T.C.
İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ-CERRAHPAŞA
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

Yüksek Süblimasyon Haslıklı Yeni Dispers Boyarmaddelerin Sentezlenmesi, Karakterizasyonu ve Boyama Özelliklerinin Geliştirilmesi

Samet SOLAK

DANIŞMAN
Doç. Dr. Adem ÇINARLI

Kimya Anabilim Dalı

Organik Kimya Programı

İSTANBUL-2020

Bu çalışma, 27.07.2020 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Kimya Anabilim Dalı, Organik Kimya Programında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

Doç. Dr.Adem ÇNARLI[Danışman)
İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa
Mühendislik Fakültesi

Prof. Dr. Sevim KARATAŞ
Marmara Üniversitesi
Fen-Edebiyat Fakültesi

Prof. Dr. Nihal ONUL
İstanbul Üniversitesi-CerrahpaşaFakülte
Mühendislik Fakültesi

Dr. Öğr. Üyesi Demet GÜRBÜZ
İstanbul Üniversitesi-CerrahpaşaFakülte
Mühendislik Fakültesi

Prof. Dr. Ümit SALAN
Marmara Üniversitesi
Fen-Edebiyat Fakültesi

20.04.2016 tarihli Resmi Gazete'de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince; Bu Lisansüstü teze, İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa'nın abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Lisansüstü Eğitim Enstitüsü'nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun rapor alınmıştır.

Bu tez, 0280.STZ.2013-2 numaralı BİLİM, SANAYİ ve TEKNOLOJİ BAKANLIĞI projesi ile desteklenmiştir.

ÖNSÖZ

Bu çalışmada, yüksek süblimasyon haslıklı yeni Dispers boyarmaddelerin sentezlenmesi, karakterizasyonu ve boyama özellikleri incelendi.

Doktora çalışmamın yönetimini kabul eden, çalışma konusunun seçiminde, hazırlanmasında, çalışmanın tüm safhalarında ve tezin hazırlanmasında yardım ve himayelerini esirgemeyen ve bana her zaman destek olan saygıdeğer hocam Doç. Dr. Adem ÇINARLI'ya sonsuz saygı ve şükranlarımı sunarım. . Ayrıca tez çalışmalarında her zaman destek olan Dr. Öğr. Üyesi Demet GÜRBÜZ'e teşekkürlerimi sunarım

Bu çalışma Setaş Kimya A.Ş. laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Bundan dolayı Setaş Kimya A.Ş. yönetim kurulu başkanımız Dr. Mehmet Emre ŞENER'e genel müdürümüz Fatma ŞENER'e ayrıca Setaş Kimya A.Ş. AR-GE merkezi müdürü İsmail YAKIN'a destekleri ve sağladıkları imkanlar için sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak hayatımdaki başarılarda en büyük paya sahip olan, maddi ve manevi desteği ile her zaman yanımda olan aileme, eşim Buket, biricik kızım Bilge Derin ve oğlum Uluç Demir'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Temmuz 2020 Samet SOLAK

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ ..... **iv**
İÇİNDEKİLER ..... **v**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **vii**
TABLO LİSTESİ ..... **x**
SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ ..... **xi**
ÖZET ..... **xii**
SUMMARY ..... **xiii**
1. GİRİŞ **20**
2. GENEL KISIMLAR **26**
2.1. BOYARMADDELERİN KATEGORİZE EDİLMESİ 26
2.1.1 Kimyasal Özelliklerine Göre Boyarmaddelerin Kategorize Edilmesi 26
2.2. POLYESTER LİFLERİN BOYANMASI HAKKINDA GENEL BİLGİLER 26
2.3. TEKSTİL MATERYALLERİNDE HASLIK VE ÇEŞİTLERİ 27
2.3.1. Süblimasyon Haslığı 32
3. MALZEME VE YÖNTEM **33**
3.1. KULLANILAN KİMYASAL MADDELER 33
3.2. KULLANILAN CİHAZLAR 33
3.3. YÖNTEM 34
3.3.1. Azo Sentezi 34
3.3.2. Kenetlenme Reaksiyonları 36
3.3.3. Dispersiyon 37
4. BULGULAR **39**
4.1. DİSPERS ORANGE SENTEZİ 39
4.1.1. N-Etilsiyanoanilin 40
4.1.2. N-Benzil-N-Etilsiyanoanilin Sentezi 41
4.1.3. Paranitro Anilin Diazoun Hazırlanması 42
4.1.4. Dispers Orange Azoboyarmaddenin Sentezi 42
4.1.5. Dispers Orange Azo Boyarmaddenin Dispersiyonunun Yapılması 48
4.1.6. Dispers Orange Azo Boyarmaddenin Uygulama Prosesi 50
4.2. N,N-DİETİL-ANİLİN SENTEZİ 52

4.3. DİSPERS RED SENTEZİ 55
4.3.1. 2-Siyano-4-Nitro-Anilin Diazo 55
4.3.2. Dispers Red Kenetleme Reaksiyonu 55
4.3.3. Dispers Red Azo boyarmaddenin Dispersiyonunun Yapılması 58
4.3.4. Disperse Orange Azo Boyarmaddenin Uygulama Prosesi 60
Şekil 36: Red boyarmadde ile boyama prosesi 60
4.4. DİSPERSE BLUE SENTEZİ 62
4.4.1. 2-Amino-5-Nitrotiazol Diazo Bileşiğinin Hazırlanması 62
4.4.2. Disperse Blue Kenetleme Reaksiyonu 62
4.4.3. Dispers Blue Azo Boyarmaddenin Dispersiyonunun Yapılması 65
4.4.4. Dispers Blue Boyarmaddenin Boyama Prosesi 67
4.5. DİSPERS BLACK BOYARMADDENİN YAPILIŞI 69
4.5.1. Dispers Black Boyarmadde ile Boyama Prosesi 71
5. TARTIŞMA VE SONUÇ 72
KAYNAKLAR 75
EKLER 77
ÖZGEÇMİŞ 78

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 1: Elyaf yaşam döngüsü 21
Şekil 2: Dispers boyarmaddelerin A-D grupları ile sınıflandırılması 22
Şekil 3: Gri skala ISO 105 A02 değerlendirmesi örneği 29
Şekil 4: Poliester kumaşlara etki eden faktörler 30
Şekil 5: Boyarmadde moleküllerinin yıkama haslığına etkisi 30
Şekil 6: Polister kumaş çeşitlerine göre yıkama haslığı 31
Şekil 7: Yıkama kimyasallarının haslıklara etkisi 31
Şekil 8: Boyarmadde molekül boyutlarına göre sublimasyon haslığı etkisi 32
Şekil 9: Diazo reaksiyon mekanizması: 35
Şekil 10: Kenetlenme reaksiyonun mekanizması 37
Şekil 11: Dispersiyon sistemine örnek 38
Şekil 12: Orange boyarmaddesinin sentez reaksiyonu 39
Şekil 13: N-etilsiyanoanilin GC-MS spektrumu 40
Şekil 14: N-benzil-N-etilsiyanoanilin GC-MS spektrumu 41
Şekil 15: Dispers orange boyarmadde molekül formülü 42
Şekil 16: Dispers orange boyarmadde ^{1}H NMR spektrumu 43
Şekil 17: Dispers orange boyarmadde ^{13}C NMR spektrumu 43
Şekil 18: Dispers orange boyarmadde LC-MS/MS spektrumu 44
Şekil 19: Dispers orange boyarmadde UV-Vis spektrumu 45
Şekil 20: Dispers orange boyarmadde LC-MS/MS spektrumu 46
Şekil 21: Dispers orange boyarmadde DSC sonucu 47
Şekil 22: Dispers orange boyarmadde FT-IR sonucu 47
Şekil 23: Dispers orange boyarmadde tanecik dağılımı 49

Şekil 24: Orange Boyarmadde ile Boyama Prosesi 50
Şekil 25:Orange boyarmadde ile boyama prosesinde pH'ın etkisi..... 51
Şekil 26: Orange Boyarmaddenin Boyama Prosesinde Çekim Eğrisi 51
Şekil 27: Dispers orange azo boyarmaddenin haslık testlerinin sonucu..... 52
Şekil 28: N,N-dietil-anilin sentezi 52
Şekil 29: N,N dietil-anilinin GC-MS spektrumu..... 54
Şekil 30: Dispers red boyarmaddenin molekül formülü 56
Şekil 31: Dispers red DSC spektrumu 56
Şekil 32: Dispers red FT-IR spektrumu 57
Şekil 33 Dispers red LS-MS/MS spektrumu..... 57
Şekil 34: Dispers red boyarmaddenin UV-Vis Spektrumu 58
Şekil 35: Dispers red boyarmadde tanecik dağılımı 59
Şekil 36: Red boyarmadde ile boyama prosesi..... 60
Şekil 37: Red boyarmadde ile boyama prosesinde pH'ın etkisi..... 60
Şekil 38: Red boyarmadde ile boyama prosesinde çekim eğrisi 61
Şekil 39: Red boyarmaddenin haslık sonuçları 61
Şekil 40: Dispers blue molekül formülü 63
Şekil 41: Dispers blue DSC spektrumu..... 63
Şekil 42**:** Dispers blue FT-IR spektrumu 64
Şekil 43: Dispers blue UV-Vis spektrumu..... 64
Şekil 44: Dispers blue LC-MS/MS spektrumu..... 65
Şekil 45: Dispers blue boyarmadde tanecik dağılım sonucu..... 66
Şekil 46: Dispers blue boyarmadde haslık sonuçları 67
Şekil 47: Dispers blue boyarmadde ile boyama prosesinde pH'ın etkisi..... 68
Şekil 48: Dispers blue boyarmadde ile boyama prosesinde çekim eğrisi 68
Şekil 49: Dispers blue boyarmadde haslık sonuçları 69
Şekil 50: Dispers black boyarmaddenin tanecik dağılım sonucu 70

Şekil 51: Dispers black UV-Vis spektrumu 71
Şekil 52 Disperse black boyarmaddenin boyama prosesi 71
Şekil 53: Dispers Black Boyarmadde ile Boyamada pH'ın Etkisi 71
Şekil 54: Dispers black boyarmaddenin boyama prosesinde çekim eğrisi 72
Şekil 55: Dispers black boyarmaddesinin haslık sonuçları 72

TABLO LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 1 Gri Değerlendirme Skalası 29

SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ

Simgeler **Açıklama**

Kısaltmalar **Açıklama**

DMF **:** N,N-Dimetilformamid
cm-1 **:** Dalga Sayısı Birimi
ppm **:** Milyonda Bir
e.n. **:** Erime Noktası
nm **:** Nanometre
1H/NMR **:** Nükleer Manyetik Rezonans (proton**)**
FT/IR **:** Fourier Transform Infrared
s **:** singlet
g **:** Gram
m **:** multiplet
mmol **:** milimol
PES **:** Polyester
DMSO **:** Dimetilsülfoksit
PET **:** Polyetilen Tereftalat
PA **:** Polyamid
UV **:** Ultraviole ışınları
A **:** Absorbans
CI **:**Colour Index
HLPC **:** Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi
DSC **:** Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Cihazı
GC-MS **:** Gaz kromatografisi-kütle spektrometrisi
GC **:** Gaz kromatografisi
ml **:** Mililitre
LC-MS/MS **:** Sıvı kromatografi-kütle spektrometresi/kütle spektrometresi
Dis. b.madde **:** Dispers boyarmadde

ÖZET

DOKTORA TEZİ

Yüksek Süblimasyon Haslıklı Yeni Dispers Boyarmaddelerin Sentezlenmesi, Karakterizasyonu ve Boyama Özelliklerinin Geliştirilmesi

Samet SOLAK

İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

Danışman : Doç. Dr. Adem ÇINARLI

Bu çalışmada anilin, akrilonitril, benzilklorürden başlayarak düşük maliyetli bir kenetleme maddesi elde edilmesi, bu kenetlemeyi değişik diazo maddeleri ile dispers boya sentezinde kullanarak yüksek süblimasyon haslığı ve alkali dayanımını aynı anda sağlayan, ekonomik boyalar elde edildi. Yapılan kimyasal sentezlerden elde edilen yeni boyarmaddelerin karakterizasyonları, HPLC, GC, GC-MS, LC-MS/MS, FTIR ve NMR gibi teknikler kullanılarak gerçekleştirildi. Elde edilen boyarmaddelerin, boyama özelliklerinin optimize edilmesi için laboratuvar koşullarında boyama çalışmaları yapıldı.

Temmuz 2020, 79. sayfa.

Anahtar kelimeler: Dispers boya, polyester, alkali polyester boyama

SUMMARY

Ph.D. THESIS

Synthesis, Characterization and Development of Dyeing Properties of Novel Disperse Dyes with High Sublimation Fastness

Samet SOLAK

Istanbul University-Cerrahpasa

Institute of Graduate Studies

Department of Chemistry

Supervisor : Assoc. Prof. Dr. Adem ÇINARLI

In this study using aniline, acrylonitrile, and benzylchloride, were synthesized for obtaining a low-cost coupling substance, and with using this coupling in the synthesis of disperse dye with its different diazo substances, to achieve economic dyes, which provides a high sublimation fastness and alkali resistance at the same time. The characterizations of the new dyes to be obtained by chemical synthesis were achieved with using techniques such as HPLC, GC, GC-MS, LC-MS/MS, FTIR and NMR. After obtaining the dyes, for optimizing their colouring properties, dyeing studies were taken place under laboratory conditions.

July 2020, 79 pages.

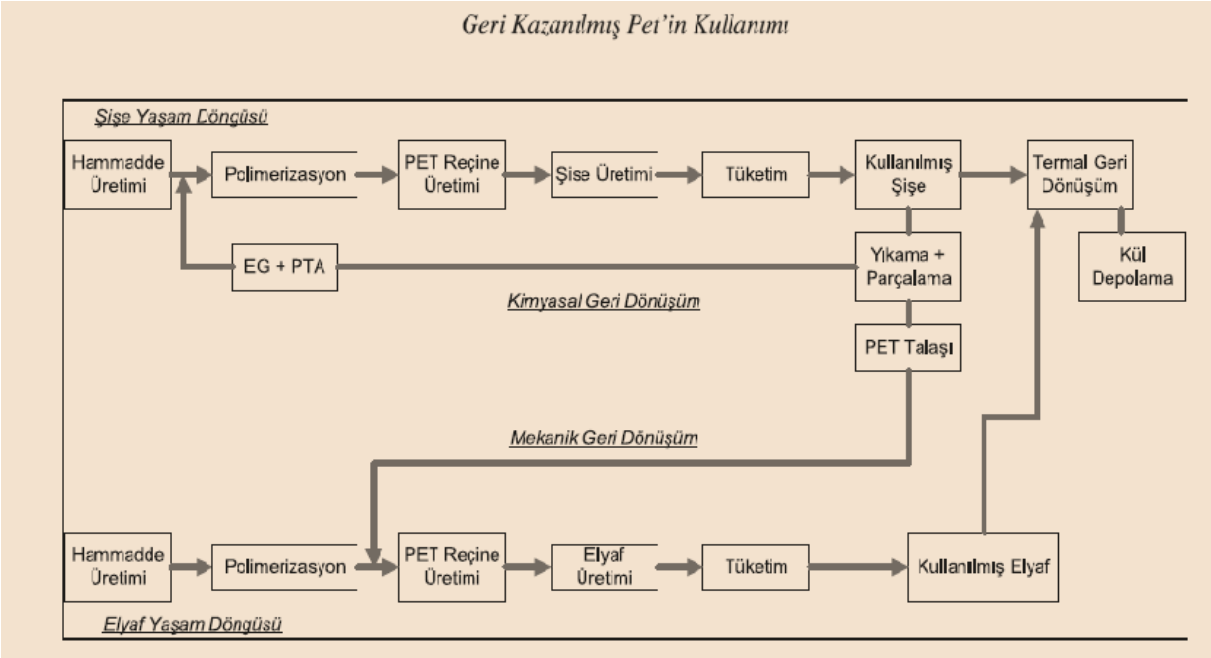
Keywords: Disperse dyes, polyester, polyester dyeing alkali

1. GİRİŞ

Kalkınma gayretinde olan ve ekonomik güçlüklerle karşı karşıya kalan ülkemizin, natürel kaynaklarından uzun vadede ve maksimum bir biçimde yararlanabilmesi için atık israfına son verilmesi, ekonomik kıymeti olan maddeleri geri kazanma ve geri dönüşümlü olarak kullanma usullerini araştırmamız gerekmektedir. Günümüzde teknolojideki gelişmeler, bir yandan toplumun hayat standardını yükseltirken diğer yandan nüfus artışı ve hızlı kentleşme ile birlikte hava, su ve toprak kirliliği gibi çevresel sorunlara neden olmaktadır. Ortaya çıkan bu çevresel sorunlar ve doğal kaynakların bilinçsiz kullanımı değerlendirilebilir. Bu durum atıkların, özellikle de ambalaj atıklarının geri kazanımını zorunlu hale getirmektedir.

Genellikle ambalaj atıkları düşük yoğunluklu ve hacimli atıklar olduğundan depolama alanlarında ciddi yer kaplamaktadırlar. Özellikle ambalaj atıkları içerisinde yer alan plastik atıkların yeniden değerlendirilmesi; plastiklerin doğada bozulmadan uzun yıllar kalması ve oluşturdukları diğer çevresel sorunlardan ötürü gittikçe önem kazanan bir konudur. Plastik atıkların önemli miktarını artan kullanımı ile dikkati çeken PET şişe atıkları oluşturmaktadır. PET dahil atık plastikler çöp depolama alanlarında kütlesel olarak %7 ve toplam alanın %20'lik bir yer kaplamaktadır. Bu nedenle söz konusu atıkların çöp depolama alanlarında depolanması yerine geri kazanılması; depolama alanlarına giden atık hacmini önemli derecede azaltmakta ve depolama sahalarının ömrünü uzatmaktadır [1]. Hızlı nüfus artışı, doğal elyafın tekstil elyaf ihtiyacını karşılayamaması, sentetik elyafın kullanılacağı alana uygun özelliklerde üretilebilmesi ve daha ekonomik olması gibi sebeplerden dolayı sentetik elyaf üretimi gün geçtikçe artmaktadır [2].

Dünyadaki tekstil elyafına duyulan talepler yıllar geçtikçe artan periyotta ilerlemiş ve şu anda yüzdelik dilimde en fazla kullanılan sentetik elyafların başını çekmektedir. PES elyaf talebindeki artış eğiliminin önümüzdeki yıllarda da devam edeceği ve PES elyaf üretimindeki artışa bağlı olarak Dis. b.madde tüketim miktarının da önemli ölçüde artacağı öngörülmektedir [3,4].



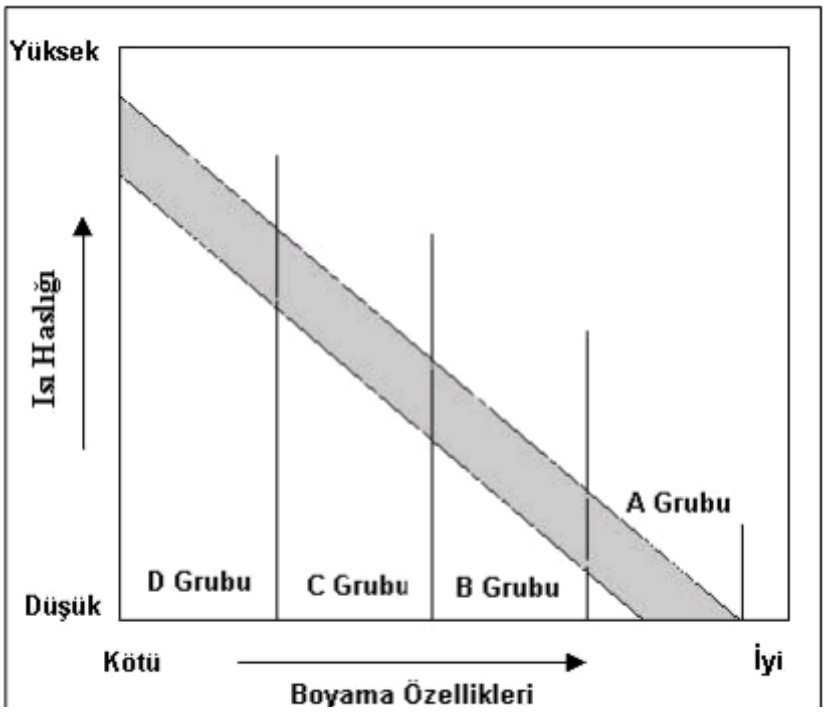
Şekil 1: Elyaf yaşam döngüsü

PES lifleri iyi kullanım özellikleri sağlamaları nedeniyle giyim eşyası, ev tekstili ve teknik tekstillerde oldukça geniş bir kullanım alanına sahiptirler [5]. Sentetik elyaflar içinde PES doğal elyaflara göre çok daha dayanıklıdır. PES kumaş kir tutmama, kolay ütülenme gibi özelliklere sahiptir. Giyim bakımından da genel olarak her alanda kullanılabilmesinden dolayı tekstil endüstrisinde en çok kullanılan elyaftır [6]. Yün, pamuk, keten gibi doğal liflerle her oranda karışabilirler. PES liflerinin, yüksek kristalinize ve bariz su sevmen özelliklerinden dolayı büyük kimyasal yapıya sahip olan görünür bölgede renk veren kimyasallar elyafı renklendirme özelliğine sahip değildirler.[7]. Buna ek olarak, elyafın kimyasal yapısında aktif fonksiyonel yapıların bulunmasından dolayı görünür bölge renk veren kimyasal yapıların iyonik bir bağlanmada yapamazlar. Bundan dolayı PESin boyanması için su içerisinde çözülen görünür bölge renk veren kimyasallar uygun değildir.

