^{-1}$ 'de (Şekil: 7.16), tellüryumlu türevinde ise iki adet,  $1595\text{ cm}^{-1}$ 'de ve  $1560\text{ cm}^{-1}$ 'de esneme titreşimi gözlenmiştir. (Şekil: 7.25) İki adet karbonil pikinin gözlenmesi yapıda dimerleşme olduğunu göstermektedir. Yapıya tellür elementinin girmesi IR spektrumundaki değerleri sağa kaydırmıştır.(Şekil:7.25)

Hesaplanan ve bulunan %C, %N, %H değerleri birbirleriyle uyum halindedir. (Tablo: 7.6)

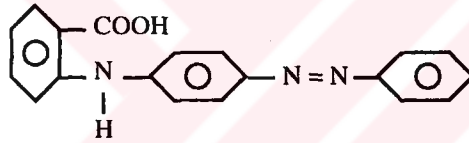
Sıcaklık >110 °C, pH=3'de yapılan boyamada maddenin; yün, pamuk ve elyafı boyadığı anlaşılmıştır. (Şekil: 7.32) N-fenil antranilik asit alkolde çok az çözünürken, tellüryumlu türevi ise gayet fazla miktarda çözünmektedir.

Tüm bu olgular gözönüne alındığında aşağıdaki yapı önerilebilir.



## 6.2 4[2-karboksi anilino] Azobenzen ve Tellüryum Türevi:

4[2- karboksi anilino] C=O grubuna ait  $^{13}\text{C}$  NMR'daki piki 174 ppm'de gözlenmiştir.



$$C_1 = \delta 155 \text{ ppm}$$

$$C_6 = \delta 144 \text{ ppm}$$

$$C_7 = \delta 150 \text{ ppm}$$

$^{13}\text{C}$  NMR spektrumunda 77 ppm'de görülen üçlü pik  $\text{CDCl}_3$ 'e aittir  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumundaki piklerin sayısı bileşikte bulunan karbon sayısı ile orantılıdır. (Şekil: 7.9) Aynı asitin tellüryum türevine ait  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumu (Şekil 7.22 a)'da verilmiştir.

$^1\text{H}$  NMR spektrumunda 6-8.5 ppm arası aromatik halkanın protonlarına ait pikler, 9.5 ppm'deki hafif tümsek pik N-H pikidir, 11 ppm'de ise hafif O-H sinyali görülmüştür. (Şekil: 7.8) Aynı asitin tellüryum türevinde ise 6-8.5 arası aromatik protonlara ait pik, 2-3 ppm arası çözücü sinyaline rastlanılmıştır. (Şekil: 7.22)

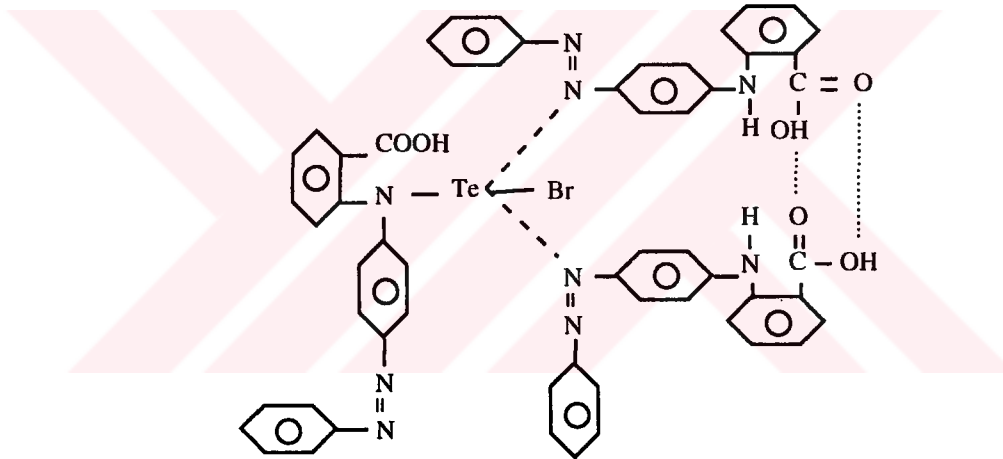
IR spektrumunda  $3322 \text{ cm}^{-1}$ 'de hafif keskin N-H piki, aynı asitin tellüryumlu türevinde ise  $3620 \text{ cm}^{-1}$ 'de yayvanlaşmış bir O-H esneme titreşimi dimerleşme varlığını göstermektedir.  $1665 \text{ cm}^{-1}$ 'de C=O grubuna ait esneme titreşimi gözlenmiştir. Tellüryumlu türevinde ise  $1495 \text{ cm}^{-1}$  ve  $1425 \text{ cm}^{-1}$ 'de C=O grubuna ait iki adet esneme titreşimi gözlenmesi, yapıda dimerleşme sav'ını doğrulamaktadır. Aynı zamanda spektrumun sağa kaydığı gözlenmektedir. (Şekil: 7.7, 7.21)

Hesaplanan ve bulunan %C, %N, %H değerlerinin birbirleriyle uyum halinde olduğu anlaşılmaktadır. (Tablo: 7.7, 7.3)

pH= 3, sıcaklık>110 °C de yapılan boyama işlemi "mordanlı-mordansız" olarak, yün, pamuk ve naylon elyafı değişik renklere boyadığı tarafımızdan kanıtlanmıştır. Bu da bize; elde ettiğimiz maddenin boyarmadde karakteri taşıdığını göstermektedir. (Şekil: 7.28,7.29,7.30,7.31)

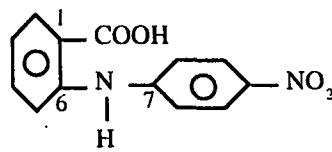
Gebze Enstrumental Analiz Laboratuvarlarında yapılan MA tayininde; hesaplanan maddenin bir molü: 524 gr/mol, bulunan maddenin bir molünün ağırlığı: 542 gr/mol olduğu tesbit edildi.(Tablo: 7.7) Bulunan ile hesaplanan değerlerin uyum halinde olduğunu söyleyebiliriz.(Tablo: 7.42)

Tüm bu olgular göz üzüne alındığında elde ettiğimiz ürünün önerilen yapısı aşağıdadır.



### 6.3. N-P- Nitro Fenil Antranilik Asit ve Tellüryum Türevi:

N-p-nitro fenil antranilik asitin C=O grubuna ait  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumundaki pik 170.6 ppm'de gözlenmiştir.



$$C_1 = \delta 117.9 \text{ ppm}$$

$$C_6 = \delta 144 \text{ ppm}$$

$$C_7 = \delta 150.7 \text{ ppm}$$

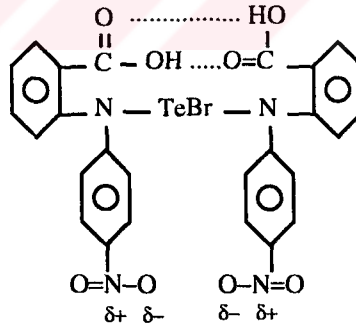
$^{13}\text{C}$  NMR'da 30-50 ppm arası DMSO'den gelen altılı bir pik gözlenmektedir.  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumundaki piklerin sayısı, bileşikte bulunan karbon sayılarıyla orantılıdır. (Şekil: 7.6)

$^1\text{H}$  NMR spektrumu incelendiğinde; 2-3 ppm arası çözücü sinyali, 6-8.5 ppm arası gözlenen pik aromatik halkada bulunan protonlara aittir. 3-4 ppm arası hafif tümsek N-H piki olabilir. N-H ve O-H bildiğimiz gibi floxeble (oynaktır) yani 0-12 ppm arasında olabilir. 10 ppm civarında asit karbonu yada N-H piki olabilir.(Şekil: 7.5) Aynı asitin tellüryumlu türevinin  $^1\text{H}$  NMR spektrumu incelendiğinde; 3-4 ppm arası DMSO'den gelen suya ait hafif tümsek O-H piki ve 2.5 ppm'de DMSO piki gözlenmektedir. Aynı zamanda, asit sinyali, zaman zaman aromatik protonlara ait sinyallerin altında kalabilir, bu da 10-20 ppm arasında asit sinyaline rastlanmamasından anlaşılmaktadır.(Şekil: 7.20)

IR spektrumu incelendiğinde;  $3321\text{ cm}^{-1}$ 'de N-H esneme titreşimi,  $1663\text{ cm}^{-1}$  C=O grubuna ait keskin esneme titreşimi gözlenmiştir. (Şekil: 7.4) Aynı asitin tellüryumlu türevinin  $3420\text{ cm}^{-1}$ 'de yayvanlaşmış bir O-H esneme piki "pikin yayvanlaşması dimerleşmenin olduğunu gösterir."  $1591\text{ cm}^{-1}$  ve  $1500\text{ cm}^{-1}$ 'de iki adet C=O grubuna ait esneme titreşimi gözlenmesi, dimerleşme sav'ını doğrulamaktadır. Yapıya tellür elementinin girmesi spektrumu sağa kaydırmıştır. (Şekil: 7.19)

Hesaplanan ve bulunan %C, %N, %H değerlerinin birbirleriyle uyum halinde olduğu anlaşılmıştır.(Tablo:7.1,7.7)

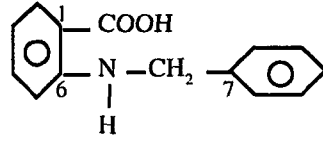
pH=3, sıcaklık>110 °C'de yapılan boyama işlemi sonucu; maddenin yün, pamuk ve naylon elyafı boyadığı anlaşılmaktadır..(Şekil:7.34)



N-p-nitrofenil antranilik asitin tellüryumlu türevi suda ve THF'de çözünmez. Tüm bu olgular gözününe alındığında elde ettiğimiz ürünün önerilen yapısı yukarıdadır.

#### 6.4. N-Benzil Antranilik Asit ve Tellüryum Türevi:

N-benzil antranilik asitin  $^{13}\text{C}$  NMR spektrumunda C=O grubuna ait pik  $175.7\text{ ppm}$ 'de gözlenmiştir.  $49\text{ ppm}$ 'de  $-\text{CH}_2$  benzil karbonu,  $78\text{ ppm}$ 'de  $\text{CDCl}_3$  karbonuna ait üçlü pik görülmektedir.



$$C_1 = \delta 111 \text{ ppm}$$

$$C_6 = \delta 150.6 \text{ ppm}$$

$$C_7 = \delta 140.6 \text{ ppm}$$

Elektron gönderici grup aromatik halka üzerinde bulunursa  $\delta$  değerleri o-C<p-C<m-C şeklinde artar. Halkaya bağlı elektron çekici substitüent varsa  $\delta$  değerleri o-C<m-C<p-C şeklinde sıra izler.  $^{13}\text{C}$  NMR'ındaki piklerin sayısı, bileşikteki karbon sayılarıyla orantılıdır. (Şekil: 7.12)

$^1\text{H}$  NMR spektrumunda; 4.5 ppm'de benzil protonlarına ait pik, 6-8.5 ppm arasında aromatik halkaya ait protonlar, 10-12 ppm arasında ise konsantrasyona bağlı olarak asit sinyali gözlenmektedir. (Şekil: 7.11) Tellüryumlu türevindeyse; 2.5 ppm'de DMSO'ya ait pik, 3.3 ppm'de ise DMSO'den gelen suyun protonlarına ait pik gözlenmektedir, 6-8.5 ppm arası tellüryumlu türevin aromatik halkalarına ait pikler gözlenmiştir. (Şekil: 7.24)

IR spektrumu incelendiğinde;  $3375 \text{ cm}^{-1}$ 'de keskin N-H esneme titreşimi gözlenmekte,  $1661 \text{ cm}^{-1}$ 'de C=O grubuna ait esneme titreşimi gözlenmektedir. Tellüryumlu türevinin  $3420 \text{ cm}^{-1}$ 'de yayvanlaşmış O-H esneme titreşimi "pikin yayvanlaşması dimerleşmenin olduğunun bir kanıtıdır." (Şekil: 7.10)  $3018 \text{ cm}^{-1}$  ve  $3038 \text{ cm}^{-1}$ 'de benzil grubuna ait yarılmış iki pik halinde gözlenmektedir.  $1620 \text{ cm}^{-1}$   $1680^{-1}$  olmak üzere C=O grubuna ait iki esneme titreşimi gözlenmesi, dimerleşme sav'ını doğrulamaktadır. (Şekil: 7.23)

Hesaplanan ve bulunan % C, % N, % H değerlerinin birbirleriyle uyum halinde olduğu anlaşılmaktadır. (Tablo: 7.5, 7.7)

Gebze Enstrümental Analiz Laboratuvarlarında yapılan MA tayininde; hesaplanan maddenin bir molünün ağırlığı: 721 gr/mol, deneysel olarak bulunan bir molün ağırlığı: 720 gr/mol'dür.

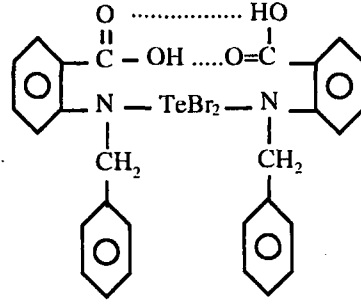
Teorik ve pratik olarak bulunan değerler birbirleriyle uyum sağlamaktadır. (Şekil: 7.4)

pH=3, sıcaklık >110 °C'de N-benzil antranilik asitin tellüryumlu türeviyle yapılan elyaf boyaması sonucu maddenin; yün, naylon elyafı boyadığı ve boyarmadde karakteri taşıdığı anlaşılmaktadır. (Şekil: 7.33)

Bazik ortamda yapılan boyama işlemi, pamuğun boyanmasının uygun pH' larda yapılması gerektiğini göstermektedir.



Tüm bu olgular gözönüne alındığında elde ettiğimiz ürünün şu yapıda olduğu kanaatindeyiz.



Sentezlenen yeni bileşiklerin fiziksel özellikleri Tablo: 7.8'de verilmiştir.





## 7. TABLO ve ŐEKİLLER

do 7.1. Bis[N-p-nitrofenil-o-karboksi anilino] tellüryum mono büromüre ait elementel analiz sonucu

### EAGER 200 Unk Report

Instrument name : Instrument #1      Blank drift ( $\mu$ V): -16.3  
 Company Name : CE Instruments      Operator Ident. :  
 Analysed : 10-08-95 07:56:09      Printed : 10-08-1995 08:11:17  
 Sample Ident. : 16 NITRO      Filename : SLD-16  
 Sample Weight : 2.798      Calc.method: using 'K. Factors'

Pk. (#)	Ret Time (Sec)	Area ( $\mu$ V*Sec)	Element % (%)	Area Ratio	Name
1	58	55822	8.176	.151332E+02	Nitrogen
2	92	814747	45.655	.100000E+01	Carbon
3	307	725654	2.310	.651557E+01	Hydrogen
4	0	0	0.000	.000000E+00	Sulphur

Tablo 7.2. [4(2-karboksi anilino)] Azobenzen. tellüryum mono bromüre ait GPC kromatografisi ile alınmış molekül ağırlığı sonucu.

HT6E-HR1	12/06/95 13:26:26	CH= "A"	PS= 1.
FILE 1.	METHOD 0.	RUN 4	INDEX 4
ANALYST: CN			
Wt. Avg Mwt= <u>548.</u>	No. Avg Mwt= <u>548.</u>		
Z Avg Mwt.= <u>548.</u>	Z+1 Avg Mwt.= <u>549.</u>		
Polydisp. Index= <u>1.0004566</u>	Visc. Avg= <u>547.</u>		
Fit Type (FT) = 3.	Intrinsic Visc.= <u>0.</u>		
<b><u>Analiz şartları</u></b>			
Sıcaklık : + 40 °C			
Çözücü : THF			
Çözücü akış hızı : 1.0 ml/dakika			
Kolon tipi : Waters Styragel Column HR1 + HT 6E			
HR1 = Etkin molekül ağırlığı aralığı 500-5000			
HT 6E= Etkin molekül ağırlığı aralığı 5000-1x10 <sup>7</sup>			
Kolon dolgu maddesi : Yüksek oranda çapraz bağlı Stren-divinilbenzen kopolimer partikülleri			
Standart : Poli(stiren)			
Dedektör : RI			
GPC cihazı : Waters 510 HPLC pump			
Yazıcı hızı : 0.5 cm/dak.			
Başarılı çalışmalarınızın devamını dileriz.			

