

**MONOKLOROTRIAZİN REAKTİF BOYARMADDENİN (REACTIVE  
ORANGE 12) PAMUKLU DOKUMAYA UYGULANMASINDA  
SICAKLIK ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

**Ammar Yasir KILIÇASLAN**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**EYLÜL 2006  
ANKARA**

Ammar Yasir KILIÇARSLAN tarafından hazırlanan MONOKLOROTRİAZİN REAKTİF BOYARMADDENİN (REACTIVE ORANGE 12) PAMUKLU DOKUMAYA UYGULANMASINDA SICAKLIK ETKİSİNİN İNCELENMESİ adlı bu tezin yüksek lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Doç.Dr. Ayşe MURATHAN  
Tez Yöneticisi

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalında Yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Yılmaz YILDIRIR\_\_\_\_\_

Üye : Doç. Dr. Ayşe MURATHAN\_\_\_\_\_

Üye : Prof.Dr. Emine KILIÇ\_\_\_\_\_

Üye : Prof. Dr. Ahmet ALICILAR\_\_\_\_\_

Üye : Prof. Dr. Atilla MURATHAN\_\_\_\_\_

Tarih : 11/09/2006

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

## **TEZ BİLDİRİMİ**

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

Ammar Yasir KILIÇASLAN

**MONOKLOROTRIAZİN REAKTİF BOYARMADDENİN (REACTİVE  
ORANGE 12) PAMUKLU DOKUMAYA UYGULANMASINDA  
SICAKLIK ETKİSİNİN İNCELENMESİ**  
(Yüksek Lisans Tezi)

**Ammar Yasir KILIÇASLAN**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Eylül 2006**

**ÖZET**

Türkiyede tekstil sektörünün potansiyel olarak büyüklüğünün yanısıra kullanılan hammaddelerin tamamına yakınının yurtdışı kaynaklı olması sebebiyle doğan ihtiyaç üzerine, sektörün önemli hammaddelerinden Monoklorotriazin içeren boyarmaddeler gittikçe önem kazanmaktadır. Monoklorotriazin yapıda Reaktif Turuncu 12 boyarmadde kullanılarak farklı koşullarda pamuklu dokuma boyama uygulamaları yapılmıştır. Uygulama sonucu farklı renk haslığı tayinleriyle boyamanın başarılı olup olmadığı tespit edilmiştir. Üç boyutlu renk uzayında L, a\*, b\* değerleri elde edilmiş ve değerlendirmeleri yapılmıştır. Ayrıca bu parametreler kullanılarak optimum boyama sıcaklığının 70 C<sup>0</sup> olduğu tespit edilmiştir.

**Bilim Kodu : 912**

**Anahtar Kelimeler: Reaktif sarı boyarmadde, pamuklu dokuma, renk haslığı**

**Sayfa Adedi : 49**

**Tez Yöneticisi : Doç. Dr. Ayşe MURATHAN**

**INVESTIGATION OF TEMPERATURE EFFECTS ON APPLICATION OF  
MONOKLOROTRIAZINE (REACTIVE ORANGE 12) ONTO COTTON  
FABRICS**

**(M.Sc. Thesis)**

**Ammar Yasir KILIÇASLAN**

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

**ABSTRACT**

**Raw materials of textile dyes containing monochlorotriazine is gaining much more importance due the fact that Turkish Textile Industry is heavily depended on imported goods at a greater extent. Monochlorotriazine reactive dye orange 12 is being used in many applications onto cotton textiles at different physical conditions. Through successive applications in determining distinct color fastness performance of dye is being tested. In three dimensional color space L, a\*, b\* values are being measured and relevant analyses are being done. In addition by using these parameters optimum temperature of dye application is observed at 70 °C.**

**Science Code: 912**

**Key Words: Reactive yellow dye, cotton fabric, color fastness**

**Page Number: 49**

**Adviser: Asc. Prof. Ayşe MURATHAN**

## TEŞEKKÜR

En büyük teşekkürlerimi tez çalışmam sırasında yapmış olduğu rehberlik ve yardımlarından ötürü tez yöneticim Gazi Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Öğretim üyesi Doç. Dr. Ayşe MURATHAN'a sunuyorum.

Çalışmam sırasında yapmış olduğu teorik ve deneysel yardımlarından dolayı Prof. Dr. Atilla MURATHAN'a, değerli katkılarından dolayı Gazi Üniversitesi Kimya Bölüm Başkanı Prof. Dr. Yılmaz YILDIRIR'a, yine kıymetli tecrübelerinden dolayı Prof Dr. Ahmet ALICILAR'a, yardımlarından dolayı Araş. Gör. Dr. Naki ÇOLAK'a , deneylerime yaptığı katkı ve arkadaşlığından ötürü Pelin FİDANOĞLUN'a, bu tezin oluşu sırasında yardımlarını esirgemeyen GÜNER ailesine, yüksek lisans çalışmam sırasında destek veren Kardelen Boya ve Kimya San. Tic. Ltd. Şti.'ye ve maddi manevi desteklerinden ötürü sevgili aileme sonsuz teşekkür ederim.

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

## İÇİNDEKİLER

	<b>Sayfa</b>
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER.....	v
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	vi
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	vii
RESİMLERİN LİSTESİ.....	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	ix
1. GİRİŞ.....	1
2 REAKTİF BOYARMADELERİN YAPILARI VE UYGULAMALARI.....	2
2.1. Reaktif Boyarmaddelerin Yapıları.....	2
2.2. Reaktif Boyaların Uygulanması.....	4
2.2.1. Pamuk Boyama.....	4
2.2.2. Poliesterin Boyanması (Dispers Boyama).....	7
2.2.3. Poliamit (Naylon) Boyama.....	11
2.2.4. Asetat Elyafın Boyanması.....	14
2.3. Renk Haslıkları.....	19
2.3.1 Kullanım Esnasında İstenen Haslıklar.....	19
2.3.2. Üretim Esnasında İstenen Haslıklar.....	20
3. REAKTİF BOYARMADELER VE TRİAZİN GRUP.....	21
3.1. Monoklorotriazin Teknolojisi.....	23

3.2. CIE Kromatiklik (Renk Şiddet) Diyagramı.....	25
4 LİTERATÜR ÇALIŞMALARINDAN ÖRNEKLER.....	27
5. DENEYSEL ÇALIŞMA.....	30
5.1. Boyarmadde Sentezi.....	30
5.1.1. 7-3-Asetilamino-5-fenilazo)-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit sentezi..	30
5.1.2. 7-3-Asetilamino-5-(4-kloro-6amino[1,3,5]triazin-2-ilamino)- fenilazo]-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit sentezi.....	30
5.2. Boyarmaddenin Karakterizasyonu.....	31
5.2.1. Boyarmaddenin H NMR spektrumu ile analizi.....	31
5.2.2. Boyarmaddenin UV/Visible spektrofotometre ile incelenmesi.....	31
5.2.3. IR spektrumu ile boyarmaddenin incelenmesi.....	31
5.2.4. Boyarmaddenin ince tabaka kromatografisi ile değerlendirilmesi..	32
5.3. Boyarmaddenin Pamuklu Kumaşa Uygulanması.....	32
5.3.1. Boyama Prosesi.....	32
5.4. Yıkama Şartları.....	34
5.5. Boyama Sonrası Haslık Tayini.....	34
5.5.1. Evsel yıkama ve ticari müesseselerde yıkamaya karşı renk haslık tayini.....	34
5.5.2. Sürtünmeye karşı renk haslığı tayini.....	34
5.5.3. Işık haslığı tayini.....	35
6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	36
6.1. Boyarmaddenin Karakterizasyonu.....	36
6.2. Boyarmaddenin Renk Tayini.....	39
6.3. Boyarmaddenin Renk Haslıklarının Değerlendirilmesi.....	40



KAYNAKLAR.....	43
EKLER.....	46
EK-1 Elde edilen boyarmaddenin UV/Visible Spektrumu.....	47
EK-2 Elde edilen boyarmaddenin IR Spektrumu	48
ÖZGEÇMİŞ.....	49

## ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge		Sayfa
Çizelge 2.1.	Reaktif Boyarmaddeler.....	
Çizelge 6.1.	Boyanmış kumaşlarda farklı sıcaklıklarda renk ölçüm..... Değerleri	39
Çizelge 6.2	70 C <sup>0</sup> 'de Boyamanın haslık sonuçları.....	41
Çizelge 6.3	80 C <sup>0</sup> 'de Boyamanın haslık sonuçları.....	41
Çizelge 6.4	90 C <sup>0</sup> 'de Boyamanın Haslık Sonuçları.....	41

## ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil		Sayfa
Şekil 2.1.	Pamuk boyama ön işlemleri.....	5
Şekil 2.2.	Pamuk boyama prosesi.....	7
Şekil 2.3	Dispers boyama prosesi.....	10
Şekil 2.4.	Poliamit boyama prosesi.....	13
Şekil 2.5.	Asetat boyama prosesi.....	14
Şekil 3.1.	Amino grubu içeren diklorotriazin elde edilmesi.....	21
Şekil 3.2.	Boyanın uygulanış reaksiyonları.....	22
Şekil 3.3.	Hidroliz sonucu olan yapı.....	22
Şekil 3.4.	Monoklorotriazin boyarmaddesinin genel gösterimi.....	24
Şekil 3.5.	CIE kromatiklik (renk şiddet) diyagramı.....	25
Şekil 3.6.	CIELAB 1, a*,b* renk uzayı.....	26
Şekil 5.1.	Monoklorotriazin reaktif boyarmadde.....	31
Şekil 5.2.	Çektirme metodu ile boyama 70 C <sup>0</sup> 'de.....	32
Şekil 5.3.	Çektirme metodu ile boyama 80 C <sup>0</sup> 'de.....	33
Şekil 5.4.	Çektirme metodu ile boyama 90 C <sup>0</sup> 'de.....	33
Şekil 6.1.	<sup>1</sup> H NMR spektrumu.....	37
Şekil 6.2.	<sup>13</sup> C nmr spektrumu.....	38

## 1. GİRİŞ

İlk reaktif boyarmadde olan Procionların keşfine kadar selülozik elyafın, ancak kimyasal yapısını bozacak şiddetli reaksiyon koşullarında kovalent bağ oluşturulabileceği, oysa protein elyafta , -NH<sub>2</sub> , -OH , -SH ve -COOH gibi reaksiyon yeteneği yüksek olan fonksiyonel grupların varlığı nedeniyle kimyasal reaksiyonun çok daha kolay olacağı sanılıyordu. Bu nedenle ICI Firması 1951 yılında yüne uygulanacak reaktif boyarmaddeler araştırmaya başladı. 1953 yılında Dr. Stephen 2,4-Diklorotriazinilamino grubu içeren boyarmaddeyi sentez etmeyi başardı. Aynı firmanın, boyar maddelerin uygulama ve boyama mekanizmasını incelemekle görevli olan kimyageri Ratte, selülozun esterleşmesi için siyanürilklorürün ksilendeki çözeltisinin kullanıldığını hatırlayarak aynı boyar maddenin pamuk üzerine uygulanmasını araştırarak boyarmaddenin oda sıcaklığında selüloz molekülü ile çok kolay reaksiyon verdiğini bulmuştur.[1]

Reaktif boyarmaddelerde bütün renk serisi (renk gamı) mevcut olduğu gibi renkler de çok parlaktır. Önceleri bazik ve azoik boyarmaddeler ile parlak renkler elde etmek mümkün olmamıştır. Azoiklerle elde edilen renkler çok sınırlı olduğu gibi bu seride bütün renkler de mevcut bulunamamakta idi. Ayrıca , bu boyarmaddelerin diğer bir önemi de soğukta bekletme koşullarında boyanabilmeleriydi. Bu sayede büyük enerji tasarrufu sağlandığından bu sınıf boyar maddeler çok kısa zamanda gelişmiştir. Boyar madde yapımıcısı olan diğer firmalar bu konuda yoğun çalışmalara başlayarak procion boyarmaddelerindeki diklorotriazinil grubundan farklı, bir çok reaktif grup keşfettiler. Bunlarda selüloz ile kimyasal reaksiyon vermekle beraber ,pek çoğunun reaktivitesi (reaksiyon yeteneği) diklorotriazinil grubun reaktivitesinden daha düşüktür. Birkaçı dışında , pek çoğu sıcakta uygulanır. [2-5]

## 2. REAKTİF BOYARMADELERİN YAPILARI VE UYGULAMALARI

### 2.1 Reaktif Boyarmaddelerin Yapıları

Reaktif boyar maddeler diğerk sınıf boyalardan subsantif (liner), azo, küpe boyalardan ucuzluk, parlaklık ve dayanıklılık özelliklerine göre farklıdır.

Reaktif boyalar liflerin yapısında olan fonksiyonel gruplarla , mesela selülozun hidroksil grubu ile , poliamit lifleri ve yünün amino grupları ile kovalent bağlarla bağlanırlar. Bu nedenle reaktif boyaların yapısında , hidroksil ve amino gruplarla bağlanabilen gruplar mevcuttur. [6, 7]

Reaktif boya molekülünün şematik olarak yapısı aşağıdaki gibi gösterilebilir. [8]

S-Kp-TX

Kp; Kromofor Grup

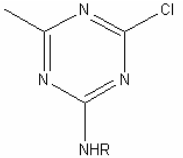
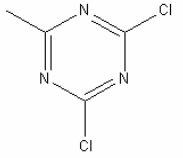
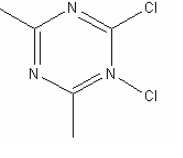
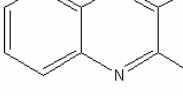
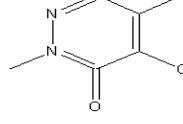
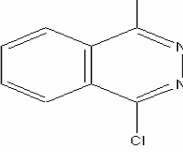
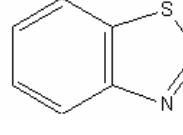
S; Boyaya suda çözünürlük veren grup

T; Reaksiyon kabiliyeti grubun taşıyıcısı

X; Reaksiyon kabiliyetli grup (lifin yapısındaki hidroksil veya amin grubundaki hidrojenle yer değişen grup)

Bütün reaktif boyarmaddelerde ortak olan özellik, hepsinin kromoforu taşıyan renkli bir grup yanında bir reaktif ve birde moleküle çözünürlük sağlayan grup içermesidir. Kromoforu taşıyan moleküller çoğunlukla azo, antrakinon ve ftalosiyanın türevleridir (Çizelge 1.1). Boyama tekniği bakımından reaktif grup sorumludur. Boyarmaddenin reaksiyon yeteneğini ve reaksiyon hızını bu grup belirler.[6]

Çizelge2.1: Ticari Reaktif boyarmaddelerin bazıları .[9]