Alkalik, dispers, küp, pigment ve inkişaf boyarmaddeler, PES liflerinin oluşan ürünlerin renklendirilmesinde boyanmasında kullanılan sentetik boyarmaddeler sınıflarıdır. PESin boyanmasında en çok tercih edilen boyarmadde grubu % 95'i biraz daha fazla olan Dis. b.maddelerdir [8,9]. Dispers boyaların bu kadar geniş ölçekte kullanılmasının nedeni ekonomik ve çevresel nedenlerin yanında geniş ve parlak renk skalasına sahip olmaları ve haslıklarının iyi olmasıdır [10]. Türkiye'nin sanayi üretimde çok az bir üretimi olan dispers

boyaların ülkemizin önemli sanayi kollarından olan tekstilde kullanım yüzdesi oldukça fazladır.

Dis. b.maddeler normal şartlar altında sulu çözelti ortamında çözülmeyen, iyonik özellikler göstermeyen, minik tanecikli ve sulu ortamları sevmeyen liflere sübstantiviteye sahip görünür bölge renk veren kimyasallarıdır. Dispers boyarmaddelerin liflere bağlanması için tanecik ebatlarına, uniformiteye ve dispers boyanın dispersiyon bağlı olarak değişmektedir. Dis. b.maddeler liflere, sulu ortamda çözünürlüğü çok az boyarmadde içeren minik tanecikli sulu ortamda dağılmış bir formda elyafa uygulanırlar [11,12].Dis. b.maddeler diğer boyarmaddelerden farklı olarak katı halden sıvı olmadan direk olarak gaz hale geçme özelliğine sahip olan boyarmaddelerdir. Dis. b.maddeler 4 grub [A-D] olarak sınıflandırabilir; bu da disperse boyarmaddenin kimyasal yapısındaki özelliklerine göre değişiklik gösteren ışık, ısı ve katı halden gaz hale geçiş haslığına göredir. Bu 4 grubun oluşturması ICI'ca 1973 yıllında tavsiye edilmiştir ve günümüzde dispers boyarmaddelerin sınıflandırmasında hala yoğun bir şekilde kullanılmaktadır. Şekil 2'de bulunan diyagramda dis. b.maddeler faklı enerji seviyelerinden yani kademeli olarak artış gösterilmektedir. Şekilde 2, tüm Dis. b.maddelerin özelliklerine göre diyagramda bulunan taralı kısım içerinde bulan boyarmaddelerin ısı ve boyama haslığına özellikleri bulunmaktadır. A grubu, katı haleden gaz haline geçmesi düşük olma özelliğine sahip olmasına rağmen iyi bir ışık haslıkları ve müthiş boyama özelliklerine bulunmaktadır. B grubu ise, yüksek ısı ve ışık



Şekil 2: Dispers boyarmaddelerin A-D grupları ile sınıflandırılması

karışı direnci yüksek özelliklere sahiptir ve taşıcı boyama prosesine en uygun grubdur. C grubu, ise B grubu ile benzer özellikler göstermektedir. Lakin çok daha iyi ısı veya katı halden gaz haline geçme haslığına bulunmaktadır. D grubu boyama proseslerinde ise çok uygun olmamasına rağmen çok iyi katı halden gaz hale geçme haslığı bulunmaktadır[11].

Dis. b.maddelerin büyük bir kısmını mono azo olanlar oluşturmaktadır. Dispers monoazo boyarmaddeleri, esas kromojen olan azobenzen kısmında bulunan benzenlerin üzerindeki farklı türevli sübstitüentler içeren ya da heterosiklik halkalar oluşan bileşiklerdir [13,14]. Kenetleme bileşenleri olarak anilin ve türevleri kullanılır. Bu boyarmaddelerin haslık özellikleri, N-alkil grubu içeren benzen halkasında bağlı olan sübstitüentlere bağlıdır [15]. Diazo ve kenetleme bileşeni olarak farklı aromatik heterosiklik bileşikler yaygın olarak kullanılmaktadır. Selüloz asetata tutunma yeteneklerinden dolayı heterosiklik aminlerden sentezlenen dispers azo boyarmaddelerin önemi artmıştır. Aminotiyofenler ve aminotiyazollerin türevleri diazo bilesikleri olarak oldukça önemlidir. 2-aminotiyazol ve 2-aminotiyofen türevlerinin kenetlenme bileşeni olarak kullanılması sonucu elde edilen dispers azo boyarmaddelerin parlak tonlara ve yüksek renk şiddetine sahip olduğu belirlenmiştir [16,17].

Heterosiklik diazo bileşenleri olarak, 2-aminoisoC_3H_3NS'ler, 2-amino C_3H_3NS'ler, 2-aminobenzo C_3H_3NS'ler, 5-amino $C_3H_4N_2$'ler ve 2-aminodiazoller kullanılarak sentezlen boyarmaddeler Dis. b.maddeler olarak bir çok tescilde vardır [18]. Küçük polimerlerden oluşan (Oligomer) iplik çekmede, makaralama ve bükümde prosesinde toz oluşumu oldukça rahatsızlık meydana getirmektedirler. Bu işlemi yapmakta olan makine parçaları ve tekstil materyallerin yüzeyinde toz oluşan kir tabakası bulunmaktadır. Çapraz makara boyama prosesinde bulunan filtrasyon yaparak makara iç kısımlarında toplanmasını ve buna ek olarak ipliğin yüzeyin daha canlığını korumaktadır [19]. Küçük polimerlerden oluşan (Oligomer) olağan olarak lif iç kısmına saklanmış gidişattadırlar. Tekstüre ve termofiksaj gibi ısıl operasyonlar uygulanan liflerin bile yüzey kısmındaki küçük polimerlerden oluşan (Oligomer) oranı % 0.02-0.04 arasındadır ve oranın bu seviyede kalması sıkıntı yaratmamaktadır. Buna rağmen çektirme prosesi sırasında usulüne göre HT koşullarında yapılan boyama prosesleri, küçük polimerlerden oluşan (Oligomer) lif yüzeyine çıkmakta ve sorun teşkil etmektedir [20].

Küçük polimerlerden oluşan (Oligomer) oluşacak sorunların çözmenin yollu bazik şartlarda boyama prosesi uygulamak (bu prosese en uygun seçimi boyarmadde ve bazik ortama dayanıklı tamponlar seçilerek bazik şartlarda yapılan boyama prosesleri siklik trimerler bozularak düz bir yüzeye dönüşmekte ve sorun ciddi oranda azaltmaktadır.), Yüksek sıcaklıklarda yapılan boyama prosesi müddetini kısaltmak veya boyama prosesini düşük sıcaklıkta gerçekleştirmek, boyama prosesin sonunda flotteyi sıcak boşaltmak [HT ortamında flotte bulunan dağılmış olan küçük polimerlerden oluşan (Oligomer) asılında soğuma sırasında kumaş yüzeyine çökerek tabaka oluşturmakta ve bir sorun teşkil etmektedir. Bu rağmen bu yöntem halat halde kumaş boyama prosesinde tavsiye edilmemektedir, bundan dolayı kumaşta yüzeyinde kırıkların oluşumuna sebep olmaktadır.], tam boyama proseslerin sonunda sonra [açık tonlar da dâhil] redüktif yıkama yapmak, boyama prosesi sırasında ilave madde kullanmak [21,22,23,19] diye sıralanabilir. Küçük polimerlerden oluşan (Oligomer) molekül ağırlıkları çok düşük olmalarından dolayı boyama prosesi sırasında boyarmadde çekmemelerinden dolayı kalmakta ve kumaşında yüzeyinde mat bir görünüm oluşturmaktadırlar. Şayet boyama flottesine oligomerleri dispersiyon halinde yakalayan bir ilave madde eklenirse, boyama prosesinin sonunda boşaltma sırasında toz ve çökmeler ortamdan uzaklaştırıla bilmektedir. PESin boyanmasının alkali şartlarda yapılması halinde prosesin rasyonelleşeceği sarihtir [24,25, 26].

Bazik boyama prosesi, ön terbiye taşınmış olan bazik özellik taşına maddeler ve destek madde atıkların tesirini azalarak sürecin gerçekleşmesini sağlayabilir. Asit şarlar da boyama prosesinden önce yapılan bazik ön işlem yapmadan yani yıkama işlemine gerek kalmaz. Çalışmada mamul niteliğinden ve istenilen haslık özelliklerinden taviz vermeden, asit şartlarda uzun boyama müddetinin bazik şartlarda kısalacağı beklenmektedir. Bu çalışma neticesinde parçalarda ve malzemelerde küçük polimerlerden oluşan (Oligomer) çökmesi önlenecek ve bu yüzden özellikle orta ve sarih tonlu boyama proseslilerin de işlem sonrası redüktif arınma prosesine ihtiyaç duyulmayacaktır. [27,28]. Endüstriyel boyama şeklinde genellikle koyu renklerde [lacivert ve siyah] ortaya çıkan oligomer problemi bazik boyama prosesi ile önlenebilir. Tabi ki bu çalışmanın da amacı olan bazik boyama oligomerleri sabunlaştırdığı için problemin en kesin ve uygun çözümüdür [29]. PES iplik ve kumaşların bazik şartlarda boyanması ile alakalı çalışmalar yapılmasına karşın yeteri kadar iyi neticeler elde edilemediği için gündemden çıkmıştır.

En önemli sebepleri şunlardır:

1- Bazik şartlarda yapılan boyamalarda yeterli sürdürülebilirliğin sağlanamamış olması.

2- Dis. b.maddelerin birçoğunun bazik şartlarda tutarlı sonuçlar ve bundan dolayı yeteri ölçüde kumaşlardan farklı renk tonunlar oluşturulamasıdır.

3- Sürdürülebilirlikle ilgili olarak boyama prosesinin pH'ının bazik şartlarda sabitlenmemesi.

Piyasada mevcut olan Dis. b.maddeler alkali boyamada süblimasyon haslık problemi yarattığından, elde edeceğimiz boyarmaddelerle bu sorunu çözmüş ve dünya literatürüne katkıda bulunmuş olacağız. Ayrıca elde edilen bu boyarmaddeler ve alkali şartlarda boyama ile elektrik, su, işgücü ve ısı kaynaklarının kullanımda azalmalara sebep olduğu gibi, özellikle indirgen yıkamadan kaynaklanan menfi çevresel faktörleri azaltılabilecektir.

PES alkali ortamda boyanması ile PESin bünyesinde fazla miktarda bulunan oligomerlerin boyanma sorunu oluşturması önlenmiş olduğundan iyi ve tekrarlanabilir sonuçlar elde edilebilmektedir. Bu nedenle bizim elde edeceğimiz yeni Dis. b.maddeler hem bu sorunun çözümüne hem de yeni olduklarından dünya boyarmadde literatürüne katkı sağlayacaktır.

2. GENEL KISIMLAR

2.1. BOYARMADDELERİN KATEGORİZE EDİLMESİ

Tekstilde kullanılan boyarmaddeler farklı şekillerde kategorize edilebilir. Kategorileri belirlenirken çözünürlük, kimyasal yapı, boyama özellikleri, kullanım yerleri gibi çeşitli özellikleri göz önüne alınmaktadır.

2.1.1 Kimyasal Özelliklerine Göre Boyarmaddelerin Kategorize Edilmesi

Kimyasal özelliklerine göre boyar maddeler,

1. Ftalosiyanin boyar maddeler,
2. Azomethin boyar maddeleri,
3. Trifenil metan boyar maddeleri,
4. Poliolefin boyar maddeleri,
5. Antrakinon boyar maddeleri,
6. Nitro boyar maddeleri,
7. Mordan boyar maddeleri,
8. Azo boyar maddeleri,
9. Pigmentler ,
10. İndigo boyar maddeleri,

Olmak üzere 10 farklı kategoride incelebilir. Bu kategoride genel olarak bazı değişebilir, fakat bu kategoride temel olan nokta boyarmaddeye absorpsiyon özelliği veren renk veren fonksiyonel gruptur. Yukarıdaki kategoride renk veren gruplara göre tanımlanmıştır.

2.2. POLYESTER LİFLERİN BOYANMASI HAKKINDA GENEL BİLGİLER

PES liflerinin standart koşullar altında boyanması güçtür. Zira bu liflerden oluşan kristal yapıların oranı yüksektir ve liflerin içinde oluşan büyük moleküller birbirlerine iyice yanaşmış olduğundan dolayı etkileşim kuvveti büyüktür. Lif yapısının karakteri çok yakın olmasında sebebiyle bunların camsı geçiş noktaları da yüksek olmaktadır. Lifler sulu seven bir grup kapsamadıklarından sevmeyen bir

özellikleri sahiptirler. Liflerin fiziksel ve kimyasal özelliklerinden dolayı boyarmadde molekülünün bağlanabileceği bir özel grubu yoktur.

Sık Kullanılan Polyester Kumaş Türleri

1. İnterlok
2. Raşel
3. Havlu polyester
4. Polar
5. Mikropolyester
6. Polyester / Elastan karışımları
7. Mikropolyester / Elastan karışımları
8. Polyester / Pamuk, Polyester / Viskon karışımları [80/20, 50/50, 67/33 sık kullanılan karışım oranları]
9. Polyester / Yün karışımları [50/50, 67/33 sık kullanılan karışım oranları]

2.3. TEKSTİL MATERYALLERİNDE HASLIK VE ÇEŞİTLERİ

Tekstil sektöründe faaliyet gösteren tüm iş kollarında alıcının taleplerini yerine getirmek için kalite standartlarına özen gösterir. Natürel olarak alıcı memnuniyetini ve aynı orantıda niteliği tutmak için üretilen ürün bir seri nitelik kontrol testinden geçirilir, bu testler uluslararası standartlara göre imal sırasında ve aynı zamanda ürün bazında yapılmaktadır. Alıcı sunulan son ürün natürel hayat koşulları ve kullanım sırasında maruz kalacağı tesirlere dayanımına haslık denir. Haslık türleri sürtünme haslığı, renk haslığı, ışık haslığı, ter haslığı, yıkama haslığı, hava şartlarına dayanıklılık gibi ana başlıklarda toplayabilir.

Renk haslığı: Tekstil materyalin üzerinde bulunan boyarmaddelerin müşterinin bakımı ve kullanımı sırasında natürel şartlara karşı direnç özelliğidir.

Sürtünme haslığı: Tekstil ürünleri üzerinde iki farklı sürtünme haslığı ön plana çıkmaktadır. Bunlar kuru ve yaş sürtmedir. Materyalin kullanım ortamına göre sürtünmeden dolayı karşılaşacağı etkilere dayanım direncidir.

Işık haslığı: Tekstil materyalin üzerinde bulunan boyarmaddelerin güneş ışınlarına karşı koyduğu direncin değeridir. Ne kadar uzun süre güneş ışığı altında kalırsa ürünün ışık haslığı da o kadar yüksek olması gerekir.

Hava koşullarına dayanıklılık: Dış mekan tekstil materyalleri olarak kullanılan tekstil ürününün rüzgâr, yağmur, güneş ışınlarına nem, gibi doğal şartlara dayanıklı olması gerekir. Bu özelliği hava koşullarına dayanma haslığıdır.

Ter haslığı: insan vücudundan salgılan ter tekstil ürünleri üzerindeki etkisini belirlemek ve boyarmaddenin özelliklerine bağlı olarak iki farklı ter haslığı değerlendirmesi yapılmaktadır. Birinci asidik ter haslığı ikincisinde alkali ter haslığıdır. Özellikle üst giyimde önemli bir parametredir.

Kullanım haslığı: müşterinin satın aldığı ürün görünümü ve şekillini uzun süre koruması önemli bir parametredir. Uzun süre dayanımı kullanım haslığı denir.

Haslık Testleri

Uluslararası dekorasyonlar ile belirlenmiştir ve bu testler için standartlar oluşturulmuştur, TS EN ISO/IEC 17025 ölçümleme ve deney yapabilme kabiliyetine sahip kriterlerine uygun akredite olmuş laboratuvarları bu testler de standart değerler sağlamak için skala geliştirmişlerdir; mavi skala ve gri skala olmak üzere iki çeşittir.

Mavi skala: Değerlendirilmesinde sadece ışık haslıkları test edilir sekiz basamak olarak içinde yine ayrı derecelendirilmiştir.

Gri skala: Tüm haslık testleri ışık haslığı hariç gri skalaya göre değerlendirilir. Bu skala da 5 basamak olarak kullanılır. Gri skalaya örnek aşağıdaki tablo 1 ve şekil 3 te verilmektedir.

Gri skalaya göre derecelendirme:

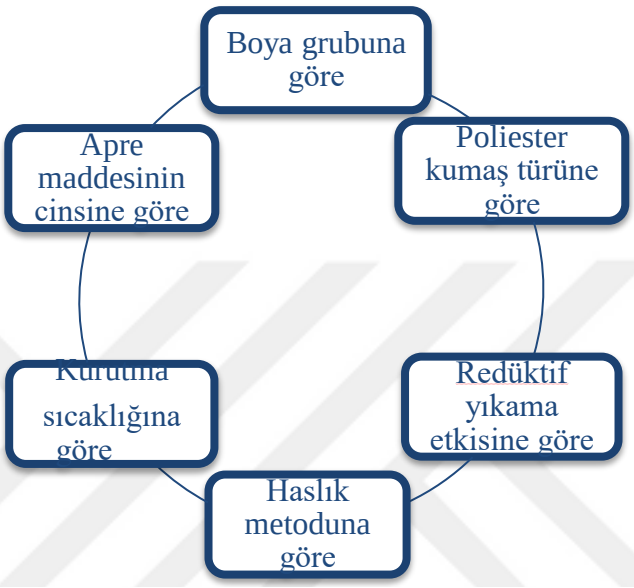
1.	**1/5:**	**2.**	**2/5**	**3.**	**3/5**	**4.**	**4/5**	**5.**
Çok kötü	Çok kötü	Kötü	Siyahlar ok diğeri ret	Sınır değer	Biraz kötü	Orta	İyi	Çok iyi

Tablo 1 Gri Değerlendirme Skalası



Şekil 3: Gri skala ISO 105 A02 değerlendirmesi örneği

Haslıkları Etkileyen Faktörler



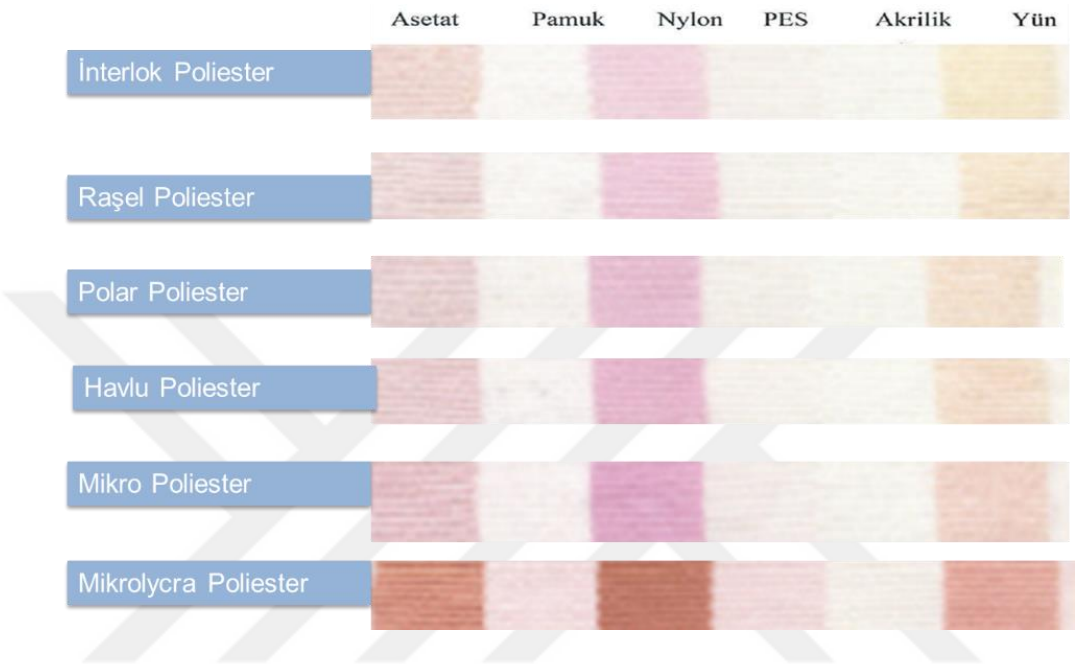
Şekil 4: Poliester kumaşlara etki eden faktörler

Haslıkları etkilen bir çok faktör bulunmaktadır. Bunlar şekil 4 verilmektedir. Şekilde 5 verilen boyarmadde moleküllü büyüdükçe yıkama haslığının daha iyi oldu gözlenmektedir. şekil 6 verilen örnekte aynı dipsers boyarmadde ile boyan farklı türedeki PES kumaşların yıkama haslıkları farklı olduğunu göstermektedir. Boyama sonrası yapılacak olan redüktüf yıkamada kullanılacak olan yardımcı kimyasalın yıkama haslığının sonuçlarına etki etmektedir.



