

DİKLOROTRİAZİN REAKTİF BOYARMADDESİ SENTEZİ VE SELÜLOZİK ELYAFA UYGULANMASI

Ayşe MURATHAN ve Pelin FİDANOĞLU

Kimya Mühendisliği, Müh. Mim. Fak., Gazi Üniversitesi, 06570, Ankara, Türkiye
İleri Teknolojiler ABD, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gazi Üniversitesi, 06570, Ankara, Türkiye
amurathan@gazi.edu.tr, fpelin@gazi.edu.tr

(Geliş/Received: 27.10.2008 ; Kabul/Accepted: 26.02.2009)

ÖZET

Ülkemizin pamuk rekoltesinin yüksek olması ve pamuk boyamada kullanılan boyaların ithal olması nedeniyle, suda çözünen, diklorotriazin ve asetil amino grubu içeren heterobifonksiyonel Reaktif Orange 86 boyarmaddesi sentezlendi. Boyarmaddenin ticari olarak üretilen boya ile olan karşılaştırmasını sağlamak amacıyla sentezlenen boyarmaddenin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin tespiti için erime noktası tayini ile sıvı kromatografi ve gaz kromatografi olmak üzere iki farklı teknikle kütle tayini yapıldı. Ayrıca UV spektrumu alındı ve floresans özellikleri incelendi.

Sentezlenen diklorotriazin reaktif boyarmaddenin, alkali şartlarda, pamuk liflerine çektirme boyama metodu kullanılarak, farklı flotte oranı ve sıcaklıklarda boyama etkinliği araştırıldı. Renk haslığı tayinlerinde evrensel ve ticari yıkama, sürtünme ve yapay hava şartlarına karşı dayanım ISO Standartları esas alınarak araştırıldı. Ayrıca boyama verimi için K/S değerleri tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: Reaktif boya, çektirme boyama, selülozik elyaf, renk haslığı.

SYNTHESIS OF DICHLOROTRIAZINE REACTIVE DYESTUFF AND APPLICATION TO CELLULOSIC FIBRE

ABSTRACT

In this study water-soluble heterobifunctional Reactive Orange 86 dyestuff containing both a dichlorotriazinyl and an acetyl amino reactive group was synthesized because of high cotton production in our country and usage of import dyes while dyeing. To compare the synthesized dye and the commercial dye mass spectrum was obtained by using two different techniques, gas chromatography and liquid chromatography and melting point was obtained to determine the physical and chemical properties of the dyestuff, also ultra violet spectrum and fluorescence analysis were recorded.

It was researched of dyeing effect of synthesized dichlorotriazin reactive dyestuff by using exhaust method to cellulosic fiber under alkali conditions at different flotte ratios and temperatures. Colourfastnesses to domestic and commercial laundering, to rubbing and to artificial light were researched according to ISO standards and also K/S values were determined for the color yield.

Keywords: Reactive dyes, exhaust dyeing; cotton fabric, fastness values.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Birinci Dünya Savaşı'na kadar Almanya dünya boya tüketiminin büyük bölümünü karşıladı. Savaş sonrası uluslararası ticari ilişkilerin zayıflamasıyla ABD ve diğer ülkeler, 1938 yılından sonra da Sovyetler Birliği

ve Doğu Blok'u ülkeleri kendi boyarmadde sanayilerini kurdu. İkinci Dünya Savaşı'ndan sonra Alman patentlerin serbest bırakılmasıyla Batı ülkeleri arasında boyarmadde imalatı arttı. Sektörde rekabetin artması, bu alandaki güçlerini korumak isteyen ülkeleri yeni boyarmadde türlerini araştırma çabalarına yöneltti.

Türkiye’de ise, ilk boyarmadde sanayi Silahlı Kuvvetler’in ihtiyacı olan haki boyarmaddeyi üretmek üzere, Sümerbank’ın önerileriyle 1943 yılında Karabük Demir ve Çelik Fabrikaları’nda yan tesis olarak başladı. Daha sonra Sümerbank bu alanda çalışan firmaların ortaklığıyla, ülkenin boyarmadde ihtiyacını karşılamak ve ithalatı önlemek amacıyla, 1954 yılında Mensucat Boyaları A.Ş.’ni kurdu. 1963 yılında Tarsus’da inşaatı başlatılan fabrika, 1966 yılında işletmeye açıldı. 1975 yılında idarenin tamamını Sümerbank aldı [1].