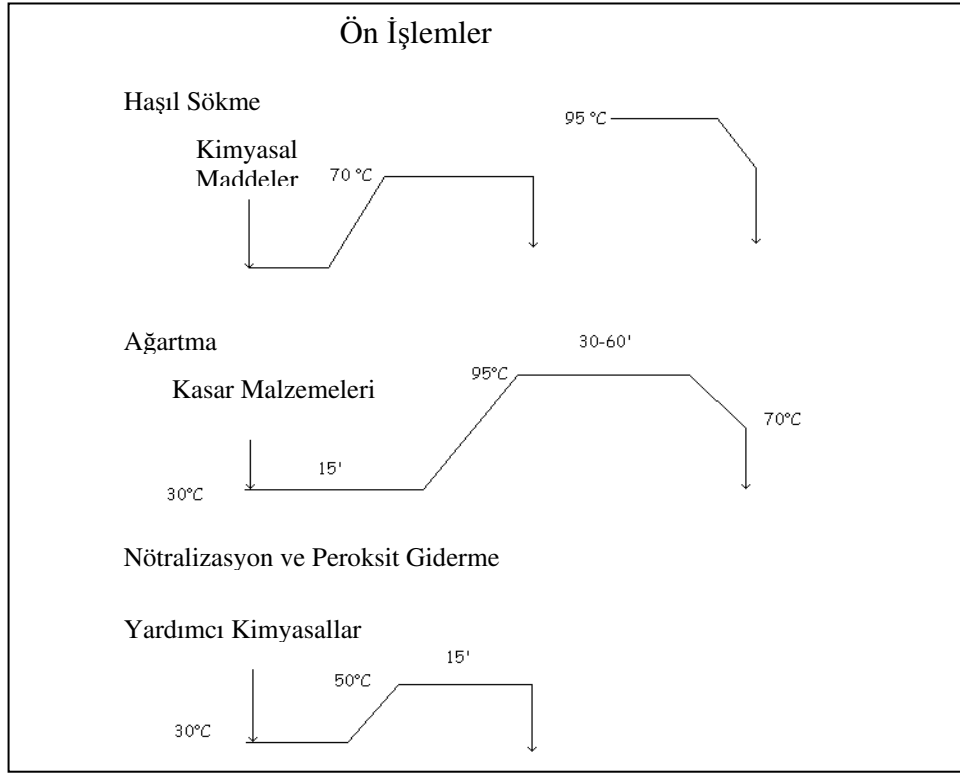
Yapısal Adı	Kimyasal Yapısı	Ticari Adı
Monoklorotriazin		Subakron
Diklorotriazin		Sinakron
Halojenprimidin		Reakton
Diklorokinoksalin		Levafiks E
Dikloroniridazon		Primazin R
Ftalazin		Reateks
Benziazol		Reateks
Vinilsülfon	$\text{SO}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{SO}_3\text{H}$	Remazol
Alkilamit	$\text{NH} - \text{CO} - \text{CH} - \text{CH}_2$	Primazin
Alkilsülfamit	$\text{NH} - \text{SO}_2 - \text{Al}_k - \text{OSO}_3\text{H}$	Levafiks
N-klorasetil	$\text{NH} - \text{CO} - \text{CH}_2\text{Cl}$	Silbalon
N-metilol	$\text{NH} - \text{CH}_2\text{OH}$	Kalkobond

## 2.2. Reaktif Boyaların Uygulanması

### 2.2.1. Pamuk boyama

Örmeden gelen ham pamuklu kumaşların doğrudan boyanmaları zordur. Düzgün ve hatasız bir boyama yapmak için ön terbiyenin kumaşın her noktasında eşit ve düzenli bir şekilde ve yeteri kadar yapılması gerekir. Kumaşın boyanacağı rengin koyuluk derecesine göre ağartmanın miktarı belirlenir. Eğer koyu renk boyama yapılacaksa şeker kasar (yarım kasar) yapmak yeterli gelecektir. Bu amaçla önce haşıl sökme işlemi yapılır. Haşıl sökme işleminin ardından kasar işlemine geçilir. Ağartmadan sonra banyoda ve kumaş üzerinde kalan peroksitin giderilmesi işlemine geçilir. Aynı zamanda nötralizasyon işlemi de yapılır. Nötralizasyon işlemi, boyamaya geçişte boyanın selülozla hemen kimyasal reaksiyona girmemesi için çok önemlidir. Ön işlemler sonunda hidrofilite, haşıl ve peroksit kontrollerinin mutlaka yapılması gerekmektedir.

Boyama ve baskıda, parlak renkler eldesi için yeterli bir beyazlık derecesi oluşturmak şarttır. Burada istenilen beyazlık, optik kasarda istenilenden daha az ve renk boyamalarda istenilen beyazdan daha fazladır. Bu amaçla şeker kasar yaparken, normal boyama (koyu renklerde) yapılmadan önce yapılan kasar işleminde kullanılan kostik ve peroksit miktarından daha fazlası kullanılır. Yapılan işlemler sonunda ebru bir renk elde edilir. Koyu boyanacak mamullerde ya hiç ağartma yapılmaz ya da hafif bir ağartma yapılır. Bu tür boyamalarda önemli olan bitlerin ölmesi, iyi ve düzgün hidrofilite ve kumaş temizliğinin sağlanmasıdır (Şekil 2.1). Ancak orta veya açık renk bir boyama yapılacaksa ve rengin daha parlak-canlı olması isteniyorsa şeker kasar yapılır.[9]



Şekil 2.1. Pamuk Boyama Ön İşlemleri. [9]

Peroksitin stabil olarak parçalanmasını sağlamak amacıyla peroksit stabilizatörü kullanmak gerekir. Aşağıda örnek olabilecek bir şeker kasar reçetesi basit olarak verilmiştir. Reçetede belirtilen yağ sökücü, gerekli ise kullanılır.

1. Bazik İşlem + Ağartma
2. Islatıcı 0,5 g/l
3. Yağ sökücü 1 g/l
4. İyon tutucu 0,5 g/l
5. Kostik (NaOH) 3 g/l
6. Peroksit (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 2 g/l
7. Peroksit Stabilizatörü
8. 2. Peroksit giderme ve nötralizasyon
9. Haşıl Sökme
10. Asit
11. Yumuşatma
12. Yumuşatıcı

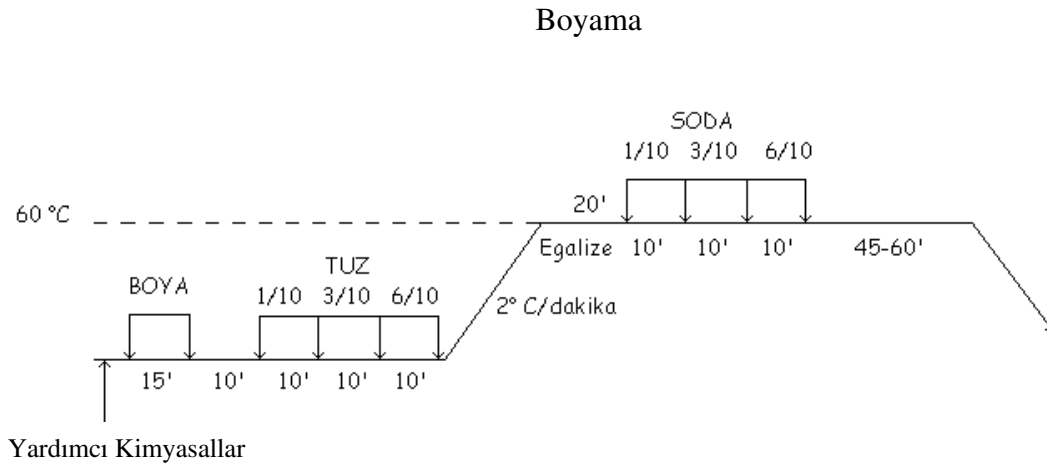


Yukarıda tanımlanan işlemler her pamuk boyama işleminde kesinlikle yapılan işlemlerdir. Ancak kumaş üzerinde belirgin bir şekilde yağ lekeleri varsa ve yağ sökümü işlemi yapılması gerekmektedir.

Hidrofilite, haşıl ve peroksit kontrolleri olumlu çıkan kumaş için boyama işlemine başlanabilir. Pamuğu boyamak için en çok kullanılan boyalar reaktif boyarmaddeler grubudur. Reaktif boyama işlemi boyarmadde moleküllerinin selüloz ile reaksiyona girmesi sonucu meydana gelen renklenmedir. Pamuk boyamada başka yöntemler de vardır ancak birçok olumsuz özelliklerinden dolayı pek kullanılmazlar ve reaktif boyama tercih edilir. Reaktif boyamada selüloz ve boyarmadde molekülleri arasında kimyasal reaksiyon oluşumunda tuz ve sodanın etkileri oldukça önemlidir. Tuz elektrolitik ortam sağlayarak boyanın elyafa olan ilgisini (süstantivite) artırır. Soda da elyafı birleşmeyi (reaktivite) sağlar. Ancak boyamada kullanılan boyarmaddelerin alkali stabilitesi, süstantivitesi, hassasiyeti ve klor stabilitesi birbirinden farklıdır. Bu nedenle tuz seçimi, tuz ve soda transferleri çok dikkatli yapılmalıdır.

Selülozun (OH<sup>-</sup>) grupları su içine girdiği zaman kutup oluşturup vibrasyona (titreşim) neden olurlar. Aynı ortama tuz ilavesiyle (OH<sup>-</sup>) iyonlarının çevresi kaplanıp pozitif yük oluşur. Boya ilavesiyle birlikte boyarmadde molekülleri gelip bu kısımdan selüloza bağlanır. Ancak elyafa ilgisi yüksek olan boyarmaddeler diğer boyarmaddelerden önce buralara bağlanır ve elyaf bu boyar madde ile doyar. Diğer boyarmaddeler ise selüloz ile reaksiyona giremez ve hidroliz olup boya banyosunda kalır. Bu durumu engellemenin yolu tuz kullanımı ve seçimini çok iyi yapmak ve renk yakalamak için kullanılan boya grubunu çok dikkatli belirlemekle olur. Bu nedenle tuz olarak NaCl yüksek elektrolitik ortam istendiğinde, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ise düşük elektrolitik ortam sağlanmak istendiğinde kullanılır. Bu seçim iyi yapılmazsa yüksek süstantiviteli boyarmadde elyafa aniden bağlanarak egalize boyamayı bozar. Bu nedenle boya miktarı çok az olan açık renk boyamalarda ve yüksek süstantiviteli hassas boyarmadde içeren bütün tonların boyanmasında sülfat tercih edilir. Diğer tonlarda ve özellikle koyu renklere boya çekimini artırmak için NaCl kullanılır.

Ayrıca ilk verilen tuz partisi çok önemlidir. 1/10 oranında ve yavaş yavaş verilir (15 dakikada). Diğer partiler 3/10 ve kalan 6/10 oranlarında ilave edilir. Otomatik dozajlamalarda parabolik eğri kullanılır. Tuz ve soda ilavelerinin arasında geçen egalize süresi de son derece önemlidir. Homojen bir boyama olması için bu sürenin kısa olmaması gerekir. Tuz ilavelerinin bitiminden yaklaşık 35-40 dakika sonra sırasıyla ve 10'ar dakikada, 1/10 oranında, 3/10 oranında ve 6/10 oranında soda ilaveleri yapılır. Sodanın verilmesindeki amaç reaktiviteyi sağlamaktır. Yani pH=10.5-11 olacak ortamı oluşturmak ve boya moleküllerinin selüloza bağlanmasını sağlamaktır. Şekil 2.2'de pamuk boyama ile ilgili basit ve genel bir proses verilmiştir. [10]



Şekil 2.2: Pamuk boyama prosesi

### 2.2.2. Polyesterin boyanması (Dispers boyama)

Polyester liflerinin oldukça temiz olması ve haşıl olarak suda çözünen haşıl kullanılması nedeniyle açık renk boyamalar haricinde ılıman bir yıkama ve ağartma yeterlidir. Beyaz ya da açık renk boyalı kumaşlar dışında kalan polyester kumaşlar için ağartma da gereksizdir. Diğer sentetik liflerde de olduğu gibi polyesterde de lif eldesi ve germe sırasında oluşan iç gerilimi yok etmek için termofiksaj işlemi yapılır. Bu ön terbiyenin en önemli adımıdır. Polyesteri boyamak için dispers boyarmaddeler grubu kullanılır. Dispers boyama şu işlemlerden oluşur.

1. Ön İşlem ve termofikse
2. Boyama
3. Durulama
4. Redüktif Yıkama

### Ön işlem ve termofikse

Boyamaya veya baskıya girmeden önce polyester elyafa bir ön işlem uygulanması gerekmektedir. Bu ön işlem, yıkama ve termofiksedir. Yıkama işleminde, yağ, haşıl, v.b. gibi maddeler ve kumaşın üzerine çeşitli şekillerde bulaşmış kirler kumaş üzerinden uzaklaştırılır. Kumaşın üzerinde bulunan bütün yağlar baskıdan ve boyadan önce kumaşın üzerinden mutlaka uzaklaştırılmalıdır. Yağları uzaklaştırılmamış kumaşlara uygulanan ısıl işlemlerle, yağ tanecikleri elyafın içerisine geri dönüşümsüz olarak fikse edilir. Bu da baskı ve boya sonrasında istenmeyen görünümlere neden olur. Termofikse işlemi, kumaşın boyut stabilitesinin sağlanması ve sonraki ısıl ve ıslak işlemlerde korunması amacıyla yapılır. Termofikse işlemi görmemiş polyester kumaşı ıslak veya kuru ısıtıldığı zaman çeker. Islak ısıtmada çekme daha fazla olur.

### Boyama

Polyester boyama mekanizması, mekanik olarak 1 mikronun altına öğütülmüş olan dispers boya taneciklerinin yüksek sıcaklıkta, suda moleküler çözünmesi ve aynı sıcaklıkta polyesterin sıvı özelliği gösteren amorf bölgesine emilmesi ile olur. Bu emilme solvent ekstraksiyonu şeklinde olur. Boyamaya 50 °C'de başlanır. Egalizatör malzeme kullanılması önemlidir. Aynı zamanda sıcaklık 80 °C'ye kadar normal ancak 80 °C'den sonra 1 °C/dakika hızla artırılmalıdır. İstenilen rengin koyuluğuna göre 40-60 dakika 130 °C'de bekletildikten sonra soğutmaya geçilir. Kırık oluşumunu engellemek amacıyla 70 °C'ye kadar soğutma 1 °C/dakika hızda yapılır. 70 °C'de banyo boşaltılır. Boşaltmadan sonra durulama ve redüktif yıkama yapılır. Boya önce polyesterin yüzeyine yapışır, sonra çok yüksek viskoziteli bir sıvı gibi düşünebileceğimiz polyesterin içine yavaş bir şekilde nüfuz eder.

Boyama süresinin sonunda bile elyaf yüzeyindeki boya konsantrasyonu elyafın içindeki boya konsantrasyonunun üzerindedir. Hemen yüzeye yapışık duran "ölü boya" diye tabir edilen bu boyanın renk verimine katkısı çok azdır. Ölü boya, tekrar suya geçip haslığı bozmaya çok müsait bir konumdadır.

Polyesterin bir özelliği olan kapalı ve hidrofob yapısından dolayı inorganik maddeler yüzeyinden içeriye işleyemez. Bu özellikten faydalanarak polyesterin yüzeyindeki "ölü boya" elyafın içine nüfuz etmiş boyaya zarar vermeden uzaklaştırılabilir.

Bu işlem genellikle 70 °C'de 2 g/l kostik ve 2 g/l sodyum hidrosülfid ile yapılır. Kostik, sodyum hidrosülfidi stabilize etmek için kullanılır. Kostik yerine soda kullanılması veya 70 °C'nin üzerine çıkılması halinde sodyum hidrosülfid hızla bozularak etkisini kaybeder.

Redüksiyon banyosunun sıcaklığının kademeli olarak yükseltilmesi gerekmektedir. Redüktif yıkama banyosuna ilave edilecek çok yönlü yıkama maddeleri kullanarak da çok olumlu neticeler elde edilebilir. Ayrıca oligomerlerin kristalizasyonunun engellenmesi için boya sonrası mümkün olduğunca sıcak bir durulama yapılması doğrudur.