7.3. [4(2-karboksi anilino)] Azobenzenin tellüryum mono bromüre ait Elementel Analiz  
 icu

### EAGER 200 Unk Report

Instrument name : Instrument #1                      Blinc drift ( $\mu$ V):-10.2  
 Company Name : CE Instruments                      Operator Ident. :  
 Analysed : 10-06-95 20:34:18                      Printed : 10-06-1995 20:49:25  
 Sample Ident. : 9 ~~820~~                              Filename : TEK-9  
 Sample Weight : 1.381                                Calc.method: using 'K. Factors'

Pk. (#)	Ret Time (Sec)	Area ( $\mu$ V*Sec)	Element % (%)	Area Ratio	Name
1	59	35710	10.514	.150509E+02	Nitrogen
2	95	537467	55.766	.100000E+01	Carbon
3	304	91785	3.348	.585569E+01	Hydrogen
4	0	0	0.000	.000000E+00	Sulphur

Tablo 7.4. Bis[N-benzil-o-karboksi anilino] tellüryum dibromüre ait GPC kromatografisi ile alınmış molekül ağırlığı sonucu.

HT6E-HR1	12/06/95 14:37:55	CH= "A" PS= 1.
FILE 1.	METHOD 0.	RUN 6 INDEX 1
ANALYST: CN		
Wt. Avg MWt= <u>721.</u>	No. Avg MWt= <u>689.</u>	
Z Avg MWt.= 758.	Z+1 Avg MWt.= 799.	
Polydisp. Index= <u>1.0458344</u>	Visc. Avg= 720.	
Fit Type (FT) = 3.	Intrinsic Visc.= 0.	
<b><u>Analiz şartları</u></b>		
Sıcaklık : + 40 °C		
Çözücü : THF		
Çözücü akış hızı : 1.0 ml/dakika		
Kolon tipi : Waters Styragel Column HR1 + HT 6E		
HR1 = Etkin molekül ağırlığı aralığı 500-5000		
HT 6E= Etkin molekül ağırlığı aralığı 5000-1x10 <sup>7</sup>		
Kolon dolgu maddesi : Yüksek oranda çapraz bağlı Stren-divinilbenzen kopolimer partikülleri		
Standart : Poli(stiren)		
Dedektör : RI		
GPC cihazı : Waters 510 HPLC pump		
Yazıcı hızı : 0.5 cm/dak.		
Başarılı çalışmalarınızın devamını dileriz.		

Tablo 7.5. Bis[N-benzil-o-karboksi anilino] tellüryum dibromüre ait Elementel Analiz Sonucu

EAGER 200 Unk Report					
Instrument name : Instrument 41			Baseline drift (pV): -10.3		
Company Name : LC Instruments			Operator Ident. :		
Analyzed : 10-07-95 13:46:41			Printed : 10-07-1995 14:01:		
Sample Ident. : Benzil			Filename : TEK-6		
Sample Weight : 3.305			Calc.method: using 'K. Factors'		
Fl. (#)	Ret Time (sec)	Area (psec)	Element %	Area Ratio	Name
1	60	55823	3.966	151333E+02	Nitrogen
2	96	844767	46.710	100000E+01	Carbon
3	318	129855	3.440	651558E+01	Hydrogen
4	0	0	0.000	000000E+00	Sulphur

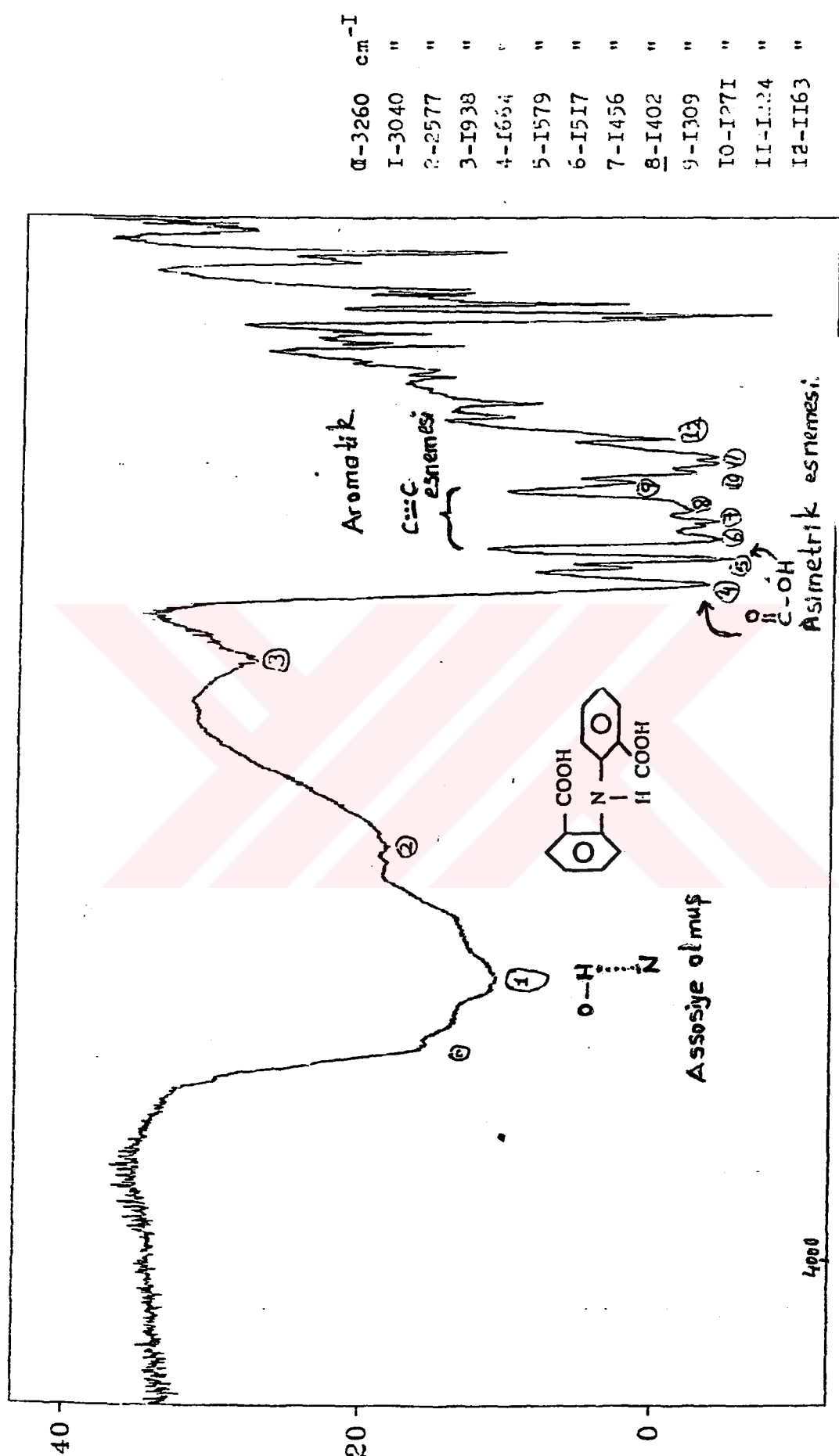
lo:7.6.Bis[N-fenil-o-karboksi anilino] Tellüryum dibromürün Element Analiz Sonuçları.

EAGER 200 Unk Report

Instrument name : Instrument #1                      Blind drift (µV):-10.3  
 Company Name : CE Instruments                    Operator Ident. :  
 Analysed : 10-07-95 13:46:41                    Printed : 10-07-1995 14:01:49  
 Sample Ident. : 6 F. ANT. ASIDE                    Filename : TEK-6  
 Sample Weight : 3.305                              Calc.method: using 'K. Factors'

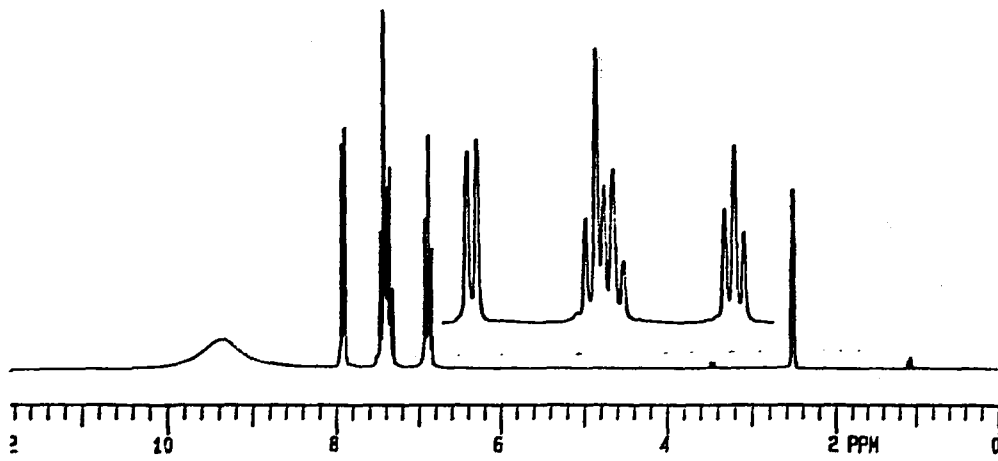
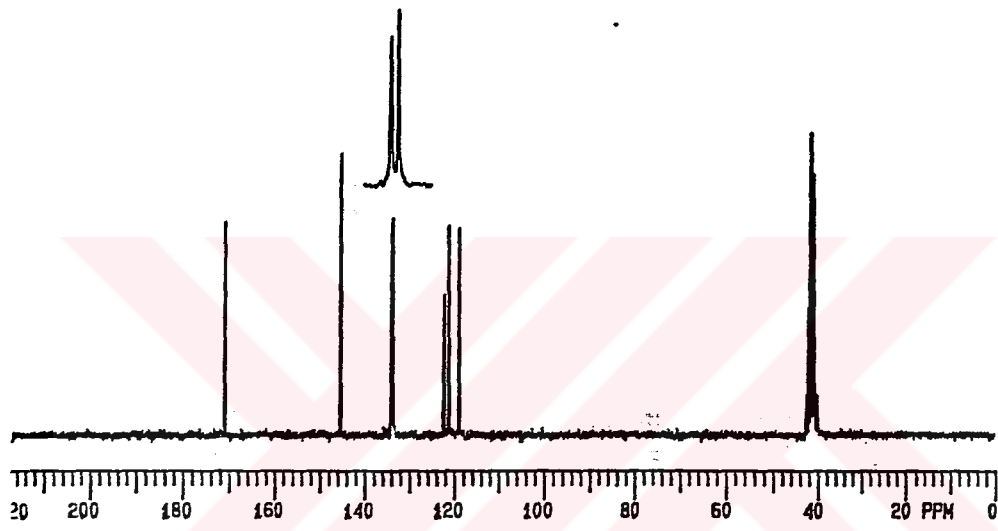
Pk. (#)	Ret Time (Sec)	Area (VxSec)	Element % (%)	Area Ratio	Name
1	20	25552	3.219	.387755E+02	Nitrogen
2	71	990556	46.385	.100000E+01	Carbon
3	337	137498	2.198	.710302E+01	Hydrogen
5	0	0	0.000	.000000E+00	Sulphur



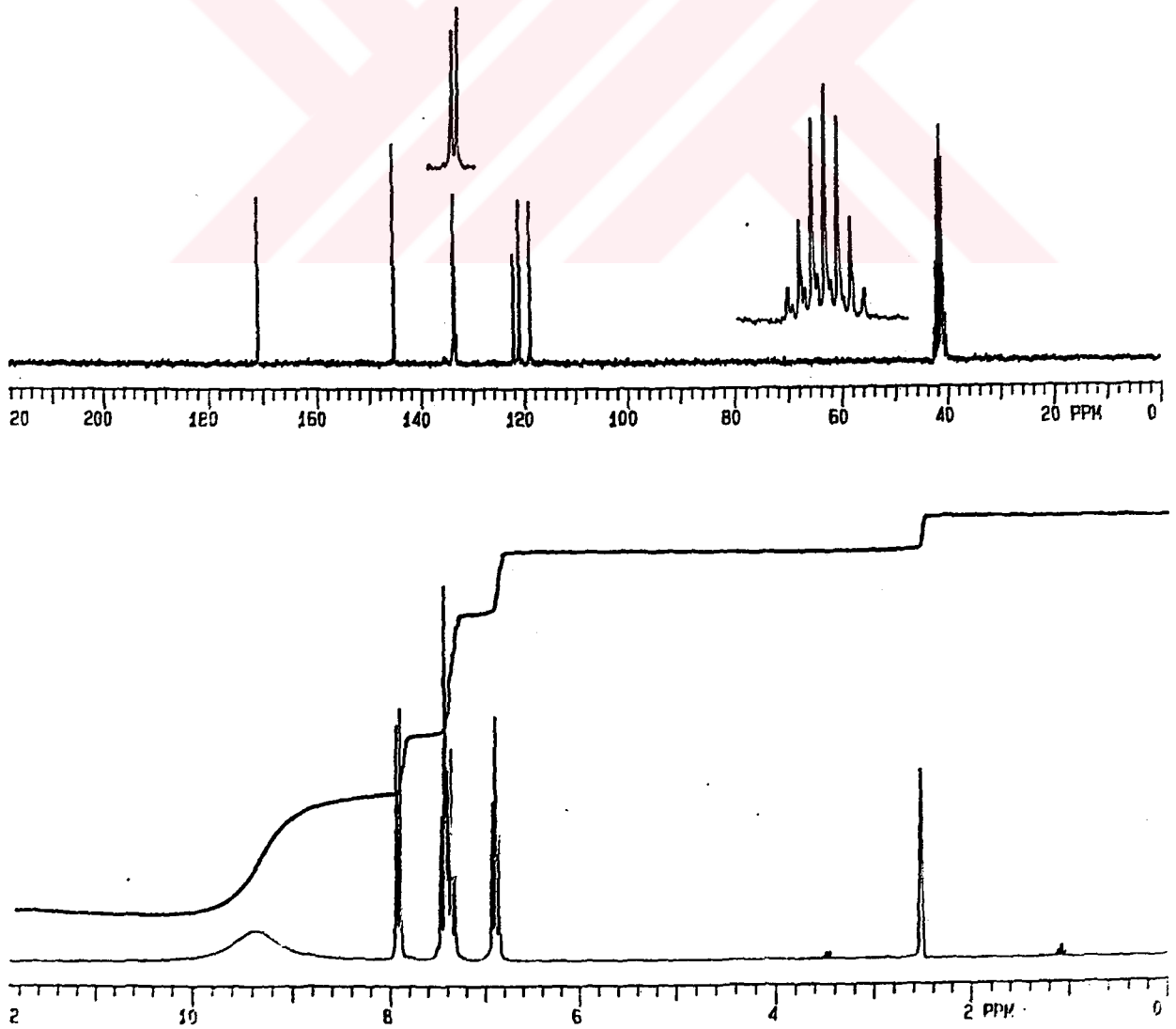


1-3260	cm <sup>-1</sup>
1-3040	"
2-2577	"
3-1938	"
4-1664	"
5-1579	"
6-1517	"
7-1456	"
8-1402	"
9-1309	"
10-1271	"
11-1124	"
12-1163	"

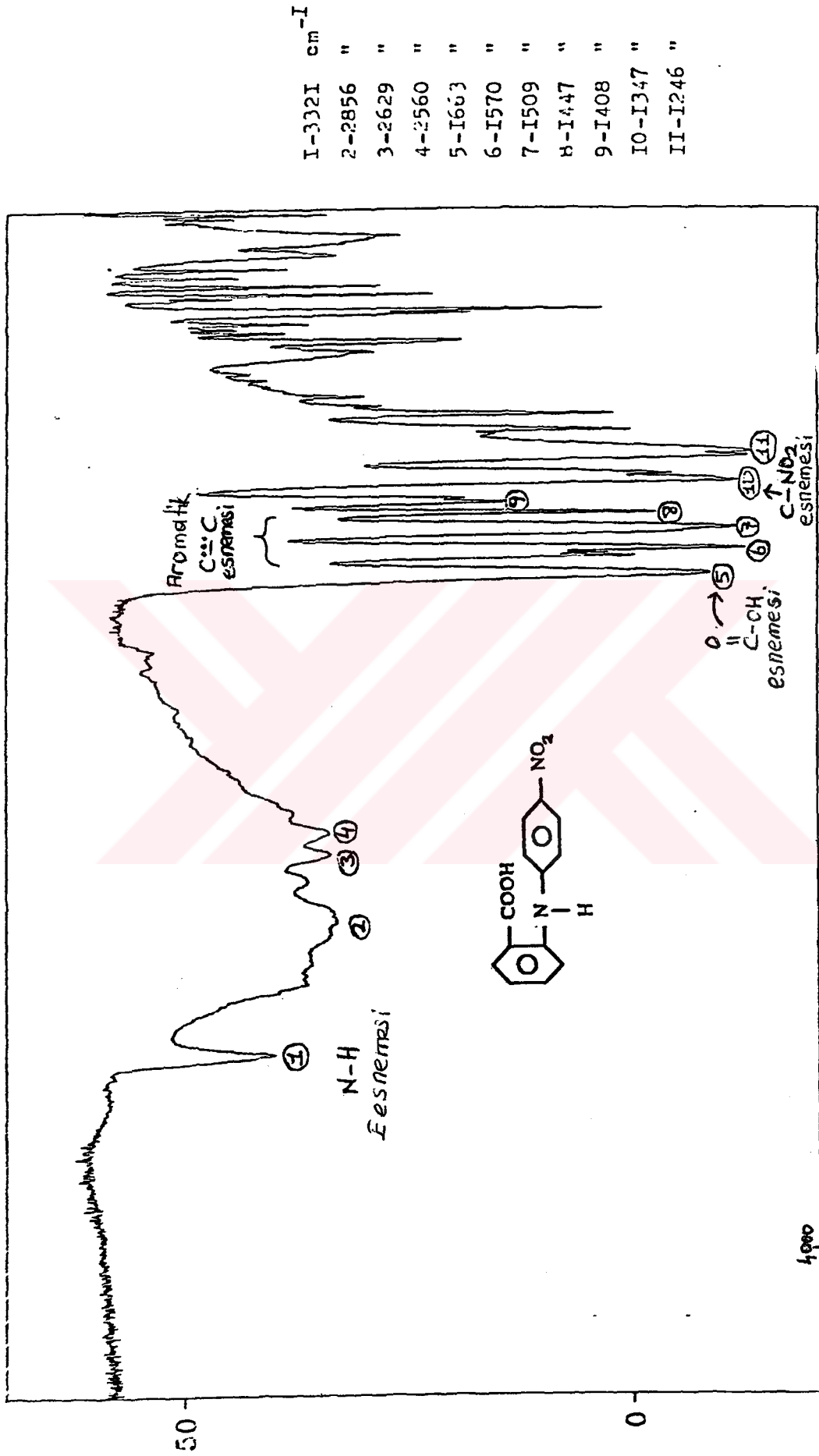
Şekil 7.1. N-o-Karboksi fenilalaninlik asitin KBr pellet tekniği ile alınmış IR spektrumu.