Bu çalışmalar sonrasında elde edilen boyarmadde türlerinden biri olan reaktif boyarmaddeler selülozik elyafın boya ve baskısına yarayan çok önemli bir gruptur. Selüloz ile kimyasal reaksiyon vererek kovalent bağ oluşturdıklarından, yıkama haslıkları oldukça yüksek, suda çözünebilir boyarmaddelerdir. Reaktif boyarmaddeler ortak olarak, renk verici madde taşıyan renkli bir grup (kromofor) yanında, bir reaktif ve bir de moleküle çözünürlük sağlayan grup içerir. Kromoforu taşıyan moleküller çoğunlukla azo, antrakinin ve ftalosiyanın türevleridir. Boyama tekniği bakımından reaktif grup sorumludur. Çünkü boyarmaddenin reaksiyon yeteneğini ve reaksiyon hızını bu grup tayin eder. Selülozun hidroksil grupları ile boyarmadde arasındaki reaksiyon, reaktif gruba bağlı olarak, ya selüloz esteri oluşturmak üzere nükleofilik yerdeğiştirme ya da selüloz eteri vermek üzere nükleofilik katılma reaksiyonudur. Calcobond serisi dışında, hepsi alkali ortamda fikse olur. Çünkü alkali ortamda selülozun nükleofilik karakteri arttığından, reaksiyon kolaylaşır. Selülozla boyarmaddenin reaksiyonu pH’yı artırır. Eğer reaksiyon çok hızlı ise düzgün boyarmadde dağılımı olmadan selülozla boyarmadde arasında kovalent bağ oluşumu sonucu dalgalı boyama gözlenebilir [2].

Reaktif boyarmaddelerin diğer türlere nazaran avantajları mevcuttur: geniş renk skalası, parlak renkler, farklı metotlarla düzgün boyama elde edilmesi, boyarmaddenin selülozik life kolaylıkla difüze olması, iyi ışık haslık derecesi, hızlı ve kolay uygulama nedeniyle enerji tasarrufu, depolama ömrünün uzun olması, kullanım ve yüksek tekrarlanabilirlik bunlardan bir kısmıdır [3].

Reaktif boyarmaddelerin en önemli dezavantajı ise; düşük fikse oranları nedeniyle alıcı suda fazla miktarda bulunmasıdır. Tekstil endüstrilerinde, yaş dokuma işlemleri için çok büyük miktarlarda su ve kimyasal tüketilir. Gerek boyamada gerekse diğer işlemlerde kullanılan bu organik ve inorganik formdaki bileşiklerin çeşitliliğine bağlı olarak, ortaya çıkan atık suların özellikleri de farklı olur. Alıcı sulara verilen renkli atık sular su ortamındaki ışık geçirgenliğini azaltır ve fotosentetik aktiviteyi olumsuz yönde etkiler. Ayrıca boyar maddelerin bazı sucul organizmalarda birikmesi toksik ve kanserojenik ürünlerin meydana gelme riskini de beraberinde getirir. Bu

bağlamda boyar madde içeren tekstil endüstrisi atık sularının renk giderim prosesleri ekolojik açıdan önemlidir. Ancak kompleks kimyasal yapılarına ve sentetik kökenlerine bağlı olarak, boyar maddelerin giderilmesi oldukça zor bir işlemdir. Boyalı tekstil atık suların arıtılması için çeşitli kimyasal, fiziksel ve biyolojik alternatifler bulunmaktadır [4,5].

Bugün dünyada tekstil sektöründe üretim kalitesi, çeşitliği, tasarım zenginliği gibi alanlarda söz sahibi olan ülkemiz, 1995- 2000 yılları arasındaki Devlet İstatistik Enstitüsü, Devlet Planlama Teşkilatı ve Hazine Dış Ticaret istatistiklerine göre boyarmadde sektöründe geçmişten günümüze gelindiğinde kayda değer bir gelişme gösterememiştir. Sektörde halihazırda üretim yapan özel kuruluş sayısı yeterli değildir ve ihtiyacın büyük kısmı ithalat yoluyla karşılanmaktadır [6, 7, 8, 9].

Bu çalışmada, ülkemizin pamuk rekoltesi gözönüne alınarak tekstil boyaları konusunda ithalat bağımlılığına dikkat çekebilmek amacıyla DPT projesi kapsamında diklorotriazin reaktif boyarmadde sentezi yapılmış, ikinci aşamada ise elde edilen boyarmaddenin uygulama kısmı olan çektirme boyama yöntemi kullanılarak renk haslıkları ve renk verimi tespit edilmiştir.

2. REAKTİF ORANGE 86 SENTEZİ (SYNTHESIS OF REACTIVE ORANGE 86)

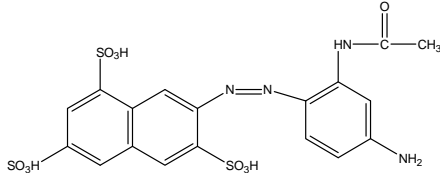
Boyarmaddenin sentezlenmesi iki aşamada gerçekleştirildi. Her iki aşamada da sentez için Merck veya Aldrich marka laboratuvar kimyasalları kullanılmış, K-asidi, sülfamik asit ve 3 aminoasetanilid ise Setaş Chem. Corporation-İstanbul/Türkiye’den temin edilmiştir.