Polyester boyamalardan sonra yapılan redüktif yıkamalarda indirgen olarak en yaygın şekilde kullanılan kimyasallar, sodyum hidrosülfid, sodyum bisülfid, tioüredioksit ve glikoz türevleridir.

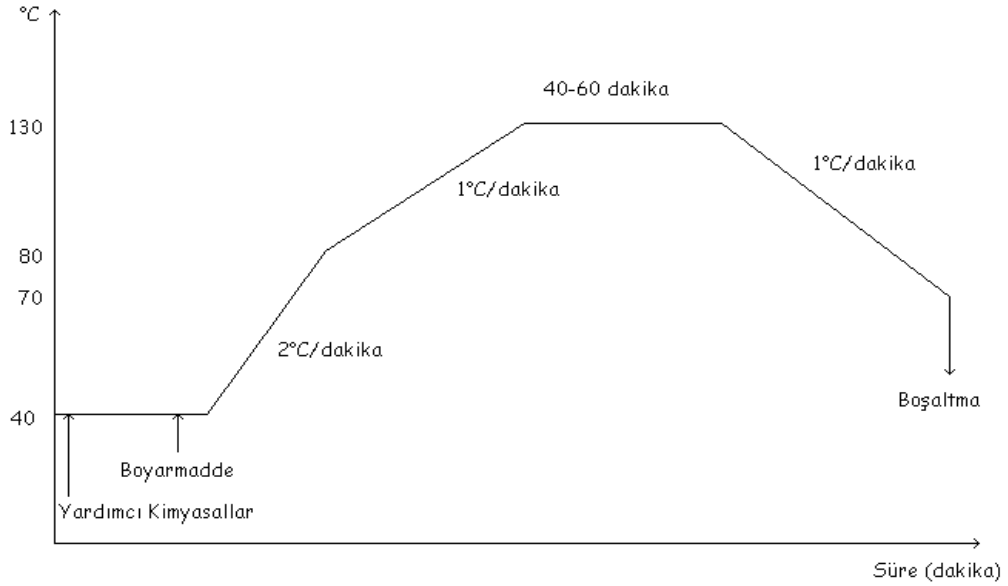
Yapılan çalışmalarda oligomer probleminin engellenmesi ve azaltılması için aşağıdaki adımlar önerilir;

1. Mümkün olduğunca sınırlı boyama süresi
2. Taşıyıcı ilave etmek
3. Yüksek dispergatör ilave etmek
4. Banyonun sıcak boşaltılması
5. Boyama sonrasında yapılacak sıcak durulama

6. Yoğun redüktif yıkama

7. Boya makinelerini sık sık yıkamak oldukça faydalı olduğu belirlenmiştir.

Şekil 2,3' de dispers boyama prosesi verilmiştir.



Şekil 2.3: Dispers boyama prosesi [9]

Isı fiksajı, sentetik liflerin elde edilmeleri ve diğer işlemler sırasında oluşan iç gerilimlerinin, kaynar su içinde çekme ve kalıcı kırık oluşumuna sebep olmaması için yapılan bir ısıl işlemdir. Yani bir ön terbiye işlemi olarak, sonraki işlemlerde oluşabilecek büzölmelere, kırıklara ve çekmelere karşı bir önlemdir. Isı fiksajı yapılan kumaş, daha sonraki işlemlerde kullanım sırasında çekmez, büzölmez ve örgü yapısında karışıklıklar oluşmaz. Kontrollü koşullarda uygulanan ısıl işlemler, elyafa, dolayısıyla kumaşa oluşabilecek boyutsal değişikliklere karşı direnç gösterme kabiliyeti kazandırılır. Termofiksaj işlemi boyamadan önce ya da boyamadan sonra yapılabilir.[9]

Bu işlem, gerekli ısıda, nemli ya da kuru sıcak hava ya da sıcak su ile, elyafın ısınma esnasında kazandığı gevşemesini, takip eden soğuma aşamasında stabil hale getirerek yapılır. Bu işlemle yalnız boyutsal stabilite değil buruşmalara karşı bir direnç de

sağlanmış olur. Ayrıca termofiksaj işleminin boya alımına da olumlu katkısı vardır. Bu nedenle boyama öncesi fiksaj (Ön Fiksaj) daha çok tercih edilir.

Fikse edilecek elyafın türüne bağlı olarak fikse süresi ve fikse sıcaklıkları değişiklik gösterir. Elyafın ısıya karşı dayanıklılığı daha yüksek sıcaklıkta ve daha uzun sürede fiksaj yapılmasına olanak tanır.

Yapılan çalışmalarda oligomer probleminin engellenmesi ve azaltılması için;

1. Mümkün olduğunca sınırlı boyama süresi
2. Taşıyıcı ilave etmek
3. Yüksek dispergatör ilave etmek
4. Banyonun sıcak boşaltılması
5. Boyama sonrasında yapılacak sıcak durulama
6. Yoğun redüktif yıkama
7. (İplik için) Abrajdan geçirmek ve yumuşatmak (oligomeri uzaklaştırmaz ancak etrafını kaplar)
8. Boya makinelerini sıklıkla yıkamak. oldukça faydalıdır.

### **2.2.3. Polyamit (Naylon) boyama**

Naylon boyamada asit boyalar, 1:2 metal kompleks boyalar ve dispers boyalar kullanılır. Eğer boyanacak materyal likralı ise boyamadan önce 160-180°C'de 25 saniye kadar ön fikse yapılmalıdır.

En yaygın yöntem asit boyamadır. Yün ve ipekte olduğu gibi boyama asidik ortamda gerçekleşir. Boyama sırasında pH aralığı 4-6'dır ve flotte oranı 1/10 olacak şekilde ayarlanmalıdır.

Boyama, asit boyanın yapısındaki sülfonat grubu ile polyamit elyafın makromoleküler yapısındaki amino ve karboksil grupları arasında meydana gelen elektrostatik bağlarla gerçekleşir. Asit boyalar içerdikleri sülfonat gruplarına ve

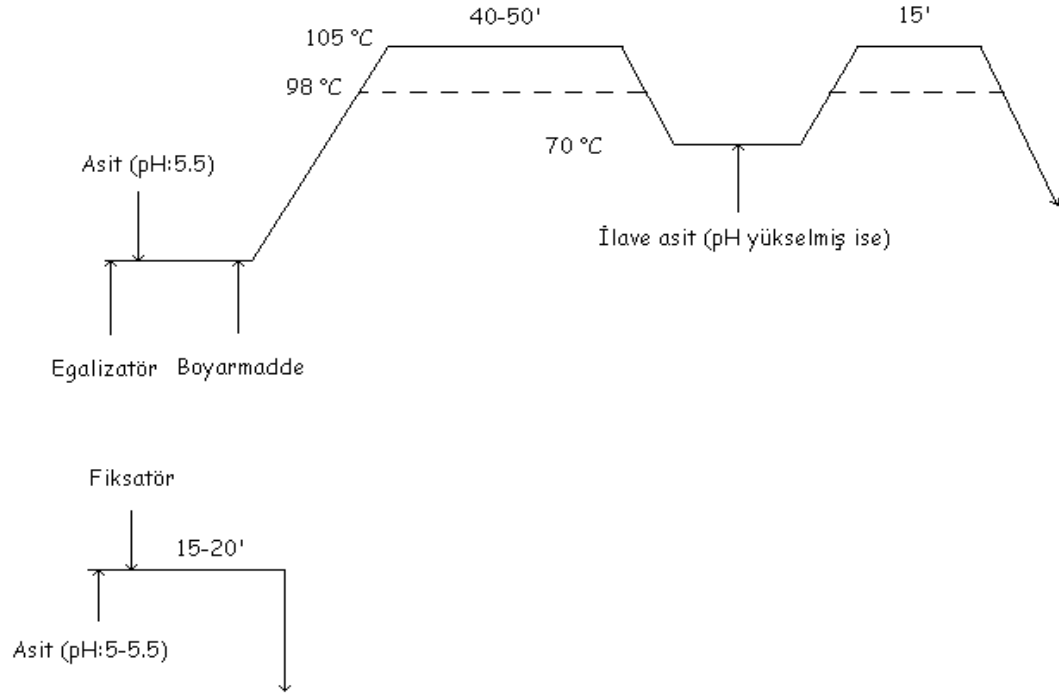
molekül yapılarının büyüklüklerine göre A, B, C (A küçük olan, B orta ve C büyük molekülü şeklinde) olarak 3 sınıfa ayrılırlar. Boyadaki sülfonat sayısı arttıkça boyanın çözünürlüğü ve egalizasyonu artmaktadır. Fakat doyma noktası da düşmektedir. Bu yüzden özellikle açık ve orta renklerde B grubu (di sülfonat içeren) boyalar tercih edilir. Koyu renklerde ise doyma noktası daha yüksek olan C grubu (mono sülfonat içeren) asit boyalar kullanılır.[8]

B grubu boyaların afiniteleri azdır ve zayıf asidik ortamda boyanırlar (pH=5-5,5), açık ve orta renklerde yaş haslıklar iyidir fakat koyu renklerde kötüdür. Daha büyük molekülü C grubu boyaların afiniteleri nötr ortamda (pH=6-6,5) bile boyama yapılabilecek kadar çoktur. Ancak egalizleri daha zordur. Egaliz maddelerinin yardımı ile zayıf asidik ortamda yapılabildiği gibi nötr ortamda da boyamaya başlayarak boyamanın ikinci yarısında pH düşürülebilir veya baştan sona nötr ortamda boyama yaparak tam bir çekim sağlanabilir. Boyama kaynama sıcaklığında yapılır ve 45-50 dakika devam eder.

Egaliz maddeleri ile elyaf bloke edilerek boyanın ani çekimi önlenebilir ve banyodaki boyanın daha yavaş bir şekilde çekimi sağlanabilir. Bu durumda anyonik fikse maddeleri boşaltılmadan uygulanabilir. Katyonik yumuşatıcılar ise banyo boşaltılmadan verilmemelidir. Katyonik egaliz maddeleri ise boya ile kompleks oluşturur ve oluşan bu kompleks yüksek sıcaklıklarda bozularak migrasyon olmasını ve boyanın yavaşça kumaşa çekimini sağlar.

1:2 metal kompleks boyalar özellikle lacivert ve siyah renklerin boyanmasında kullanılır. Bu boyaların koyu renklerde bile ışık ve yıkama haslıkları mükemmeldir. Bunların boyamaları, sadece amonyum sülfat kullanılarak 105°C'de yapılabilir (Asetik asit kullanmadan da boyanabilir). Metal kompleks boyalar aslında asit boyalardır ve molekül yapılarının büyümesi için kromlanarak metal kompleks boya haline getirilirler. Polyamite karşı afiniteleri oldukça yüksektir fakat yüksek molekül ağırlıklarından dolayı egalizleri ve difüzyonları zordur. Migrasyon olmamasından dolayı boyanın kumaşa uniform bir şekilde çektirilmesi düzgün boyama için çok önemlidir. Boyama nötr ortamda genellikle kaynama sıcaklığında yapılır, hatta ham

nylon için bu sıcaklık 130°C civarına da çıkılabilir. Boyama sonunda pH nötrden zayıf asidik ortama getirilerek banyoda kalan boyanın çekimi sağlanır.



Şekil 2.4 Polyamit boyama prosesi

Polyamit boyamada kullanılan bir diğer boya da dispers boyadır. Boyanın taşıyıcı boyamaya uygun küçük moleküler yapıda ve dispers boya olması gerekir. Daha çok açık ve orta renklerin boyanmasında tavsiye edilir. Suda çözünmediği ve kumaşla doğrudan bir kimyasal bağ kurmadığı için uygulaması, boya partiküllerinin ince dispersiyonu ile olur. Boyama sırasında egaliz problemi görülmez, fakat yaş haslıkları kötüdür.

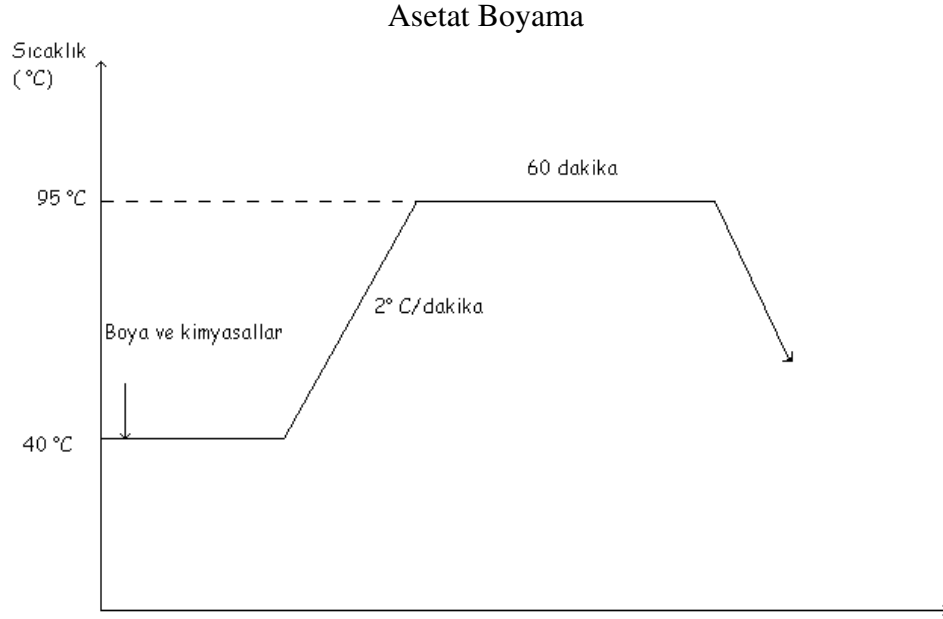
Polyamit üretimi ve tüketimi açısından polyesterden sonra ikinci sırada yer alan sentetik bir elyaftır. Genel olarak kısaltması PA'dır.

Tüm polyamit çeşitleri eriyikten lif çekimi yöntemi ile üretilirler. Polimerizasyon ve polikondenzasyon reaksiyonları ile oluşurlar. Nylon 6 kaprolaktam polimerizasyonu, Nylon 66 ise adipik asit ve hegzametilendiamin



polikondenzasyonu sonucu meydana gelirler. Naylon 6 daha yaygın olarak kullanılır. Naylon 66 daha pahalı ve daha sağlamdır.

#### 2.2.4. Asetat Elyafının Boyanması



Şekil 2.5 Asetat boyama prosesi

Asetat elyafın boyanması ve diğer işlemleri pamuk, keten gibi doğal elyaflara ya da viskon gibi rejenere selüloz elyafa benzemez. Boyama işlemleri polyestere benzemektedir ve boyamak için küçük moleküllü, doyma noktası yüksek dispers boyarmaddeler kullanılır. Asetat elyaf polyestere nazaran oldukça çabuk ve kolay boya alır. Kolay boya almasına paralel olarak kolayca da boya verir. Bu nedenle yıkama haslıkları iyi değildir. Asetat elyafının dispers boyanması aşağıdaki işlemlerden oluşur (Şekil 2.5).