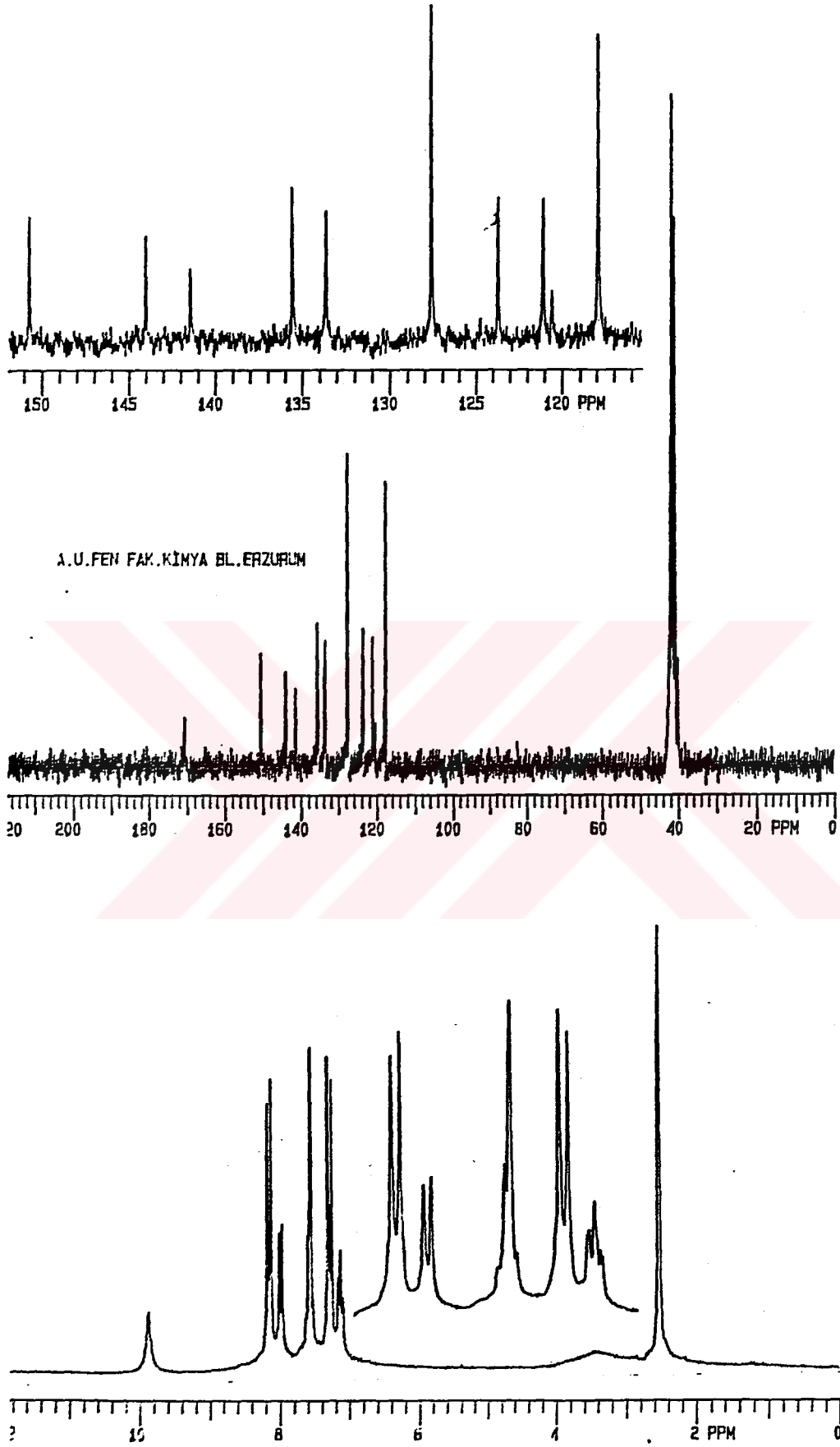
Şekil 7.2. N-o-Karboksi fenilantranilik asitin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz  $^1\text{H}$  nmr spektrumu



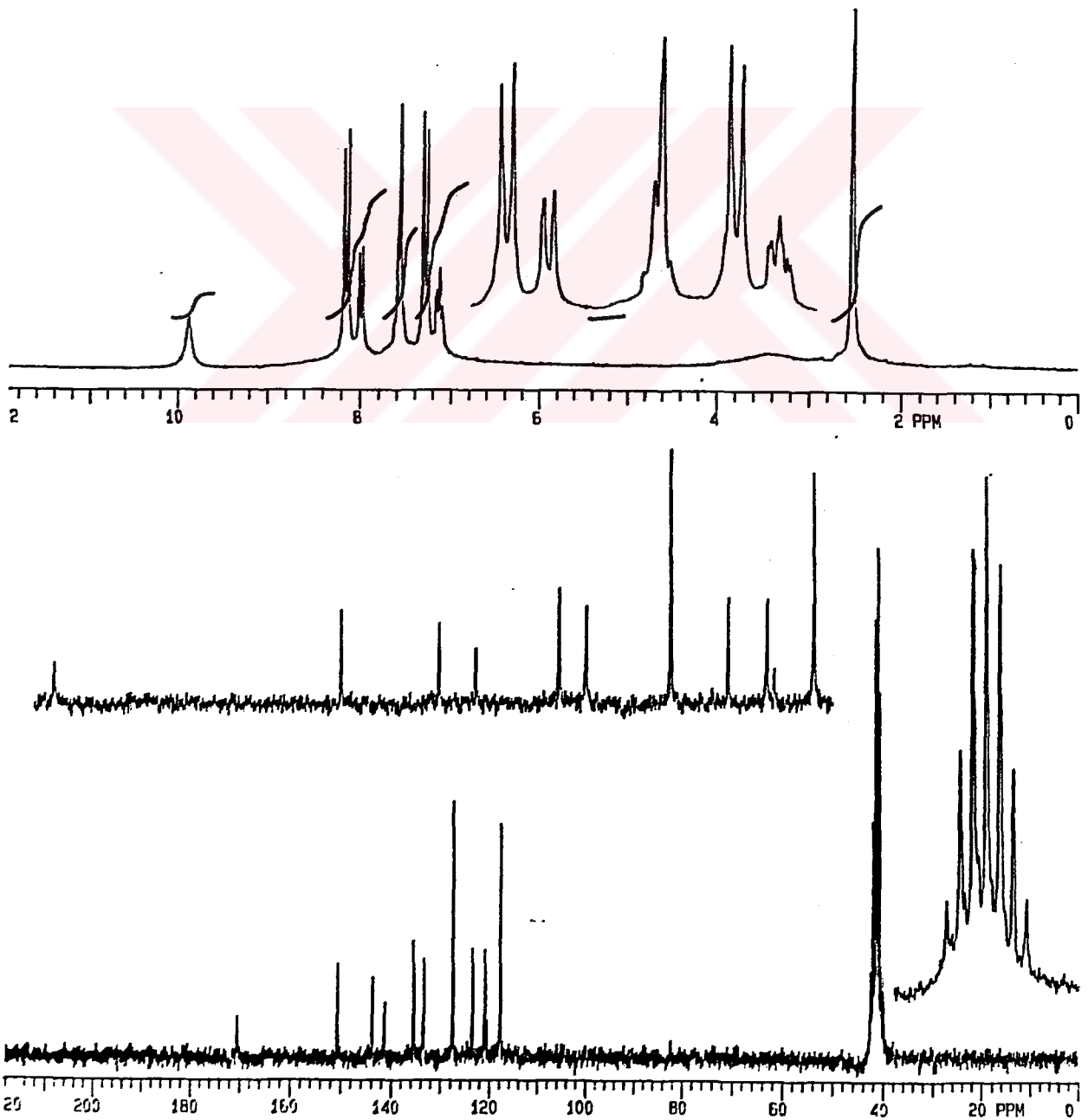
Şekil 7.3. N-o-Karboksi fenilantranilik asitin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 50,33 MHz  $^{13}\text{C}$  Decoupled nmr spektrumu.



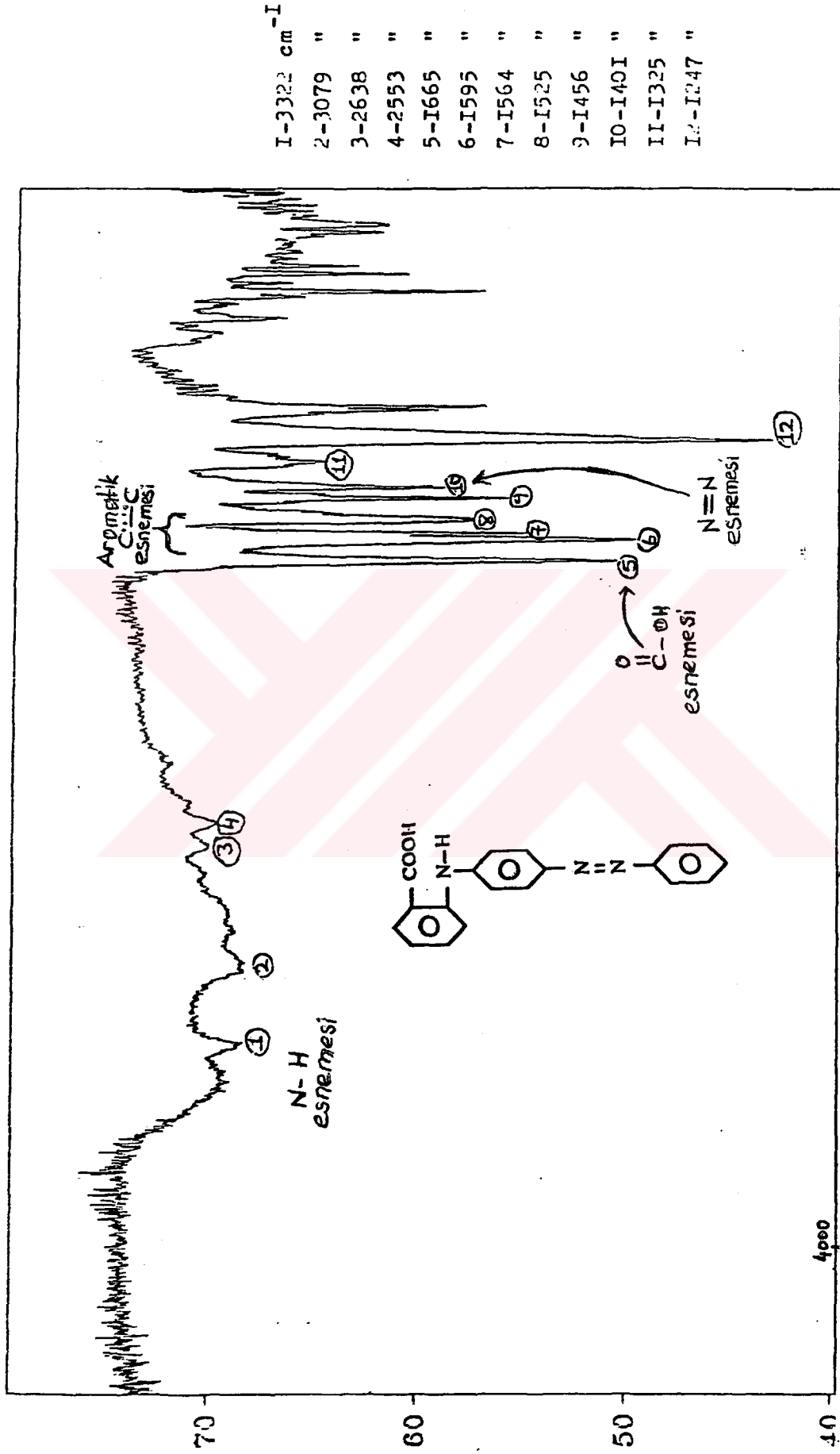
Şekil 7.4. N-p-Nitrofenilantranilik asitin KBr pellet tekniği ile alınmış IR spektrumu.



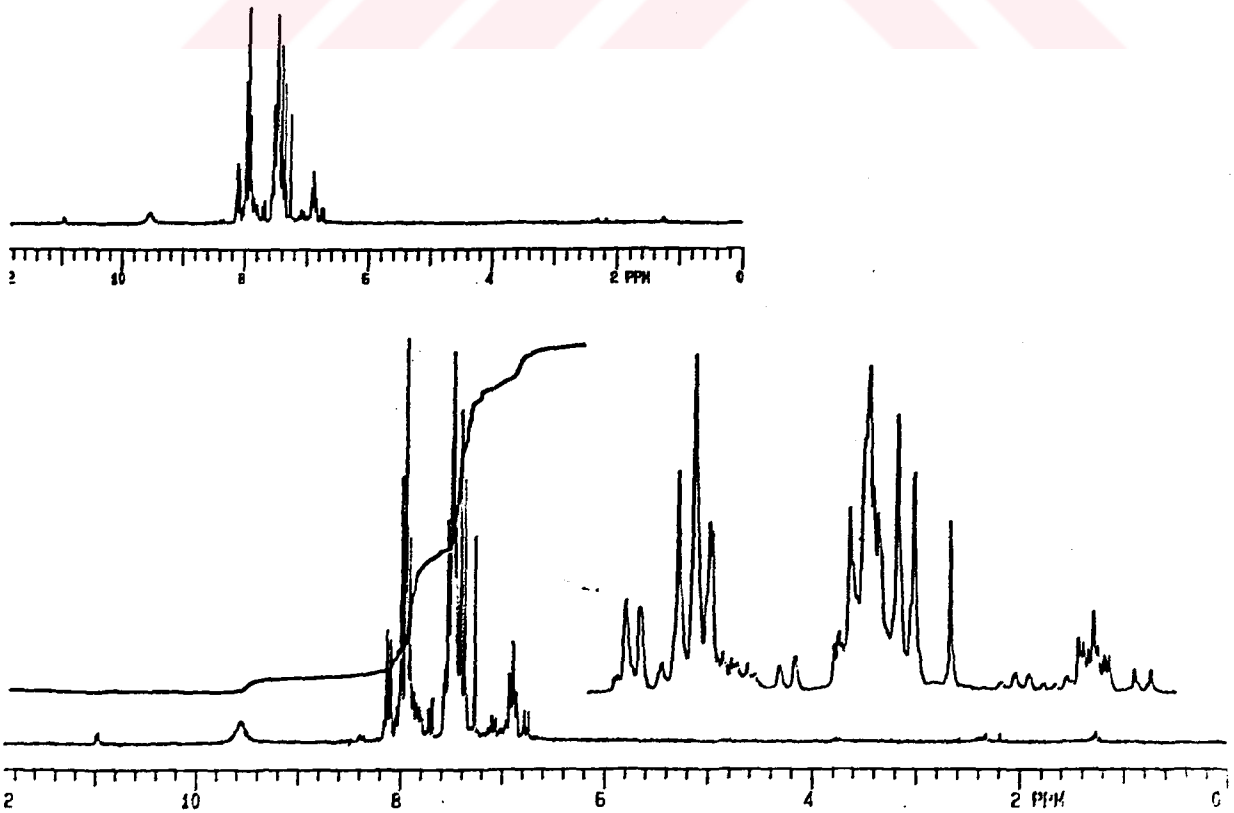
Şekil 7.5. N-p-Nitrofenilantranilik asitin CDCl<sub>3</sub> içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz <sup>1</sup>H ımr spektrumu.