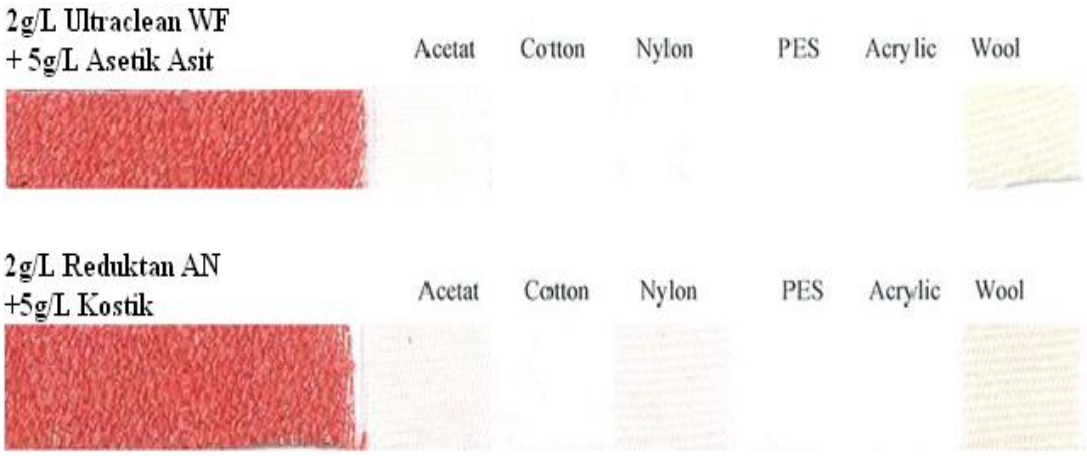
Şekil 5: Boyarmadde moleküllerinin yıkama haslığına etkisi

Poliester Kumaş Türüne Göre Yıkama Haslığı



Şekil 6: Polister kumaş çeşitlerine göre yıkama haslığı

İndirgen Maddelerin Yıkama Haslıkları Üzerine Etkisi



Şekil 7: Yıkama kimyasallarının haslıklara etkisi

2.3.1.Süblimasyon Haslığı

Süblimasyon haslığı, boyalı ve baskılı tekstil ürünlerinin renginin, kuru ısı etkisine karşı gösterdiği direnci ölçmek için yapılır. Bölümleri 120, 180 ve 210 ^{0}C'ye ayarlanmış fixotest cihazının iki levhası arasına yerleştirilerek 30 saniye bekletilir. Akma ve renk değişimi gri skala ile değerlendirilir. Test işlemi fixotest cihazı ile gerçekleştirilir. Bu cihaz, ısıtılabilir düzgün yüzeyli bir çift paralel plakadan oluşan, elektrikli sıcaklık



Şekil 8: Boyarmadde molekül boyutlarına göre sublimasyon haslığı etkisi

sistemi ile donatılmış olan ve test numunesinin tüm yüzeyine eşit olarak 4±1 kPa basınç uygulayabilen bir ısıtma tertibatıdır. Cihazın alt tabakası ısı aktarımını engellemek için asbest bir plaka, yünlü flanel dolgu ve pamuklu kumaş [boyanmamış, ağartılmış, 100-130 g/m^2 ağırlığında, düzgün yüzeyli] ile kaplanır. Testin yapılacağı sıcak kumaşı oluşturan elyafın türüne göre değişlik gösterir. Farklı tür elyaflardan oluşan Kumaş ise ısı direnci en düşük olan elyafa göre belirlemektedir.

3. MALZEME VE YÖNTEM

3.1. KULLANILAN KİMYASAL MADDELER

Anilin, akrilonitril, ekstra saf metanol, ekstra saf % 96 etanol, asetonitril sülfürik asit% 95-98 %37-36 saflıkta hidroklorik asit kloroform Merck 102445.2500 izopropil alkol merck 109634.2500, nitrat asidi merck 100456.2500, sülfat asidi merck 100731.2500, izopropil alkol merck 109634.2500, benzilklorür 2,6-dikloro-4-nitroaniline, 2,4-dinitro-6-bromo anilin, para nitro anilin

3.2. KULLANILAN CİHAZLAR

Çalışma sonunda elde edilen ürünler E.N. Electrothermal 9100 Erime Noktası cihazında ölçüldü. Abs. Spektrum Schımadzu UV–1601 UV/Vis spek. cihazı ile ölçüldü. FT-IR spek. Perkin Elmer - Spektrum Two spekt. ile alındı. Bileşiklerin ^{1}H-NMR spek. Bruker-Spect. Avance DPX 400 Ultra-Shield cihazı ile alındı. GC-MS Agılent 7890B, GC-MS QP2020 Shimadzu, LC-MS Shimadzu LCMS-8030, GC-2010 Plus Shimadzu GC-2010, HPLC Shimadzu LC-20A Boyarmaddelerin molar hacimleri ve molekül ağırlıkları ACD/Chemsketch 12 yazılım programında hesaplandı. Kumaşların ön yıkama ve ard işlemleri laboratuar tipi çamaşır makinesinde yapıldı. Kumaşların boyama işlemi ATAÇ lab-dye HT boyama makinasında yapıldı. Kumaşların boya alımı değerleri Perkin Elmer UV Lambda 25 Spektrofotometresinde belirlendi. Boyanmış ve redüktif işlemden geçmiş kumaşların renk ölçümleri Datacolor 600 model spektrofotometrede standard ışık D65, 10^{o} standard gözlemci koşullarında yapıldı. PLA, PET VE PA 6.6 lifli kumaşların yıkama haslığı [renk kirletme ve renk değişimi tayini] ISO 105: PLA ve PET için C06/B2S, 50 ^{o}C'de ve Poliamid 6.6 için C06/A2S, 40 ^{o}C'de, SDL ATLAS M228 Rotawash makinesinde yapıldı. PLA, PET VE PA 6.6 lifli kumaşların terleme haslıkları [asidik ve bazik] ISO 105 - E04 standardına göre yapıldı. PLA, PET VE PA 6.6 lifli kumaşların sürtme haslığı [yaş ve kuru] ISO 105: X12 standardına göre crockmetre cihazında manuel olarak yapıldı. PLA, PET VE PA 6.6 lifli kumaşların süblimasyon haslığı [kirletme ve renk değişimi] ISO 105-P01 standardına göre SDL Scorch Tester M247B cihazında yapıldı. PLA, PET VE PA 6.6 lifli kumaşların ışık haslığı ISO 105-B02 standardına göre Pro White Solar Box cihazında yapıldı. PLA, PET VE PA 6.6 lifli kumaşların su haslığı ISO 105-E01 standardına göre yapıldı. PLA, PET VE PA 6.6 lifli kumaşların deniz suyu haslığı ISO 105-E02 standardına göre yapıldı"

3.3. YÖNTEM

3.3.1.Azo Sentezi

Primer aromatik aminin diazolanması, azo boyarmaddelerin sentezinde kullanılan iki aşamalı reaksiyonun birinci basamağını oluşturmaktadır. Primer aromatik aminin sulu ortamdaki çözeltisinin 0-5 ^{o}C'de anorganik asit ile sodyum nitritin reaksiyona girmesi sonucunda diazonyum tuzu elde edilir. Reaksiyon için minimum 2,5 molle karşılık gelen anorganik asit ihtiyaçları bulunmaktadır. Bu şartlara göre, reaksiyon mekanizmasındaki farklı baz-asit dengelerin oluşması gerekmektedir.

$$Ar\text{-}NH_2 + 2HX + NaNO_2 \rightarrow ArN_2{+} + NaX + 2H_2O$$

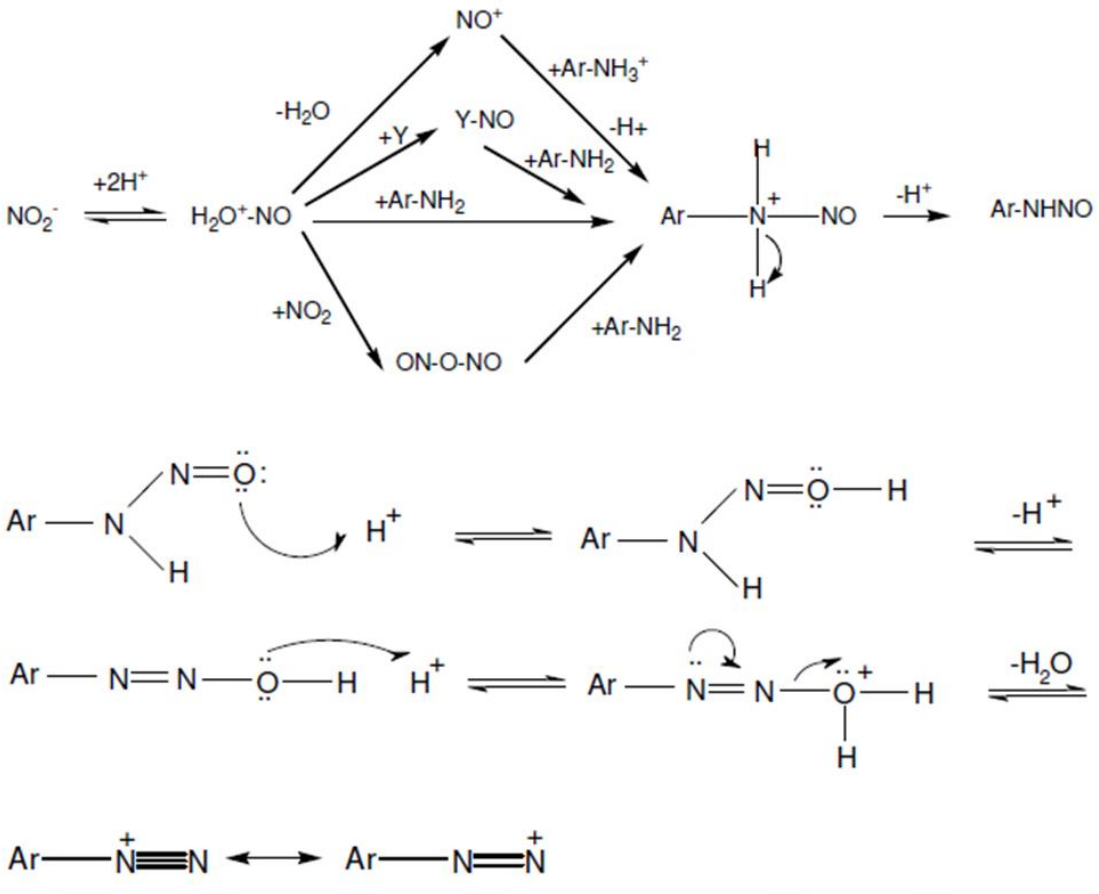
[X = Cl, Br, NO_3, HSO_4 gibi]

Zayıf alkali aminlerin diazolanmasında daha konsantre asit çözeltileri kullanılır.

Hughes, Ingold ve Ridd tarafından aromatik aminlerin diazo oluşum reaksiyon mekaniği açıklanmıştır[30]. Bu alandaki son çalışmalar Williams tarafından özetlenmiştir [31].

Diazolama reaksiyonunda öncelikli olarak aminin nitrozolanmasıdır. Sekonder alifatik veya sekonder aromatik aminlerle reaksiyonu sonlanır. Primer aromatik aminlerle, bulunan nitrozaminler çok hızlı gerçekleşen reaksiyon ile diazonyum iyonuna döner.

Nitrozolama çeşitleri ortamda bulunan hidronyum iyonun derişimine bağlı olarak değişir. Nitrozolama reaksiyonun mekanizması aşağıdaki yapıda özetlenmiştir.



Şekil 9: Diazo reaksiyon mekanizması:

Derişik H_2SO_4 gibi çok kuvvetli asitlerin bulunduğu şartlarda protonlanan nitröz asitten, nitrozonyum iyonu [NO^+] oluşur. Yüksek konsantrasyon asit şartlarda nitrozolama reaktifi ile reaksiyon serbest halde bulanan amin değil amonyum iyonu girer.

Konsantrasyonu düşük asit şartlarında sistemde bulunan Y^- gibi bir nükleofille katılma ürünü oluşur ve ürünü [elektrofil] daha sonra amin [nükleofilik substrat] ile reaksiyon girer. Bundan dolayı konsantrasyonu düşük HBr veya HCl çözeltilerinde nitrozolama reaktifi nitrozil bromür veya nitrozil klorürdür.

Su ortamında bulunan sülfürik ve perklorik asitte ise, bisülfat ve perklorat anyonları çok zayıf nükleofiller olduğu için nitröz asit iyonu, nitrit iyonları ile reaksiyona girerek nitrozolama reaktifi olan diazotrioksiti [nitröz asit anhidrit] dönüşür.

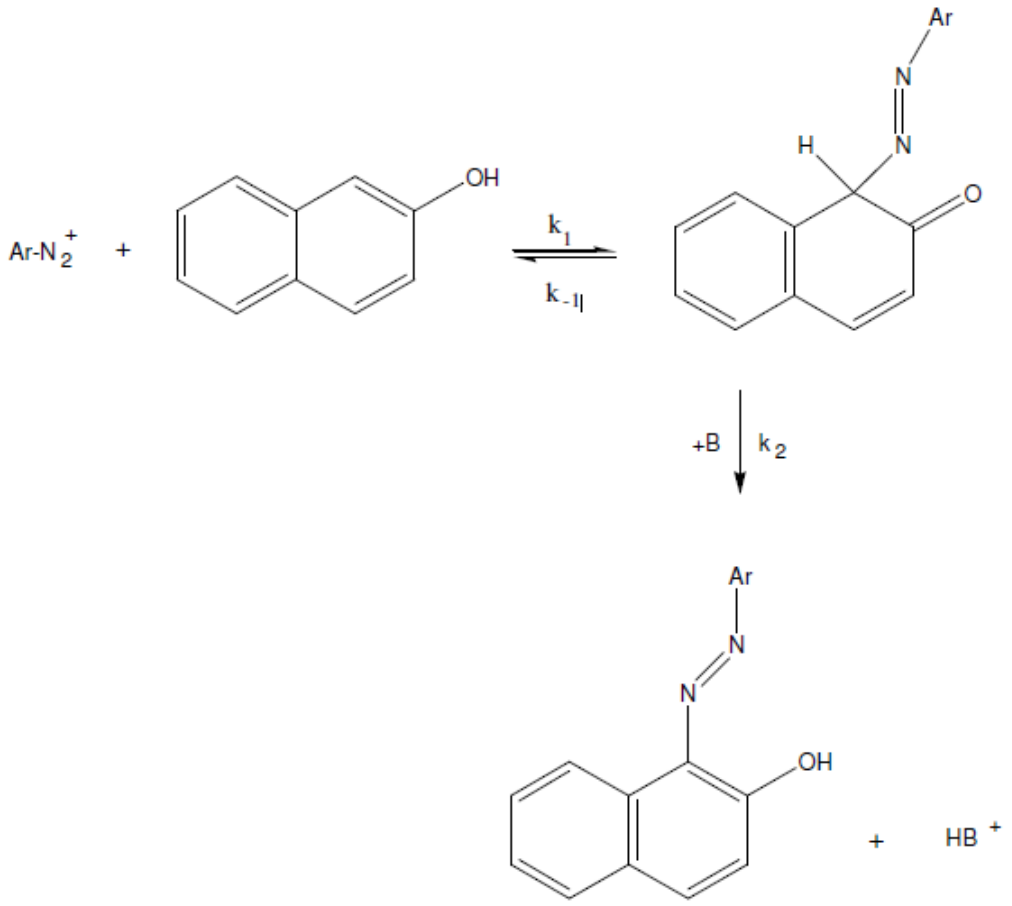
3.3.2. Kenetlenme Reaksiyonları

Diazonyum iyonlarının bir nükleofilik substratla verdiği elektrofilik aromatik yer değiştirme reaksiyonları azo kenetlenme reaksiyonları olarak adlandırılır. Nükleofilik substrata kenetlenme bileşeni denir. Diazonyum iyonları göreceli olarak zayıf elektrofiller olduğu için sadece -NH_2, -NHR, -OH, verilen örneklerden elektron tedarik eden fonksiyonel grupları ihtiva eden aromatik bileşikler kenetlenme bileşeni olarak adlandırılır.

Kenetlenme reaksiyonu yanlızca diazo bileşiklerinin konsantrasyona değil kenetlenme bileşenlerinin de dengeleri önemli bir yer tutar. Genel olarak, nükleofilik substratın etkinliği alkali konsatrasyonu artıkça boşta bulunan amin ve fenolat iyonu, amonyum ve fenol iyonundan daha hızlı tepkime verecektir. Daha etkin türlerin oluşumu şartları ortamda bulunan hidrojen iyonunun konsantrasyonuna bağlıdır. Kenetlenme ve diazo bileşenlerinin, çözeltide bulanan hidrojen iyonunun konsantrasyonuna ile değişen bu dengeleri kenetlenme reaksiyon kinetiği etkileştiğinden endüstriyel açıdan önemlidir. Kenetlenme reaksiyonları, diazonyum iyonu ile kenetlenme bileşenine göre enolat anyonu, aromatik amin ya da fenolat anyonu yönü doğrultusunda olmalıdır. Ortamın hidrojen iyonunun konsantrasyonuna göre fenoller için ise pH 9 civarında, enoller için pH:7-9 arası, aromatik aminler için pH:4-9 arasında olmalıdır.

Kenetlenme reaksiyonları kademeleri sülfolama, nitrolama gibi elektrofilik aromatik yer değiştirme reaksiyon kademeleriyle aynıdır. S_E2 mekanizması olarak adlandırılan bu yer değiştirmelerin ilk bölümünde elektrofil, nükleofilik substratın karbonuna bir kovalent bağla bağlanır ve ara ürün olarak bir σ kompleksi oluşur. Daha sonra baza bir proton transferi olur. Bu mekanizma ilk olarak Zollinger tarafından doğrulanmıştır [36].

2-naftolün kenetlenme mekanizması örnek olarak verilebilir:



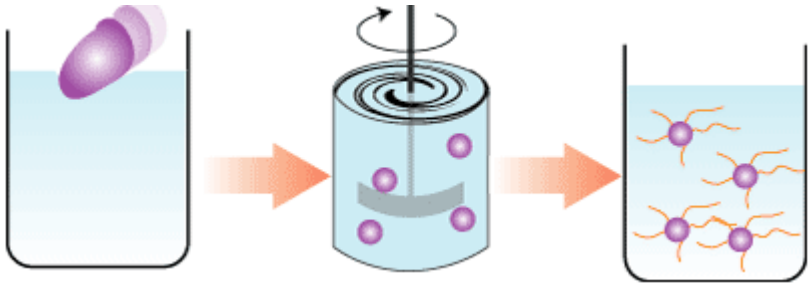
Şekil 10: Kenetlenme reaksiyonun mekanizması

Ortamdaki tüm hidrojen iyonları alıcıları alkali olarak etkiyebilir. Ortama alkali ilavesi reaksiyon hızını etkilemektedir. Bundan dolayı kenetlenme tepkimesi tipik genel alkali katalizli [OH^- iyonu katalizli] reakisyondur.

3.3.3. Dispersiyon

Dispersiyonlarda herhangi bir yapı görülmez; yani sıvı veya katı matriste ("dispersiyon ortamı") dağıtılan partiküllerin (veya emülsiyonlar: damlacıklar) istatistiksel olarak dağıtıldığı varsayılır. Bu nedenle, dispersiyonlar için genellikle süzme teorisinin özelliklerini uygun bir şekilde tarif ettiği varsayılır.