1. Ön Yıkama
2. Dispers Boyama
3. Yıkamalar
4. Nötralizasyon
5. Yumuşatma

Dispergatör, kırık önleyici, ıslatıcı ile 60 °C'de 20 dakika ön yıkama yapılır. CH<sub>3</sub>COOH (Asetik asit) ile pH=5-5,5'a ayarlanır ve boyama işlemine başlanır. Boyama süresinin bitiminde yıkamalar aşağıdaki gibi yapılır.

a) Soğuk durulama

b) 2 g/L NH<sub>3</sub> (% 27)

2 g/L hidrosülfid 60 °C'de 20 dakika

0,5 g/L Egalizatör

Yıkama işleminin ardından nötralizasyon yapılır ve yumuşatma işlemine geçilir. Yumuşatmadan sonra kumaş boyanmış olarak makineden çıkarılır.

Asetat elyaf; selülozun asitlendirilmesinden sonra asetil selülozun çözündürülmesi ve çözeltinin kuru çekim yöntemi ile elyaf haline getirilmesiyle elde edilir. Ticari olarak selüloz asetat (di asetat) ve tri asetat olarak iki gruba ayrılır[1]

### Di asetat elyaf

Di asetat elyaf üretimi şu aşamalardan oluşur.;

1. Asetat elyaf üretiminde başlangıç maddesi olarak pamuk artıkları veya odun hamuru kullanılır. Önceden sodyum hidroksit ile işlem görmüş olan bu artıklar sodyum hipoklorit ile ağartılır ve kurutulur. Kurutulmuş selüloz hammaddesi, az miktarda derişik sülfürik asit içeren asetik asit içerisinde ısıtılarak şişirilir. Katalizör olarak sülfürik asit yerine çinko klorür de kullanılır.

2. Şişirilmiş selüloza aset anhidrit eklenerek selülozda bulunan alkol gruplarının ester haline dönüşümü sağlanır. Bu reaksiyon ekzotermik olduğundan, karışım dıştan soğutulmalıdır. 6-7 saat sonra selüloz tamamen esterleşerek jelatinimsi viskoz bir kütle haline dönüşür. Tamamlandığı karışımın kloroformda çözünmesi ve asetat miktarının % 65'e ulaşması ile anlaşılır.

3. Viskoz sıvı % 50'lik asetik asit çözeltisi ilave edilerek kısmen hidroliz edilir. Primer asetat 50 °C de 12-16 saatte kısmen hidroliz olur. Hidrolizin derecesi karışımdaki asetat yüzdesi ile belirlenir. Asetat yüzdesi % 45-55 değerine eriştiğinde primer asetat, sekonder asetata dönüşür. Bu değere erişen ürün asetonda çözünmesi ile karakterize edilebilir.

4. Elde edilen sekonder asetat suya dökülür ve toz halinde çöktürülerek süzülür, yıkanır ve kurutulur.

5. Bir kısım sekonder asetat 1/3 asetonda çözülür. 24 saat karıştırılarak bekletilen çözelti vakumlanır ve süzülür. Mat filamentler elde etmek için TiO<sub>2</sub> eklenir. Kütle boyama isteniyorsa pigmentler eklenir. Kuru-eğirme yöntemi ile filament haline getirilir. Sekonder asetat ayrıca 230°C'ye ısıtılıp eritilerek yumuşak-eğirme yöntemi ile de filament haline getirilir. Dayanıklılığı arttırmak için germe-çekme işlemi yapılır.

Asetat, filament halinde elde edildiğinde ipek yumuşaklığında ve parlaklığındadır. Uzama yeteneği % 20-25'tir. Enine kesiti dairesel değil, kıvrımlar şeklindedir.

Hammaddesi selüloz olmasına rağmen asetat ipeğinin kimyasal ve fiziksel yapısı selülozdan ve viskon, floş gibi diğer rejenere selülozlardan farklıdır. Zincirdeki alkol grupları ester haline dönüştüğünden selülozun gösterdiği özelliklerden tamamen farklı özellik gösterir.

Asetat doğal ipeğin yerine genellikle dayanıklılık istenmeyen yerlerde kullanılır. Asetat yandığında sirke kokusu duyulur.

*Çözücü Etkisi:* Asetat elyaf, ester karakterinden karbontetraklorür, aseton, kloroform, etil asetat, metil asetat, metilen di klorürü gibi organik çözücülerde çözünür. Bu organik çözücülerin kullanıldığı kuru temizleme işlemi, asetat elyafa uygulanmaz. Asetil selülozu tek başına çözemeyen çözücüler, karışım halinde çözebilir. Örneğin: Benzen/alkol karışımı.

Eter, petrol eteri, benzin, benzen, toluen, tetralin, tri klor etilen, karbon tetra klorür diasetatı hiç çözmez. Elyafın di veya polikarboksilli asit klorürleri ile 0,5-1 saat oda sıcaklığında bırakıldığında çözünürlüğü azalır veya hiç kalmaz.

*Suyun Etkisi:* Selülozun hidroksil gruplarının büyük bir kısmının bloke edildiği asetat elyaf, selülozik elyaf ile karşılaştırıldığında nem çekme oranı düşüktür. Düşük miktarda absorbe ettiği nem az da olsa elyafı şişme meydana getirir. Bunun sonucu olarak kir ve lekeler kumaş içine fazla nüfuz etmediğinden kolayca yıkanıp uzaklaştırılabilir. Uzun süre yüksek sıcaklıkta su etkisinde kalan elyaf giderek parlaklığını kaybeder. Matlaşma saf suda 80°C'nin üzerinde başlar. Fakat sabun, fenol gibi bazı maddelerin ilavesi matlaşmanın daha düşük sıcaklıklarda meydana gelmesine neden olur.

*Alkali, asit ve yükseltgen maddelerin etkisi:* Asetat elyaf, alkali etkisi ile sabunlaştığından yıkama ve boyama işlemlerinde dikkatli olunmalıdır. Buna karşılık asetat elyaf, asitlere karşı diğer selülozik elyaflardan daha dayanıklıdır. Yün-asetat karışımları asetat elyaf zarar görmeden alüminyum klorür ile karbonize edilebilir. Yükseltgen maddeler de asetat elyafa az etki ederler.

*Sıcaklığın Etkisi:* 100°C'nin üzerinde asetat elyaf yumuşamaya başlar. Kurutma silindirlerinde sıcaklığın 120°C'yi aşmamasına dikkat edilmelidir, ütüleme işlemi de ılık şartlarda yapılmalıdır. Pamuk, keten ve rejenere selüloz elyaf non-termoplastik olmasına karşılık, asetat termoplastik özellik gösterir ve 190°C'de büzülür, 280°C'de erir. Asetat elyaf mekanik işlemlerde elektrikle yüklenir. Bu durum işlenmesine zarar verdiğinden antistatik maddelerin ilavesi gerekir.

*Boyama Özelliği:* Asetilasyon reaksiyonunun selüloz elyafı kimyasal ve fiziksel yapısını büyük ölçüde değiştirmesinden dolayı asetat elyafın boyaması ve diğer işlemleri pamuk, keten gibi doğal elyaflara veya viskon gibi rejenere selüloz elyafa benzemez. Birçok yönüyle sentetik bir elyaf olan polysteri andırmaktadır.[1]

Dispers boyalar ile kolaylıkla boyanabilir. Asetatın yapısı polyestere göre daha açıktır, bu yüzden boyayı daha kolay alır. Boyama, 80-95°C'lerde yapılır. Genel olarak elyafın yapısını bozmamak için pH=5-5,5'ta boyama yapılır. 120°C gibi yüksek sıcaklıklarda elyafın gevşemesi ve sabunlaşmasından dolayı matlaşması söz konusudur. Fakat bu gevşeme ve yumuşama bazen istenen bir özellik olabilmektedir.

Asetat boyamada kullanılacak dispers boyaların küçük molekülü ve/veya yüksek doyma noktalı boyalar olmaları gerekmektedir. Aksi halde orta renklerde bile boyama sırasında boyanın çoğu banyoda kalır. Dikkat edilmesi gereken bir diğer önemli nokta ise boyaların "gaz haslığının" yüksek olmasıdır. Bunun sebebi egzoz ve baca gazlarından çıkarak atmosfere karışan nitrozoksit gazının asetat elyafı etkilemesi ve bazı dispers boyaları elyafın üzerinde hızlı bir şekilde soldurmasıdır. Bu gaz solması asetat elyafa özel bir olaydır ve asetat üzerinde gaz solması gösteren boyalarla boyanmış polyesterde aynı olumsuz etki gözükmez.

Kolay boya almasına paralel olarak aynı şekilde kolay boya vermesinden dolayı yıkama haslıkları polyestere nazaran biraz daha düşüktür. Bu yüzden fazlaca yıkama haslığı aranmaz. Boyamadan sonra yapılan bir redüktif yıkama ile yıkama haslıkları iyileştirilebilir. Ayrıca alkali ile işlem sırasında niteliklerinde bazı değişiklikler olabilmektedir. Özellikle yüksek sıcaklıklardaki alkali ortamlardan korunmaları gerekmektedir. Bu yüzden redüktif yıkama yapılırken zayıf alkali olan amonyak kullanılır.[1, 8]

### Tri asetat elyaf

Selülozun yüksek değerde asetile edilmiş hali olan elyaf tri asetat veya primer asetat olarak adlandırılır. Genellikle çözücü olarak metilen di klorür ve alkol karışımı kullanılarak filament olarak üretilmektedir. Ticari adı arnel olan tri asetat, diasetat elyafa benzer şekilde elde edilmektedir. Üretimde kısmi hidroliz kademesinden vazgeçilir. Elde edilen tri asetatın % 20'lik kısmı etilen klorür+alkol karışımı içinde hazırlanır. Bu çözelti, kuru eğirme veya koagülasyon banyosu su olarak yaş eğirme yöntemi ile lif haline getirilir. Elde edilen tri asetatta asetat oranı % 62,5'tur.

Tri asetatın birçok özelliği di asetata benzer, termoplastiktir ve kuru temizleme yapılamaz. Erime noktası di asetattan biraz daha yüksek 300°C olduğundan yüksek sıcaklıkta çalışılabilir. Kaynar suda hidroliz olmaz ve matlaşmaz, bu nedenle 95°C'de hatta 110-120°C'de HT şartlarında boyama yapılabilir. Tri asetat daha esnektir ve boyayı daha zor bünyesine alır. Di asetatın aksine aseton ve tetra hidrofuranda çözünmez, kloroformda çözünür. Daha dayanıklı bir elyaftır ancak kullanımı yaygın değildir.

### **2.3 Renk Haslıkları**

Haslık , bir tekstil materyalinin renginin üretim ve kullanılma esnasında karşılaştığı çeşitli etkilere karşı gösterdiği direnme gücüdür. Haslıklar kullanım esnasında istenen haslıklar ve üretim esnasında istenen haslıklar olmak üzere ikiye ayrılır.

Kullanım esnasında istenen haslıklar; ışık, yıkama, sürtünme, ter, çözücü, ütü vb.; üretim esnasında istenen haslıklar ise asit, alkali, soda, pişirme, klorlama, merserize, kalevi dinkleme, karbonize, asidik dinkleme, kaynatma, dekatür, su, vb. haslıklardır.

#### **2.3.1. Kullanım esnasında istenen haslıklar**

##### Işık haslıkları TS EN ISO 105-B02 KASIM 2001

Bunun amacı boya veya baskı yapılmış tekstil örneğinin renginin, güneş ışınlarına karşı direncinin ölçülmesidir. Örneğin ışık haslıkları 1-8 arasında olan mavi boyalı standart yün numuneyle birlikte güneş ışığının etkisinde bırakılır. Daha sonra test örneğinin 8 standarttan hangisi ile aynı solma derecesi gösterdiğine bakılır. Bu nedenle ışık haslığından söz edilirken, testin hangi renk şiddetinde olduğu belirlenmelidir. Katologlarda ışık haslıkları 1/1'lik standart renk şiddetinde, standarttan 2kat daha şiddetli (1/2 renk şiddetinde) ve standartın 1/3,1/6,1/12 veya 1/25'indeki şiddette boyamalar için ayrı ayrı verilmiştir.

### Yıkama haslıkları TS EN ISO 105 – C06 KASIM 2001

Tekstil materyalinin cinsine ve kullanılma amacına baęlı olarak farklı yıkama kořulları uygulanmaktadır.

Tekstil materyali kumař halinde ise (10x4) cm<sup>2</sup> büyüklüğünde kesilerek alt ve üst tarafına 5e4 cm büyüklüğünde boyanmış iki kumař yerleřtirilir. Bu üç parçanın dört kenarı dikildiğinde boyalı örneęine 4/5'lük kısmı açıkta kalır.

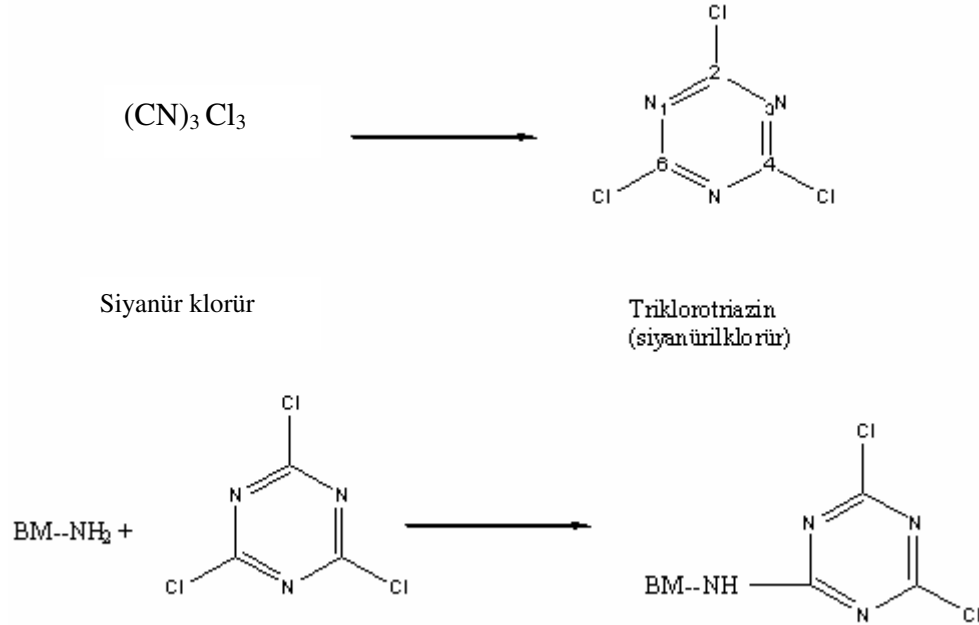
Tekstil materyali açık elyaf řeklinde ise bunun sıkıřtırılması ile elde edilen 10 a 4 cm büyüklüğünde ki tabaka , yine 10 a 4 cm büyüklüğündeki iki kumař arasına yerleřtirilerek dört kenarı dikilir. Test örneęi hazırlamada kullanılan iplik veya elyafın aęırlığı yaklaşık olarak boyanmamış iki kumař parçasının aęırlığına eřit olmalıdır. Dięer taraftan litresinde 5 g sabun bulunan bir çözeltili hazırlanır. Daha sonra örnekler önce soęuk destille su ile iki kere , sonra soęuk akar musluk ile 10 dakika çalkalanır. Sıkıldıktan sonra iki uzun ve bir kısa kenarın dikiři sökölür. Kısa kenarı birbirine deęecek řekilde açılarak 60 °C'de kurutulur. Son olarak UV ışıęının altında gri skala ile karřılařtırılarak deęerlendirme yapılır.

### 3. REAKTİF BOYARMADELER VE TRIAZİN GRUP

Reaktif boyaların uygulamadaki kullanımında ilk olarak diklorotriazin gruba mensup boyarmadde kullanılmıştır. 1956 yılında selüloza bağlanacağı bulunmuştur. İlk denemeler oda sıcaklığında hazır alkalilerle elde edilmiştir.