Şekil 7.6. N-p-Nitrofenilantranilik asitin CDCl<sub>3</sub> içinde alınmış Gemini-Varian Model 50,33 MHz <sup>13</sup>C Decoupled nmr spektrumu.

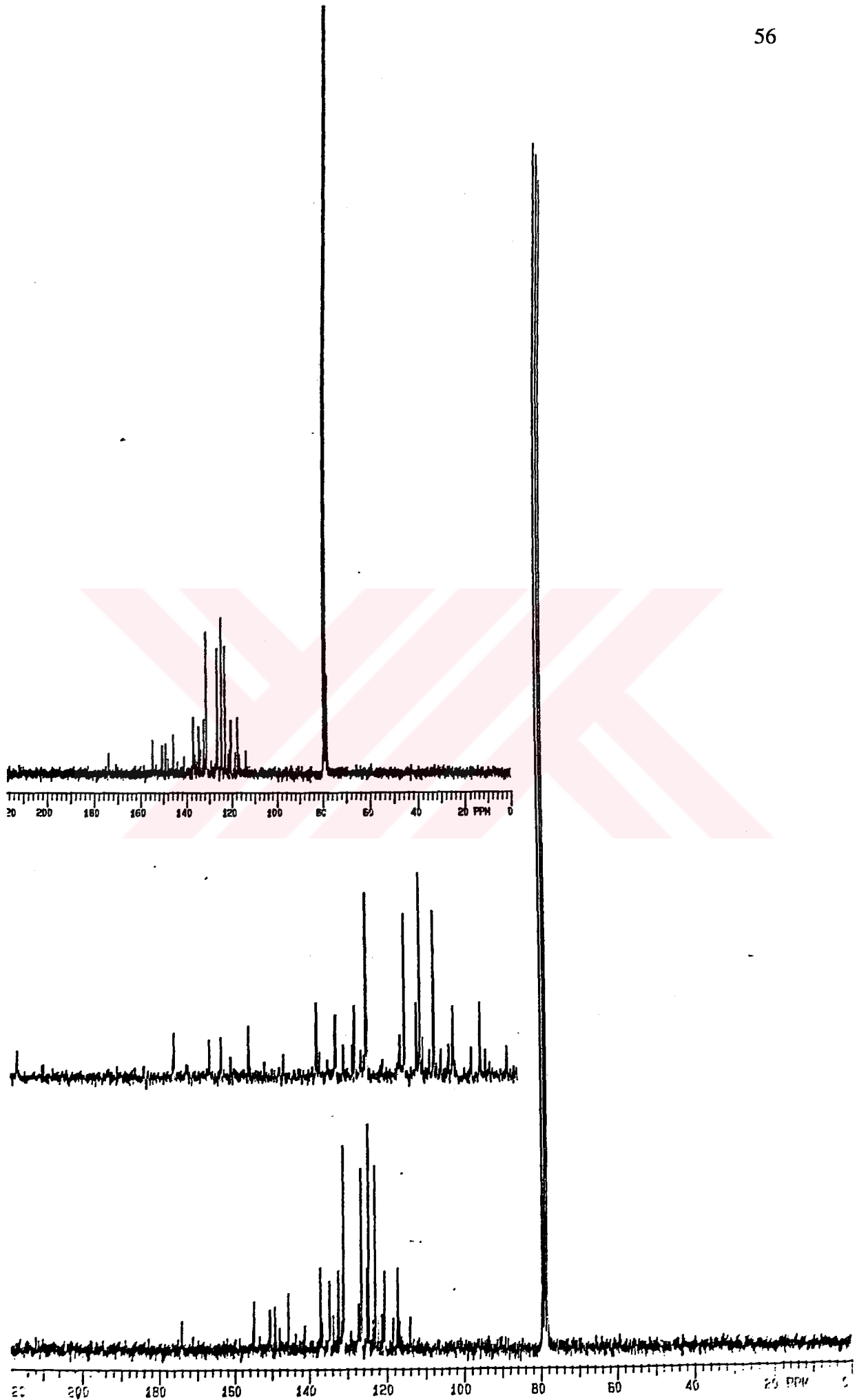


Şekil 7.7. 4-[2-karboksi anilino] Azobenzenin KBr pellet tekniği ile alınmış IR spektrumu.

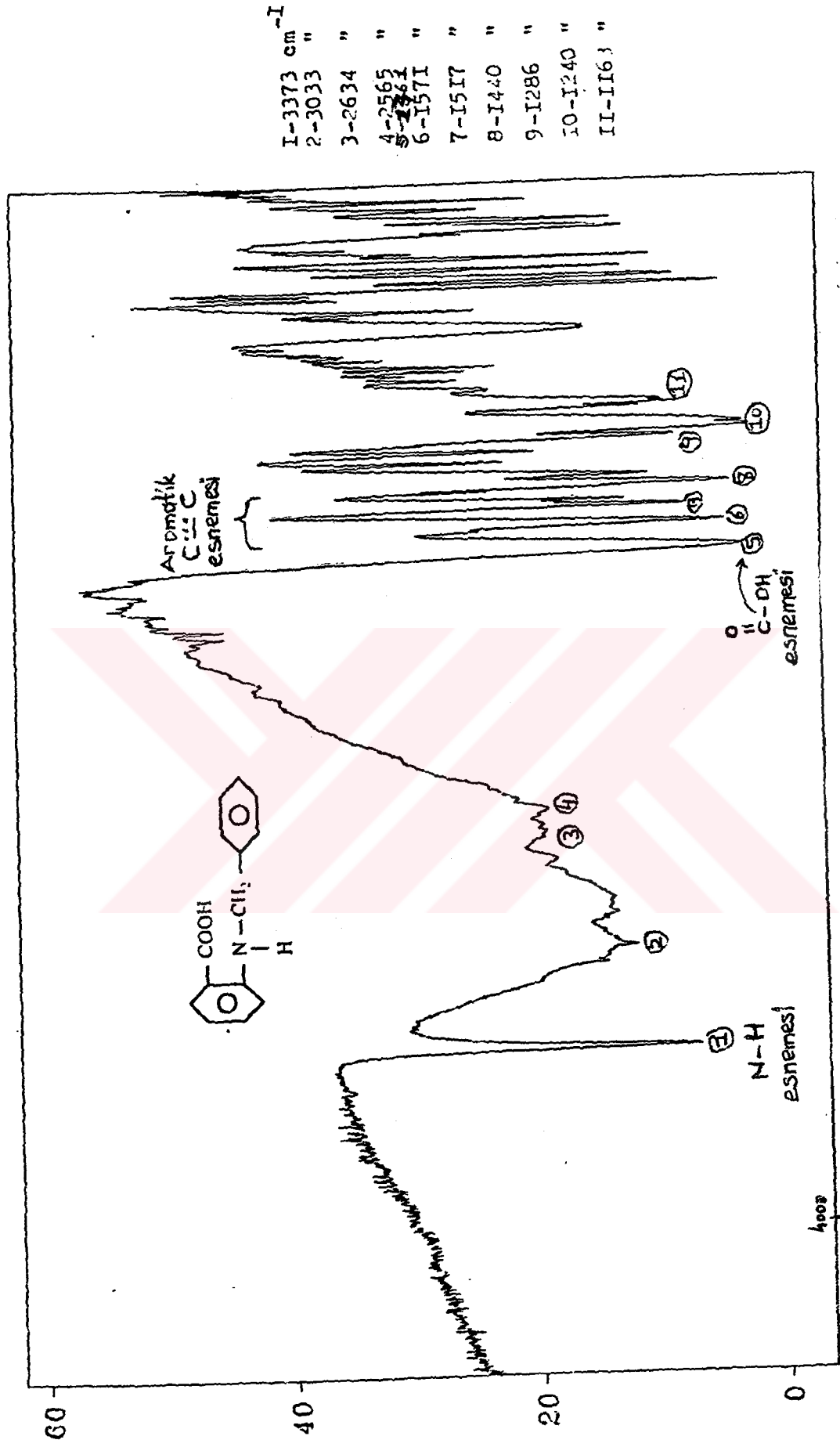


Şekil 7.8. 4[2-karboxi anilino] Azobenzenin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz  $^1\text{H}$  nmr spektrumu.

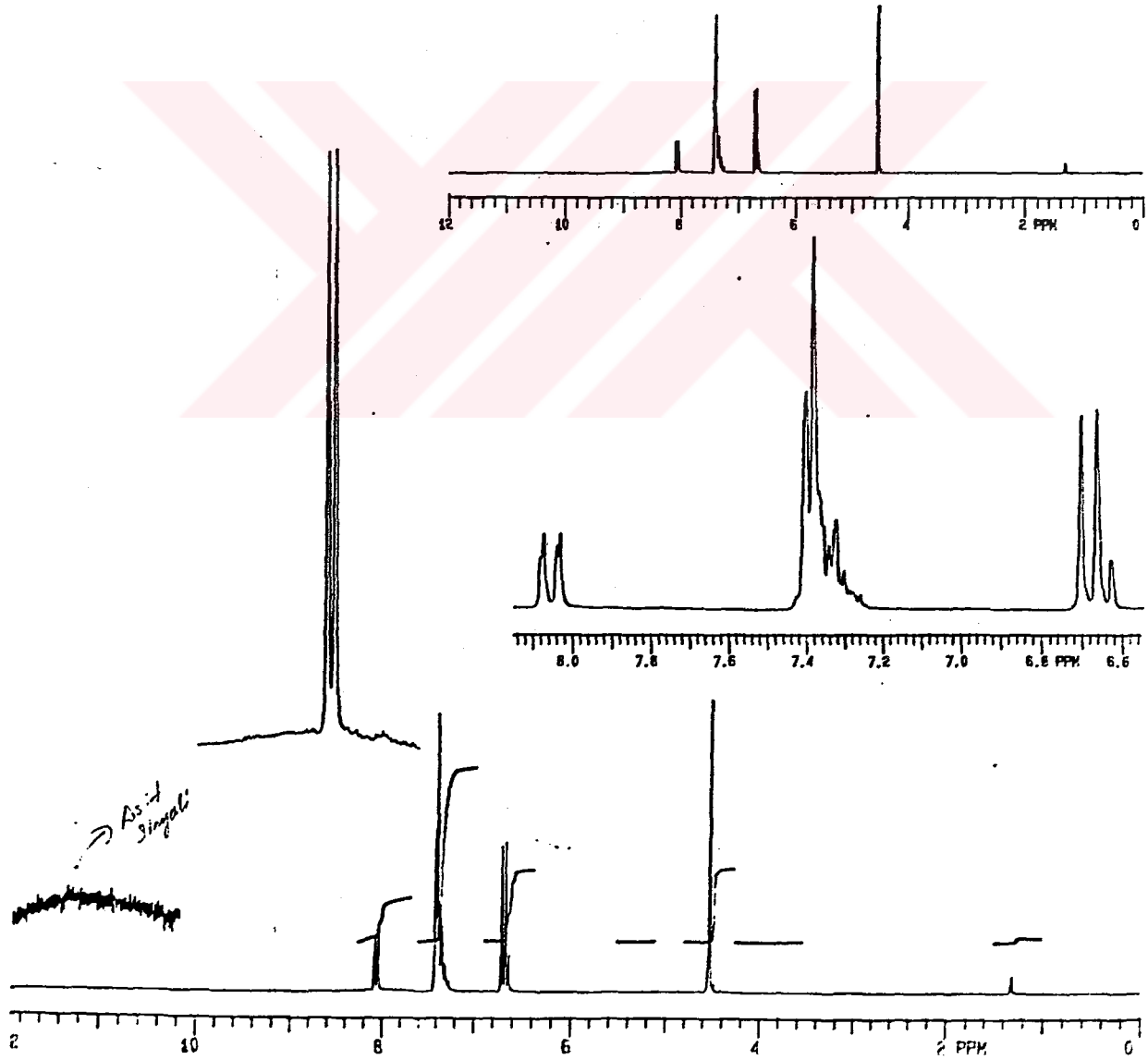




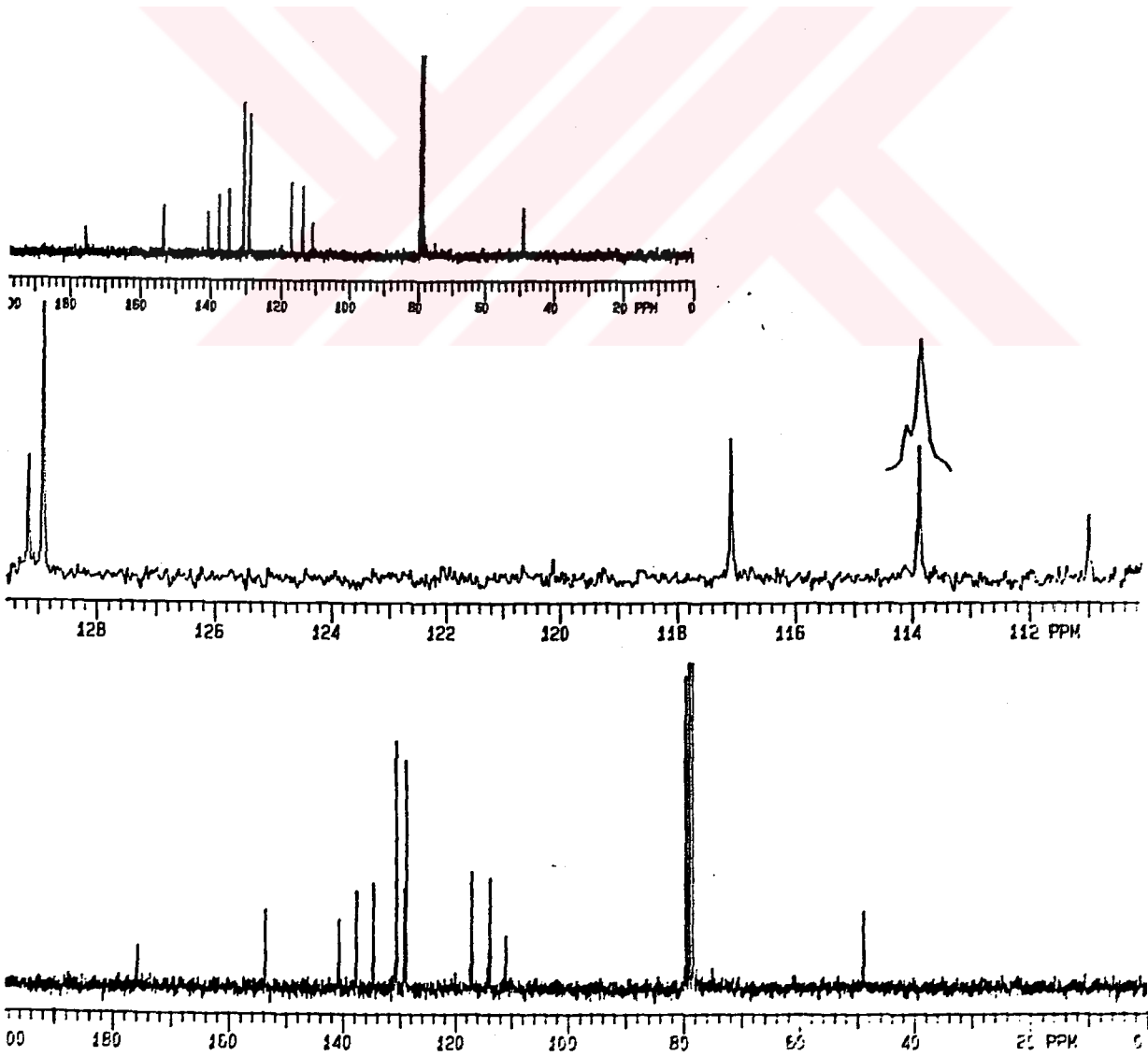
Şekil 7.9. 4[2-karboxi anilino] Azobenzenin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 50,33 MHz  $^{13}\text{C}$  Decoupled nmr spektrumu.