2.1. I. Aşama-Ara Ürün Sentezi (Synthesis of Dye Intermediate)

2-aminonaftalin-3,6,8-trisülfonik asit (55,9 g; 0,1 mol) %10 w/v’luk Na₂CO₃’ın birkaç damla ilavesiyle suda çözüldürüldü. Sodyum Nitrit (NaNO₂, 6,9 g; 0,1 mol), minimum miktarda suda çözüldürüldü ve hazırlanan 2-aminonaftalin-3,6,8-trisülfonik asit çözeltisine soğukta ilave edildi. Son çözeltiye 5°C’den daha soğukta %36’lık HCl (60 ml) karıştırarak damla damla ilave edildi. Hemen bir sarı çökelek oluşumu gözlemlendi (diazonyum tuzu). Reaksiyon karışımı 0-5°C de pH<2’de bir saat süreyle karıştırıldı (sülfamik asit ilavesiyle aşırı nitroz asidinin oluşumu önlenmesini doğrulamak amacıyla nişastalı iyot kağıdına reaksiyon karışımı bir damla damlatılarak mavi renk gözlemlendi).

3-aminoasetanilid (27,7 g; 0,1 mol) hidroklorik asit (HCl; %12,33) içerisinde çözüldü, 4-6°C’de sürekli karıştırılarak önceden hazırlanan diazonyum tuzu süspansiyonuna yavaşça ilave edildi. %10’luk Na₂CO₃ çözeltisi ile pH 6-6,5 olacak şekilde ilave edildi. Çözeltiye derişik HCl’in damla damla

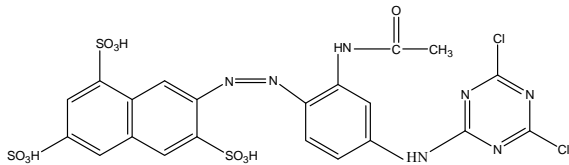
ilavesiyle ara ürün (7-[3-Asetilamino-4-fenilazo]-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit) çöktürüldü (pH=2-2,5). Elde edilen reaksiyon ürünü filtrasyonla çözeltilerden ayrılarak toplandı ve vakum altında kurutuldu. %54,3 verimle 41,57 g. ham ürün elde edildi (Şekil 1).



Şekil 1. 7-[3-Asetilamino-4-fenilazo]-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit (7-[3-Acetylamino-4-phenylazo]-naphthalene-1,3,6-trisulphonic acid)

2.2. II. Aşama - Reaktif Orange 86 Sentezi (Synthesis of Reactive Orange 86)

%11'lik sulu aseton çözeltisi içinde (1,85 g; 0,0125 mol) siyanürik klorür süspansiyonu hazırlandı. 7-[3-Asetilamino-4-fenilazo]-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit (8,10 g; 0,01 mol) bu süspansiyonun içinde çözüldü. 5°C'nin altında gerçekleşen reaksiyon sırasında %10'luk Na₂CO₃ çözeltisinin ilavesi ile pH 6-6,5 aralığında tutuldu. pH 6-6,5 arasında sabitlendikten sonra sıcaklık 35°C'ye yükseltildi. Oluşan ürün filtre edildi ve vakum altında kurutuldu. % 59,5 verimle 5,45 g ham ürün (Reaktif Orange 86 (sentezlenen (s)) elde edildi (Şekil 2) [10].



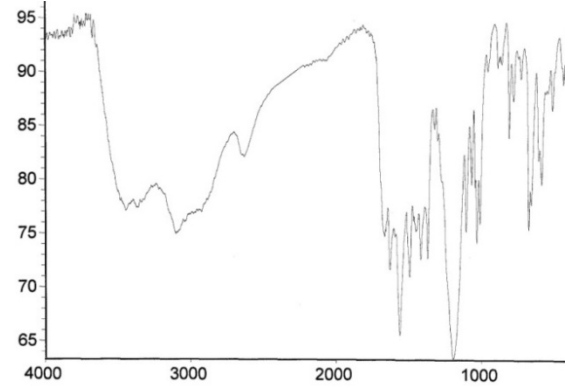
Şekil 2. Reaktif Orange 86 (7-[3-Asetilamino-4 (4,6-diklor-[1,3,5]triazin-2-ilamino)-fenilazo]-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit) (Synthesis of Reactive Orange 86 (7-[3-Acetylamino -4-(4,6-diklor-[1,3,5]triazine-2-ilamino)- phenylazo]-naphthalene -1,3,6- trisulphonic acid)

2.3. Ara Ürün ve Reaktif Orange 86(s)'nin Karakterizasyonu (Characterization of Dye Intermediate and Reactive Orange 86(s))