Sonraki yıllarda monoklorotriazin ve vinil sülfon reaktif grup sıcak boyamayla elde edilmiştir. O yıldan sonra günümüze kadar geniş kullanım alanlarına sahip olmuştur. Triazin grubun uygulamalarında yapılan deneyler sonucu en iyi sonucun pamuk ile reaksiyonlarında elde edildiği gözlenmiştir.[11]

Bunlar siyanürlüklorürün trimerleşmesi ile meydana gelen siyanürlüklorürün (triklorotriazin 'in) amino grubu içeren bir boyar madde ile birleşmesiyle elde edilir.

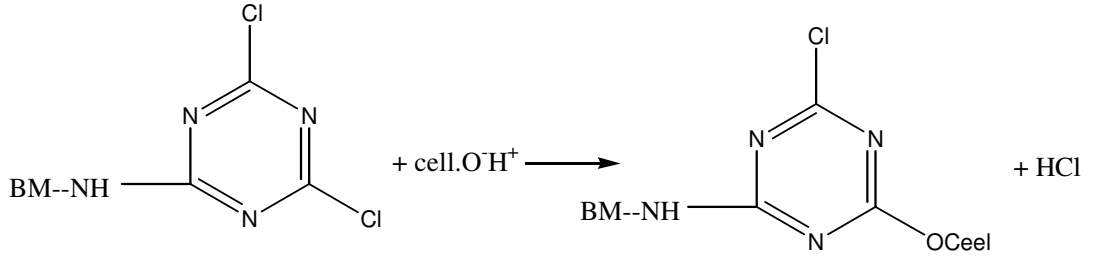


Şekil 3.1: Amino grubu içeren diklorotriazin elde edilmesi. [11]

Siyanürlüklorürdeki klor atomları, halkadaki azot atomlarının elektron çekmeleri nedeniyle labileştirilmiştir; yani 2,4,6 numaralı karbon atomları pozitifleştiğinden klor atomlarının nötron çiftleriyle birlikte ayrılması kolaylaşmış olur (Şekil 3.1).



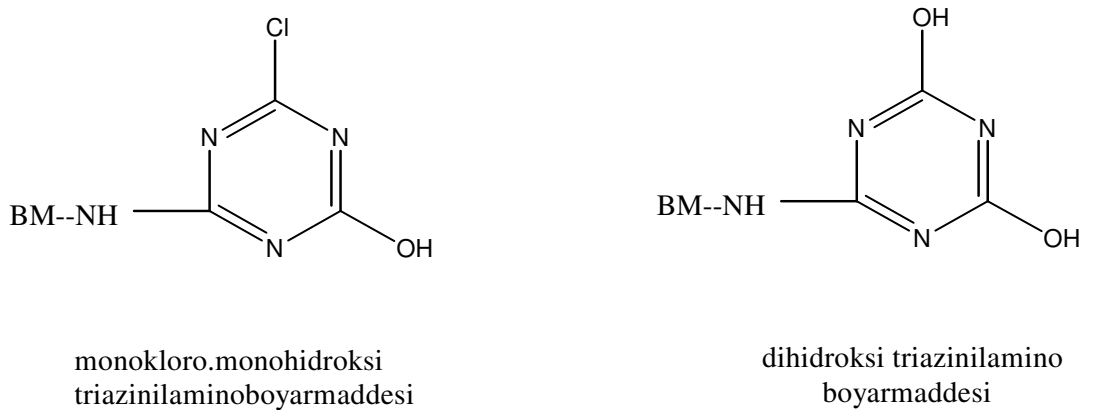
Siyanüriltriklorür, amino grubu içeren bir boyar madde ile birleştiğinde , reaksiyon yeteneği çok yüksek olan diklorotriazinil grubu boyarmadde molekülüne substitue edilmiş olur. Triazin halkasında bulunan iki klor atomundan biri çok reaktiftir. Kalevi ortamda , sodyum ile bile selüloz molekülü ile reaksiyon vererek ester bağı oluşturabilir(Şekil 3.2)



Şekil 3.2: Boyanın uygulanış reaksiyonları [6]

Kalan az miktarda asit , boya banyosundaki alkali tarafından nötralleştirilir. Diğer klor atomunun reaksiyonu çok daha zordur. Ancak sıcakta ve kalevi miktarı daha fazla olduğundan reaksiyon verebilmektedir.[12]

Aynı reaksiyon kalevi ortamda selüloz molekülü yerine su molekülü ile meydana gelebilir; yani boyarmadde kalevi ortamda hidroliz olur. Soğukta hidroliz reaksiyonunun hızı, selülozun reaksiyon hızından çok daha yavaş olduğu için boyarmaddenin büyük bir bölümü elyafa bağlanır, geri kalan kısım ise hidroliz olarak mono ve dihidroksi türevini meydana getirir (Şekil 3.3).



Şekil 3.3: Hidroliz sonucu oluşan yapı

Bu hidroliz nedeni ile triazin boyarmaddeler renk şiddetlerinde önemli bir kayıp olmaksızın uzun süre depolanamazlar. Sıcaklığın yükselmesi ile hidroliz olan miktar artmaktadır. Bu nedenle boyar maddenin çözünmesinde ve elyafa uygulanmasında sıcaklık 40 C°'nin üzerine çıkılmamalıdır. Ayrıca boyama koşulları , daha uzun floteyi ve flotenin sirkülasyonunu gerektirdiği için hidroliz sorunu da artmaktadır.[12]

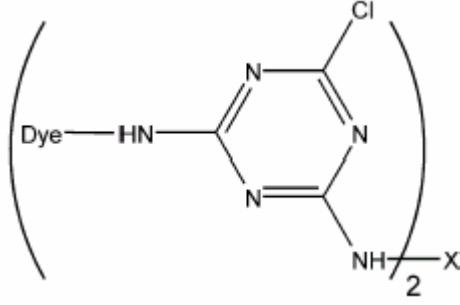
Hidroksi türevleri, selüloz ile reaksiyon vermemekle birlikte , substantif karakterde olduklarından , elyaf tarafından çekilir; fakat elyafa kovalent bağ ile bağlanmadıkları için yıkama ve sürtünme haslığı çok düşük bir boyama verirler. Bu nedenle boyama işlemlerinden sonra sabun ve soda ile kaynatılarak bu ürünlerin uzaklaştırılması gerekmektedir.

Diklorotriazin grup içeren boyarmadde molekülünün alifatik veya aromatik bir amin, fenol veya alkoksitle reaksiyona sokularak klor atomlarından biri daha uzaklaştırılırsa , tekabül eden diklorotriazinil boyarmaddesinden daha stabil monoklorotriazinil grup meydana gelmektedir. Bu tip boyarmaddelerin selüloz ile reaksiyon vermeleri için de yüksek sıcaklık ve daha fazla alkaliye gerek duyulmaktadır. Bunların stabiliteleri yüksek olduğundan dolayı sulu çözeltilerinde hidroliz olma olasılığı daha düşüktür. Bu nedenle boyarmadde kaybı çok daha düşüktür. Monoklorotriazinil boyarmaddelerinin daha stabil olmasından dolayı yalnız boyamada değil tekstil baskısında da kullanımı oldukça geniştir. Örneğin Procion SP boyar maddeleri selülozik materyale baskıda kullanılan ve birden fazla monoklorotriazinil grubu içeren boyar maddelerdir.

### **3.1. Monoklorotriazin Teknolojisi**

Monoklorotriazinil grubun stabilitesinin diklorotriazinil gruba göre daha yüksek olduğunun keşfinden sonra tekstil materyellerinin boyanmasında monoklorotriazin boyarmaddesinin kullanılması öne çıkmıştır. Yapılan çalışmalarda; fikse safhasında olan hidroliz boyamanın kalitesini arttırdığı, yıkama safhasında pamuk üzerine uygulamalarda fikse olmama da hidrolizi büyük oranda ortadan kaldırabildikleri,

böylelikle ıslak olarak yüksek kararlılıkta ürün elde edilebileceğini, sabsantivitenin oldukça yüksek olduğu gözlenmiştir. Bu boyalar iki tane monoklorotriazinil grubu (bisMCT) kapsamaktadır, genel gösterimi aşağıdaki gibidir. Buradaki X aryleneleking grubunu temsil etmektedir.(Şekil 3.4)



Şekil 3.4: Monoklorotriazin boyar maddesinin genel gösterimi.

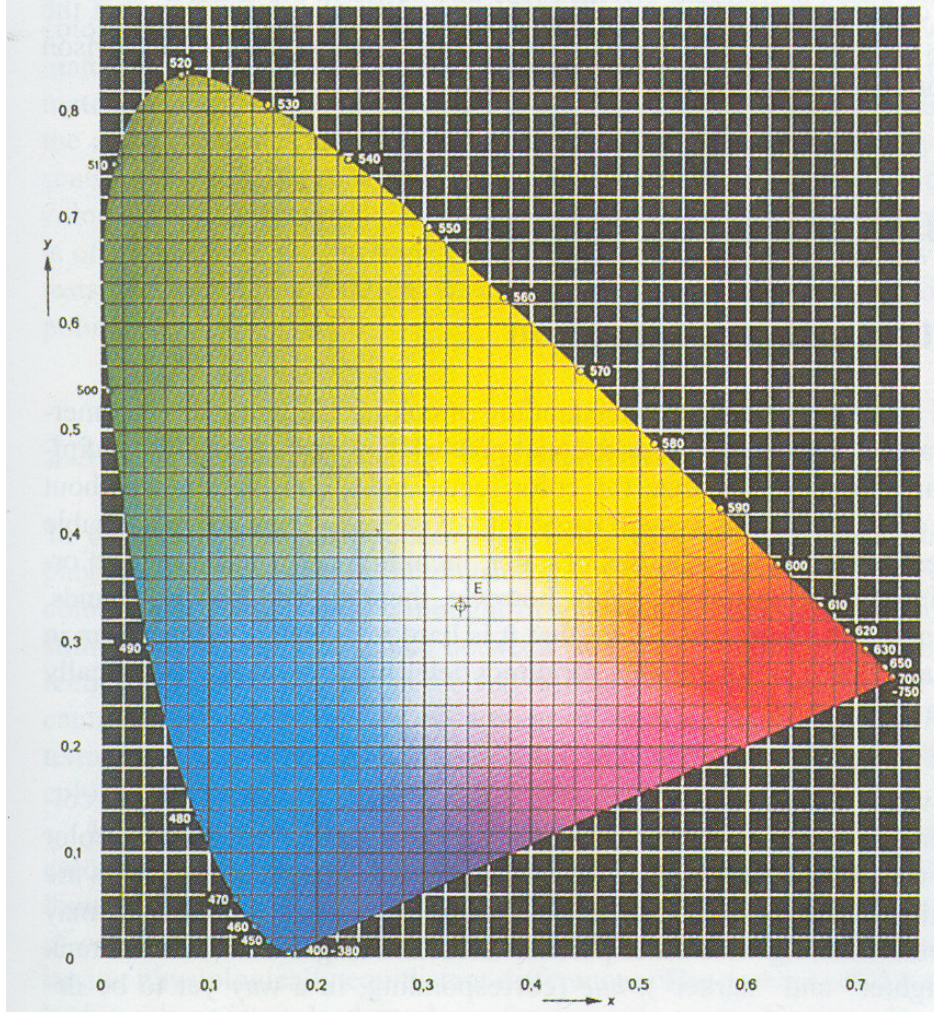
Yapılan çalışmalara göre monoklorotriazin boyarmaddesinin kovalent bağ oluşumunun 60 °C de pH 10 ile pH 12 olduğu durumlarda pamuk üzerinde mükemmel sonuçlar verdiği görülmüştür.[11]

Daha sonraları, maliyeti düşürmek amacıyla yapılan teknolojik çalışmalarda yıkama safhasında kullanılan amonyum hidroksit, sodyum bikarbonat, potasyum hidroksit ve sodyum hidroksit gibi fikse olamamış boyayı uzaklaştırmak için kullanılan alkali miktarının azaltılabileceği düşünülmüştür. Boya prosesinde, toplam boya maliyetinin ana kısmını oluşturduğu düşünülürse ve çevreye vereceği etkilerde göz önünde bulundurulduğunda bu yöntemin kullanılmaması gibi bir ihtimal düşünülmemelidir.

Çalışmaların, pamuk ile monoklorotriazin boyarmaddesinin oluşturduğu materyal üzerinde yoğunlaşmasının sebebi de monoklorotriazin'nin fikse safhasında en iyi sonucu vermesidir. Zaten düşük maliyeti olduğu düşünülen proste, maliyeti daha da düşürmek çok büyük bir avantaj sağlayacaktır.[13]

Yapılan çalışmanın sonucunda %4 yerine %2 oranında KOH ve NaHCO<sub>3</sub> kullanılarak istenilen sonuçlar elde edilmiştir. Büyük prosesler içerisine uygulandığı düşünülürse mali açıdan yararlanılabileceği kaçınılmazdır.

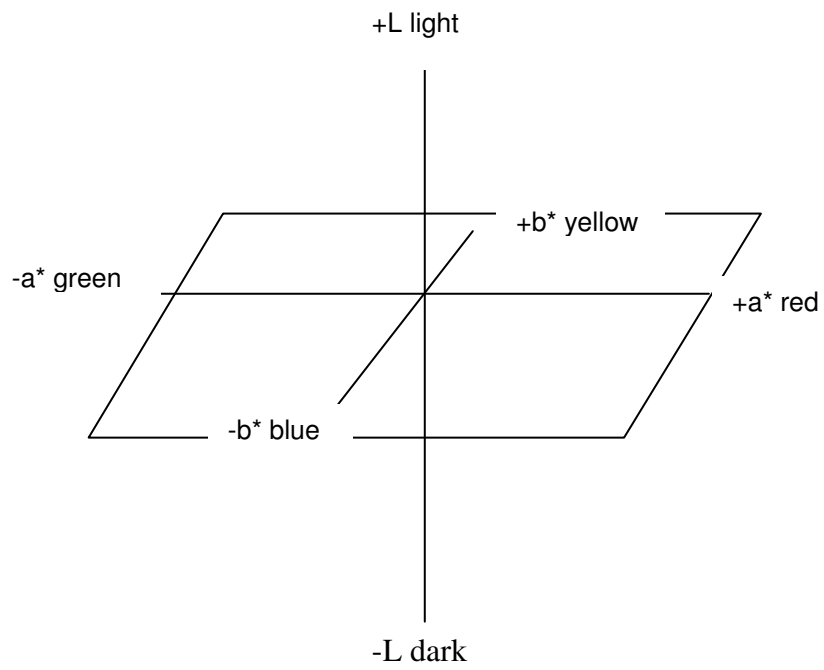
### 3.2 CIE Kromatiklik (Renk Şiddet) Diyagramı



Şekil 3.5 CIE kromatiklik (renk şiddet) diyagramı

Yansıma spektrofotometreleri kolorimetre olarak da adlandırılır. Kolorimetre yansıyan ışığı ölçme ve bu ölçümleri elektronik olarak x,y ve z değerlerine dönüştürürler. (Şekil 3.5) [14]

Şiddet koordinatları boyalı maddenin rengini belirlemektedir, ancak parlaklık bilgisini vermemektedir. Renk parlaklığı – şiddet diyagramına üçüncü bir eksen eklenerek tanımlanır. Bu eksen parlaklık eksenini olarak bilinir ve L ile gösterilir. (Şekil 3.6). L eksenini siyah ve beyaz rengi temsil eder. L' in sıfır değeri mükemmel siyahı, 100 değeri de mükemmel beyazı temsil eder. Diyagramda a parametresi kırmızı (+a\*), yeşil rengi (-a\*), sarı (+b\*) ve mavi rengi (-b\*) göstermektedir.