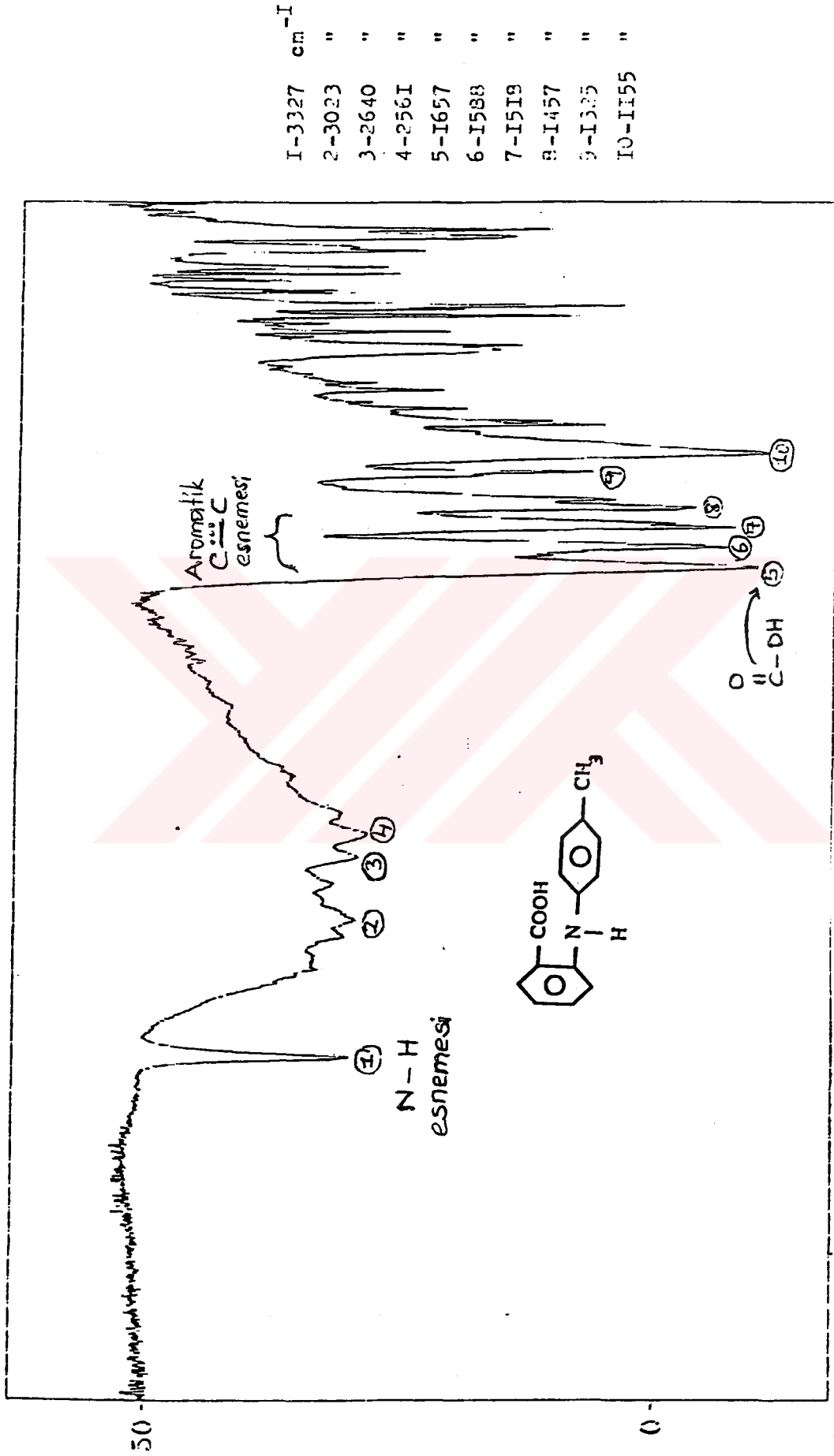
Şekil 7.10. N-benzil antranilik asitin KBr pellet tekniği ile alınmış IR spektrumu.



Şekil 7.11. N-benzil antranilik asitin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz  $^1\text{H}$  nmr spektrumu.



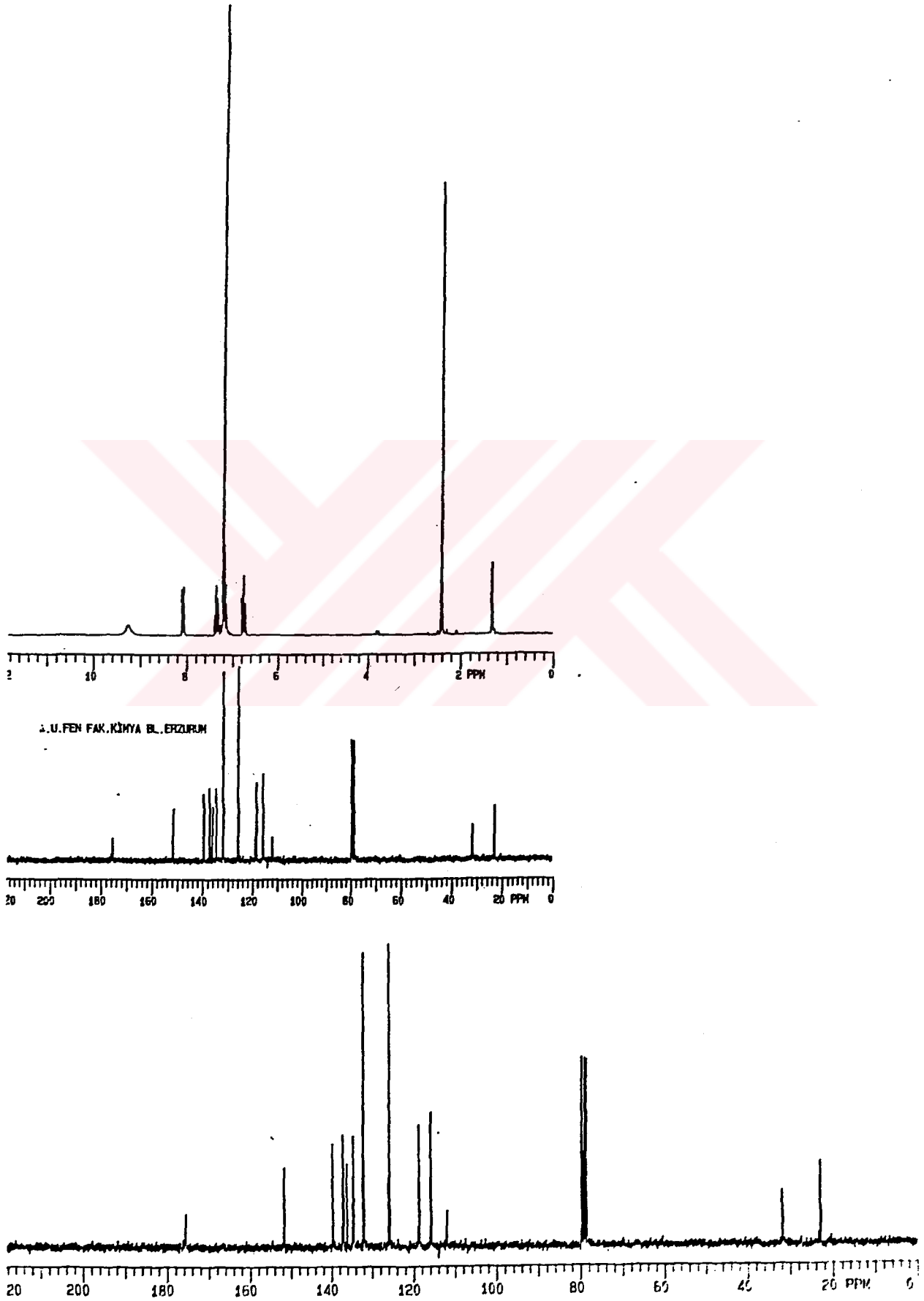
Şekil 7.12. N-benzil antranilik asitin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 50,33 MHz  $^{13}\text{C}$  Decoupled nmr spektrumu.



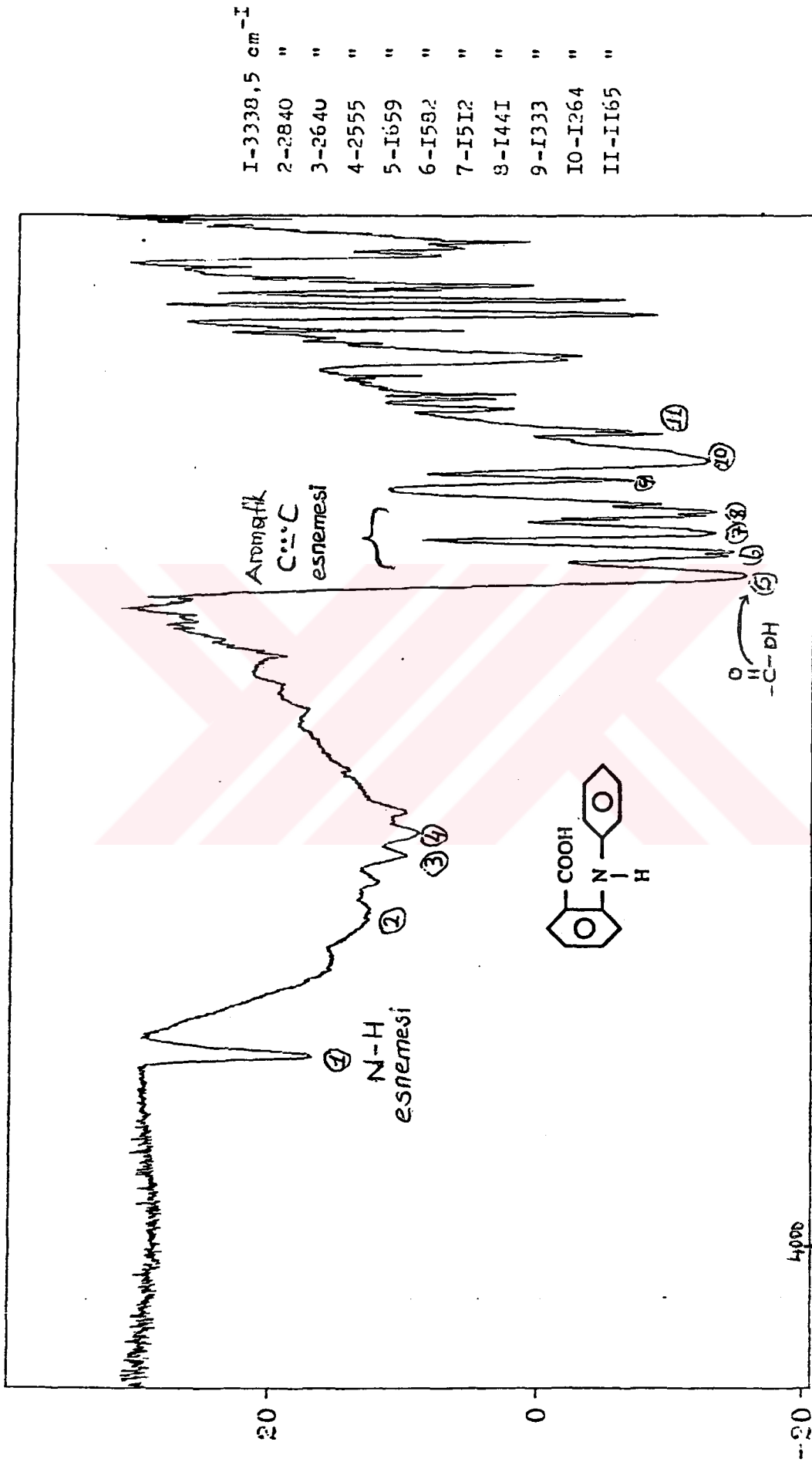
Şekil 7.13. N-p-toluilantranilik asitin KBr pellet tekniği ile alınmış IR spektrumu.



Şekil 7.14. N-p-toluilantranilik asitin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz  $^1\text{H}$  nmr spektrumu.

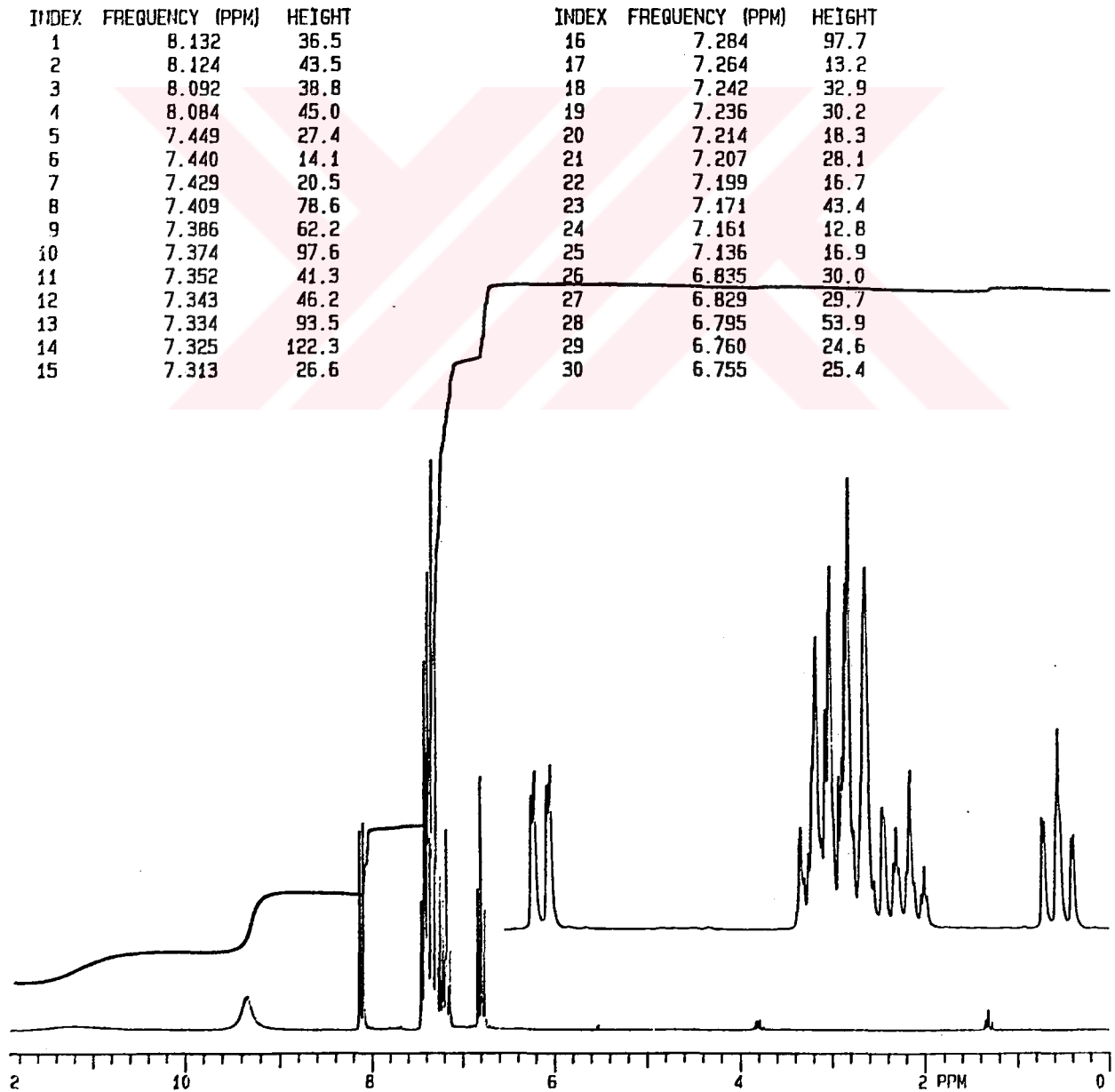


Şekil 7.15. N-p-toluidantranilik asitin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 50,33 MHz  $^{13}\text{C}$  Decoupled nmr spektrumu.