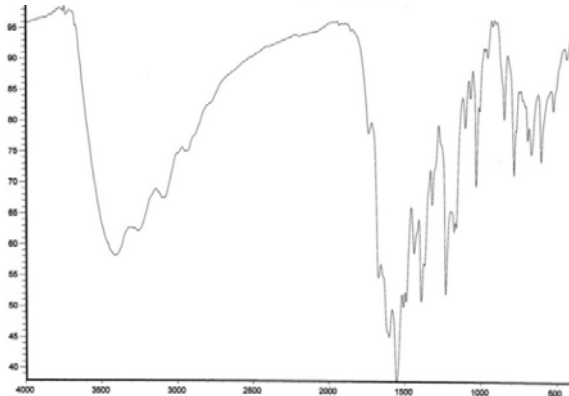
- Karakterizasyon çalışmalarında önemi bulunan erime noktası tayini için Büchi 510 Marka erime noktası tayin cihazı kullanıldı. Yapılan erime noktası tayininde elde edilen ara ürünün beklendiği üzere 100 -105 °C bozduğu gözlemlendi (diazonyum tuzu). Reaktif Orange 86 (s)'nin erime noktası 165-170 °C olarak saptandı.

- Dalga boyu spektrumu Infrared Spektrum (IR), Mattson 1000 FTIR Spectrometer (UNICAM) marka cihaz ile alındı (Şekil 3 ve Şekil 4).

Ara ürün IR spektrum cm^{-1} : 1550-1600 cm^{-1} C=C-H (eğilme titreşimi), 1600 cm^{-1} N=N (gerilim bandı), 1670 cm^{-1} C=O (gerilim bandı) 3500-2500 cm^{-1}



Şekil 3. Ara ürünün IR spektrumu (IR spectrum of dye intermediate)



Şekil 4. Reaktif orange 86(s) IR spektrum (IR spectrum of reactive orange 86)

-SO₃H, 3400-3450 cm^{-1} Amid NH, Amin NH (gerilim bandı) (Şekil 3).

Reaktif Orange 86(s) IR spektrum cm^{-1} : 1550 cm^{-1} N=N (gerilim bandı), 1650-1490 cm^{-1} C=C-H (eğilme titreşimi) 1650 cm^{-1} C=O (gerilim bandı), 3500-2500 cm^{-1} -SO₃H (Şekil 4).

- UV spektrum ise UNICAM marka cihaz ile alındı (Şekil 5 ve Şekil 6). Çözücü olarak dimetilformamide (DMF-d₇) kullanıldı.

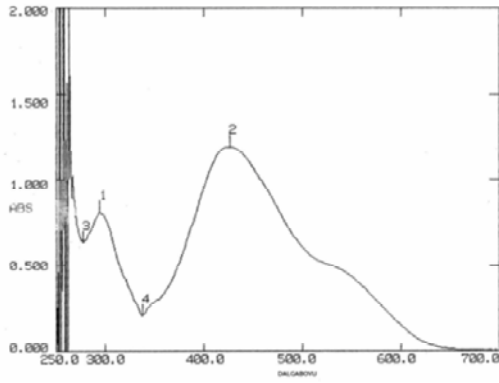
Ara ürün UV spektrumu $\lambda_{\text{max}} \sim 420$ nm olarak gözlemlendi (Şekil 5).

Reaktif Orange 86(s)'nin maksimum absorblama dalga boyu 400 nm olarak gözlemlendi (Şekil 6). Ticari olarak kullanılan Reactive Orange 86 (Yellow MX-3R)'nin maksimum absorblama dalga boyu ise 412 nm'dir [10].

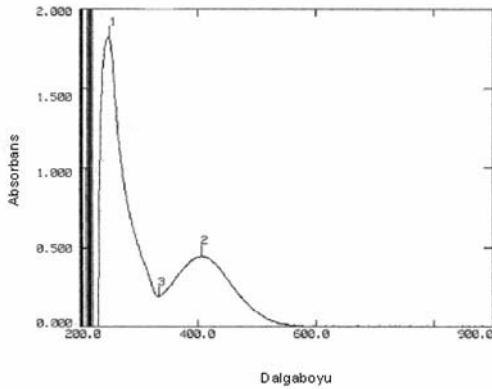
- Floresans ölçümü için, Varian Floresense Spectrophotometer (DMF-d₇) kullanıldı (Şekil 7).

Elde edilen ara ürünün DMF-d₇ içerisinde yaklaşık 430 nm dalga boyunda, Reactive Orange 86(s)'nin ise yaklaşık 420 nm'de emisyon yaptığı görüldü (Şekil 7).

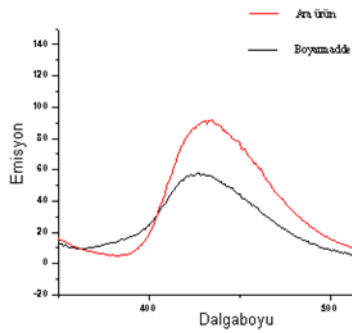
Kütle spektrumu; Gaz Kromatografi ve Sıvı Kromatografi olmak üzere iki farklı teknikte alındı,



Şekil 5. Ara ürün UV spektrum (UV spectrum of dye Intermediate)



Şekil 6. Reaktif orange 86(s) UV spektrum (UV spectrum of reactive orange 86(s))



Şekil 7. Ara ürün ve reaktif orange 86(s)'nin emisyonu (The emission of dye intermediate and reactive orange 86)

çözücü olarak metanol kullanıldı. Gaz kromatografisi; ThermoFinnigan marka Gaz Kromatograf/Kütle Spektrometre (GC/MS) cihazıyla alındı (Şekil 8). Sıvı Kromatografi ise; Agilent 1100 MSD Sıvı Kromatograf/Kütle Spektrometre (LC/MS) cihazı ile alındı (Şekil 9).