Şekil 3.6 CIELAB L, a\*,b\* Renk Uzayı [15, 16]

#### 4. LİTERATÜR ÇALIŞMALARINDAN ÖRNEKLER

Konstantinova ve Petrova [17] iki bifunctional reaktif monokloro triazine azo boya sentezini araştırdılar. Temel kromofor grubu olarak bir sarı triazine boya seçiler ve pratikte uyguladılar. Sentezde iki farklı reaksiyon üzerinde çalıştılar. İşlemi izlemek için Quantitative thin-layer chromatography (TLC) uyguladılar. Pamuk liflerini boyayarak boyanan numunelerin renk karakteristikleri değerlendirdiler.

Renfrew ve çalışma ark [18] 4 Arylamino-6- chloro- 1,3,5- triazine-2 (1H)- ones modelini sentezledi ve çeşitli azot, oksijen ve sülfür nükleofilleri ile asidik ortamda reaksiyona soktular. Ana ürüne benzemeyen, pridine, nikotinik asit ve p-aminobenzen-β-sulfatoetilsülfon ile oluşan reaksiyon ürünleri alkali ortamda selüloz ile reaksiyon verme yeteneğine sahip olduğunu gördüler.

Renfrew ve çalışma ark [19] yaptıkları çalışmada, 5 diklorotriazinil bileşiklerini sırasıyla nikotinik asit ve pyridin'i asidik ortamda reaksiyona soktular. Başka bir deyişle carboxypyridinium-triazine-2-oxide temiz olarak elde ettiler. Pyridinium halkasındaki açık halkaya triazine'in bağlanması gerçekleşmedi ve klorohidroksitriazin (6-kloro-1,3,5- triazine-2(1H)-ones) reaksiyon sırasındaki ara ürün olmadığı sonucuna vardılar.

Lewis and Ho [20] yaptıkları çalışmada; 2 Sülfatoetilsülfon ve 1 kloro s triazine residue içeren, reaktif crosslink'leri (XLC) sentezlediler ve naylona uyguladılar. Reaktif boya modeli doğrultusunda, önceden işleme tabi tutulmuş naylon, azalan substantivite ve reaktivite gösterdi. C.I Reaktif Red 3. Önceden muamele görmüş lifler amonyak ile reaksiyona sokulduğunda, bu boyayla yapılan boyamada, boyanın absorblanmasında ve fiksasyonunda artış gösterdi. Etilen diamin'le reaksiyonunda, nükleofilik aminoalkil s triazine dönüştürüldüğünde yukarıda bahsi geçen reaktif boyada tam ters etkilere ulaşıldığı gözlemlendi. Sadece XLC işleme tabi tutulmuş Nükleofilik boya, naylon ile fazla miktarda kovalent bağ gösterdi.

Sheng ve çalışma ark [21] Vinilsülfon ve monoklorotriazin grubu içeren reaktif bifonksiyonel iki model reaktif boya sentezlendiler. İki tür vinilsülfon anilin ve DMF de çalışılan model boya reaksiyonları ve reaksiyonlarının hız sabitleri İnce Tabaka Kromatografisi (TLC) tarama metoduyla belirlediler. Sonuç olarak; model boya ile m-vinilsülfon anilin'in reaksiyon hız sabiti, p-vinil sülfon anilin'inkinden daha fazla olduğunu bulmuşlardır.

Burkinshaw ve Gandhi [22] yaptıkları çalışmada, boyarmadde üreticileri tarafından tavsiye edilen boyama metotlarıyla, ticari üç reaktif diklorotriazin boyanın altı konsantrasyonunu kullanarak liyosell kumaş boyadılar. Fikse olmamış boyayı çıkartmak için, bir surfactant ve üç sodyum karbonat bazlı yıkama metotlarını uyguladılar Boyanan numunedeki renk kalıcılığı ISO C06/C2 yıkama test'ine göre belirlediler. Boyayı uzaklaştırmak için surfactant kullanımı gerekmesiği, 2 g litre<sup>-1</sup> Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> kullanımının fikse olmamış boyanın uzaklaştırılması ve fiksenin tamamlanması için yeterli olduğu sonucuna vardılar. Elde ettikleri bulgular, pamuklu kumaş üzerinde, daha önceden kullanılan ticari monokloro, dikloro ve bismonokloro triazin reaktif boyalarla aynı sonucu göstermektedir.

Tam ve çalışma ark. [23] Diklorotriazinil-reaktif boyanın, Procion Mavi MX-R, boyayabilirlik kinetiği pamuklu triko kumaşlarla spektrokimyasal kanal akış hücrelerine dayanan çok yönlü teknik kullanılarak çalışmışlardır. Boya moleküllerinin anlık hidrolizinden türeyen bir mekanizma, hidrolize forma fiziksel bağlama ve aktif formların kumaş üzerine kimyasal fiksasyonu dikkate almışlardır. Boyanın kumaşa sabitlenmesinin katı-sıvı fazlararası prosesle kontrol edildiğini görmüşlerdir, ki bu boyanın yüzeyde yoğunlaşması hakkındaki birinci adımdır. Boyama deneyleri birincil boya konsantrasyonlarının geniş yelpazesiyile gerçekleştirmiştir. Bu deneyleri raporlanan elektrolit konsantrasyonlar ve kinetik parametreleri ile desteklemiştir. Atom mikroskoplarıyla yaptıkları çalışmalar sonucunda; mercerizenin ön-muamelesi boya emilimi için ek alanlar veren fiber yüzeylerin düzensizliğini sağlamıştır.

Dongzhi ve çalışma ark [24] 3'-karboksipridin triazin reaktif boyanın hidroliz kinetiği 60-130 °C de nötral ortamda HPLC kullanarak çalışmışlardır. Bir seri hidroliz hız sabiti (constant) elde etmişler ve reaksiyon sırasında ph ve sıcaklığın etkilerini değerlendirmişlerdir. Düşük sıcaklıklarda ph 'ın kilit faktör olduğu saptamışlar fakat, sıcaklık arttığı zaman, sıcaklığın etkisinin hidroliz üzerinde daha etkili olduğunu görmüşlerdir. Monokloro ve 3'- karboksipridin s triazin boyanın reaktivitelerini karşılaştırmalarının sonucunda; Sonraki hidroliz hız sabitinin öncekinden iki derece fazla olduğunu görmüşlerdir. Ayrıca boyama şartlarında incelemeler ve yüksek sıcaklıklarda boyama için en iyi pH nın 8 olduğu bulmuşlardır.

Murtagh ve Taylor [25] yaptıkları çalışmada, lif boyamada, yüksek fiksasyon seviyesi ticari olarak başarılı reaktif boyalarda gerekli bir özellik olduğunu vurgulamışlar. Sonuç olarak; selülozik substrat'lara fikse edilen azo boyaların titanious klorit ile indirgendiği saptanmıştır. Bu proseste kullanılan titanous klorit'in miktarı titrasyon ile belirlenmiş, bu da boya fiksasyonunun saptanması için hızlı ve basit bir metot sağlamıştır.

Javad ve çalışma ark [26] çektirme metodu uygulayarak, düşük konsantrasyonda tuz kullanarak, pamukta yoğun ve parlak gölgeler elde etmek için üç yeni trisazo, MCT reaktif boya sentezlediler. Sonuç olarak; denenen boyanın, menekşe renginde soluk gölgeler, zayıf boyama özelliği ve yıkama direnci gösterdiğini, ancak düşük tuz miktarları kullanıldığında (0-30 g/l) sadece iki tanesi optimum renk verdiğini gözlediler.

Taylor ve çalışma ark [11] monoklorotriazin ve kloroasetilamino reaktif grup içeren, suda çözünebilen reaktif boya elde ettiler. Alkali şartlarda, az veya fazladan fiksasyon olmadığını ve selülozda kloroasetilamino grupla klorun nükleofilik yerdeğiştirmesini gözlediler. Reaksiyon prensibinin amid hidrolizi olduğunu saptadılar.



## 5. DENEYSEL ÇALIŞMA

### 5.1. Boyarmadde Sentezi : 7-[3-Asetilamino-5-(4,6-diklor-[1,3,5]triazin-2-ilamino)-fenilazo]-naftalin-1,3,6-trisülfonik Asit Sentezi

#### 5.1.1. 7-3-Asetilamino-5-fenilazo)-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit sentezi

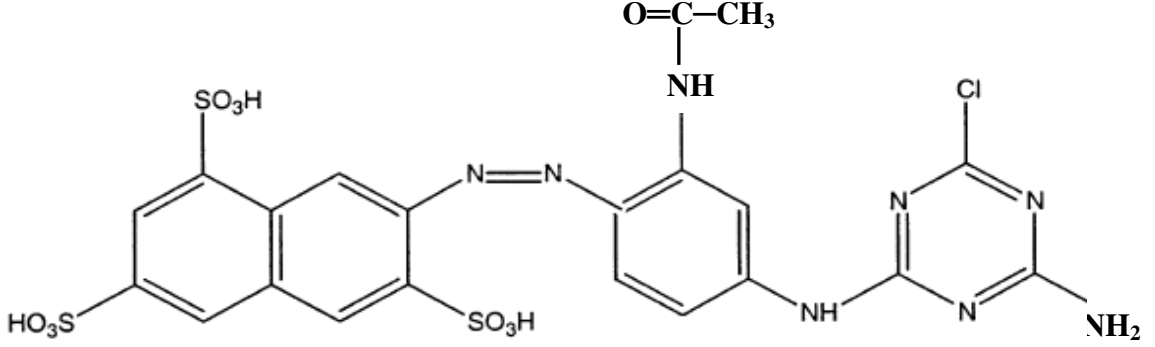
55,9 g (0,1 mol) 2-aminonaftalen-3,6,8-trisülfonik asit bir behere alındı. Üzerine %10 (w/v)  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  çözeltisi ve saf su ilave edilerek çözüldü buz banyosunda  $0-5^\circ\text{C}$  ye soğultur. 6,9 g (0,1 mol)  $\text{NaNO}_2$  az miktarda suda çözüldü, buz banyosunda  $0-5^\circ\text{C}$  ye soğutuldu. Hazırlanan  $\text{NaNO}_2$  çözeltisi 2-aminonaftalen-3,6,8-trisülfonik asit çözeltisine ilave edildi. Soğutulan çözeltiliye damla damla HCl çözeltisi (%37 w/v) ilave edildi. Yaklaşık bir saat karıştırıldı. Reaksiyonun tamamlandığını görmek için çözeltiliye sülfamik asit ilave edildi, oluşan çözeltili iyotlu nişasta kağıdına damlatıldı. Mavi rengin gözlenmesi tepkimenin tamamlandığını göstermiştir.

27,7 g (0,19 mol) 3-aminoasetanilid %12,33 lük HCl (w/v) içinde çözüldü. Bu çözeltili, önceden hazırlanan diazonyum çözeltisine soğukta yavaşça ilave edildi. Tepkime tamamlanana kadar sürekli karıştırıldı ve %10 (w/v) luk  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  çözeltisi ilave edilerek pH 6-6,5 a ayarlandı. Damla damla derişik HCl ile çöktürüldü, ürün vakum altında süzüldü. Ham ürün 41,57 g'dır.

#### 5.1.2. 7-3-Asetilamino-5-(4-kloro-6-amino[1,3,5]triazin-2-ilamino)-fenilazo]-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit sentezi

%11 (w/v) lik sulu aseton çözeltisi içinde 1,85 g (0,0125 mol)  $\text{C}_3\text{Cl}_3\text{N}_3$  süspansiyonu hazırlandı. 8,10 g (0,01 mol) 4.1.1.de elde edilen ürün bu süspansiyonun içinde çözüldü.  $5^\circ\text{C}$ 'nin altında gerçekleşen  $\text{C}_3\text{Cl}_3\text{N}_3$ 'ün boyarmadde ile reaksiyonu sırasında  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  çözeltisinin (%10 w/v) ilavesi ile pH 6-6,5 aralığında tutuldu. pH 6-6,5 arasında sabitlendikten sonra sıcaklık  $35^\circ\text{C}$ 'ye yükseltildi. Çözünmeyen materyalin az bir kısmı süzüldü. Süzüntüye sulu amonyak çözeltisi ilave edildi ve

seyreltik HCl ile pH 7-8'e ayarlandı, 35-40 C°'de karıştırıldı. Reaksiyonun tamamlanmasından sonra süzöldü, vakum altında kurutuldu. (Şekil 5.1)



Şekil 5.1 Monoklorotriazin Reaktif Boyarmadde

## 5.2. Boyarmaddenin Karakterizasyonu

### 5.2.1. Boyarmaddenin <sup>1</sup>H Nükleer Manyetik Rezonans (<sup>1</sup>H NMR) spektrumu ile analizi

Boyarmaddenin <sup>1</sup>H NMR ve <sup>13</sup>C NMR Spektrumları için Bruker Avance 300 MHz cihazı kullanılarak Dimetilformamit DMF (d<sub>7</sub>) % 99.5 içerisinde çözüldü ve yapısı analiz edildi. [28]

### 5.2.2. Boyarmaddenin UV/Visible Spektrofotometre ile incelenmesi

DMF içinde çözüldükten sonra boyarmaddenin UNICAM UV/Vis Spektrometer UV2 cihazı ile maksimum dalga boyu tayin edildi. Sonuçlar Ek-1'de verildi.

### 5.2.3. IR spektrumu ile boyarmaddenin incelenmesi

Elde edilen boyarmaddenin IR Spektrumu MATTSON 1000 FTIR spektrometer cihazı ile tayin edildi. Sonuçlar Ek-2'de verildi.

### 5.2.4. Boyarmaddenin İnce Tabaka Kromatografisi ile değerlendirilmesi

Yürütme tankında hareketli fazı oluşturmak amacıyla 50'şer ml. etanol ve su eklendi. Boyarmadde saf su içerisinde çözüldü ve çözülen boyarmadde mikropipet yardımıyla silikajel ile kaplı cam plaka üzerine damlatıldı. Yürütme işlemi tamamlandığında plaka çıkartılarak kurutuldu. Bu işlem reaksiyon kontrolü amacıyla yapıldığından sonuçlar verilmedi. [27]

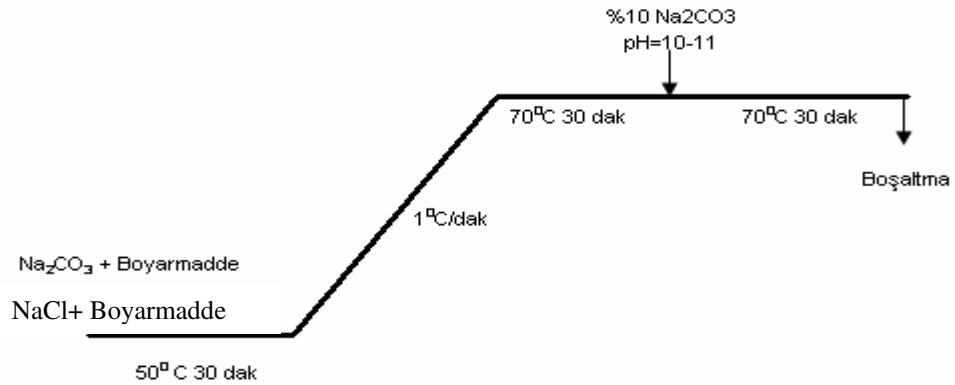
## 5.3 Boyarmaddenin Pamuklu Kumaşa Uygulanması

### 5.3.1 Boyama prosesi

Flotte oranı 1/10, 1/20, 1/30, 1/40 ve 1/50 olmak üzere 5 ayrı boya banyosu hazırlandı ve 10 g. pamuklu kumaş (metrekare ağırlığı 105 g olan, kasarlanmış ve optik ağartılmış) saf su ile ıslatılarak TERMAL marka boyama makinesinin tüplerine yerleştirildi. Sıcaklık 70, 80, 90 C°'de değişken olmak üzere diğer boyama şartları sabit tutuldu.