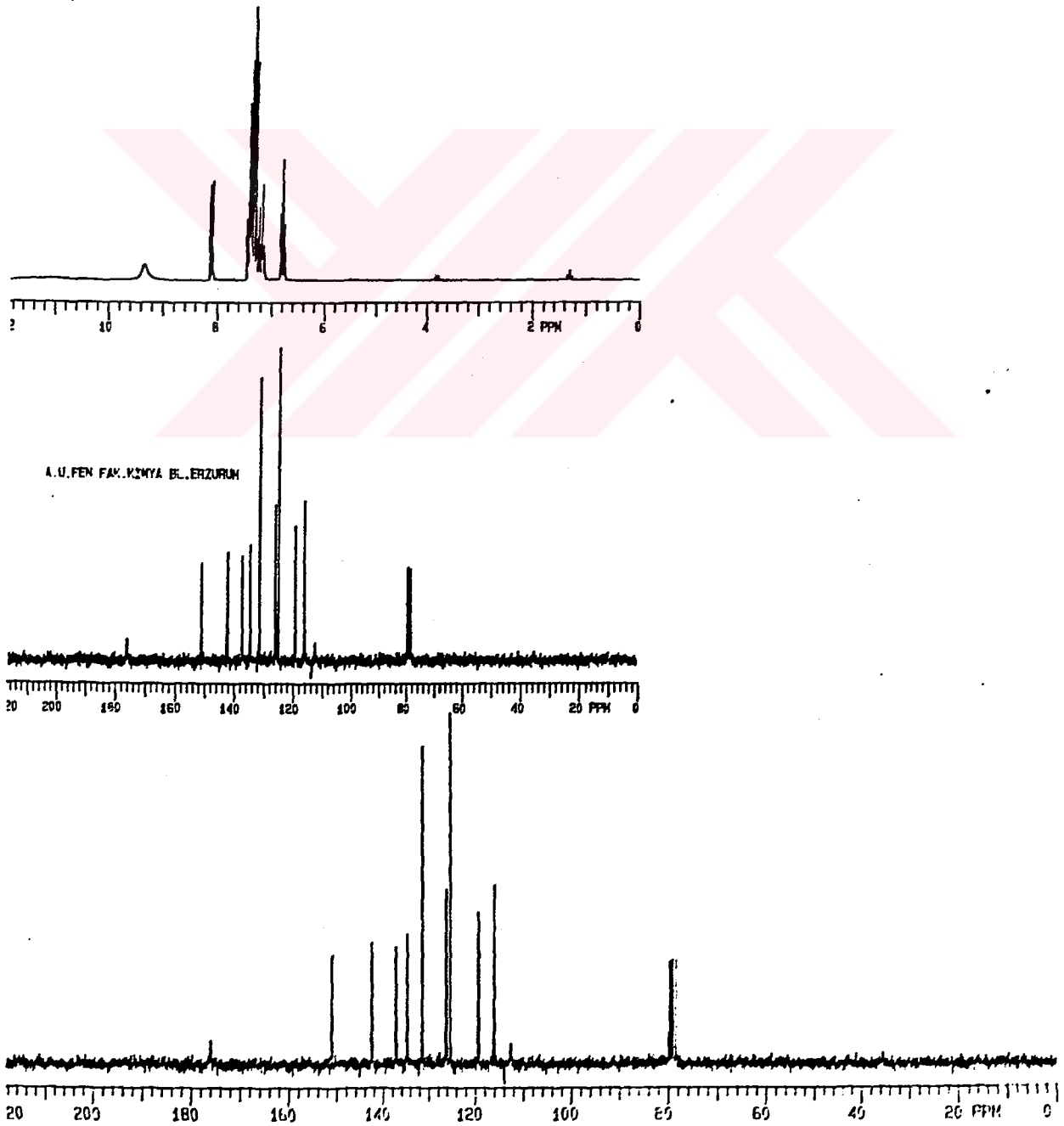


Şekil 7.16. N-fenilantranilik asitin KBr pellet tekniği ile alınmış IR spektrumu.

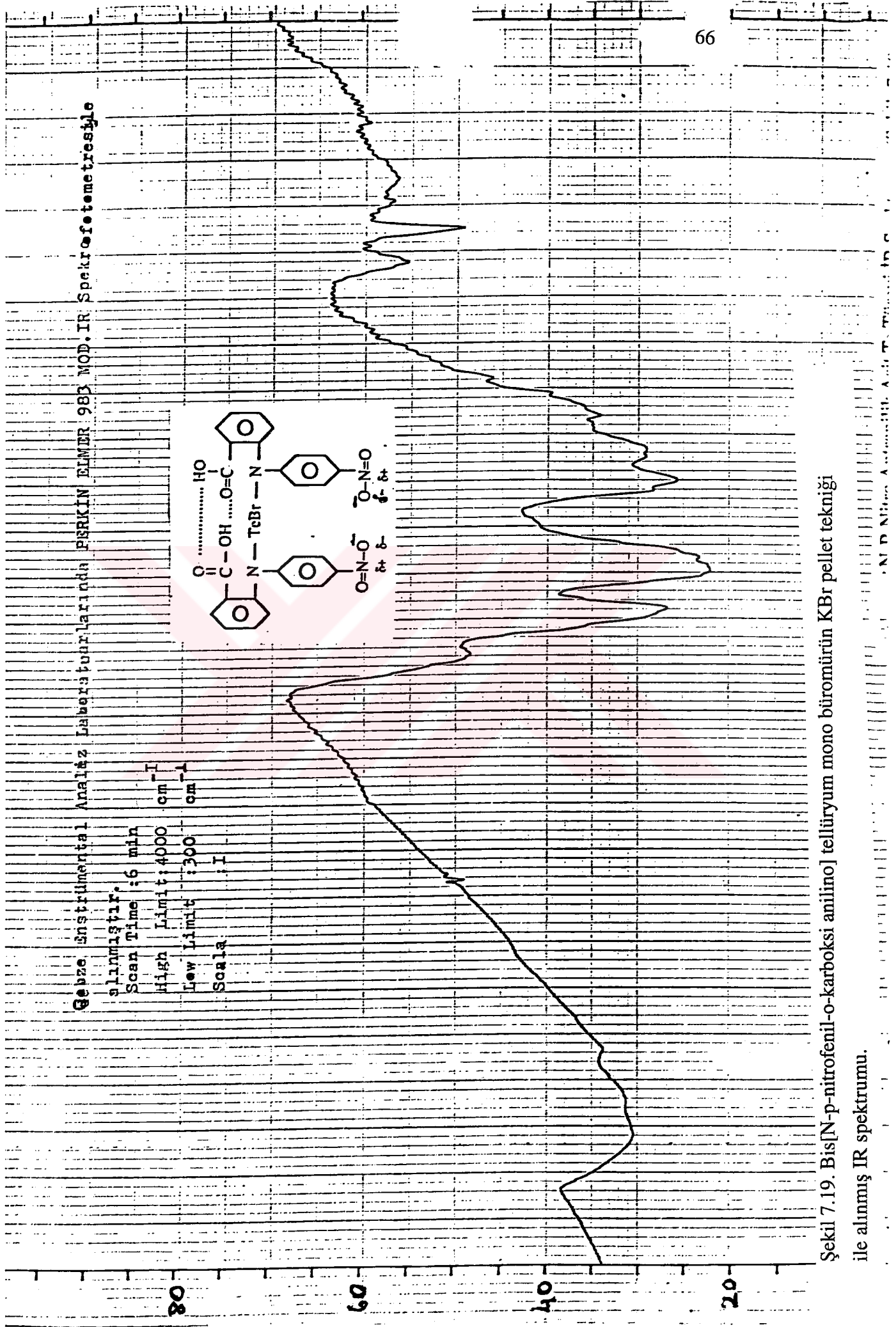




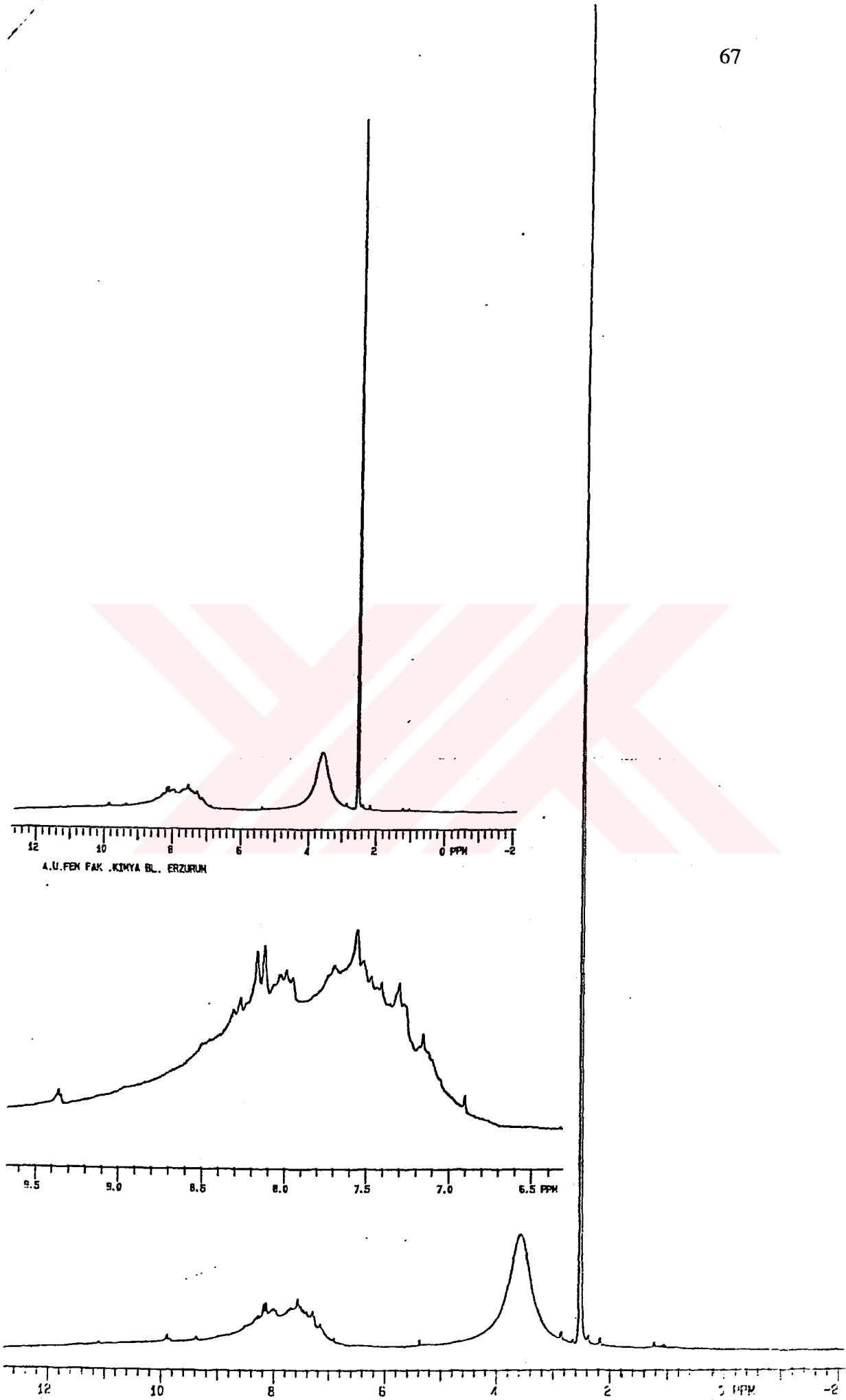
Şekil 7.17. N-fenilantranilik asitin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz  $^1\text{H}$  nmr spektrumu.



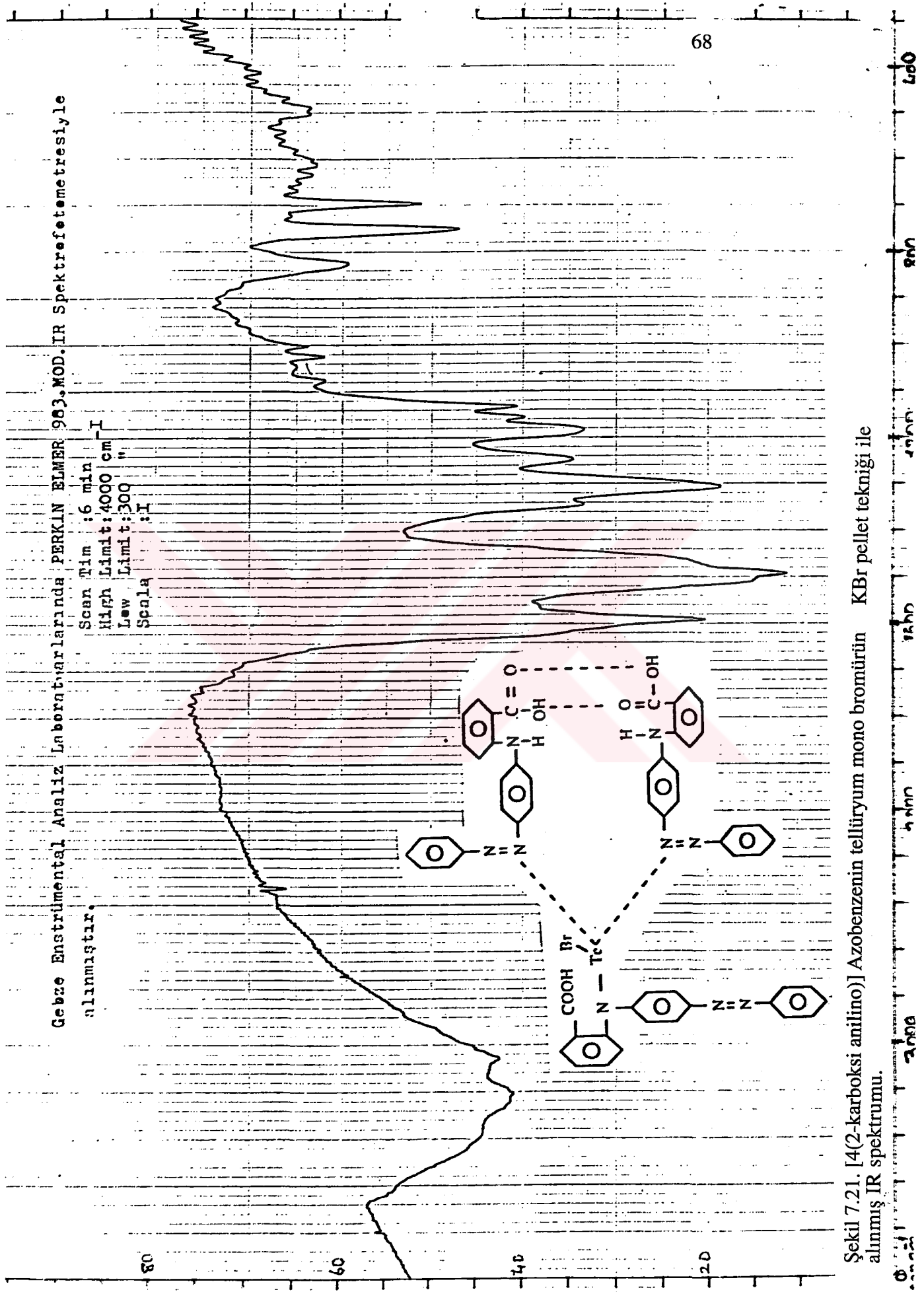
Şekil 7.18. N-fenilantranilik asitin  $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 50,33 MHz  $^{13}\text{C}$  Decoupled nmr spektrumu.