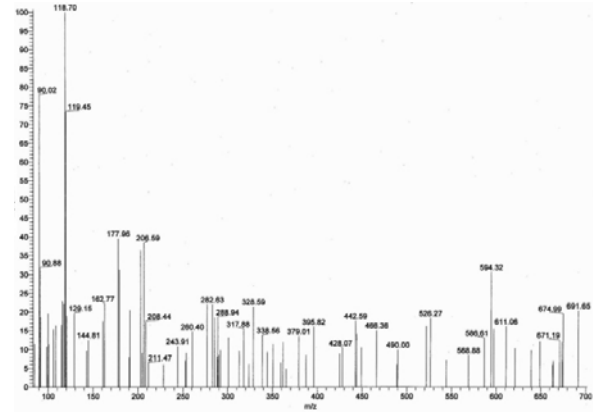
Kütle (GC/MS) $M^+ - 18$; 674, $M^+ - 1$; 691 pikleri gözlenmiş ve moleküler iyon piki gözlenememiştir (Şekil 8).

LC/MS spektrum (m/z) (%): 674 ($M^+ - 18$, 2,5), 646 (1,8), 627 (7,5), 599 (14,2), 571 (8,5), 543 (2,6), 429 (5,1), 413(100), 314 (22,3), 286 (18,9), 256 (15,9) (Şekil 9).

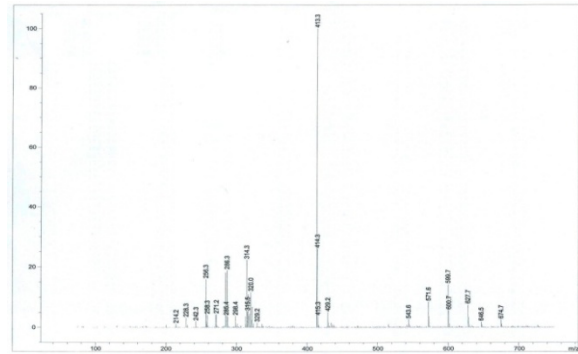
• 1H NMR kütle spektrumu Bruker Avance 300 MHz cihaz ile alındı. Çözücü olarak DMF- d_7 kullanıldı (Şekil 10).

1H NMR (300MHz) spektrum δ_{ppm} : δ 11.1 (s, 1H NH), δ 10.3 (s, 1H NH), δ 8-9 (m, 1H Ar-H), δ 7,2-7,6 (m, 3H Ar-H), δ , δ 2.1 (s, 3H CH_3) (Şekil 10).

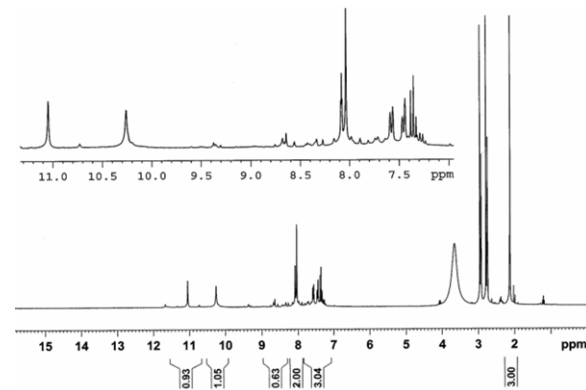
Karakterizasyon çalışmaları sonucunda 1. aşamada 7-[3-Asetilamino-4-fenilazo]-naftalin-1,3,6-trisülfonik asit ara boyarmaddesinin elde edildiği 2. aşamada ise sentezlenen boyarmaddenin kimyasal yapı açısından



Şekil 8. Reaktif orange 86(s) gaz kromatografi kütle spektrum (GC/MS spectrum of reactive orange 86(s))



Şekil 9. Reaktif orange 86(s) sıvı kromatografi kütle spektrum (LC/MS spectrum of reactive orange 86(s))



Şekil 10. Reaktif orange 86(s) 1H NMR spektrum (DMF- d_7) (1H NMR spectrum of reactive orange 86(s) (DMF- d_7))

Reaktif Orange 86 (t) ile benzer yapı gösterdiği görüldü.