#### Çektirme Metodu ile boyama (70 C°'de )

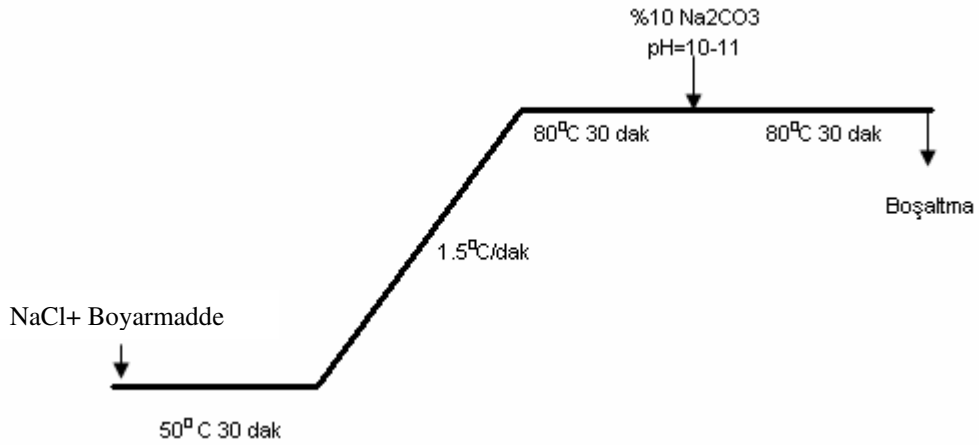
Boyama makinesi 50 C° de 30 dakika, 20 dakikada 70 C° ye ulaşacak ve 70 C° de 60 dakika boyama yapacak şekilde ayarlandı. 30-45. dakikalar arasında pH kontrol edildi (pH=10-11) ve %10 luk sodyum karbonat çözeltisi boyama tankına ilave edildi



Şekil 5.2: Çektirme Metodu ile boyama 70 C°'de

### Çektirme Metodu ile boyama (80 C° de )

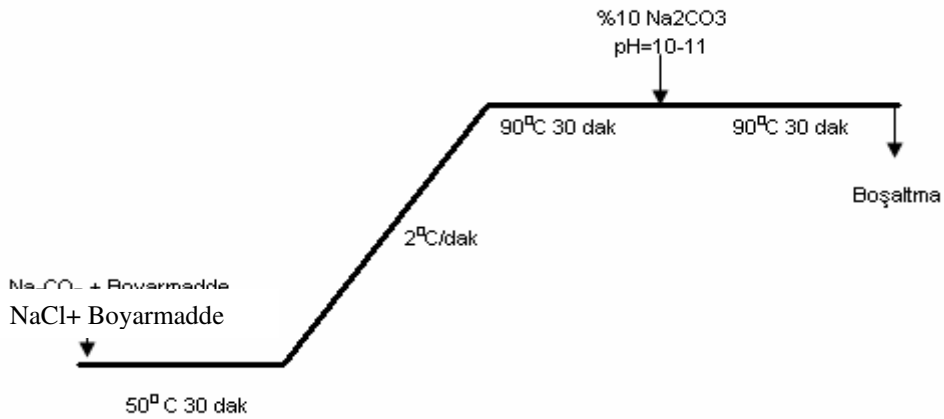
Boyama makinası 50 C° de 30 dakika, 20 dakikada 80 C°'ye ulaşacak ve 80 C°'de 60 dakika boyama yapacak şekilde ayarlandı. 30-45. dakikalar arasında pH kontrol edildi (pH=10-11) ve %10'luk sodyum karbonat çözeltisi boyama tankına ilave edildi[11]



Şekil 5.3: Çektirme Metodu ile boyama 80 C°'de

### Çektirme Metodu ile boyama (90 C° de)

Boyama makinası 50 C° de 30 dakika, 20 dakikada 90 C° ye ulaşacak ve 80 C° de 60 dakika boyama yapacak şekilde ayarlandı. 30-45. dakikalar arasında pH kontrol edildi (pH=10-11) ve %10 luk sodyum karbonat çözeltisi boyama tankına ilave edildi.[11]



Şekil 4.4: Çektirme Metodu ile boyama 90 C°'de

#### **5.4. Yıkama Şartları**

Bütün numuneler için yıkama şartları sabit tutuldu. Kurutulan numuneler önce 10 dakika akan su, daha sonra 10 dakika 70 C°'deki su ile yıkandı. Üçüncü aşamada 10 dakika sabunlama işlemi, son aşamada ise 10 dakika akan su altında numunelerin sabunu akıtıldı. Bütün aşamalardan sonra numuneler oda sıcaklığında kurutma işlemine tabi tutuldu.[29]

#### **5.5. Boyama Sonrası Haslık Tayini**

##### **5.5.1. Evsel yıkamaya ve ticarî müesseselerde yıkamaya karşı renk haslığı tayini**

Deney numuneleri 10X4 cm<sup>2</sup> boyutunda hazırlandı ve çok lifli refakat bezi ile dikildi. Az köpüren ve optikçe parlak madde içermeyen 1 lt suda 4 gram deterjan içeren yıkama banyosu hazırlandı ve numuneler TS EN ISO 105-C06 standardına göre 10 adet çelik topla birlikte 40 C°'de 30 dakika boyunca yıkama işlemine tabi tutuldu. Deney numunesi yıkama banyosundan çıkartılarak, 40°C sıcaklıkta 100 'er ml su ile birer dakika süresince iki defa durulandı. Bütün numuneler yıkama işlemi sonucunda el ile sıkılarak oda sıcaklığında kurutuldu. Deney parçasındaki renk değişimi ve refakat bezlerine renk bulaşması gri skala ile karşılaştırılarak değerlendirildi.

##### **5.5.2 Sürtünmeye karşı renk haslığı tayini**

###### Kuru sürtünmeye karşı renk haslığı tayini

Deney numunesi kumaş sürtünme cihazının çeneleri arasında, üstünde ve altında kuru refakat bezi kullanılarak, uzunlamasına sürtülecek şekilde kırışksız olarak gerildi. Cihaz 10 saniyede 10 kez sürtünecek şekilde numuneler test edildi. Sonuçlar gri skalaya göre değerlendirildi. (TS 717 EN ISO 105-X12 )

###### Yaş sürtünmeye karşı renk haslığı tayini

Deney numunesi kumaş srtnme cihazının eneleri arasında, stne ve altında saf su ile ıslatılmış refakat bezi kullanılarak, uzunlamasına srtlecek Őekilde kırışksız olarak gerildi. Cihaz 10 saniyede 10 kez srtnecek Őekilde numuneler test edildi. (TS 717 EN ISO 105-X12 ). Sonular gri skalaya gre deęerlendirildi.

### **5.5.3 Iřık hařlıęı tayini**

TSE 1008 EN ISO 105-B02 standardına gre ATLAS markalı Xenontest 150 S cihazında yapıldı, sonular mavi skalaya gre deęerlendirildi.

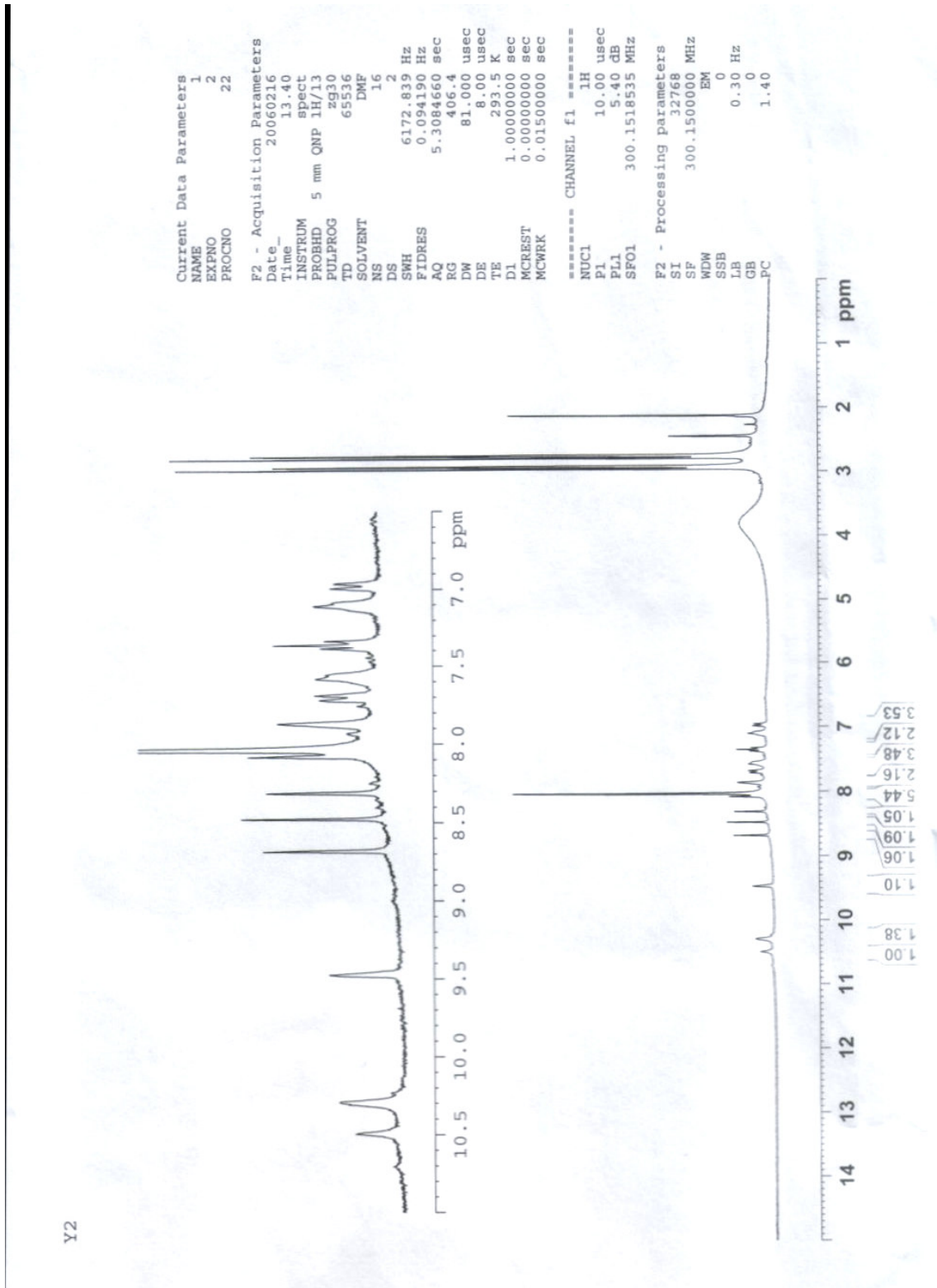
## 6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

### 6.1. Boyarmaddenin Karakterizasyonu

Boyarmaddenin karakterizasyonu iki aşamada gerçekleştirildi. Birinci aşamada karakterizasyon için  $^1\text{H}$  Nükleer Manyetik Rezonans ( $^1\text{H}$  NMR) Spektrum metodu ve  $^{13}\text{C}$  NMR Spektrum kullanıldı.[30, 31]. NMR sonuçları Şekil 6.1'de ve şekil 6.2'de belirtilmiştir.

$^1\text{H}$  NMR spektrumuna göre 7-8 ppm arasında beklenen fakat  $\text{SO}_3\text{H}$  gruplarının bağlı olmasından dolayı, 8-9 ppm arasına kayan naftalin halkasına ait protonlar malzemenin safsızlığından dolayı çok net görülememektedir. 10.2 ppm'de görülen pikler amit protonunu işaret etmektedir. NHC (O)  $\text{CH}_3$  grubundaki metil protonlarının 2 ppm'de çıkması beklenirken safsızlık nedeniyle bu pikler net olarak seçilememektedir. Ayrıca piklerin integrasyon sayısı incelendiğinde maddenin proton sayısı ile örtüşmemektedir.

$^{13}\text{C}$  NMR cihazında 170 pmm karbonil karbonu 103-161 pmm aromatik karbonları 23 pmm de ki pik de metil karbonunu gösterdiği tahmin edilmektedir.

Şekil 6.1.  $^1\text{H}$  NMR spekturumu





## 6.2. Boyarmaddenin Renk Tayini

Boyanmış kumaşların L, a\*,b\* değerleri Minolta Spektrofotometre cihazında alınmıştır.

Çizelge 6.1. Boyanmış kumaşların farklı sıcaklıklardaki renk ölçüm değerleri

	L	a*	b*
70 C°			
Flotte (1/10)	81	9	35
Flotte (1/20)	80	7	32
Flotte (1/30)	81	7	28
Flotte (1/40)	85	9	23
Flotte (1/50)	81	7	15
80 C°			
Flotte (1/10)	83	5	23
Flotte (1/20)	83	3	18
Flotte (1/30)	82	6	15
Flotte (1/40)	82	1	11
Flotte (1/50)	82	1	10
90 C°			
Flotte (1/10)	77	4	19
Flotte (1/20)	79	2	15
Flotte (1/30)	75	1	10
Flotte (1/40)	81	0	10
Flotte (1/50)	82	1	8

Sonuçlar sıcaklık farkları gözönüne alınmaksızın değerlendirildiğinde, L (parlaklık) değerlerinin oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Rengimiz oranj olduğundan değerlendirmelerimiz -b mavi ve +b sarı renk uzayı arasında değerlendirildi. Sarı renk beklenen şekilde renk uzayında kendini göstermiştir. Kırmızı değerleri az (+a\*), sarı

değerlerinin (+b\*) yüksek olduğu görülmektedir. L, a\*,b\* sonuçları bize boyanan kumaşların parlak oranj renkte olduğunu göstermektedir (Çizelge 6.1).

Sıcaklık değişimlerine göre sonuçları değerlendirirsek L ve a\* değerlerinde düzenli bir artış veya azalma görünmemektedir. Buna rağmen L,a\*,b\* ölçüm değerleri birbirlerine çok yakın sonuçlar verdikleri için boyarmadde konsantrasyonu azalsada rengin parlaklığında bir değişme olmadığı söylenebilir. Mavi renk şiddetindeki değişimler de gözardı edilebilir. Bunun yanında sarı renk şiddeti bütün sıcaklıklarda boyarmadde konsantrasyonunun azalmasıyla birlikte düzenli şekilde azalma göstermektedir.

### **6.3. Boyarmaddenin Renk Haslıklarının Değerlendirilmesi**

Boyalı bir materyalin en önemli özelliği renk haslıklarıdır. Fakat bir boyarmaddenin haslığı mutlak bir özellik değildir. Hem ışık, su, ter gibi belirli bir etkene karşı, hem de boyarmaddenin uygulandığı materyale göre farklılık gösterir. Bir boyarmaddenin haslığı örneğin yün üzerinde düşük, fakat orlon üzerinde yüksek olabildiği gibi, ışığa karşı yüksek, fakat diğer bir etkene (suya, klor v.b.) karşı düşük olabilir.