Bununla birlikte, perkülasyon teorisi sadece tanımlaması gereken sistem termodinamik dengede veya ona yakınsa uygulanabilir. Dispersiyonların (emülsiyonların) yapısı hakkında çok az sayıda çalışma vardır, ancak sayısız uygulamada tüm tür ve kullanımda bol miktarda bulunmaktadırlar



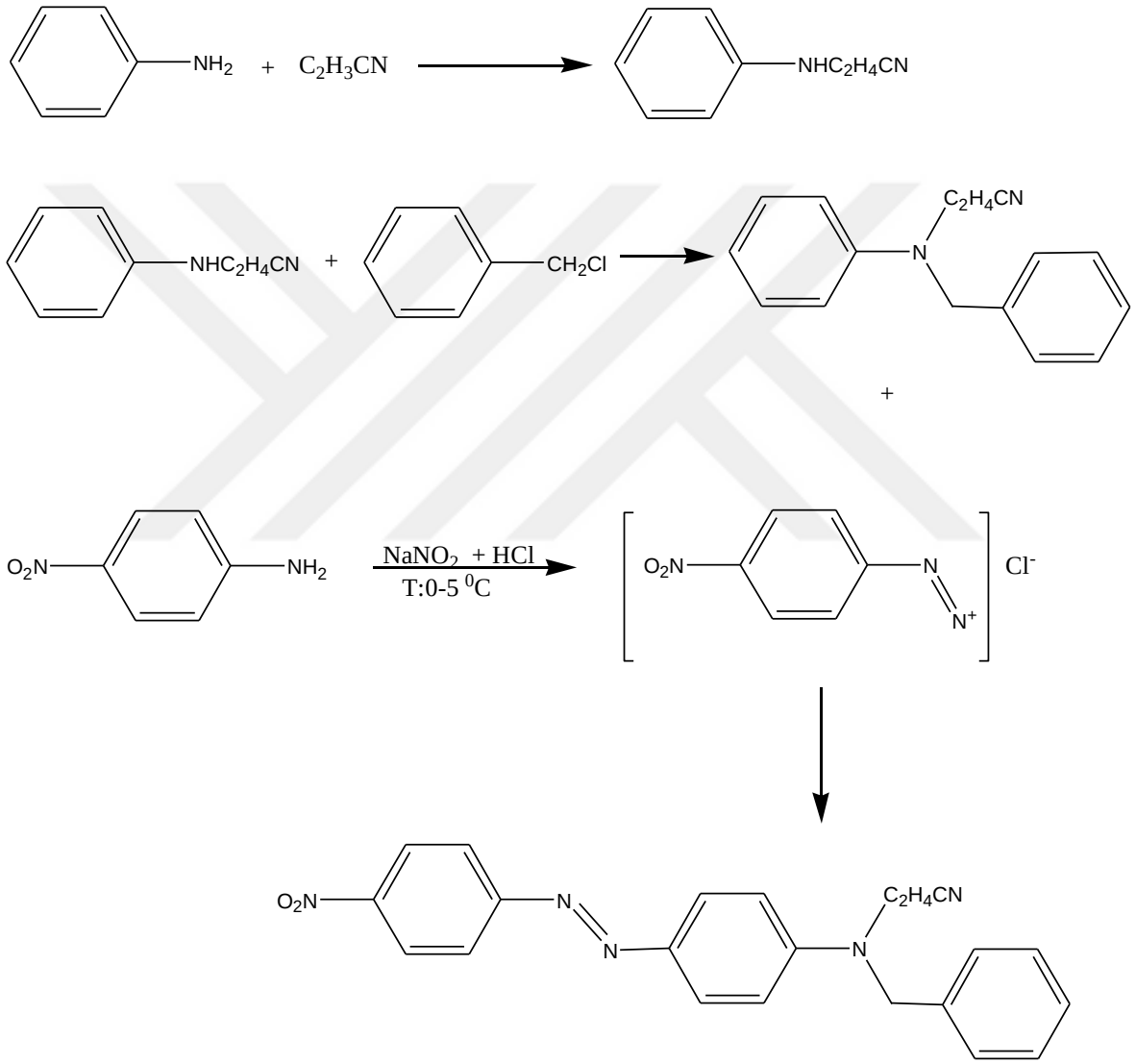
Şekil 11: Dispersiyon sistemine örnek

Aşağıda, sadece 1 um'den daha küçük bir dağılmış faz çapına sahip bu tür dispersiyonlar tartışılacaktır. Bu tür dispersiyonların (emülsiyonlar dahil) oluşumunu ve özelliklerini anlamak için, dağılmış fazın, farklı bir "yüzey" tarafından kaplanan ("ıslak") bir arayüz oluşturduğu ve bu nedenle bir arayüz oluşturduğu düşünülmelidir. Her iki yüzey de oluşturulmalıdır (bu da büyük miktarda enerji gerektirir) ve arayüzey gerilimi (yüzey gerilimi farkı), enerji girişini hiç telafi etmez.

Deneysel kanıtlar, dispersiyonların her türlü istatistiksel dağılımdan (termodinamik dengedeki bir sistem için özellikler olacak) çok farklı bir yapıya sahip olduğunu, ancak bunun aksine, denge dışı termodinamiklerle tanımlanabilen kendi kendini düzenlemeye benzer yapıları sergilediğini göstermektedir. Bazı sıvı dispersiyonların, kritik bir konsantrasyonun üzerinde (partikül boyutuna ve arayüzey gerilimine bağlı olarak) dağılmış bir fazın konsantrasyonunda jel veya hatta katı hale gelmesinin nedeni budur. Ayrıca, bir yalıtım matrisindeki dağınık iletken fazlı bir sistemde ani iletkenlik görünümü açıklanmıştır.

4. BULGULAR

4.1. DİSPERS ORANGE SENTEZİ

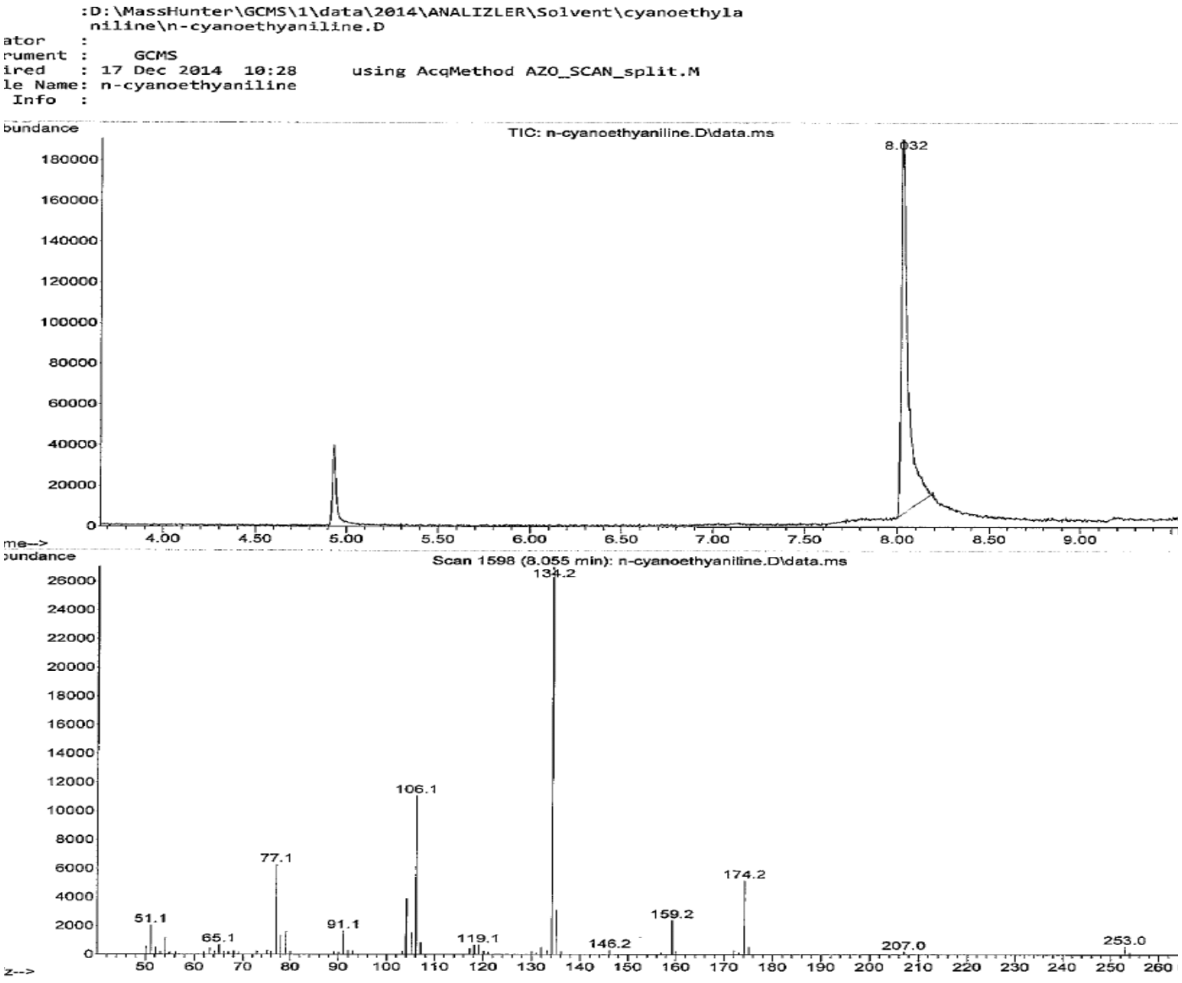


Şekil 12: Orange boyarmaddesinin sentez reaksiyonu

4.1.1. N-Etilsiyanoanilin

1 mol (93.0 g) anilin 3 boyunlu balon içerisine alınarak üzerine 1,5 mol (80.0 g)akrilonitril üç boyunlu balona verildi 11 g çinko klorür katalizörlüğünde 90-95 ^{0}C 20 saat reaksiyon tamamlandı. GC-MS ile reaksiyon kontrol edildi. Reaksiyon verimi % 95 olarak belirlendi. Elde edilen ürün ilk önce asidik su ile yıkanır daha sonra nötr su ile 2 defa yıkanır saf ürün elde edildi. ^{1}H NMR analizi yapıldı, sonuçları aşağıdaki gibidir. GC-MS analizinden elde edilen sonucu RT:8,032 [M^{+}]=146 dır

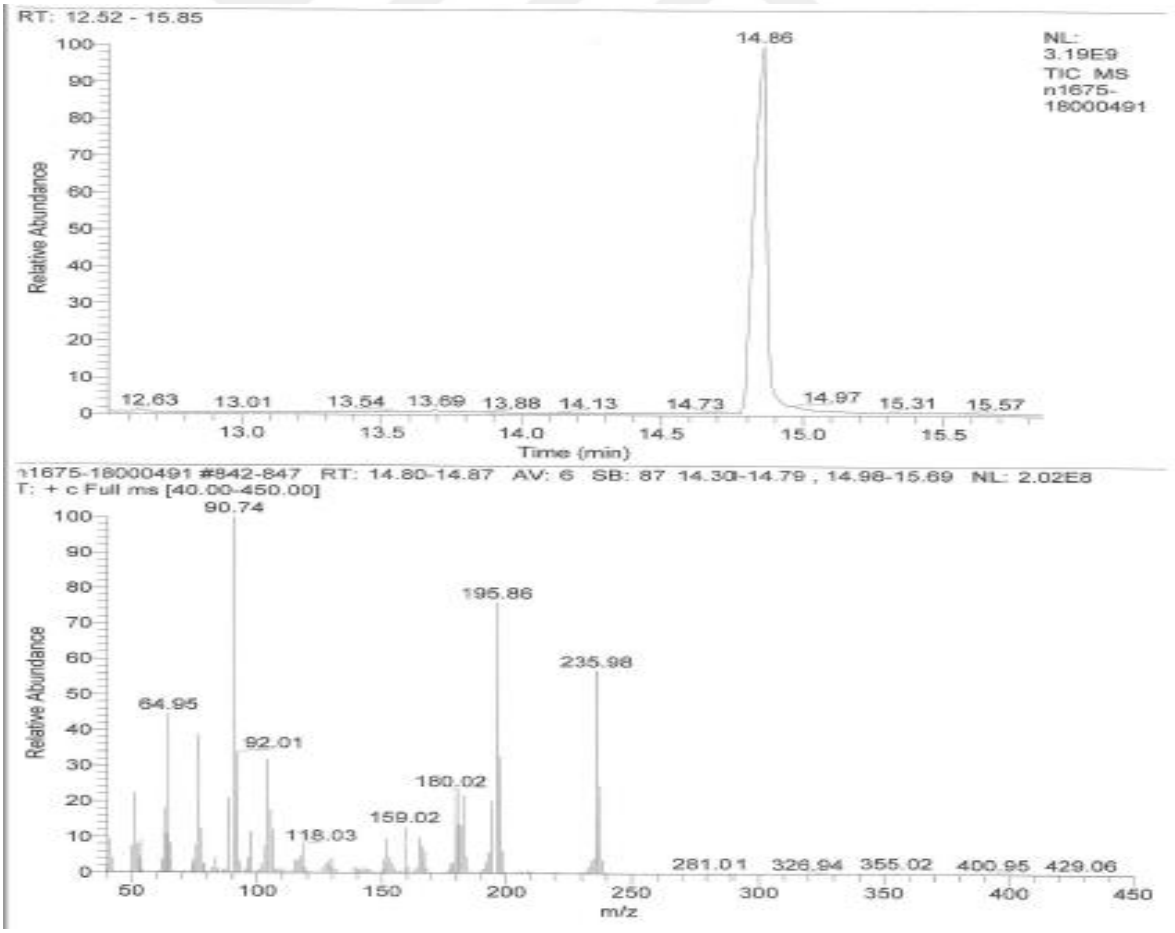
^{1}H NMR: δ 2.97 [2H, t, *J* = 6.6 Hz], 3.25 [2H, t, *J* = 6.6 Hz], 6.76 [2H, dddd, *J* = 8.3, 1.2, 1.2, 0.5 Hz], 7.03 [1H, tt, *J* = 8.1, 1.2 Hz], 7.24 [2H, dddd, *J* = 8.3, 8.1, 1.4, 0.5 Hz].



Şekil 13: N-etilsiyanoanilin GC-MS spektrumu

4.1.2. N-Benzil-N-Etilsiyanoanilin Sentezi

1 mol (146 g) N-etilsiyanoanilin 3 boyunlu boyun içerisine alınarak üzerine 200 g su alındı 150 g soda verildi 40 ^{0}C 1 saat karıştırılır daha sonra 150 g benzilklorür 3 saat damlatma hunisi ile 85 ^{0}C'de beslendi. İlave bittikten sonra 85 ^{0}C'de 15 saat reaksiyon karıştırıldı. GC-MS ile reaksiyon kontrol edildi. Reaksiyon verimi %95 tir. Elde edilen ürün ilk önce asidik su ile yıkanır daha sonra nötr su ile 2 defa yıkanır saf ürün ^{1}H NMR sonuçları aşağıdaki gibidir. GC-MS sonucu rt:14,86 [M^+]=235,98 dır ^{1}H NMR: δ 2.97 [2H, t, *J* = 6.8 Hz], 3.40 [2H, t, *J* = 6.8 Hz], 4.41 [2H, s], 6.85-6.95 [3H, 6.92 [dtd, *J* = 8.3, 1.2, 0.5 Hz], 6.88 [tt, *J* = 8.1, 1.2 Hz]], 7.18-7.38 [7H, 7.32 [tt, *J* = 7.7, 1.4 Hz], 7.27 [dddd, *J* = 7.9, 1.4, 1.0, 0.5 Hz], 7.24 [dddd, *J* = 8.3, 8.1, 1.4, 0.5 Hz], 7.33 [dddd, *J* =7.9, 7.7, 1.8, 0.5 Hz]].



Şekil 14: N-benzil-N-etilsiyanoanilin GC-MS spektrumu

4.1.3. Paranitro Anilin Diazoun Hazırlanması

1 mol (140 g) p-nitro anilin ve 1,02 mol (70 g) sodyum nitrit 500 g su karıştırıldı. Sodyum nitrit çözünmesi sağlandı. 1000 g su, 500 g buz ve % 30 luk 700 g hidroklorik asit behere alınıp karıştırıldı. Üzerine p-nitro anilin ve sodyum nitrit karışımı yavaş yavaş ilave edildi. 2 saat karıştırılarak ortamda bulanan nitrit fazlası 2 g sülfamik acid ile uzaklaştırıldı ve çözünürlüğü kontrol edildi.

4.1.4. Dispers Orange Azoboyarmaddenin Sentezi

5 kg lık bir beherin içerisine 500 g buz ve 500 g su alındı 1 mol N-benzil-N-etilsiyanoanilin ve 1 mol paranitro anilin diazo çözeltisi ile daha önceden hazırlığımız her ikisi aynı anda beher yarım saatte beslenir bu şekilde 20 saat 0-5 ^{0}C arasında karıştı. 1000 g % 25 lık amonyak ile pH:5,5 yapıldı ve 60 ^{0}C ısıtıldı. Bu şekilde 1 saat daha karıştırılır daha sonra süzme işlemi yapıldı. Süzmeden sonra sırasıyla saf su, asidik su ve saf su ile yıkanır. 375 g boya elde edildi.

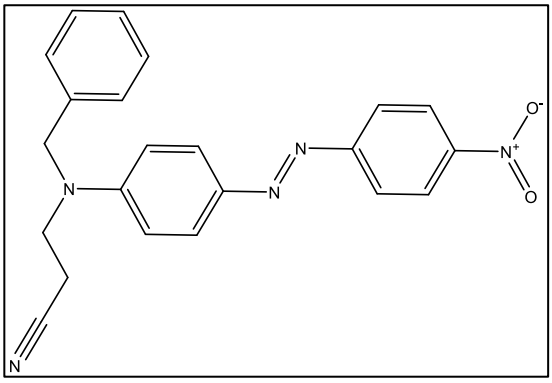
Elde edilen kekin DSC, FTIR, UV ve LS-MS/MS ile yapısı aydınlatıldı.

DSC sonucuna göre erime noktası 143 ^{0}C'dir.

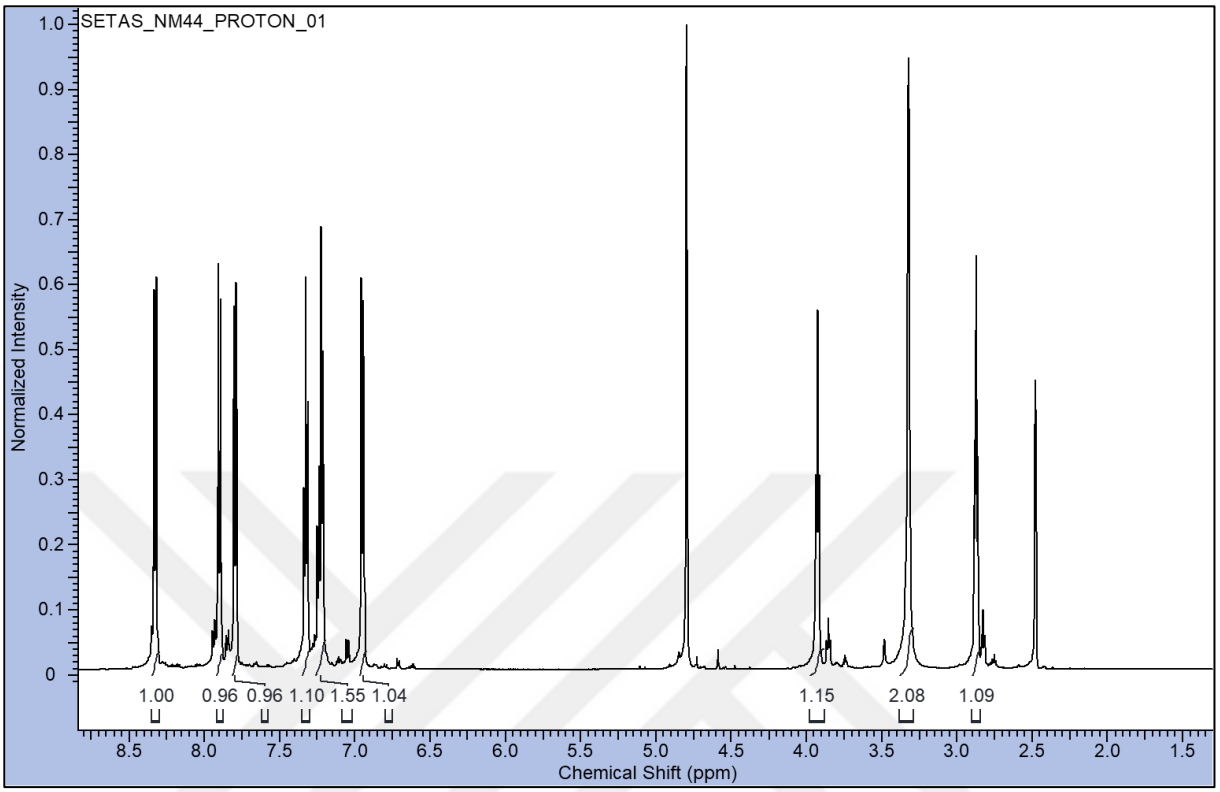
FT-IR sonucuna göre boyarmaddede bulunan işlevsel gruplardan N=N:1500 cm^{-1} Ar:2850 cm^{-1} varlığı tespit edildi.