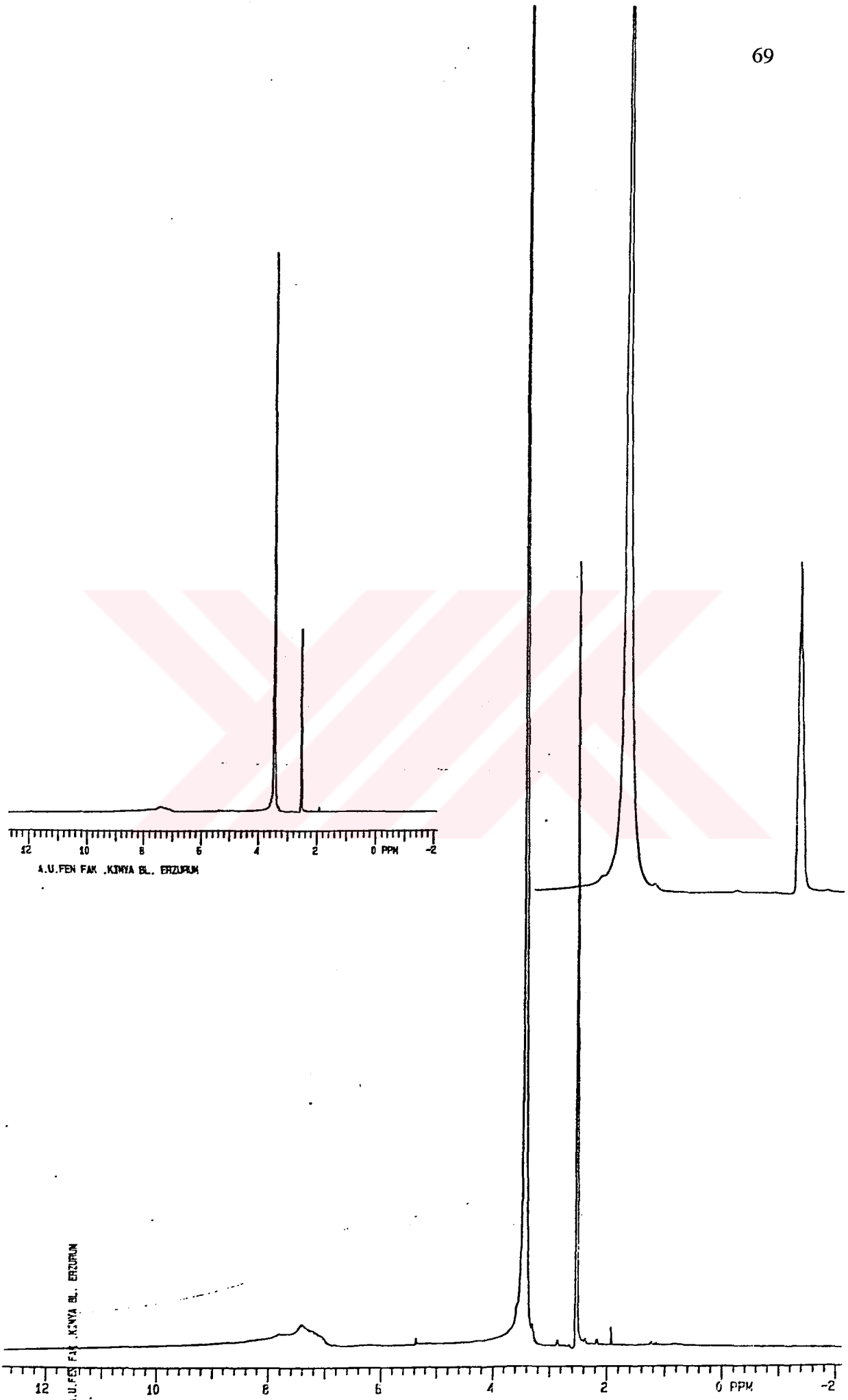
řekil 7.19. Bis[N-p-nitrofenil-o-karboksi anilino] tellüryum mono büromürün KBr pellet tekniđi ile alınmıř IR spektrumu.



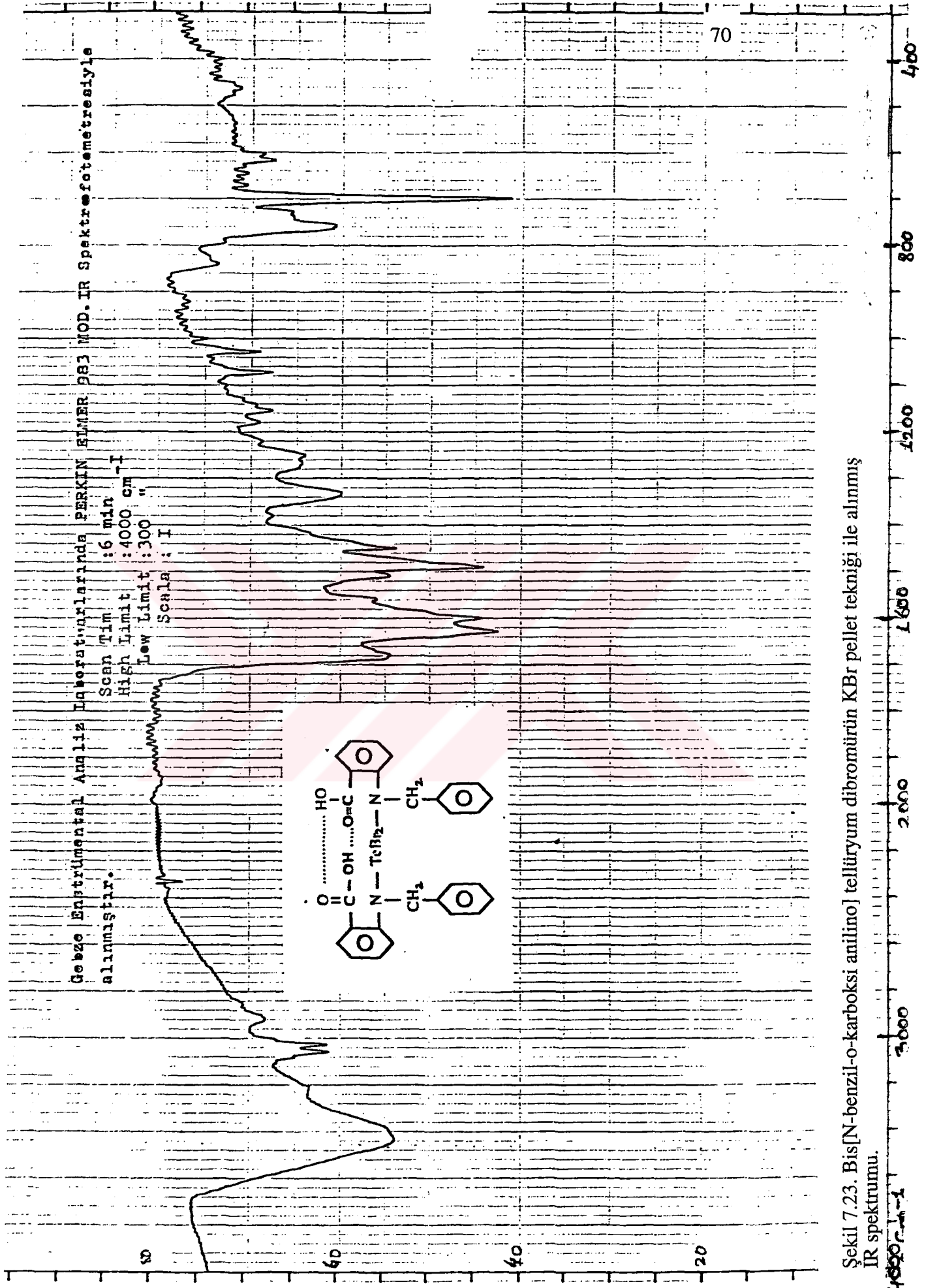
Şekil 7.20. Bis[N-p-nitrofenil-o-karboksi anilino] tellüryum mono büromürün DMSO-CDCl<sub>3</sub> içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz <sup>1</sup>H nmr spektrumu.



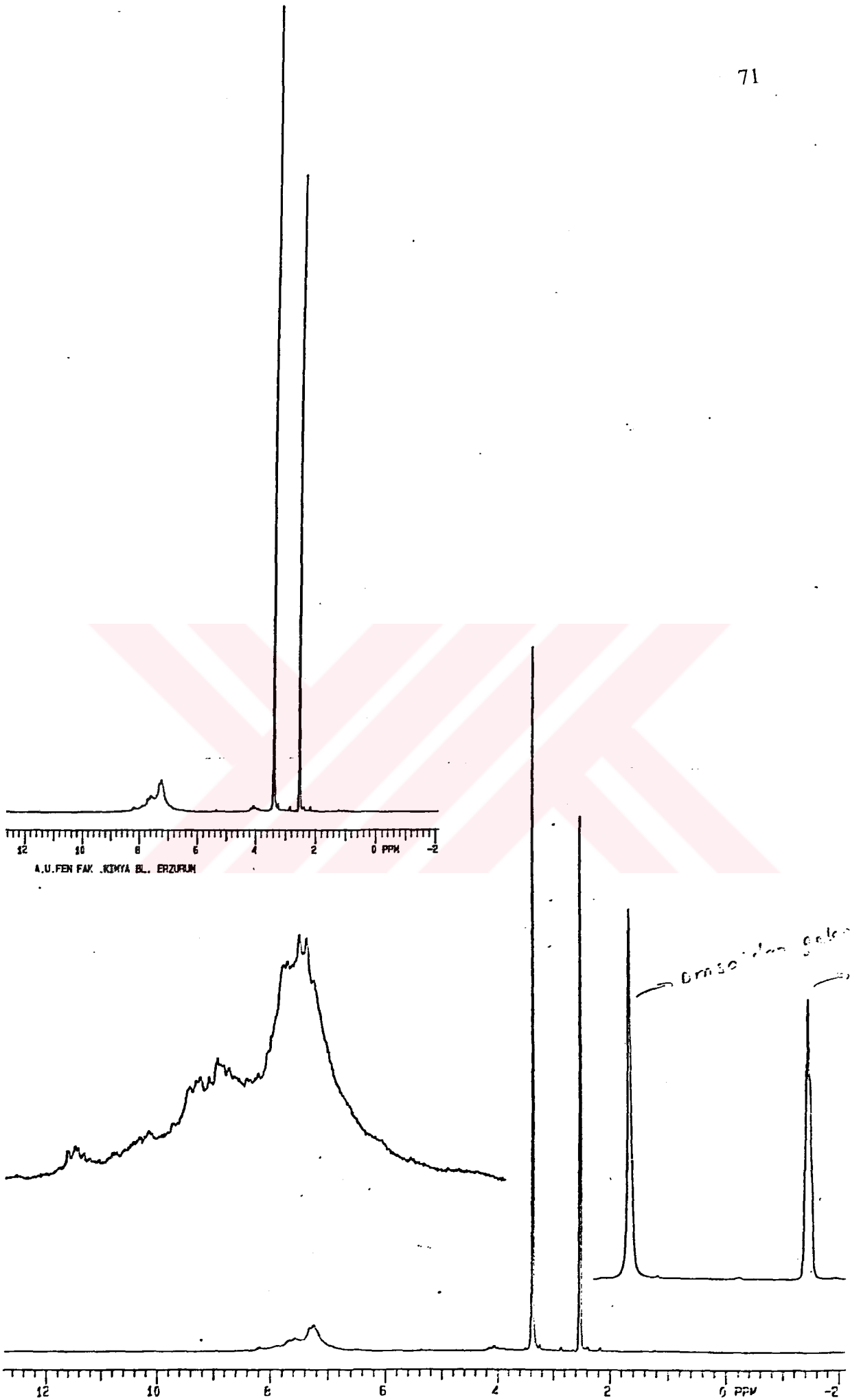
Şekil 7.21. [4(2-karboksi anilino)] Azobenzenin tellüryum mono bromürü KBr pellet tekniği ile alınmış IR spektrumu.



Şekil 7.22. [4(2-karboxi anilino)] Azobenzenin tellüryum mono bromürün  $\text{DMSO-CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz  $^1\text{H}$  nmr spektrumu.



Şekil 7.23. Bis[N-benzil-o-karboksi anilino] tellüryum dibromürün KBr pellet tekniği ile alınmış IR spektrumu.

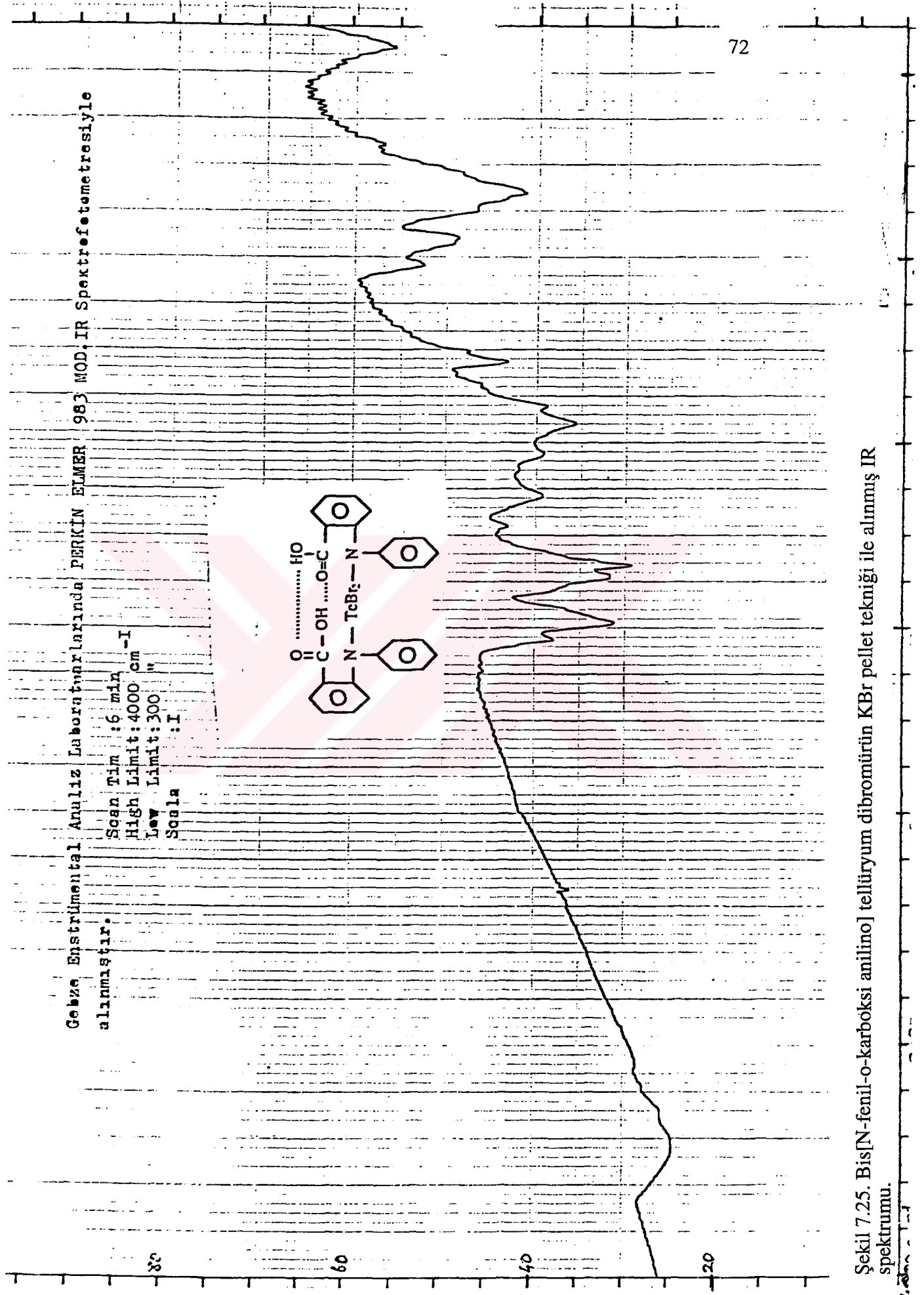
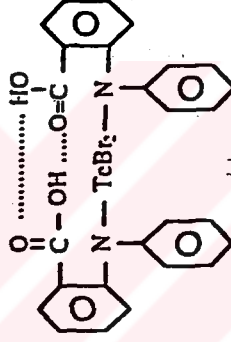


Şekil 7.24. Bis[N-benzil-o-karboksi anilino] tellüryum dibromürün DMSO-CDCl<sub>3</sub> içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz <sup>1</sup>H nmr spektrumu.