Boyanmış pamuklu kumaşın kullanımında en önemli haslıklar yıkama, sürtünme ve ışık haslıklarıdır. Bu haslık deneyleri yürürlükteki TSE standartlarına göre yapılmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 6.2., Çizelge 6.3, Çizelge 6.4. da verilmiştir. Değerlendirmeler yıkama ve sürtünme haslıkları için gri skalada (en iyi 5, en kötü 1) yapay hava şartlarına karşı renk haslığı değerlendirmeleri mavi skalada (en iyi 8, en kötü 1) yapılmıştır.

Çizelge 6.2. 70 C° deki boyamanın haslık sonuçları

Flotte Oranı	Yıkama Haslığı	Sürtünme Haslığı	Işık Haslığı
1/10	5	5	8
1/20	5	5	8
1/30	5	5	8
1/40	5	5	8
1/50	5	5	8

Çizelge 6.3. 80 C° deki boyamanın haslık sonuçları

Flotte Oranı	Yıkama Haslığı	Sürtünme Haslığı	Işık Haslığı
1/10	5	5	8
1/20	5	5	8
1/30	5	5	7
1/40	5	5	7
1/50	5	5	7

Çizelge 6.4. 90 C° deki boyamanın haslık sonuçları

Flotte Oranı	Yıkama Haslığı	Sürtünme Haslığı	Işık Haslığı
1/10	5	5	8
1/20	5	5	7
1/30	5	5	7
1/40	5	5	7
1/50	5	5	7

Çizelge 6.2. Çizelge 6.3. Çizelge 6.4. deki sonuçlara göre; farklı boyarmadde konsantrasyonlarında, yıkama ve sürtünme haslıklarında hiç solma gözlemlenmemiştir. TSE standartlarının değerlendirmesinde mavi skaladaki bir birimlik solma çok önemli bir solma kabul edilmediğinden haslık deneyi sonuçlarının mükemmel olduğu söylenebilir.

Sonuç olarak, yıkama ve srtnme haslıđında faklı sıcaklıklarda solma gzlenmezken, yapay hava şartlarına karşı renk haslıđı deđerleri sıcaklıklarda artması ve flottedeki boyarmadde konsantrasyonun azalmasıyla birlikte solma gsterme eđilimindedir denebilir. 70 C° de yapılan boyamada diđer boyama sıcaklıklarına karşı haslıklarda mkemmел sonuđ vermiř ve daha ekonomik bir boyama sađlamıřtır.

## KAYNAKLAR

1. Kurbanlı R., Mirzaoğlu R., Boya ve Tekstil Kimyası ve Teknolojisi, *S.Ü Yayınları*, Konya , 318-340 (2004).
2. Akçakoca, E.P., Özgüney, A.T.; Atav, R., “The efficiency of washing reagent in the post-dyeing removal of hydrolyzed reactive dye”, *Dyes and Pigments*, 71:214-218 (2006).
3. Burkinshaw, S.M., Antholuias, A., “The wash-off reactive dyes on cellulosic fibres. Part 1: Diklorotriazinyl dyes on cotton”, *Dyes and Pigments*, 31: 171-193 (1996).
4. Burkinshaw, S.M., Katsarelias, D., “A study of wash-off and after-treatment of dichlorotriazinyl dyes on cotton”, *Dyes and Pigments*, 29: 139-153 (1995).
5. Tarakçıoğlu, I., “Reaktif boyarmaddelerle çektirme yöntemine göre boyamalarda bazı yeni gelişmeler”, *Tekstil ve Teknik*, Eylül 21-28 (1990).
6. Başer, İ., İnan, Y., “Boyarmadde Kimyası”, *Marmara Teknik Eğitim Fk. Tekstil Eğitimi Bölümü*, İstanbul 7-17, 47-126 (1990).
7. Kalyoncu, S., “Yumuşatıcı ve fiksatorlerin reaktif boyarmaddeler ile boyanmış kumaşların haslıkları üzerine olan etkileri” Yüksek Lisans Tezi, *Ege Üniv. Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir, 5 (2002).
8. Özcan Y., “Tekstil Elyaf ve Boyama Tekniği”, *İstanbul Üniversitesi Yayınları*, İstanbul, 198-205, 433-442 (1978).
9. Trotman, E.R., “ Dyeing and Chemical Technology of Textile Fiber”, M.B.E., PhD, *Charles Griffin and Company*, 37-354 (1975).
10. Bahrini, Z., Burkinshaw, S.M., “A study of dyeing cotton with commercial dichlorotriazinyl reactive dyes”, *Dyes and Pigments*, 27:169-182 (1995).
11. Taylor, J.A., Pahsa, K., Philips, D. A.S., “The dyeing of cottons with heterobifunctional reactive dyes containing both a monochlorotriazinyl and chloroacetyl amino reactive group”, *Dyes and Pigments*, 51: 145-152 (2001).
12. Hunger, K., “Industrial Dyes Chemistry, Properties, Applications”, *Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGo.A*, Germany, 3-5, 10-11, 113-133, 339-358, 625-639 (2003).
13. Sheng Y., Zhenghua Z. “Kinetic Study of Reaction of Vinylsulfonyl Aniline and Dichlorotriazinyl Group" *Dyes and Pigments*, 137-146, (1998).

14. Völz, H.G., "Industrial Color Testing", *Wiley-VCH*, Germany, 23-29 (2001).
15. M. Miuju-moto, R. Parham, (G.A. Gamlen, C. Morris, D.F. Scott, J. Twichett) "ICI, GB, 937 182, 1963" *AATCC Int. Conf. Exhib.* (1986).
16. D. Waring "ICI, DE – OS" 2 244 537, *AATCC Int. Conf. Exhib.* (1973).
17. Konstantinova T., Petrova P., "On the synthesis of some bifunctional reactive triazine dyes", *Dyes and Pigments*, 115–120 (2002).
18. Renfrew A.H.M., Phillips D.A.S., Bates I., "4-Arylamino-6-chloro-1,3,5-triazin-2(1H)-ones: nucleophilic substitution of a model compound in acid medium to produce novel fibre reactive triazinyl derivatives", *Dyes and Pigments*, 99–106 (2003).
19. Renfrew A.H.M, Bates I., Kamyli V., D.A.S. Phillips, "Novel fibre-reactive triazinyl betaines: a one step synthesis of 4-m-carboxypyridinium-s-triazine-2-oxides from dichloro-striazinyl derivatives", *Dyes and Pigments*, 85–90 (2004).
20. D. M. Lewis, Ho Y.C., "Improved fixation of dyes on polyamide fibres. Part 2: Use of the reactive crosslinking agent, 2-chloro-4,6-di(aminobenzene-4'-sulphatoethylsulphone)-s-triazine (XLC)", *Dyes and Pigments*, 237-259 (1995).
21. Sheng Y., Zhenghua Z. "Kinetic Study of Reaction of Vinylsulfonyl Anifine and Dichlorotriazinyl Group" *Dyes and Pigments*, 137-146 (1998).
22. Burkinshaw S. M., Gandhi K., "The Wash-off of Reactive Dyes on Cellulosic Fibres. Part 3. Dichlorotriazinyl Dyes on Lyocell" *Dyes and Pigments*, 63-74 (1997).
23. Tam K. Y., Smith E. R., Booth J., Compton R. G., Brennan C. M., Atherton J. H. "Kinetics and Mechanism of Dyeing Processes: The Dyeing of Cotton Fabrics with a Procion Blue Dichlorotriazinyl Reactive Dye", *Journal Of Colloid And Interface Science*, 387–398 (1997).
24. Dongzhi L., Kunyu G., Lubai C., "The Hydrolysis Kintetics and Dyeing Properties of 3'-Carboxypyridino-triazine Reactive Dyes" *Dyes and Pigments*, 87-96 (1997).
25. Murtagh V., Taylor J.A., "A Simple Titrimetric Method For The Estimation Of Reactive Dye Fixation On Cellulosic Fabrics", *Dyes and Pigments*, 17-22 (2004).

26. Javad Mokhtari, Duncan A.S. Phillips, John A. Taylor “Synthesis and evaluation of a series of trisazo, monochloro-s-triazinyl (MCT) reactive dyes for cotton” *Dyes and Pigments*, 51-63 (2004).
27. Hasırcı V., “Bionalytical Chemistry Labarotary Manual”, *ODTÜ Biyoloji Bölümü*, Ankara, 23-25 (1997).
28. Bendall, M.R., Dodrell, D.M., Pegg, D.T., Hull, W.E., “Informatiın Brochure with Experimental Details”, *Brucker Analytische Messtechnik*, Kalsruhe 1-56 (1982).
29. Bauer W., Berneth H., Clausen T., Engel A., Filosa M., Gregory P., “Industrial Dyes Chemistry, Properties, Applications” *Wiley VCH*, Germany, 1-11 (2003).
30. Breitmaier, E., “Structure Elucidation by NMR in Organic Chemistry”, *John Willey and Sons*, 324-325 (2002).
31. Gündüz, T., “İnstrümental Analiz”, *Ankara Üniv. Fen Fk. Kimya Bölümü*, Ankara, 185-204 (1997).



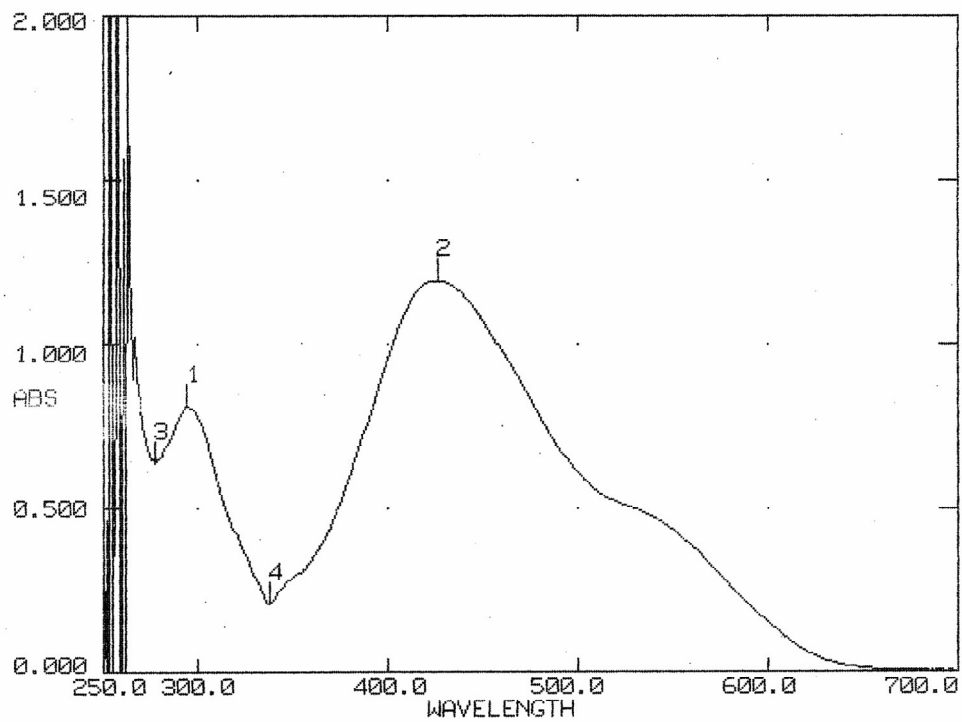
**EKLER**

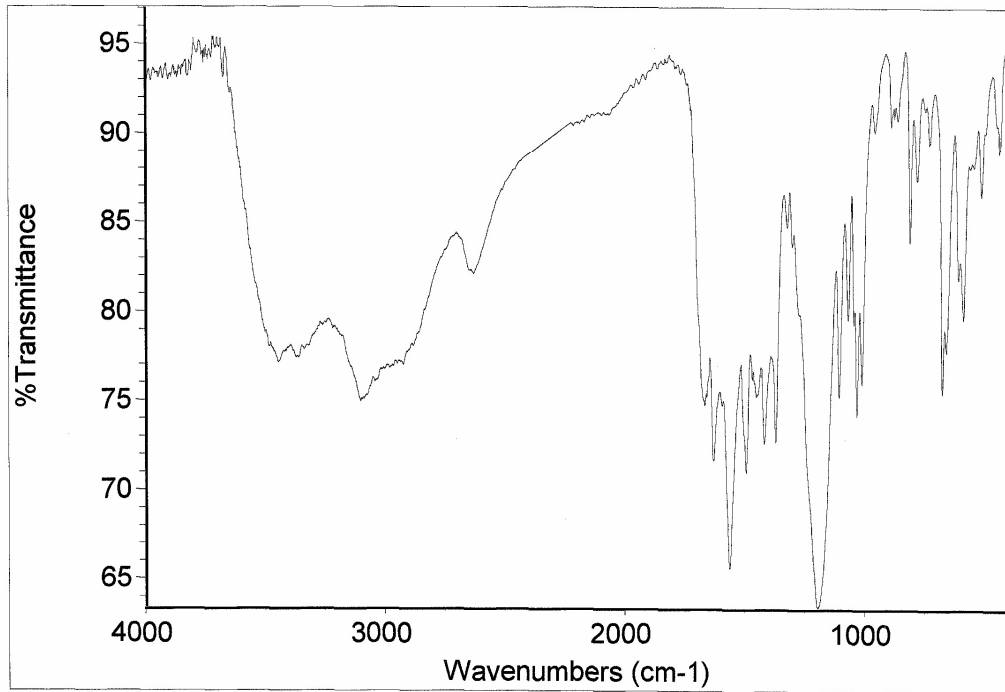
**EK-1 Elde edilen boyarmaddenin UV/Visible Spektrumu**

UNICAM UV2-100 UV/VISIBLE SPECTROMETER v3.32 PAGE 1

DATE: 19/07/06 TIME : 14:29:26 SERIAL No: 023301  
ID: OPERATOR:SCAN TYPE: INTELLISCAN SPEED: NORMAL DATA INT: 1.0nm  
BASELINE: USER BANDWIDTH: 2.0nm LAMP CHANGE: 325 nm

	1	2	3	4	PKS&VALLEYS	5	6	7	8	9	10
$\lambda$ nm	294.0	426.0	278.0	338.0							
ABS	0.810	1.193	0.635	0.212							



**EK-2 Elde edilen boyarmaddenin IR Spektrumu**

## ÖZGEÇMİŞ

### Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : KILIÇASLAN, Ammar Yasir  
Uyruğu : T.C.  
Doğum tarihi ve yeri : 09.02.1981 Ankara  
Medeni hali : Bekar  
Telefon : 0 (312) 223 43 84  
e-mail : [yasirkilicaslan@hotmail.com](mailto:yasirkilicaslan@hotmail.com)

### Eğitim

<u>Derece</u>	<u>Eğitim Birimi</u>	<u>Mezuniyet tarihi</u>
Yüksek lisans	Gazi Üniversitesi /Kimya Müh. Bölümü	2006
Lisans	Atatürk Üniversitesi /Kimya Müh. Bölümü	2003
Lise	Cumhuriyet Lisesi	1999

### İş Deneyimi

<b>Yıl</b>	<b>Yer</b>	<b>Görev</b>
2005-	Kardelen Boya ve Kimya San. Tic. Ltd. Şti.	Üretim Müdürü

### **Yabancı Dil**

İngilizce