3. BOYAMA (DYEING)

Reaktif Orange 86 (s), Termal marka 250 cm³ kapasiteli, paslanmaz çelik boyama makinesi kullanılarak, metrekaare ağırlığı 105 gram olan dokunmuş pamuklu kumaşa (Denizli/Türkiye) uygulandı. Flotte oranı 1:10, 1:20, 1:30, 1:40 ve 1:50 olmak üzere 5 ayrı boya banyosu hazırlandı. Sırasıyla 70°C, 80°C ve 90°C sıcaklıklarda çektirme yöntemi ile boyama için boyama çözeltisinin başlangıç pH değeri 6,5 olarak tespit edildi, Glauber tuzu- Na₂SO₄ (yaklaşık 90 g/L) ilavesiyle çektirme süresi 30 dakika olacak şekilde, soda(yaklaşık 19 g/L) ilavesinden sonra pH değeri 11 olarak tespit edildikten sonra fikse süresi 60 dakika olacak şekilde boyama yapıldı (Şekil 11). Burada takip edilen boyama ve yıkama şartlarında esas alınan husus sentezlenen boyarmaddede diklorotriazin reaktif grubun yanı sıra asetil amino grubu da yer aldığından ve ayrıca yapılan literatür araştırması sonuçlarına göre boyama ve yıkamada yüksek sıcaklık uygulandı-ğından yüksek sıcaklıklarda çalışılmıştır [10,11,12].

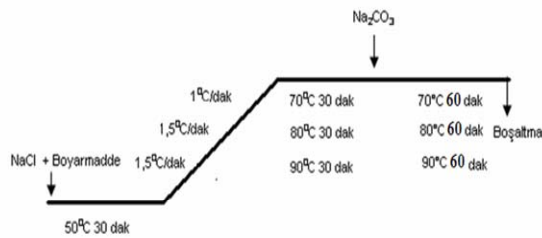
4. YIKAMA (WASH-OFF)

Yıkama işlemi fikse olmamış boyayı numuneden uzaklaştırmak için uygulandı. Boyanmış ve kurutulmuş numunelere 10'ar dakika olmak üzere soğuk ve sıcak yıkama yapıldı (10 dakika akan su altında ve 10 dakika 70 °C'de akan su altında). Son olarak 10 dakikalık sabunlama sonrası (Setaş Chem. Corporation İstanbul/Türkiye) numunelerin sabunu akıtıldı (10 dakika akan su). Bütün aşamalardan sonra numuneler oda sıcaklığında kurutma işlemine tabi tutuldu [10,11,12].

5. RENK HASLIĞI TESTLERİ (COLOR FASTNESS TESTS)

5.1. Eysel ve Ticari Yıkamaya Karşı Renk Haslığı Tayini (Domestic and commercial laundring fastness)

Boyanan numunelerin evsel ve ticari yıkamaya karşı renk haslık tayinleri "TS EN ISO 105-C06 standardı doğrultusunda yapıldı. Deney parçasındaki renk değişimi ve refakat bezlerini lekeleme gri skala ile



Şekil 11. Sırasıyla 70°C, 80°C ve 90°C sıcaklıklarda çektirme yöntemi ile boyama (Exhaust Dyeing at 70 °C, 80°C and 90 °C temperatures respectively)

karşılaştırılarak değerlendirildi [13].

5.2. Sürtünmeye Karşı Renk Haslığı Tayini (Rubbing Fastness)

Boyanan numunelerin kuru ve yaş sürtünmeye karşı renk haslık tayini "TS 717 EN ISO 105-X12 standardına göre yapıldı. Değerlendirme ise gri skalaya göre yapıldı [14].

5.3. Yapay Hava Şartlarına Karşı Renk Haslığı Tayini (Artificial Light Fastness)

Tekstil ürünlerinde boyamanın fonksiyonel bir testi olan yapay hava şartlarına karşı renk haslığı "TS 1008 EN ISO 105-B02 standardına göre Atlas marka Ksenon Ark Lâmbalı Cihaz ile belirlendi, değerlendirme ise mavi skalaya göre yapıldı [15].

Farklı sıcaklıklarda boyanmış olan kumaşların gerçek renk tonlarının belirlenmesi amacıyla renk ölçümleri Minolta 3600d markalı spektrofotometrede (D₆₅ ışık kaynağı) yapıldı [16,17]. Ölçümlere ait sonuçlar Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Reactive Orange 86 ile boyanmış kumaşların farklı sıcaklıklardaki renk ölçüm değerleri (Colorimetric data for Reactive Orange 86)

	Flotte Oranı	L	a	b
70 °C	1/10	79	3	35
	1/20	86	3	30
	1/30	83	0	18
	1/40	82	0	16
	1/50	84	0	12
80 °C	1/10	80	2	35
	1/20	81	1	28
	1/30	86	2	26
	1/40	86	1	23
	1/50	87	1	17
90 °C	1/10	83	7	40
	1/20	81	0	22
	1/30	87	2	21
	1/40	86	0	16
	1/50	86	1	12

Tablo 1'den görülebileceği üzere, 70, 80 ve 90°C'lerde boya flottesindeki artış, boyanmış örneklerde renk skalasında yeralan sarı rengin ağırlık kazandığı L değerini artırırken a ve b değerlerinde azalmaya sebep olmuştur. a değerindeki azalış boyama tekniği yönünden olumlu yaklaşım sağlarken, b değerindeki azalış ise sarı renkten uzaklaşmışlığının bir göstergesi olarak yorumlanmıştır [16,17,18].