UV: 453 nm max absorbsiyon yaptığı boyanın görünür bölgede kırmızı olduğu belirlendi.

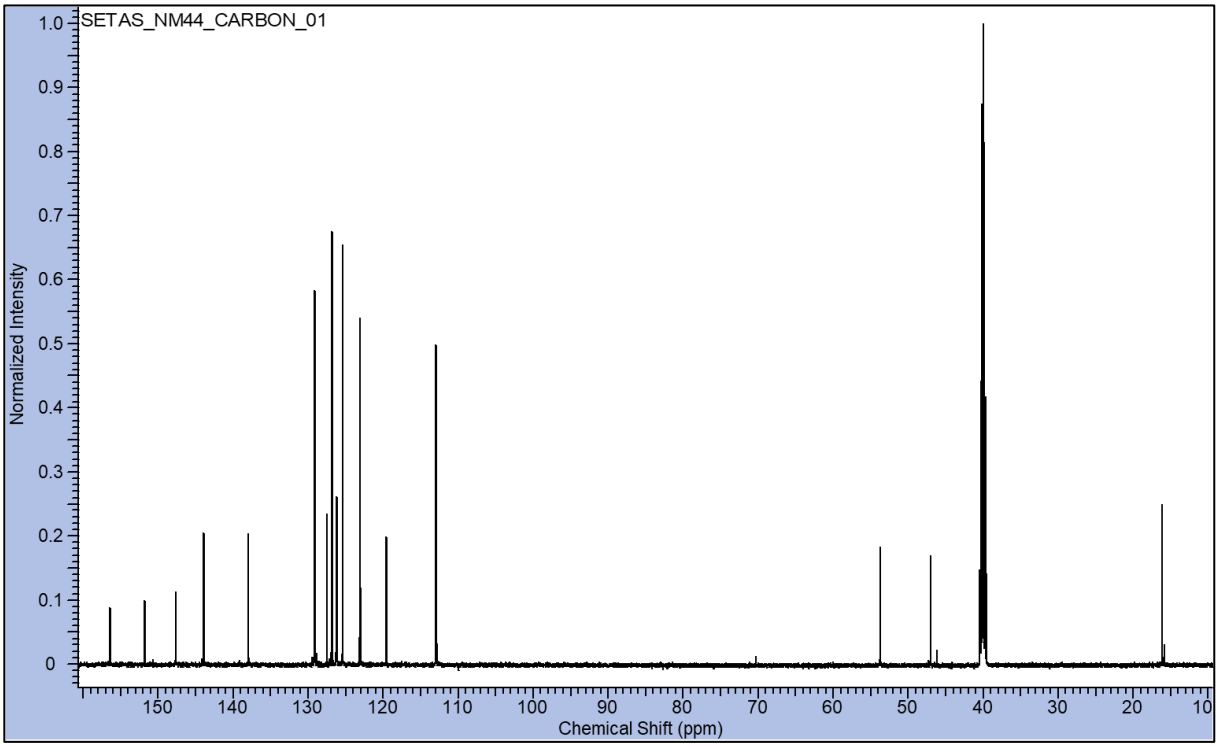
LS-MS/MS:[M^{+}]:385iyonları tespit edildi**.**



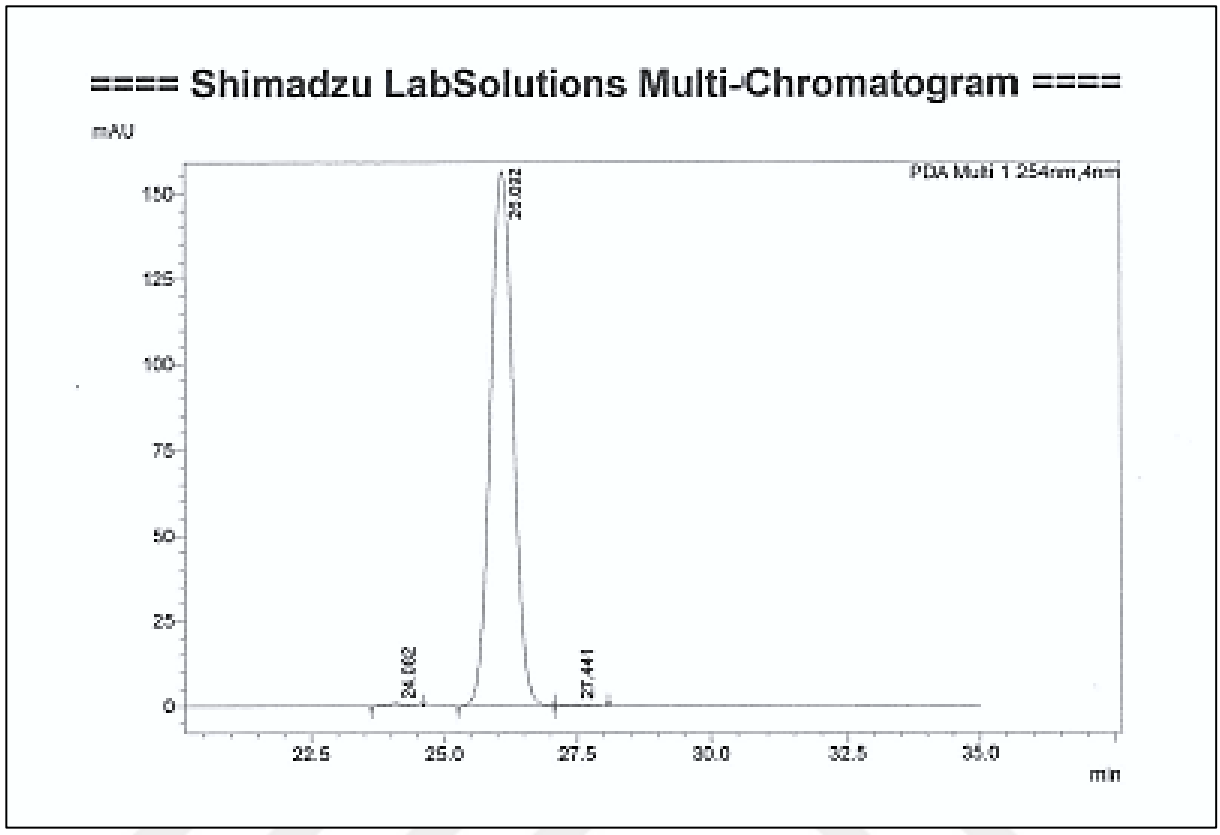
Şekil 15: Dispers orange boyarmadde molekül formülü



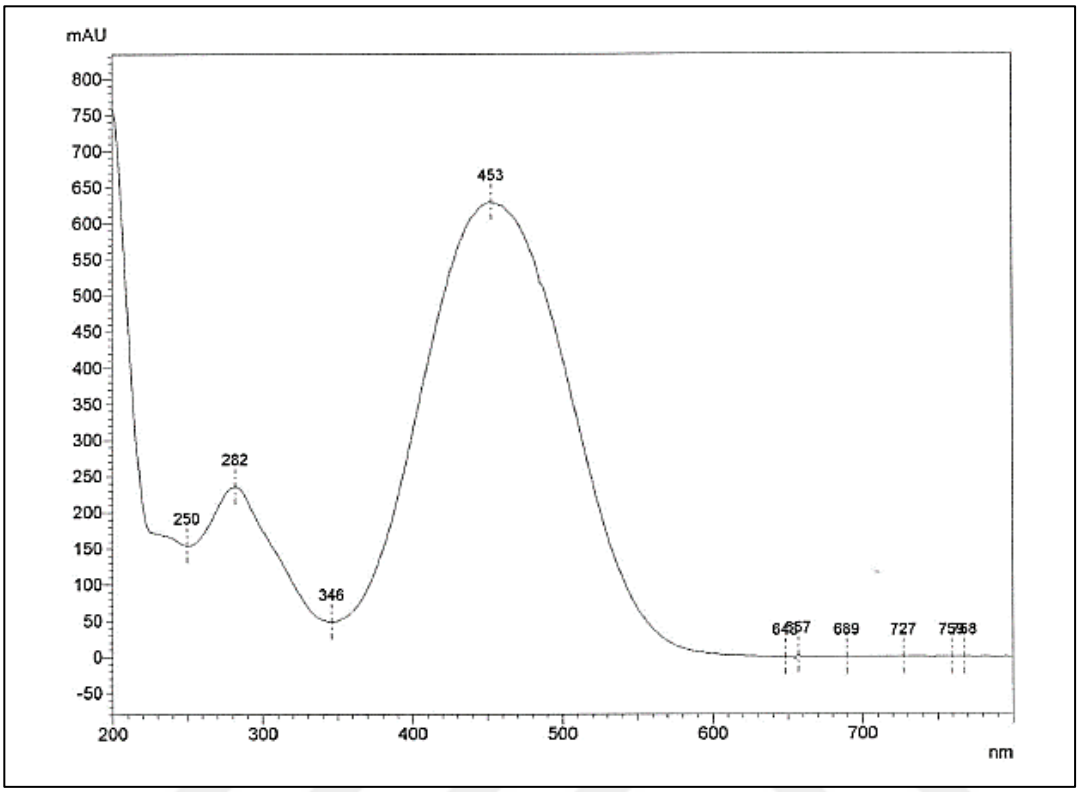
Şekil 16: Dispers orange boyarmadde ^{1}H NMR spektrumu



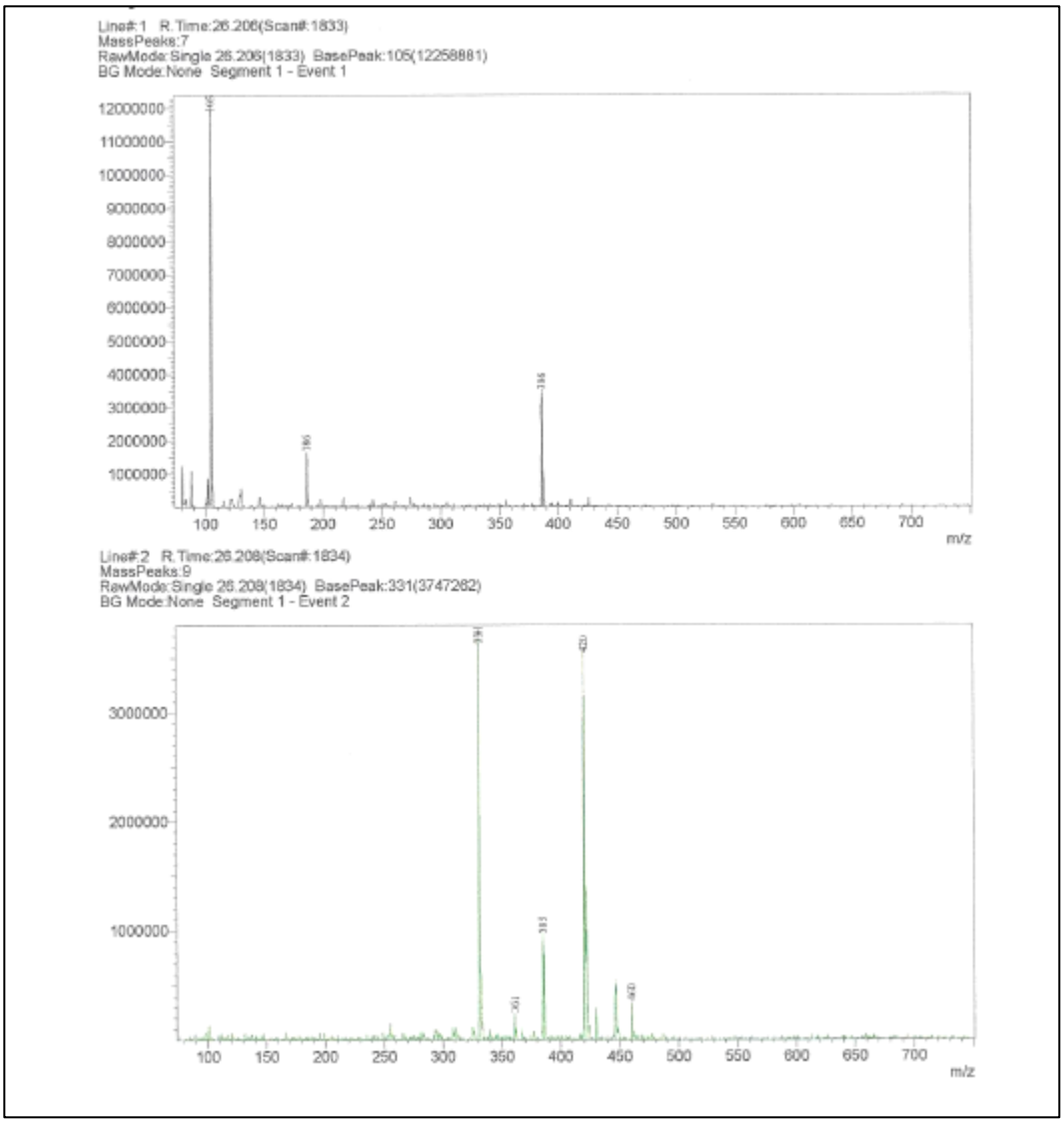
Şekil 17: Dispers orange boyarmadde ^{13}C NMR spektrumu



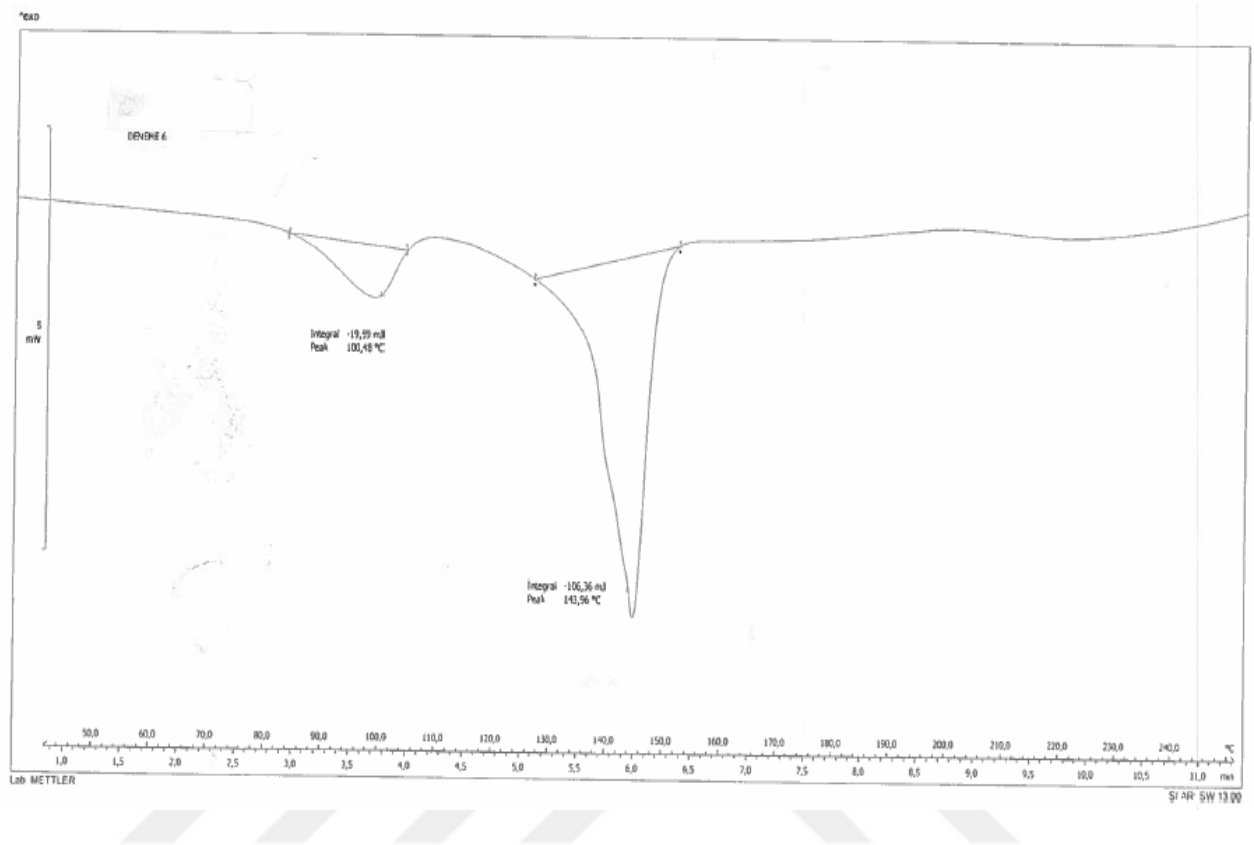
Şekil 18: Dispers orange boyarmadde LC-MS/MS spektrumu



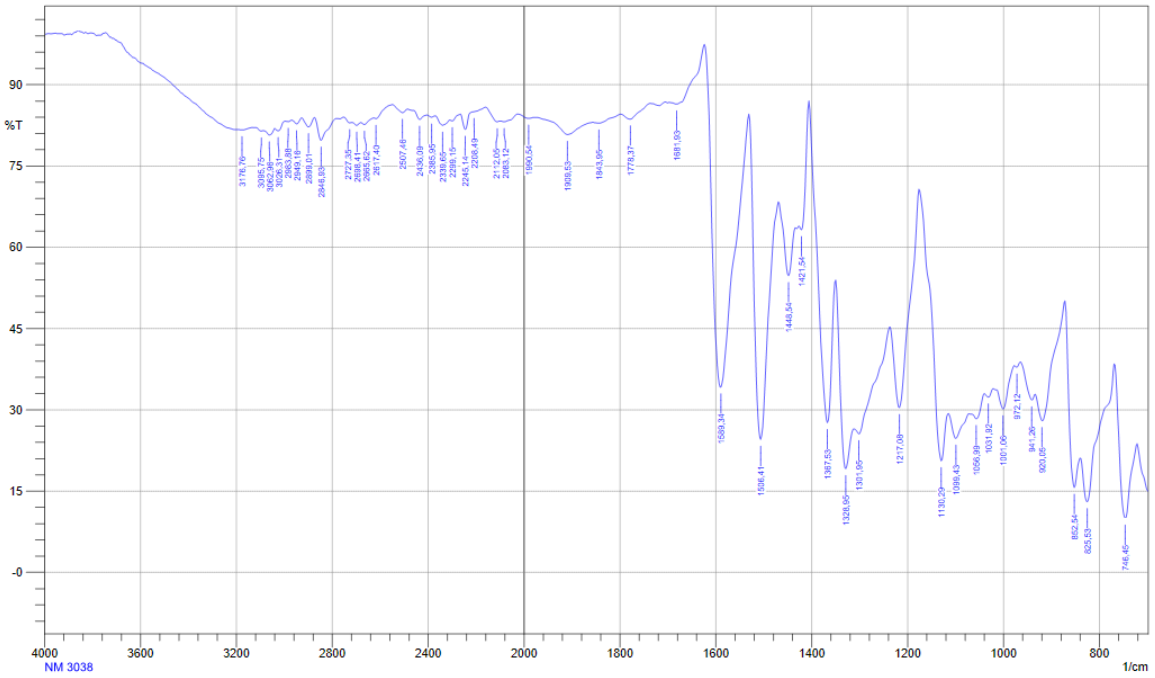
Şekil 19: Dispers orange boyarmadde UV-Vis spektrumu