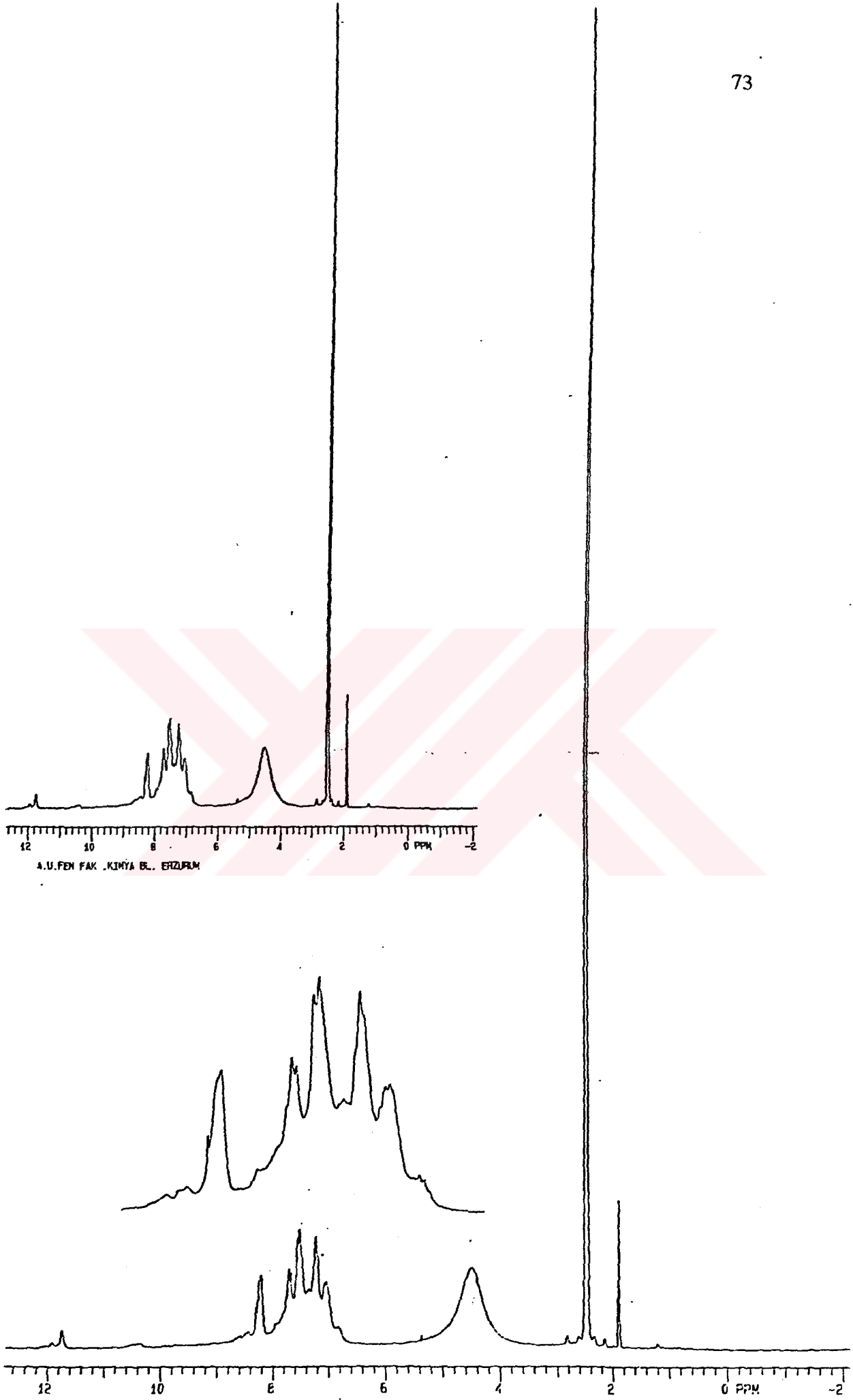


Gebze Enstrümental Analiz Laboratuvarlarında PERKIN ELMER 983 MOD. IR Spektrofotometresiyle alınmıştır.

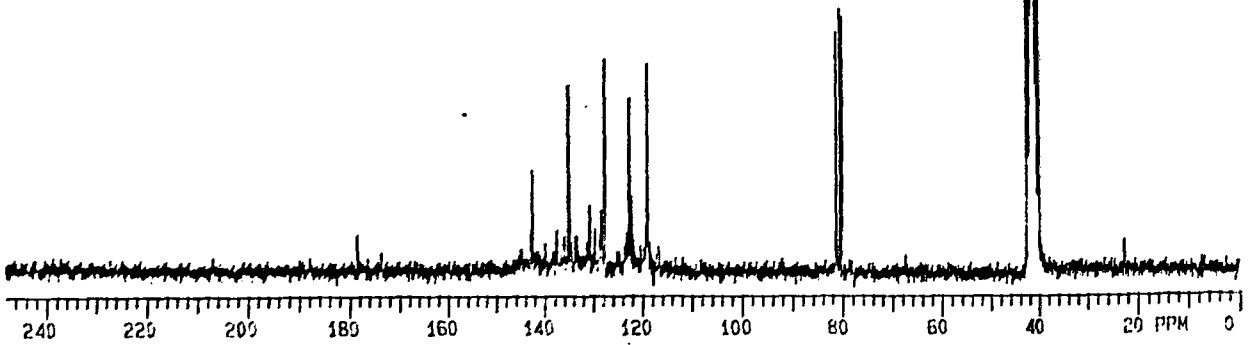
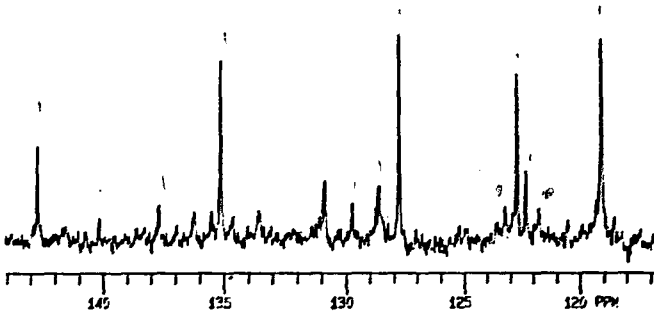
Scan Time : 6 min  
High Limit: 4000  $\text{cm}^{-1}$   
Low Limit: 300 "  
Scale : 1



Şekil 7.25. Bis[N-phenil-o-karboksi anilino] tellüryum dibromürün KBr pellet tekniği ile alınmış IR spektrumu.



Şekil 7.26. Bis[N-phenil-o-karboksi anilino] tellüryum dibromürün DMSO- $\text{CDCl}_3$  içinde alınmış Gemini-Varian Model 200 MHz  $^1\text{H}$  nmr spektrumu.



Şekil 7.27. Bis[N-phenyl-o-karboksi anilino] tellüryum dibromürün DMSO-CDCl<sub>3</sub> içinde alınmış Gemini-Varian Model 50,33 MHz <sup>13</sup>C decoupled nmr spektrumu.



Şekil 7.28.



Şekil 7.29.



Şekil 7.30.



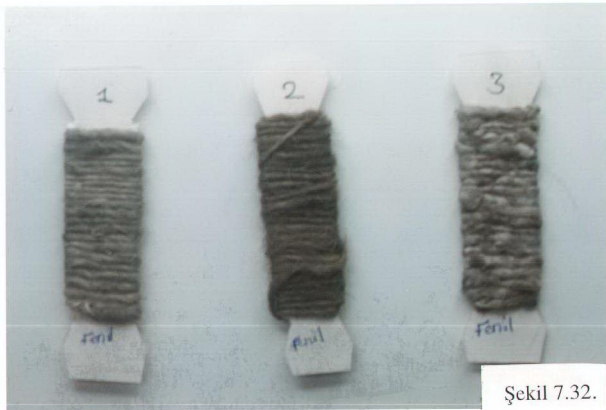
Şekil 7.31.



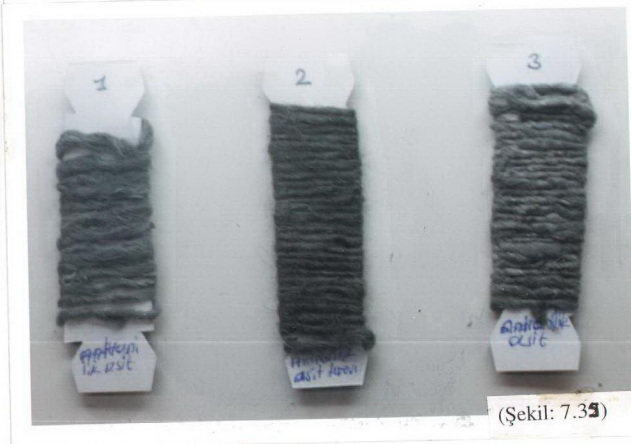
(Şekil: 7:30) a



(Şekil: 7:32) a



Şekil 7.32.





Tablo: 7.8 Sentezlenen Yeni Türevleri Fiziksel Özellikleri

TAŞIDIĞI GRUP	TEORİK MA gr/mol	DENEYSEL MA gr/mol	RENK	EN °C	ÇÖZÜNDÜĞÜ SOLVENT (GENELDE)
-azo	548	542	Koyu Lacivert	>300 °C bozunma	Su, asetik asit, benzen, etil alkol, kloroform, sülfirik, nitrik asit, kral suyu
-benzil	720	721	Koyu Kırmızı	>100 °C bozunma	Su, asetik asit, benzen, etil alkol, kloroform, sülfirik, nitrik asit, kral suyu
-nitro	721	-	Koyu Sarı	>300 °C bozunma	Su, asetik asit, benzen, etil alkol, kloroform, sülfirik, nitrik asit, kral suyu
-fenil	711	-	Koyu Lacivert	>300 °C bozunma	Su, asetik asit, benzen, etil alkol, kloroform, sülfirik, nitrik asit, kral suyu

Tablo 7.7. Sentezlenen Yeni Türevlerin Element Analizi.

TAŞIDIĞI GRUP	HESAPLANAN			BULUNAN		
	%C	%N	%H	%C	%N	%H
-azo	59	10.58	3.7	58.76	10.5	3.34
-fenil	46.2	3.8	2.3	46.36	3.21	2.19
-nitro	44.4	7.97	2.28	45.65	8.17	2.31
-benzil	46.6	3.88	3.3	46.7	3.9	3.4

## 8. KAYNAKLAR

- 1- BERKEZ Niyazi, Felsefe ve Toplum Bilim Yazıları Yurt ve Dünya Say: 20  
Cilt III (1942)
- 2- BERKEZ Niyazi, Felsefe ve Toplum Bilim Yazıları Yurt ve Dünya Say: 12  
Cilt I (1941)
- 3- Atinalıların Devleti: Çeviri Eseri (Çeviren: Suat Yakup BAYDUR MP. V Yunan Klasikleri Serisi No: 62, s. 4, 1943)
- 4- MONTIGNIE. E, Z. Anorg. Allgem. Chem. 307, 109 (1960)
- 5- WÖHLER. F, Liebigs An. Chm. 35, 111 (1840)
- 6- MORGAN. G.T, J. Chem. Soc. 554, (1935)
- 7- BUERGER. H, MTP İnt. Rev. Sci. İnorg. Chem. Ser. One 4, 205 (1972)
- 8- NURETDİNOV. I.A, BUİNA. N.A, NİKONOROVA. L.K, GRECHKİN.N.K,  
Khim. Primen Fosfororg SOEDİN, Tr Konf. Sth 1972 (Pub 1974), 93; C.A.  
83, 147517 (1975) AILMAN.D.E, MAGEE. R.J, Org. Phosphorus Compd 7,  
487 (1976) W-W. Du Mont, HENSEL. R, KUBİNİAK. S, LANGE. L, Chem  
Org. Se Te. Comps 2, 591(1987)
9. Du Mont. W-W, HENSEL. R, KUBİNİAK. S, LANGE. L, Chem Org. Se Te.  
Comps 2, 591(1987)
10. LİVİNGSTONE. S.E, Quart. Rev. Chem. Soc. 19,386 (1965) HATFIELD.W,  
WHYMAN. R, Trans. Met. Chem.5,47 (1969) GYSLİNG. H.J, Coord. Chem.  
Rev. 42,133 (1982)
11. JOHNSON. A.W, Org. Comps. S. Se. Te. 2,228 (1973); 3,322 (1975)
12. BULKA. E, Chem. Cyanates Their Thio Deriv. 2,887 (1977)
13. COHEN. S.C, MASSEY.A.G, Adv. Fluorine Chem. 6,83 (1970)
14. WARREN.L.E, Journal of Chem. Education Üniv. Org. Kim. Say: 146 (1934)
15. ABUT.N, Türkiye'de Kimya Sanayi 2. Sem., 17-22 Kasım 1969, TMMOBK-  
MO İst. Şub. Say: 401
16. PARTİNGTON.J.R, "A Short History of Chem." Macmilan London (1965
17. YAŞAR.S,Türkiye'de Kim. San. II. Sem. 17-22 Kasım 1969, TMMOBKMO  
İst. Şub. Say: 241



18. Ord. Prof. Dr. MONNIER Denys, Cenevre Üniv. Kalitatif Anlz. (1955)
19. Doç. Dr. SEYHAN Muvaffak, İst. Üniv. Fen Fakültesi Org. Boyarmad. Say: 6
20. SIENKO.M.J, PLANE.R.A, Chem. Prineplos and propertres (1983)
21. N. SOYLU Temiz, "Renk ve Resimde Kullanımı" İst. (1987)
22. AYDIN.A. Haluk, Bitkisel Boyar Madde Çözeltileriyle Yün ve İpeğin Boyanması. Doktora Tezi Ekim (1995)
23. ÖZCAN. Y, "Tekstil Elyaf ve Boyama Tekniği" İst. Üniv. Yay. (1978)
24. Prof. Dr. ÜNERİ Saadet, Ankara Üniv. Fen Fak. Say: 13 (1976)
25. HALKERSTON.İan D.K, Ph. D. Massa Chusetts Üniv. Biyokimya Say: 425
26. VOGEL.Arthur L, D. Sc. (Lond) D.I.C, F.R.I.C. Qualitative Org. Anl. (1954)
27. FESSENDE.R.J, FESSENDEN.J.S "Org. Chem." Üniv. Of Nintana California (1990)
28. SÖNMEZ.H.Y, "Sığır Kuyruğu ve Alkamna Özütllerinden Geçiş Metalleriyle Boya Kompleksleri Eldesi Ve Bunların Yün Boyamacılığında Kullanılabilirliği." Doktora Tezi Cum. Üniv. Sivas (1992)
29. Prof. GÜNDÜZ Turgut, Enstrümental Analiz Say: 66 (1993)
30. Prof. OSKAY Enis, Haccet. Üniv. Fen. Fak. Say: 13 (1976)
31. RAMA.S.J, et al. Parijataca-a Good Source of Dye For Wollens Colourage 38 (2) Say: 55-56 (1991)
32. Gattermann-Wiethant (1975)
33. HAUBEN.J, B. 47, 3988 (1913)
34. BRANDES.D, J, Organomet. Chem. Libr. 7(Organomet. Chem. Rev) 257 (1979)
35. Prof. İKİZLER Aykut, Organik Kimyaya Giriş Say: 367 (1988)
36. KAPTANOĞLU.H.N, DANE.F, "Edirne Civarındaki Bazı Boya Bitkilerinin Yayılışı ve Boyama Özelliklerinin İncelenmesi" A. Ulusal Biy. Kongresi Erzurum Say: 11-21 (1990)
37. Boyama ve Basma Teknolojisi (Milli Eğt. Yay. (.....))
38. AUSTİN S.G. Proc. Physy. Soc. 72,545 (1958)

39. Birkhol. ZEIT.U, Naturf.F, 13 q, 780 (1958)
40. BROWN, A...a. and LEWIS B.J. Phys. Chem. Solids, 23,1597 (1967)
41. DEVYATKOVA. E.D, and SNIRNOV I. A. Sov. Phys. Solid. State. 2 (1986)
42. YPATOPOV et S. TATARINTCHIK, Rusya Cuk. Üniv. Org. Kim. Say: 438
43. PETRAGNANİN, CAMPOS.M. De Maura, Organomet. Chem. Rev. 2.61 (1967)
44. KÜPPERS. H, "Der Grose Kipper-Farbenatlas " Mündan (1987)
45. KIRK-OTHMER.. " Ansiklopedia of Chemical Technology Vol:7 (1967)
46. The American Journal of Sociology Cilt XLIII Say: 2, (1946)
47. STRUBE.I, "Bilder Chemischer Wergangenheit"Liebzig,(1960)
48. Komisyon Cenevre Üniv. (1966)
49. SCHWARTZ.A. T, KAUFMANN.G.B, Journal of Chem. Education Say: 53,134 (1976)
50. MAYER.F, Chemic der. Org. Farbstoffe Berlin (1924)
51. ERGUN Doğan, Sosyoloji ve Tarih Der. Yay. (1982)
52. MARKOVSKI. L.N., Zh. Org. Khim. 13, 2514 (1977); engl: 2337
53. STUKULA. E.A., Zh. Org. Khim. 20, 2533 (1984); engl: 2305
54. CHADHA. R.K, Can.J.Chem. 60, 590 (1982)
55. TOPAL Giray, Doktora Tezi (1993)

## 9. ÖZGEÇMİŞ

1966 Ergani doğumluyum. İlk ve orta öğrenimimi Ergani'de, Üniversite öğrenimimi ise 1993 yılında Dicle Üniversitesi Eğitim Fakültesi Kimya Bölümünde tamamladım. Birer ay arayla İlk, Orta ve Lise Öğretmenliğini Batman ve ilçelerinde yaptım. Halen Eğitim Fakültesi Kimya Bölümün Ana Bilim Dalında Araştırma Görevlisi olarak çalışmaktayım.