Boyanmış pamuklu kumaşın kullanımında en önemli haslıklar evsel ve endüstriyel yıkamaya, sürtünmeye ve yapay ışığa karşı renk haslıklarıdır. Bu haslık deneyleri yürürlükteki ISO standartlarına göre yapılmış ve elde edilen sonuçlar Tablo 2'de verilmiştir.

Boyama işlemi 5 farklı flotte oranında ve 3 farklı sıcaklıkta gerçekleştirildi. Boyanan örnekler evsel ve

ticari yıkamaya karşı renk haslığı, yaş ve kuru sürtünmeye karşı renk haslığı için (renk değişimi ve refakat bezini lekeleme) en iyi sonuçları verdi. Islak ve kuru sürtünmeye karşı renk haslığı deneyleri yıkama metodunun etkili olduğunu gösterdi. Yapay hava şartlarına karşı renk haslığı tayini sonuçlarına göre asetil amino ve diklorotriazin grubuna sahip reaktif boyarmadde 70°C'de en iyi ışık haslığı sonuçlarını vermiş ve ışık haslığı değerlerinin sıcaklığın yükselmesiyle düştüğü gözlenmiştir. Uygulama sıcaklığını azaltırken ışık haslığı değerleri artış gösterdiğinden diklorotriazin ve asetil amino reaktif gruplarını içeren reaktif boyalar ile yapılan boyamaların daha düşük sıcaklıklarda uygulanması sonucunu ortaya koymuştur.

Tablo 2. Haslık sonuçları (Table 2. Fastness results)

Sıcaklık	Flotte Oranı	Evsel ve endüstriyel yıkamaya karşı		Sürtünmeye karşı*		Işığa karşı**
		Renk değişimi	Lekeleme (panuk)	Islak	Kuru	
70	1/10	4-5	4-5	5	5	8
	1/20	4-5	4-5	5	5	8
	1/30	4-5	4-5	5	5	8
	1/40	4-5	4-5	5	5	8
	1/50	4-5	4-5	5	5	8
80	1/10	4-5	4-5	5	5	8
	1/20	4-5	4-5	5	5	8
	1/30	4-5	4-5	5	5	7
	1/40	4-5	4-5	5	5	7
	1/50	4-5	4-5	5	5	7
90	1/10	4-5	4-5	5	5	8
	1/20	4-5	4-5	5	5	7
	1/30	4-5	4-5	5	5	7
	1/40	4-5	4-5	5	5	7
	1/50	5		5		7

*Gri Skala; En iyi=5 En kötü=1

**Mavi Skala; Işık Haslığı, en iyi=8

5.4. K/S Boyama Verimi Tespiti (Obtaining of Colour Yield)

10 no.lu referansta verilen boyama ve yıkama yöntemine uyulduğundan ve renk haslıkları sonuçlarına göre ideal boyama sıcaklığının tespit edildiği 70°C'de, 1/10 flotte oranında ve diğer boyama ve yıkama yönteminde verilen şartların aynı kullanılarak ticari boyada ve bu çalışmada sentezlenen boyada aynı spektrofotometrik ölçümler sonucunda tespit edilen değerler aşağıda verilmiştir:

Tablo 3'de verilen boyama verimi sonuçlarına göre boya miktarı arttıkça absorblama değeri artmıştır. Ancak heterobifonksiyonel reaktif boyarmaddede asetilamino reaktif grubunun bulunması, boyama etkinliği açısından ticari ve sentezlenen boyada herhangi olumlu veya olumsuz bir etkisinin bulunmadığı gibi batokromik etkinin oluşmasıyla maksimum absorblama dalga boyunda hafif artışın bulunduğu, ayrıca fikse reaksiyonunu artırıcı bir etkisinin bulunmadığı tespit edilmiştir [10,18].

Tablo 3. Boyama verimi sonuçları (Colour yield results)

Ticari boya		Sentezlenen boya	
K/S	Boya/Kumaş (mmol/100g)	K/S	Boya/Kumaş (mmol/100g)
0	0	0	0
9	0,05	5	0,05
17	0,10	10	0,10
20	0,15	17	0,15
25	0,20	20	0,20

6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

Gaz kromatografi ve sıvı kromatografi kütle spektrumu sonuçlarına göre sentezlenen boyarmaddenin molekül kütlesi 692,49 g/mol, kesin kütlesi 690,94 g/mol olarak tespit edilmiştir. UV spektrum sonucuna göre maksimum dalga boyu 400 nm'dir. Ticari Reaktif Orange 86 (MX-3R)'nin molekül kütlesi 692,43 g/mol ve maksimum dalga boyu ise 412 nm'dir. Bu sonuçlara göre sentezlenen boyarmadde ticari boyanın özelliklerine oldukça yakın değerler vermiştir [10,18].