Şekil 20: Dispers orange boyarmadde LC-MS/MS spektrumu



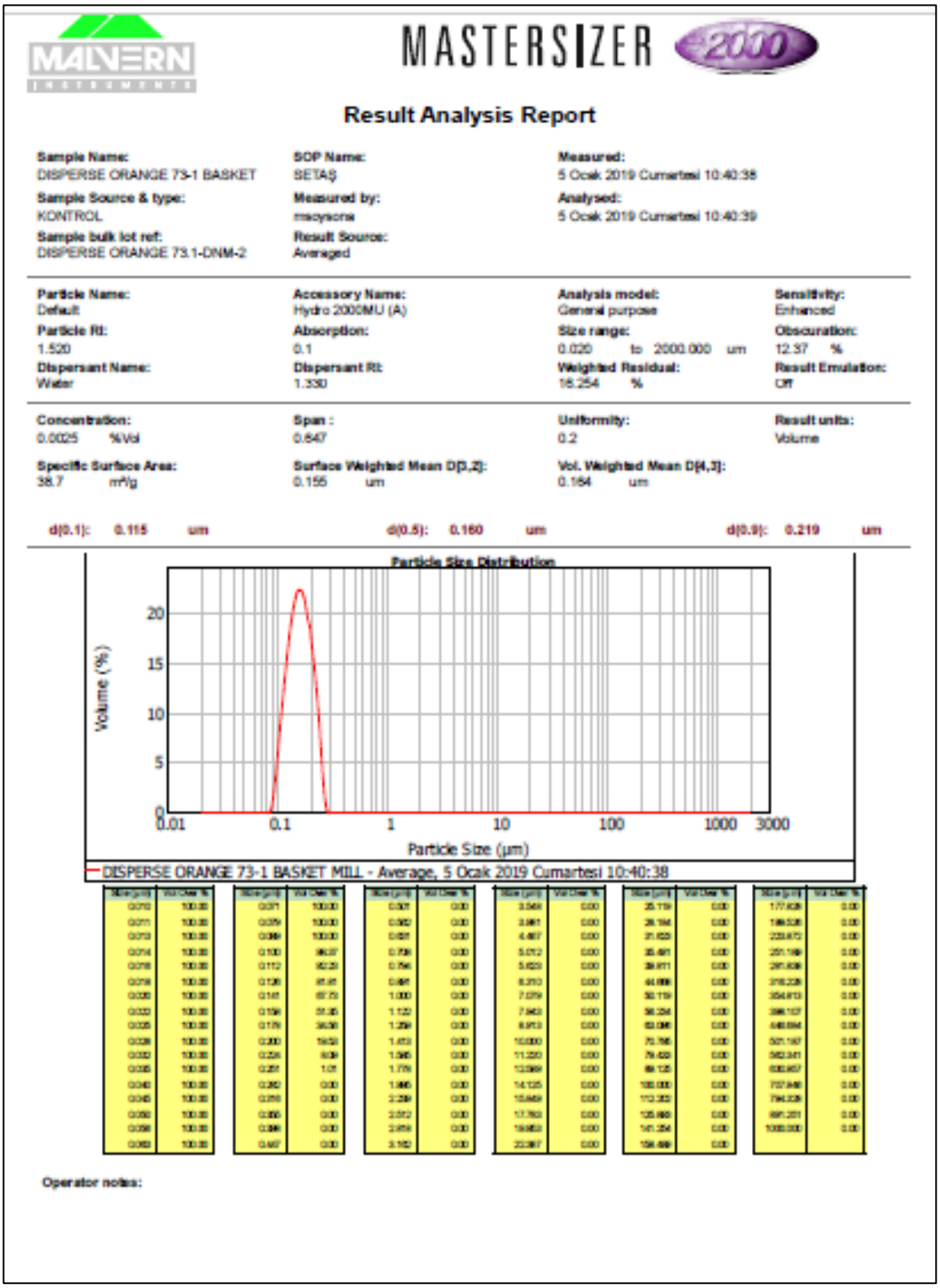
Şekil 21: Dispers orange boyarmadde DSC sonucu



Şekil 22: Dispers orange boyarmadde FT-IR sonucu

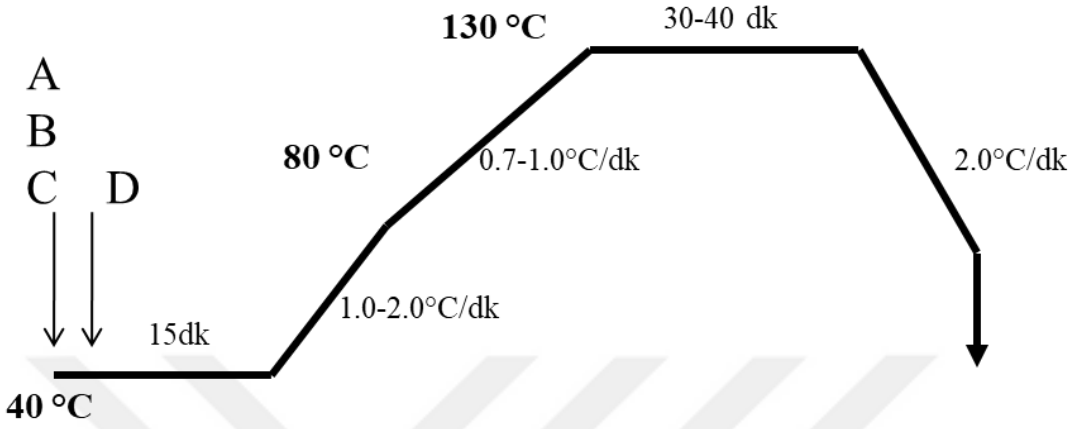
4.1.5. Dispers Orange Azo Boyarmaddenin Dispersiyonunun Yapılması

Dispers orange azo boyarmaddeden 150 g alındı üzerine Sodyum ligno sülfonat 75 g ilave edildi. Daha sonra 100 g saf su 10 g gliserin verilerek bu karışım hızlı karıştırıcıda 3 saat karıştırıldı. Bu karışım zirkonyum bilyelerin bulunduğu basket mille alındı. Burada 35-40 ^{0}C arasında 48 saat mekanik öğütme işlemi yapılıdı. Daha sonra tanecik boyutu ölçümü yapıldı. Ortalama tanecik boyutu d[0,5]:0,238 nm dır.



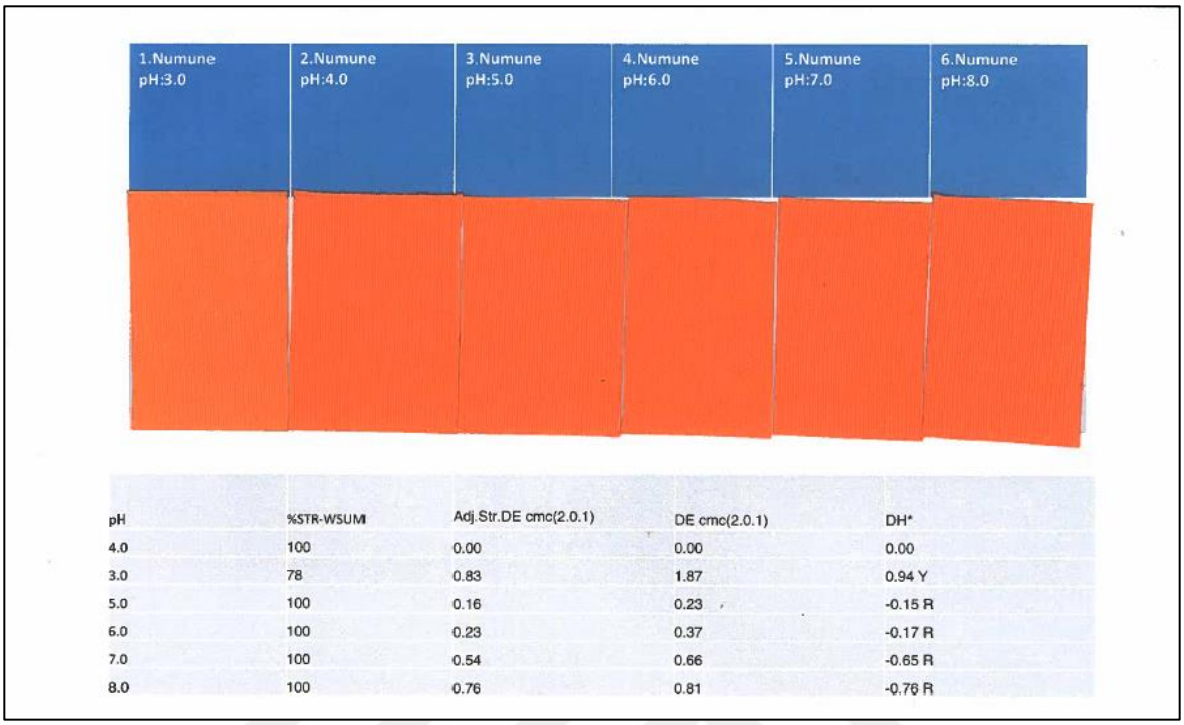
Şekil 23: Dispers orange boyarmadde tanecik dağılımı

4.1.6. Dispers Orange Azo Boyarmaddenin Uygulama Prosesi



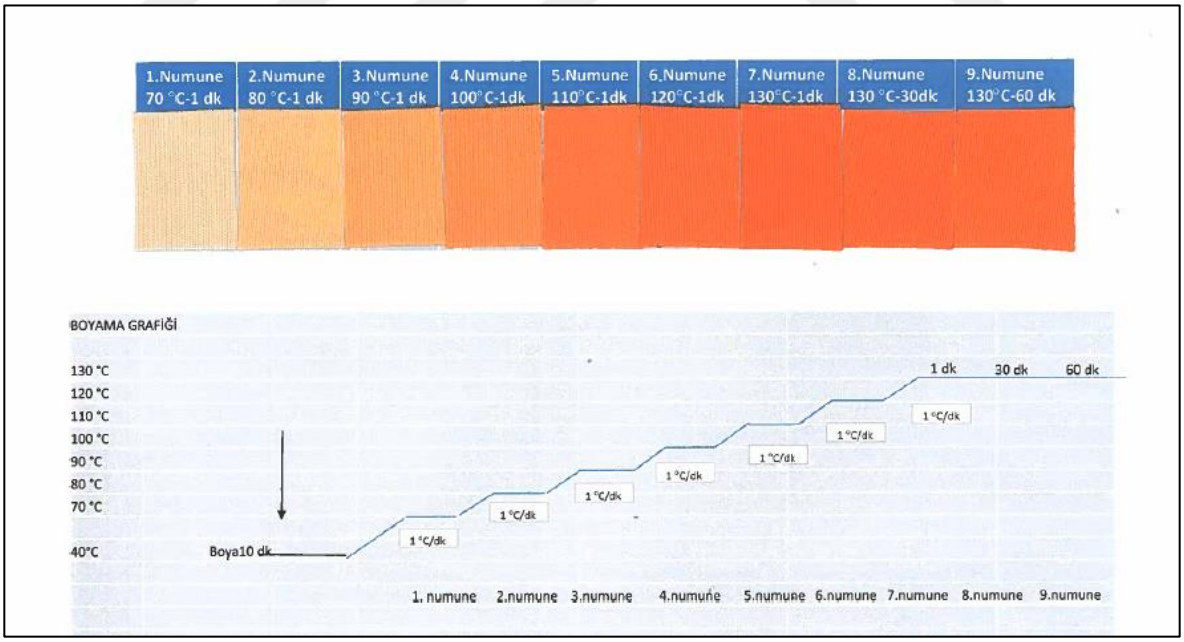
	0.5-1.0 g/lt Setalan SW-N (boya çözerken)
A	Setacid SAB Ph:4.0-4.5
B	1.0-2.0 g/lt Setalub ACA
C	0.50 g/lt Setalan DFT New
D	%0,2 Disperse orange boyarmadde

Şekil 24: Orange Boyarmadde ile Boyama Prosesi



pH	%STR-WSUM	Adj.Str.DE cmc(2.0.1)	DE cmc(2.0.1)	DH*
4.0	100	0.00	0.00	0.00
3.0	78	0.83	1.87	0.94 Y
5.0	100	0.16	0.23	-0.15 R
6.0	100	0.23	0.37	-0.17 R
7.0	100	0.54	0.66	-0.65 R
8.0	100	0.76	0.81	-0.76 R

Şekil 25:Orange boyarmadde ile boyama prosesinde pH'ın etkisi



Şekil 26: Orange Boyarmaddenin Boyama Prosesinde Çekim Eğrisi

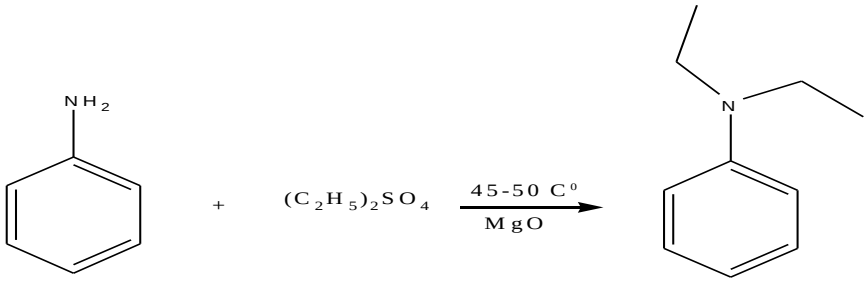


Şekil 27: Dispers orange azo boyarmaddenin haslık testlerinin sonucu

.

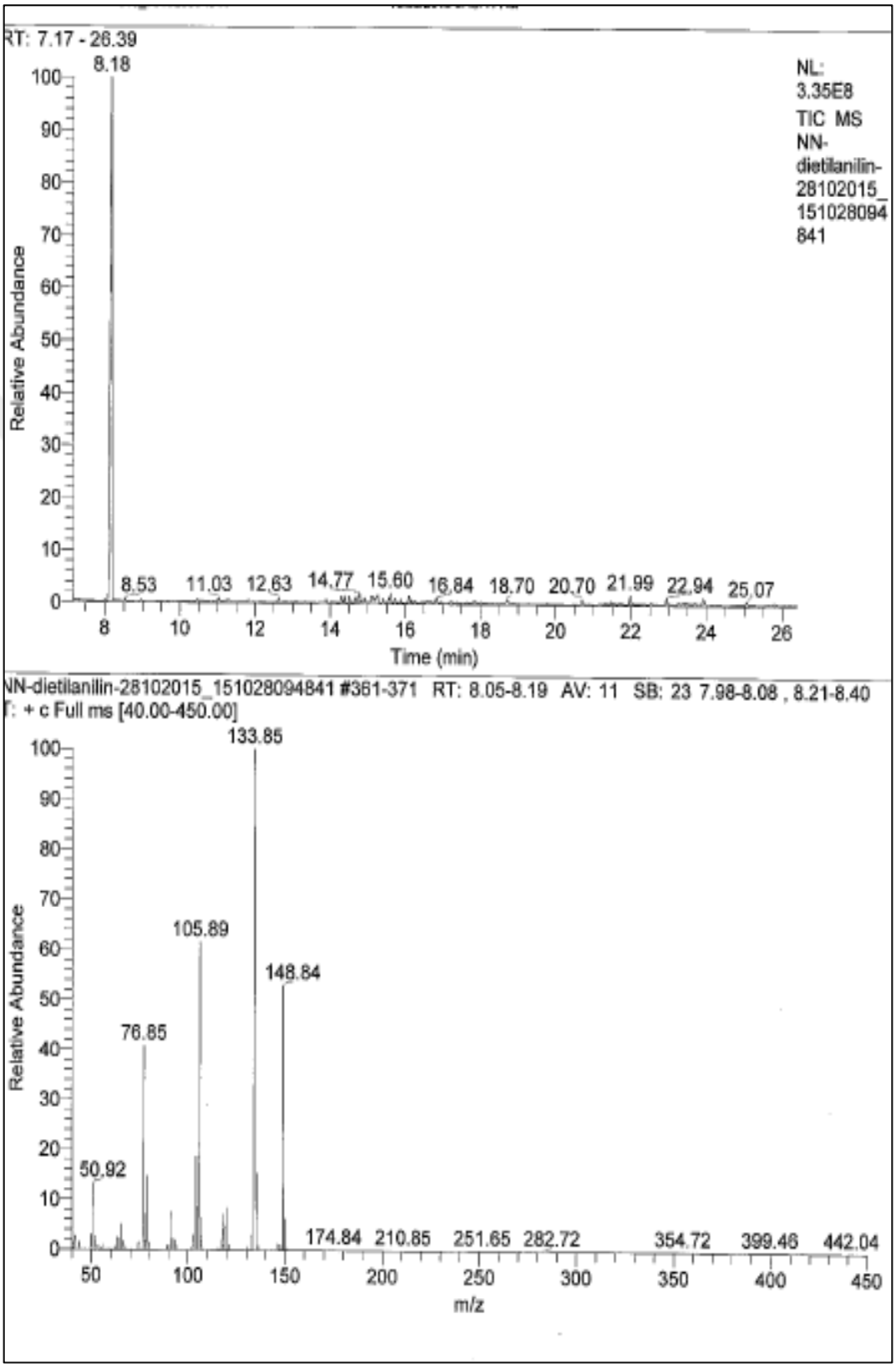
4.2. N,N-DİETİL-ANİLİN SENTEZİ

Red ve Blue ile ilgili sentez çalışmaları yapılmıştır. Her iki sentez çalışmasında kullanılan N,N dietil-anilin sentezi aşağıdaki gibidir.



Şekil 28: N,N-dietil-anilin sentezi

1 mol anilin üç boyunlu boyun içerisine alınarak üzerine 300 g su verildi. 1 mol MgO yavaş yavaş ilave edilip sıcaklık 45 ^{0}C'ye çıkartıldı. 2,4 mol dietilsülfat damlatma hunisi ile 5 saatte 45-50 ^{0}C ilave edildi. Daha sonra geri soğutucu altında 12 saat sonunda reaksiyon tamamlandı. GC-MS ile reaksiyon kontrol edildi. Daha 70-75 ^{0}C ısıtıldı. Ortamdaki dietilsülfat uzaklaştırıldı. 250 g asetik asit ile N,N dietil-anilin çözüldü. GC-MS'de reaksiyon % 99 olarak hesaplandı. MS sonuçlarında $[M^+]$=148,84 $[M^+-CH_3]$=133,84 N metil anilin =105 iyonları olduğu belirlendi. N,N dietil-anilinin GC-MS spektrumu aşağıdaki gibidir**.**



Şekil 29: N,N dietil-anilinin GC-MS spektrumu

4.3. DİSPERS RED SENTEZİ

Dispers red sentezi iki basamaktan oluşmaktadır. Birinci basamakta 2-siyano-4-nitro-anilin diazo bileşiği hazırlanır. İkinci basamakta hazırlanan diazo ile N,N dietil anilin ile kenetlenir.

4.3.1. 2-Siyano-4-Nitro-Anilin Diazo

120 g sülfürik asit alındı, üzerine 0,1 mol sodyum nitrit yavaş yavaş ilave edilerek 70 ^{0}C'ye ısıtılıp berrak bir çözelti elde edildi. Daha sonra 15-20 ^{0}C soğutulup üzerine 30 g asetik asit ilave edildi. -5 ^{0}C buz banyosu ile soğutuldu. Toz halde 0,1 mol 2-siyano-4-nitro-anilin ilave edildi. Sıcaklık kontrollü yapılarak sıcaklığın kesinlikle -5 ^{0}C üzerine çıkmamasına dikkat edildi. İlave tamamlandıktan sonra 2 saat karıştırıldı.

4.3.2. Dispers Red Kenetleme Reaksiyonu

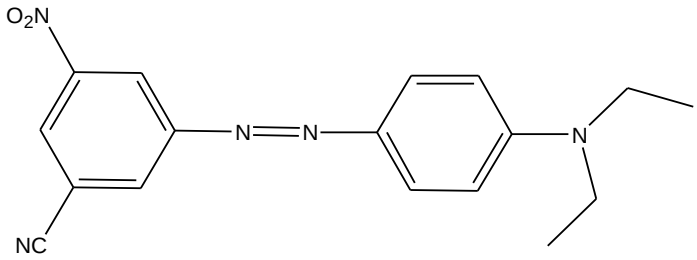
İkinci basamak olan kenetlemede bir behere 5 g sülfamik asit, 25 g sodyum asetat ve 500 g buz alınıp N,N-dietilanilin ve 2-siyano-4-nitro-anilin diazo bileşiğini yavaş yavaş beherin içerisine ilave edildi. Bu şekilde 2 saat karıştırılıp süzme işlemi yapıldı. Süzmeden sonra elde edilen kek su ile yıkandı. Bu işlem sonunda 75 g % 40'lık kek elde edilir. Elde edilen kekin DSC, FTIR, UV ve LS-MS/MS ile yapısı aydınlatıldı.

DSC sonucuna göre erime noktası 158 ^{0}C'dir.

FT-IR sonucuna göre boyarmaddede bulunan işlevsel gruplardan N=N:1500 cm^{-1} Ar:2850 cm^{-1} varlığı tespit edildi.