Araştırma sonucunda elde edilen verilere göre; diklorotriazin reaktif boyarmaddelerle yapılan yüksek sıcaklıklarda boyama etkin olmakla birlikte, optimum boyama şartı soğuk boyama olan 40-60°C sıcaklık aralığıdır. Sonuçlardan görüleceği üzere sıcaklık artışı ile renk tonlarında ve diğer haslık deneyleri sonucunda boyamanın diğer şartlara oranla daha etkin olmadığı tespit edilmiştir. Bu sonuç literatürde yer alan diklorotriazin reaktif boyalarla daha düşük sıcaklıklarda boyama yapılmasının daha ekonomik ve etkin sonuçlar verdiği sonucuya paralellik taşımaktadır [3].

TEŞEKKÜR

Yazarlar "Gazi Üniversitesi İleri Araştırma ve Eğitim Programları" isimli ve 2001K120590 no'lu projenin desteğine ve Setaş Chem. Corporation firmasına teşekkürü bir borç bilir.

KAYNAKLAR

1. Alıcılar A, Murathan A, Bazı dispers mavi tekstil boyarmaddelerin eldesinin ve uygulanabilirliğinin araştırılması, **Standard Dergisi**, 435, 76-79, 1998.
2. Gordon, P.F., Gregory, P.G., "Organic Color in Chemistry", Imperial Chemical Industries, 1987.
3. Hunger K., **Industrial Dyes, Chemistry, Properties, Applications**, Wiley-VCH, Verlag GmbH, Weinheim, 350-358. 2003.
4. Kocaeli, F.O., Alkan, U., Boyar Madde İçeren Tekstil Atıksularının Arıtım Alternatifleri, **Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi**, Cilt 7, Sayı 1, 2002.
5. Santhy K., Selvapathy P. "Removal of reactive dyes from waste water by adsorption on coir pith activated carbon", **Bioresource Technology**, Cilt 97, No 11, 1329-1336, 2006.

6. "Boyarmaddeler" DPT 6. Beş Yıllık Kalkınma Planı OİK Raporu, Devlet Planlama Teşkilatı, Ankara, 1991.
7. T.C. Başbakanlık Devlet İstatistik Enstitüsü, "Maddelere Göre Dış Ticaret 2000", Devlet İstatistik Enstitüsü, Ankara, 52-55, 253-255, Ekim 2001.
8. "Hazine Dış Ticaret Müsteşarlığı İstatistikleri", Hazine Dış Ticaret, Ankara, 1995.
9. Alıcılar A., Murathan A., "Tekstil Boyarmadde Sektörümüz", **Tekstil İşveren**, Cilt 219, 222-223, 1998.
10. Taylor J. A., Pasha K., Phillips D. A. S., "The Dyeing Of Cotton With Hetero Bi-Functional Reactive Dyes Containing Both A Monochlorotriazinyl and a Chloroacetyl amino Reactive Group", **Dyes and Pigments**, Cilt 51, No 2-3, 145-152, 2001.
11. Burkinshaw, S.M. and Katsarelias, D., "The wash-off reactive dyes on cellulosic fibres. Part 4: The use of different alkalis with monochlorotriazinyl dyes on cotton", **Dyes and Pigments**, Cilt 35, No 3, 249-259, 1997.
12. Akçakoca, E.P., Özgüney, A.T., Atav, R., "The efficiency of washing agents in the post-dyeing removal of hydrolyzed reactive dye", **Dyes and Pigments**, Cilt 72, No 1, 23-27, 2007.
13. TS EN ISO 105-C06/kasım 2001 tekstil-renk haslığı deneyleri - bölüm C06:evsel yıkamaya ve ticari müesseselerde yıkamaya karşı renk haslığı
14. TS 717 EN ISO 105-X12/şubat 2000 tekstil-renk haslığı deneyleri - bölüm X12: sürtünmeye karşı renk haslığı tayini
15. TS 1008 EN ISO 105-B02/nisan 2001 tekstil - renk haslığı deneyleri -bölüm B04: yapay hava şartlarına karşı renk haslığı: ksenon ark lâmbası ile soldurma deneyi
16. Valz, H.G., "**Industrial Color Testing**", Wiley-VCH, Germany, 23-29, 2001.
17. Völz G. Hans, "**Industrial Color Testing Fundamentals and Techniques**" Second Completely Revised Edition, Weinheim Wiley-VCH, Germany, 17-26, 2001.
18. Fıdanoglu P., **Bir diklorotriazin reaktif boyarmaddesi olan reaktif orange 86'nın selülozik elyafa uygulanması**, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2006.