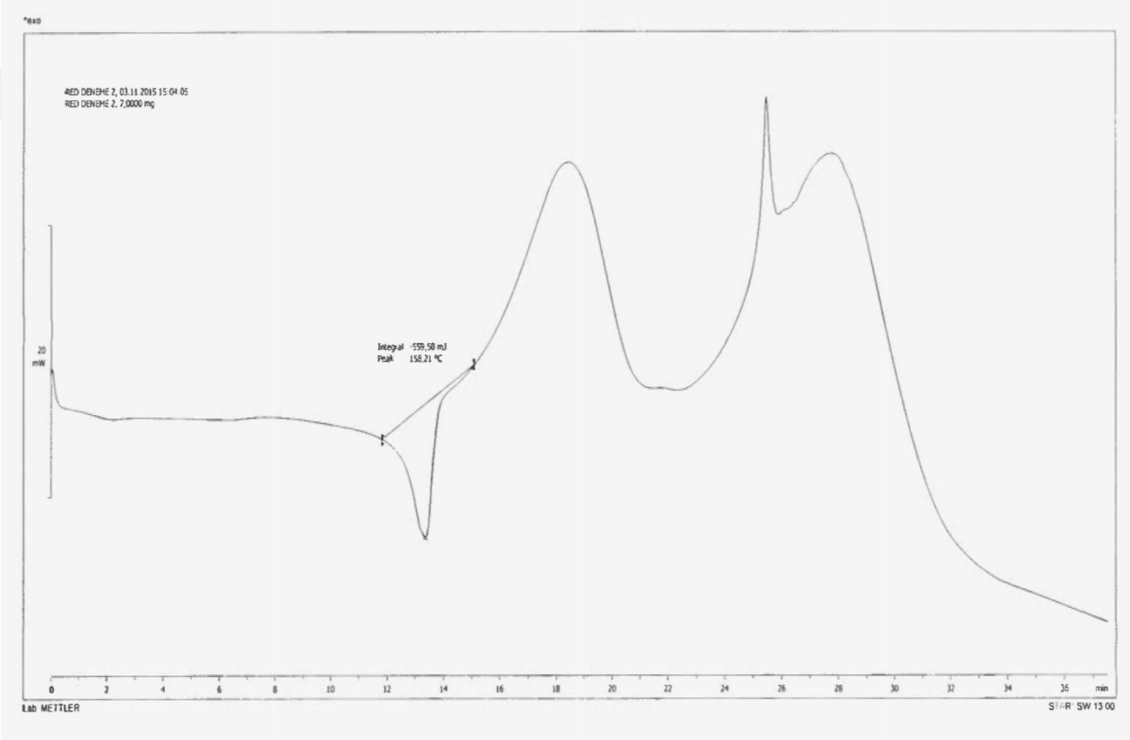
UV: 519 nm max absorbsiyon yaptığı boyanın görünür bölgede kırmızı olduğu belirlendi.

LS-MS/MS:[M^+]:322, [M^++NH_3]:339, [M^+-CN]:297, [M^+-CN-NO_2]:255 iyonları tespit edildi**.**

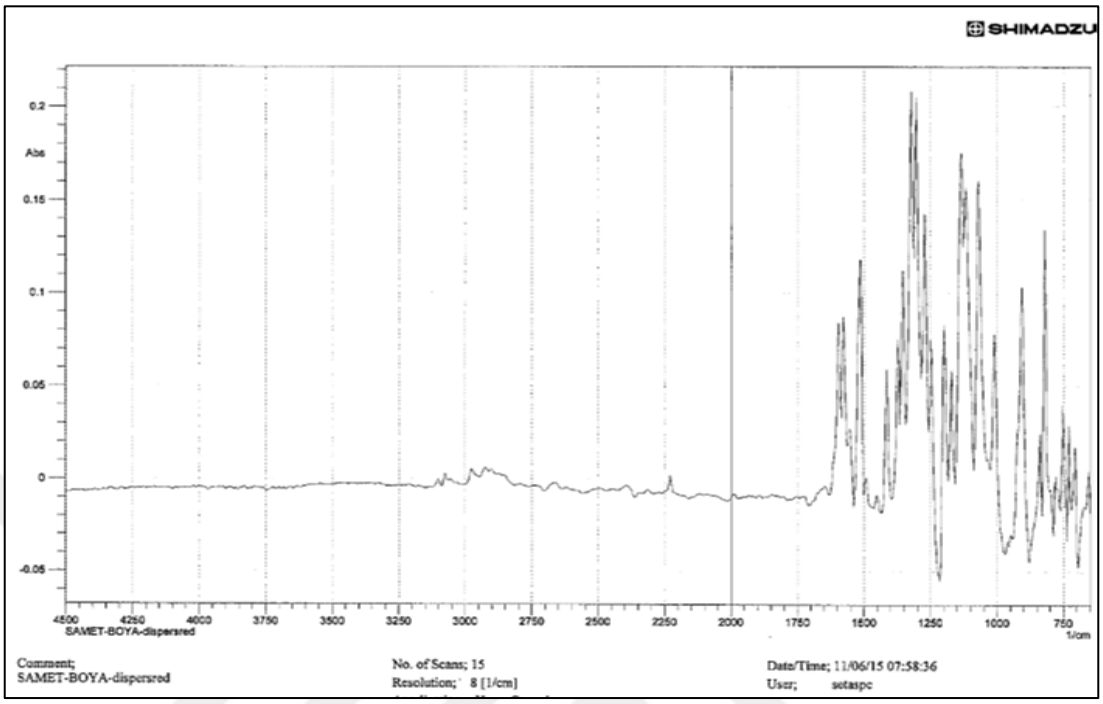


Şekil 30: Dispers red boyarmaddenin molekül formülü

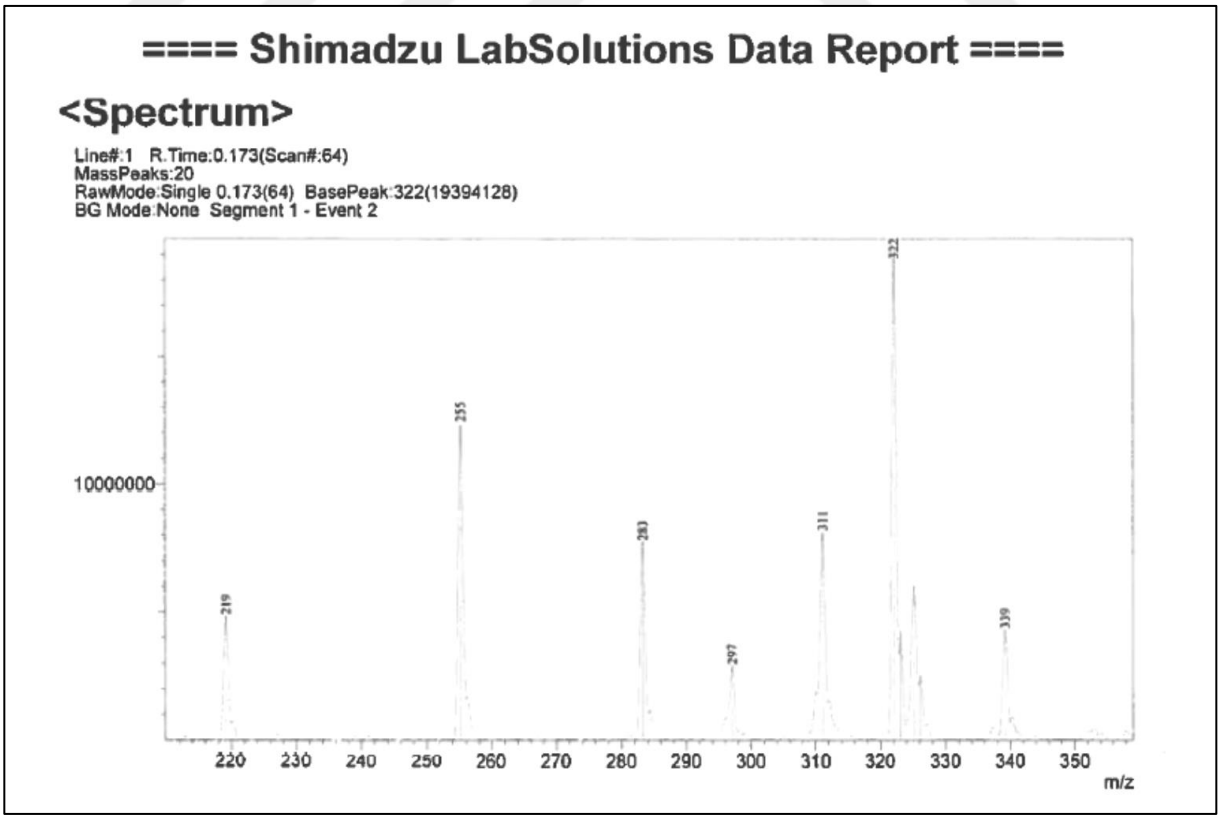
•



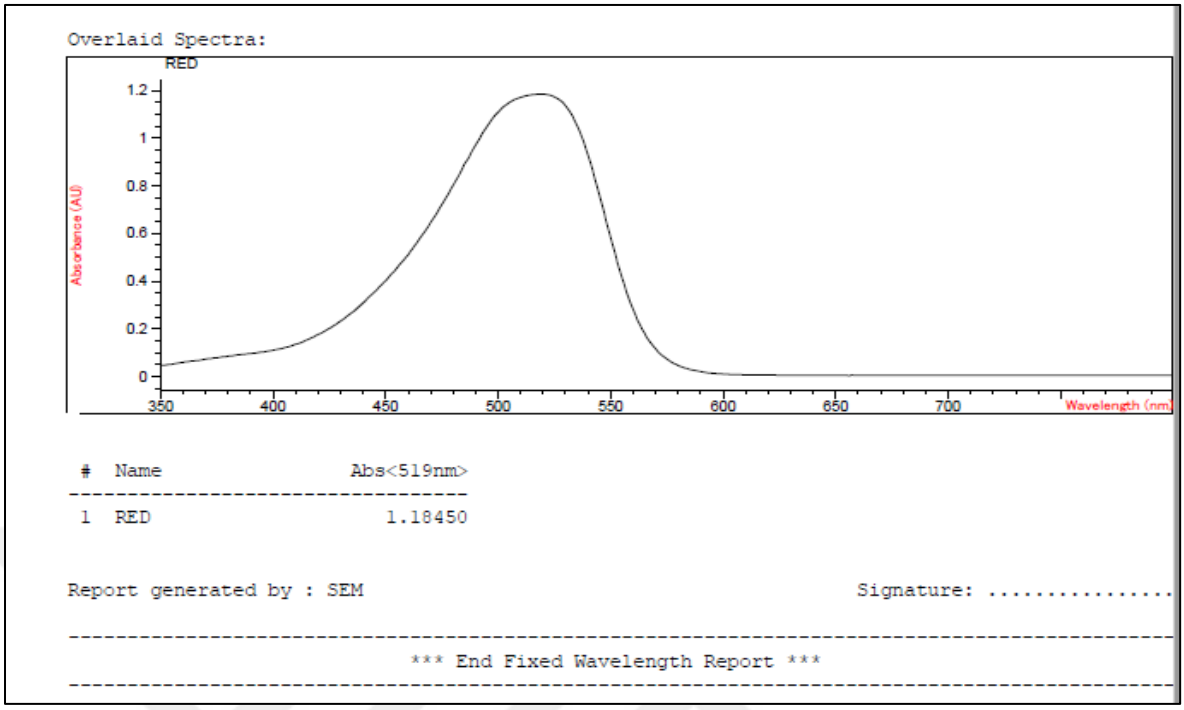
Şekil 31: Dispers red DSC spektrumu



Şekil 32: Dispers red FT-IR spektrumu



Şekil 33 Dispers red LS-MS/MS spektrumu



Şekil 34: Dispers red boyarmaddenin UV-Vis Spektrumu

4.3.3. Dispers Red Azo boyarmaddenin Dispersiyonunun Yapılması

Dispers red azo boyarmaddeden 150 g alındı üzerine Sodyum ligno sülfonat 85 g verildi daha sonra 100 g saf su 30 g gliserin verildi. Bu karışım hızlı karıştırıcıda 3 saat karıştırıldı. Bu karışım zirkonyum bilyelerin bulunduğu basket mille alındı. Burada 35-40 ^{0}C arasında 60 saat mekanik öğütme işlemi yapıldı. Daha sonra tanecik boyutu ölçümü yapıldı. Ortalama tanecik boyutu d[0,5]:0,161 nm dır.

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

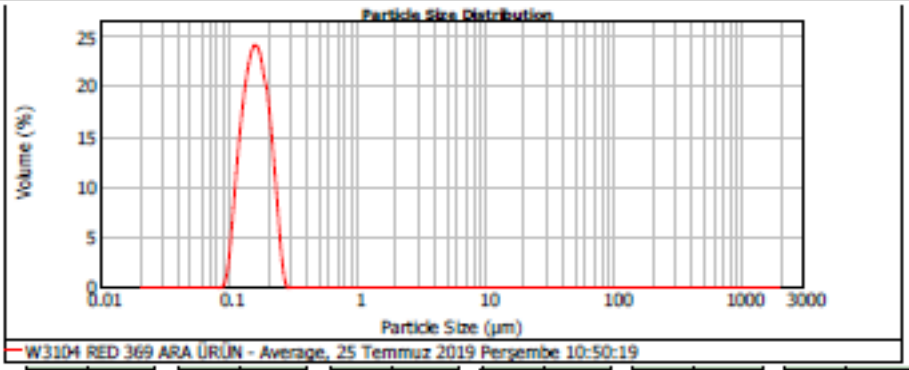
Sample Name: W3104 RED 369 ARA ÜRÜN - Average
SOP Name: SETAŞ
Measured: 25 Temmuz 2019 Perşembe 10:50:19
Sample Source & type: KONTROL
Measured by: mscyrone
Analysed: 25 Temmuz 2019 Perşembe 10:50:21
Sample bulk lot ref: 19P27047
Result Source: Averaged

Particle Name: Default
Accessory Name: Hydro 2000MU (A)
Analysis model: General purpose
Sensitivity: Enhanced
Particle RI: 1.520
Absorption: 0.1
Size range: 0.020 to 2000.000 um
Obscuration: 13.81 %
Dispersant Name: Water
Dispersant RI: 1.330
Weighted Residual: 26.617 %
Result Emulation: Off

Concentration: 0.0028 %Vol
Span : 0.594
Uniformity: 0.186
Result units: Volume

Specific Surface Area: 38.1 m²/g
Surface Weighted Mean D[3,2]: 0.157 um
Vol. Weighted Mean D[4,3]: 0.165 um

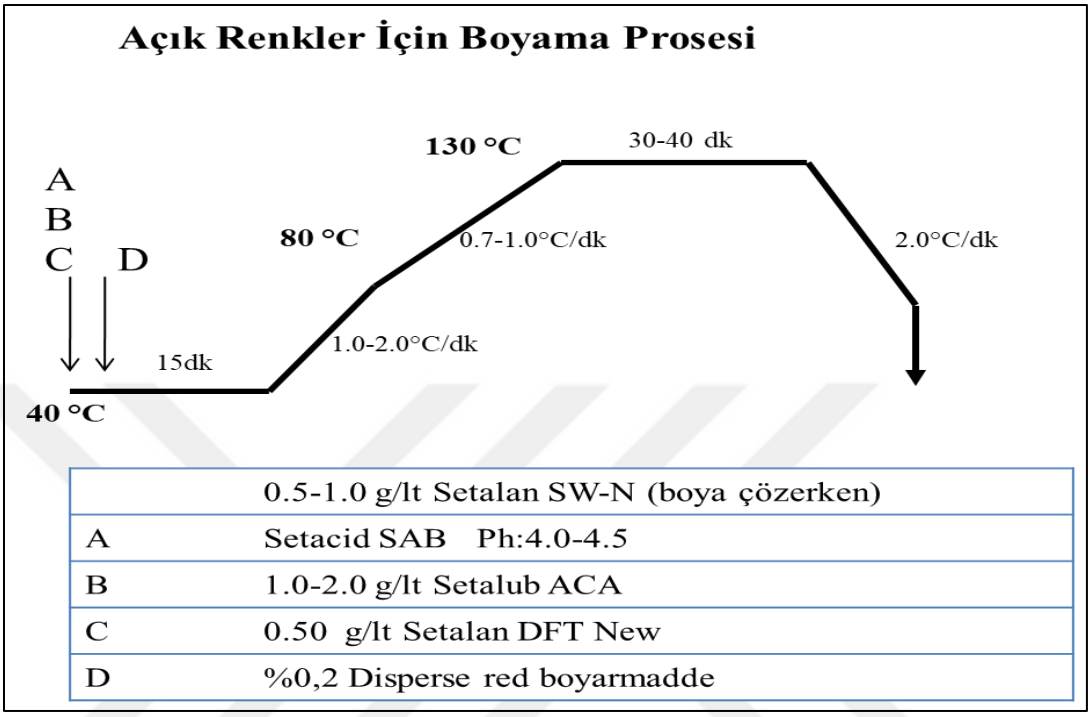
d(0.1): 0.120 um d(0.5): 0.161 um d(0.9): 0.216 um



Operator notes:

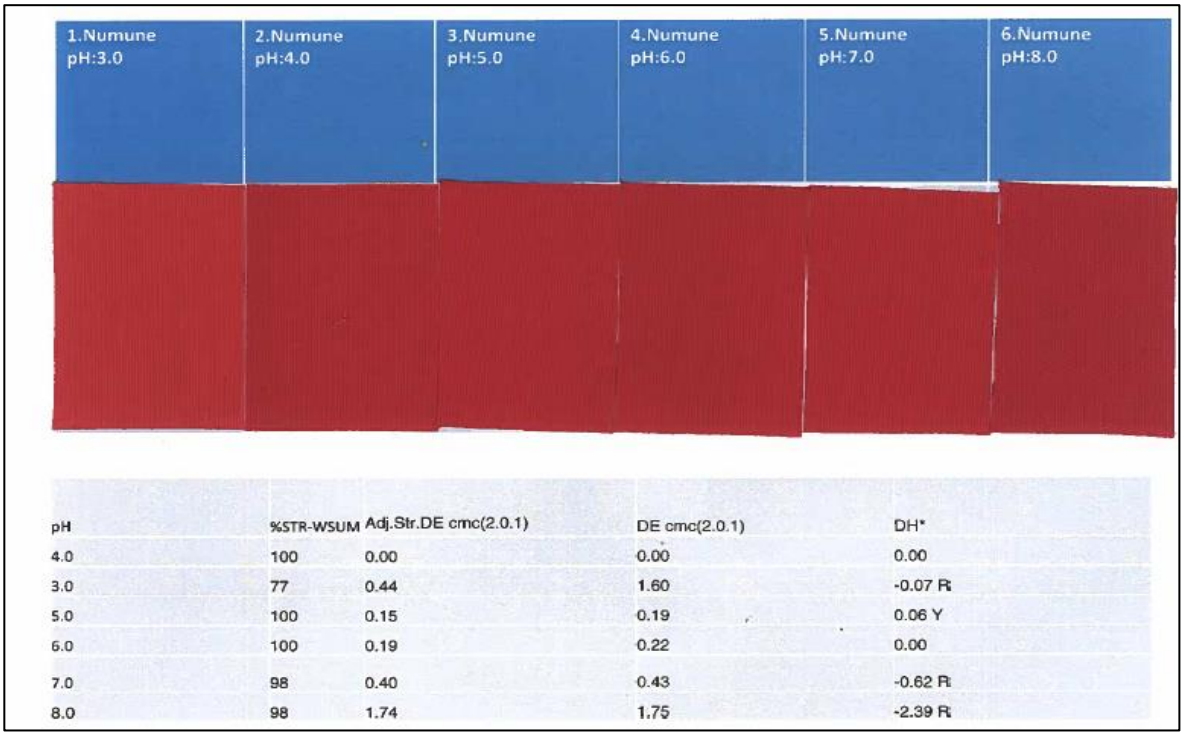
Şekil 35: Dispers red boyarmadde tanecik dağılımı

4.3.4. Disperse Orange Azo Boyarmaddenin Uygulama Prosesi



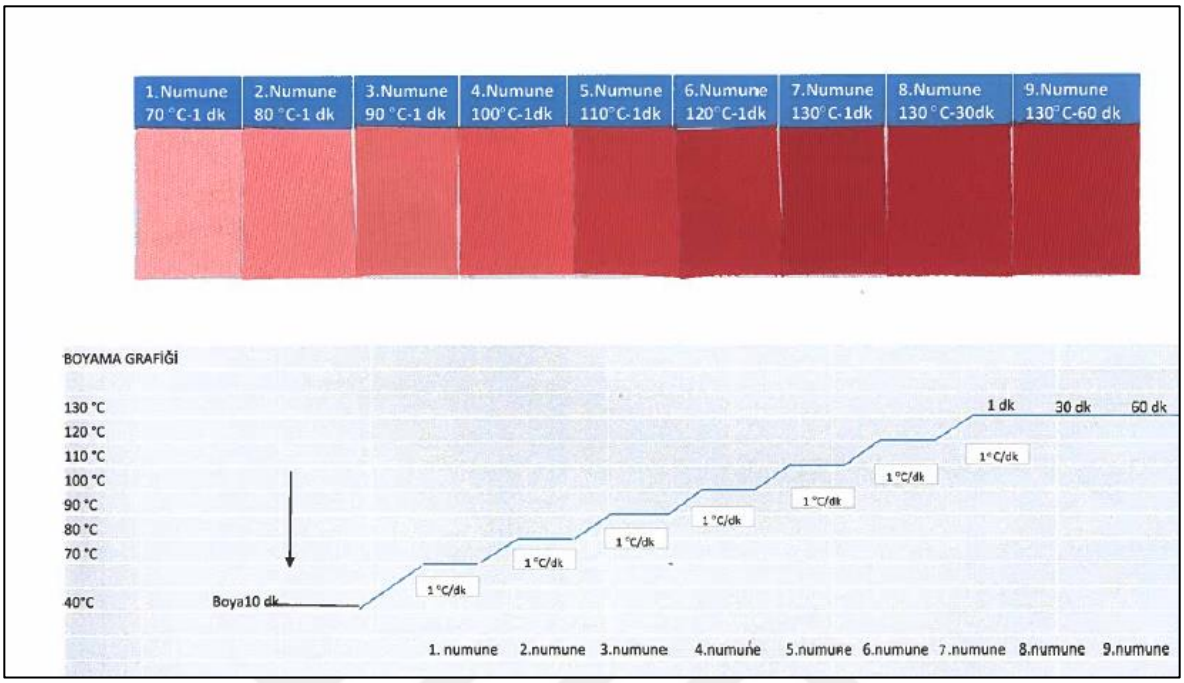
	0.5-1.0 g/lt Setalan SW-N (boya çözerken)
A	Setacid SAB Ph:4.0-4.5
B	1.0-2.0 g/lt Setalub ACA
C	0.50 g/lt Setalan DFT New
D	%0,2 Disperse red boyarmadde

Şekil 36: Red boyarmadde ile boyama prosesi

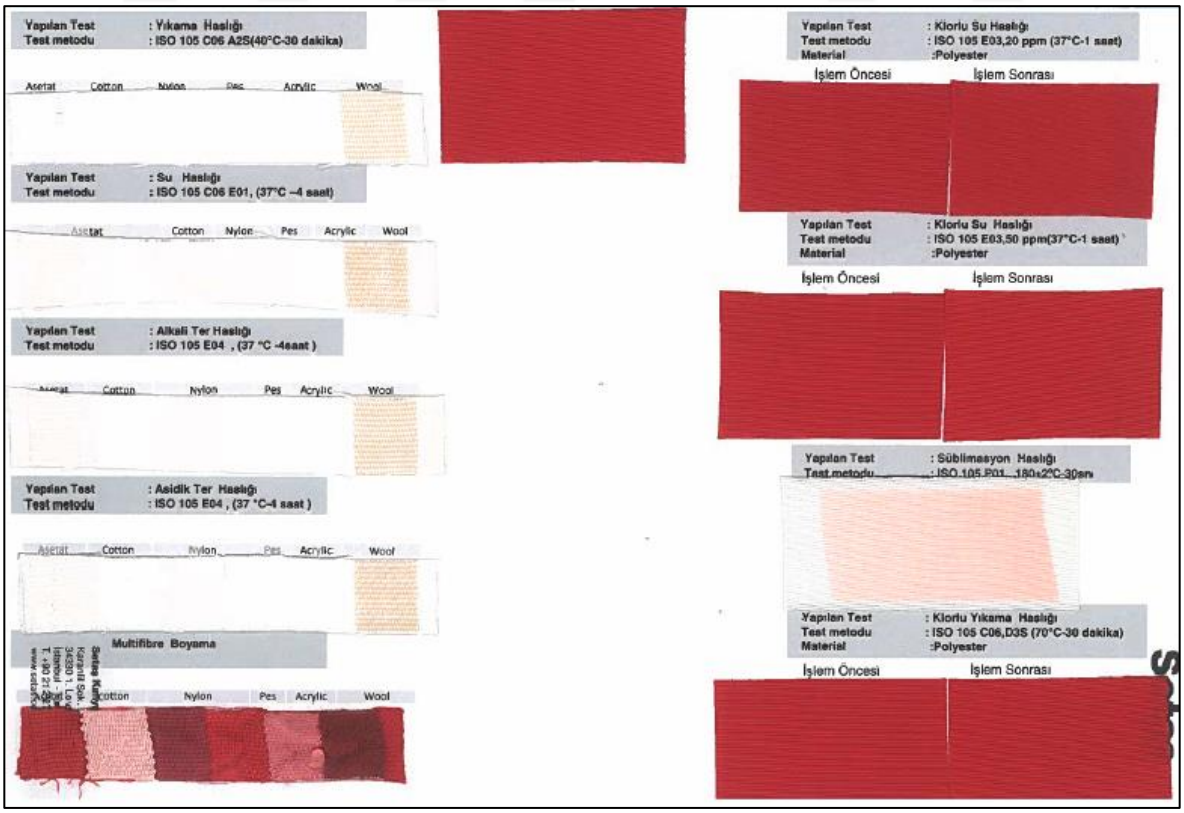


pH	%STR-WSUM	Adj.Str.DE cmc(2.0.1)	DE cmc(2.0.1)	DH*
4.0	100	0.00	0.00	0.00
3.0	77	0.44	1.60	-0.07 R
5.0	100	0.15	0.19	0.06 Y
6.0	100	0.19	0.22	0.00
7.0	98	0.40	0.43	-0.62 R
8.0	98	1.74	1.75	-2.39 R

Şekil 37: Red boyarmadde ile boyama prosesinde pH'ın etkisi



Şekil 38: Red boyarmadde ile boyama prosesinde çekim eğrisi



Şekil 39: Red boyarmaddenin haslık sonuçları

4.4. DİSPERSE BLUE SENTEZİ

Disperse blue sentezi iki basamaktan oluşmaktadır. Birinci Basamakta 2-amino-5-nitrotiazol diazo bileşiği hazırlanır. İkinci basamakta hazırlan diazo ile N,N dietil anilin ile kenetlenir.

4.4.1. 2-Amino-5-Nitrotiazol Diazo Bileşiğinin Hazırlanması

120 g sülfürik asit alındı üzerine 0,1 mol sodyum nitrit yavaş yavaş ilave edilerek 70 ^{0}C'ye ısıtılıp berrak bir çözelti elde edildi. Daha sonra 15-20 ^{0}C soğutulup üzerine 30 g propiyonik asit ilave edildi. -5 ^{0}C buz banyosu ile soğutuldu. 0,1 mol 2-amino-5-nitrotiazol 170 g fosforik asit içerisinde çözülüp damla damla ilave edilir. Sıcaklık kontrollü yapılarak sıcaklığın kesinlikle -5 ^{0}C üzerine çıkmamasına dikkat edilir. İlave tamamlandıktan sonra 2 saat karıştırılır.

4.4.2. Disperse Blue Kenetleme Reaksiyonu

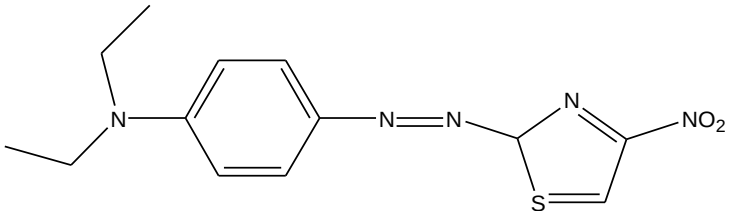
İkinci basamak olan kenetlemede bir behere 5 g sülfamik asit, 25 g sodyum asetat ve 500 g buz alınıp N,N-dietilanilin ve 2-amino-5-nitrotiazol diazo bileşiği yavaş yavaş beherin içerisine ilave edildi. Bu şekilde 2 saat karıştırılıp süzme işlemi yapıldı. Süzmeden sonra elde edilen kek su ile yıkandı. Bu işlem sonunda 75 g % 40'lık kek elde edildi. Elde edilen kekin DSC, FTIR, UV ve LS-MS/MS ile yapısı aydınlatıldı.

DSC sonucuna göre erime noktası 177,4 ^{0}C'dir.

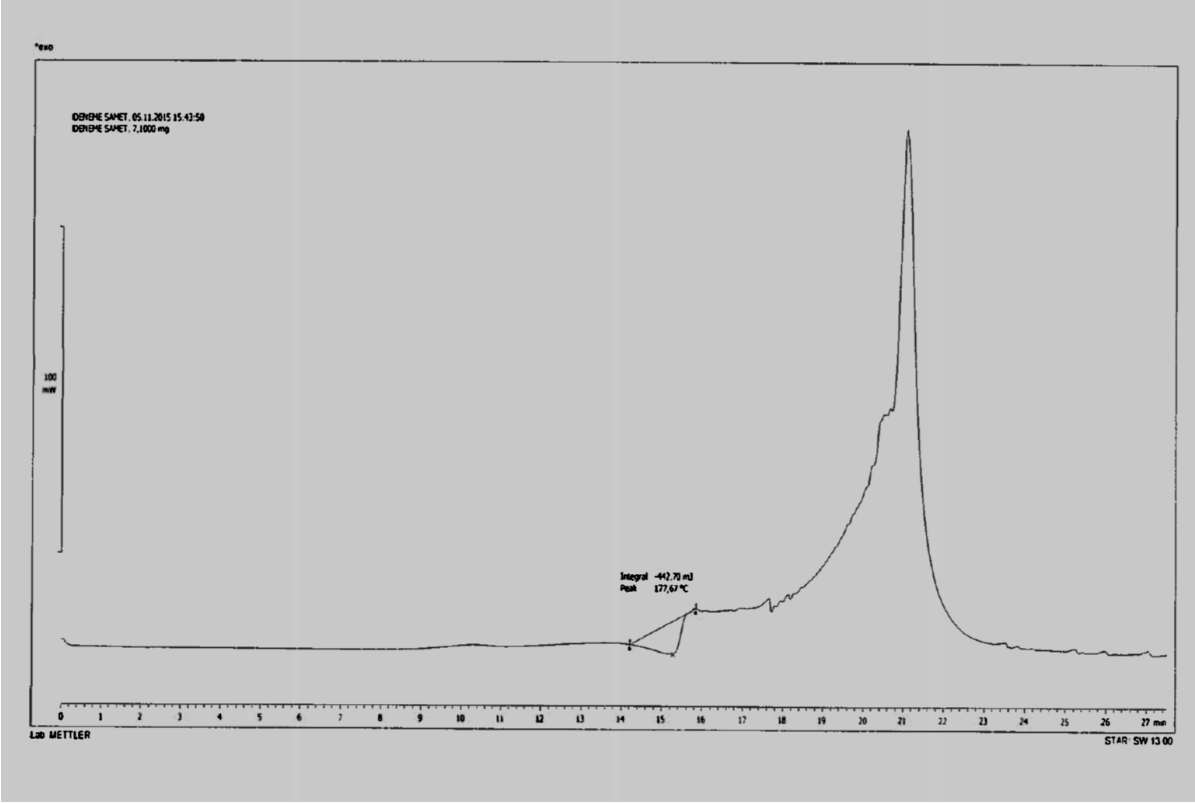
FT-IR sonucuna göre boyarmadde bulunan işlevsel gruplardan N=N:1500 cm^{-1} Ar:2850 cm^{-1} varlığı tespit edildi.

UV: 605 nm max absorbsiyon yaptığı boyanın görünür bölgede mavi olduğu belirlendi.

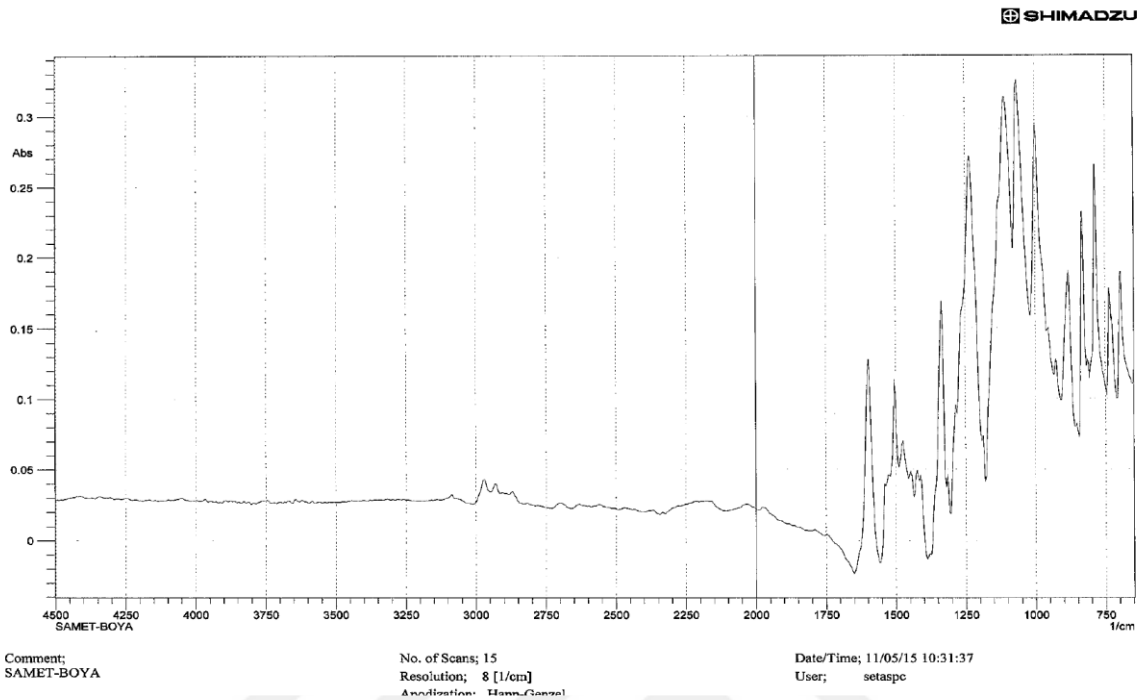
LS-MS/MS:[M^+]:306, [M^+-C_2H_5]:278, iyonları tespit edildi.



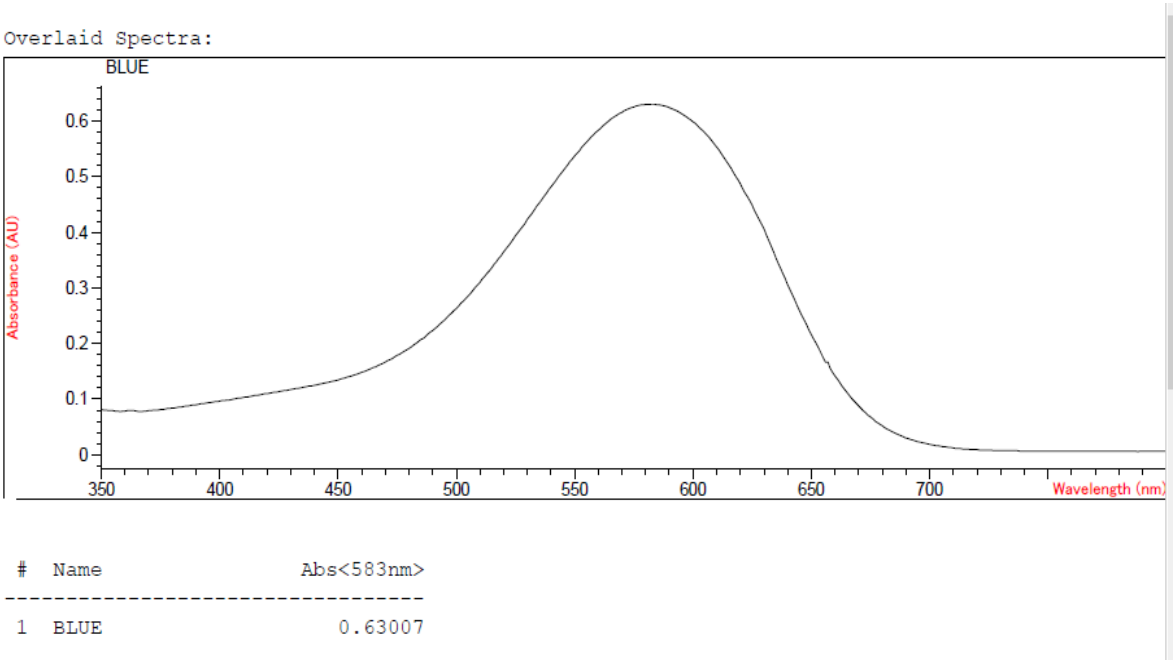
Şekil 40: Dispers blue molekül formülü



Şekil 41: Dispers blue DSC spektrumu

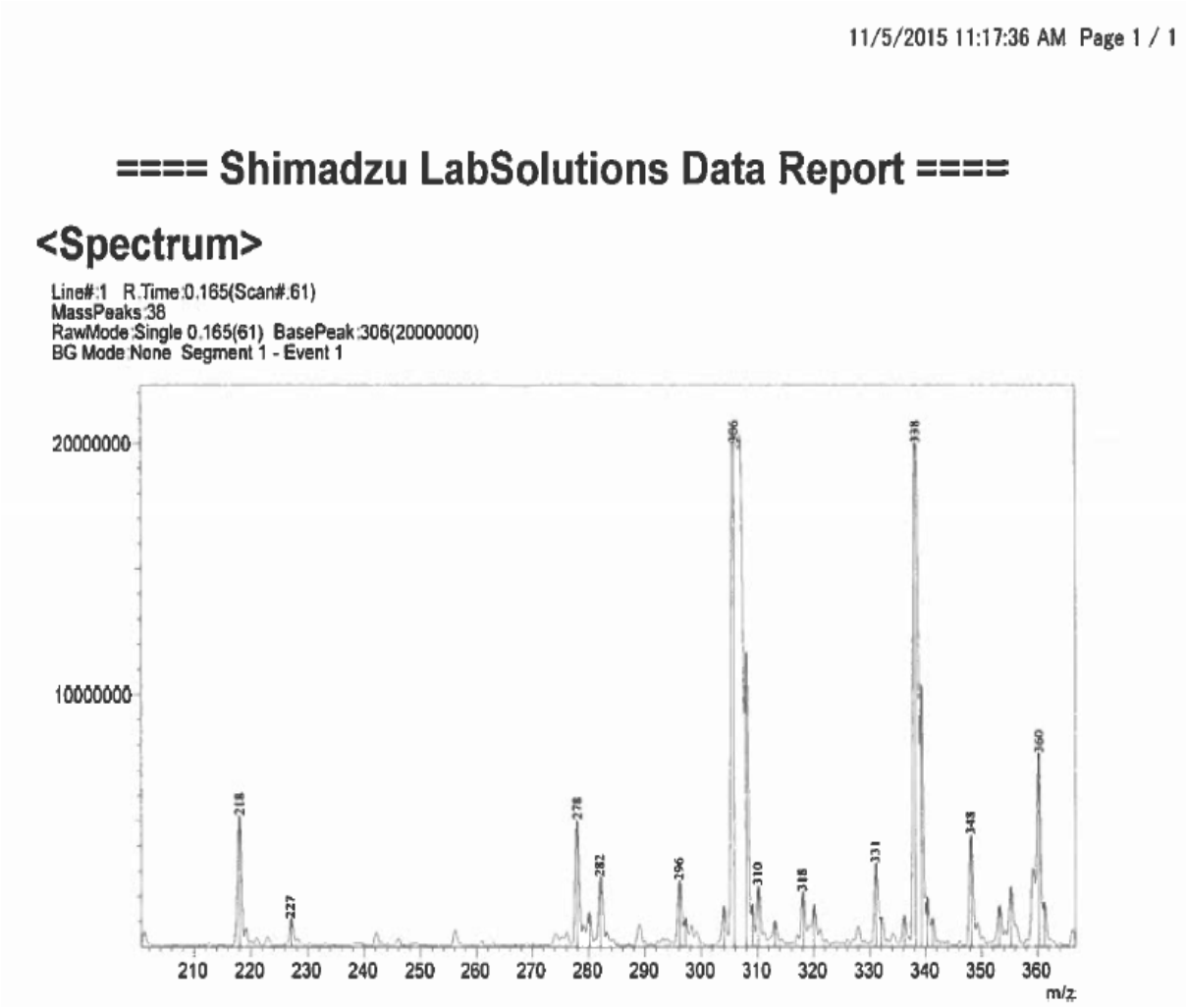


Şekil 42**:** Dispers blue FT-IR spektrumu



#	Name	Abs<583nm>
1	BLUE	0.63007

Şekil 43: Dispers blue UV-Vis spektrumu



Şekil 44: Dispers blue LC-MS/MS spektrumu

4.4.3. Dispers Blue Azo Boyarmaddenin Dispersiyonunun Yapılması

Dispers blue azo boyarmaddeden 100 g alındı üzerine sodyum ligno sülfonat 35 g verildi. Daha sonra 100 g saf su ve 20 g gliserin ilave edildi. Bu karışım hızlı karıştırıcıda 3 saat karıştırıldı. Bu karışım zirkonyum bilyelerin bulunduğu basket mille alındı. Burada 35-40 ^{0}C arasında 72 saat mekanik öğütme işlemi yapıldı. Daha sonra tanecik boyutu ölçümü yapıldı. d[0,5]:0,238 nm dır.

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

Sample Name: Q3092 BLUE 360 - Average
SOP Name: SETAŞ
Measured: 5 Nisan 2019 Cuma 09:22:47

Sample Source & type: 48 SAAT
Measured by: meoysonx
Analysed: 5 Nisan 2019 Cuma 09:22:48

Sample bulk lot ref: 19P14139
Result Source: Averaged

Particle Name: Default
Accessory Name: Hydro 2000MU (A)
Analysis model: General purpose
Sensitivity: Enhanced

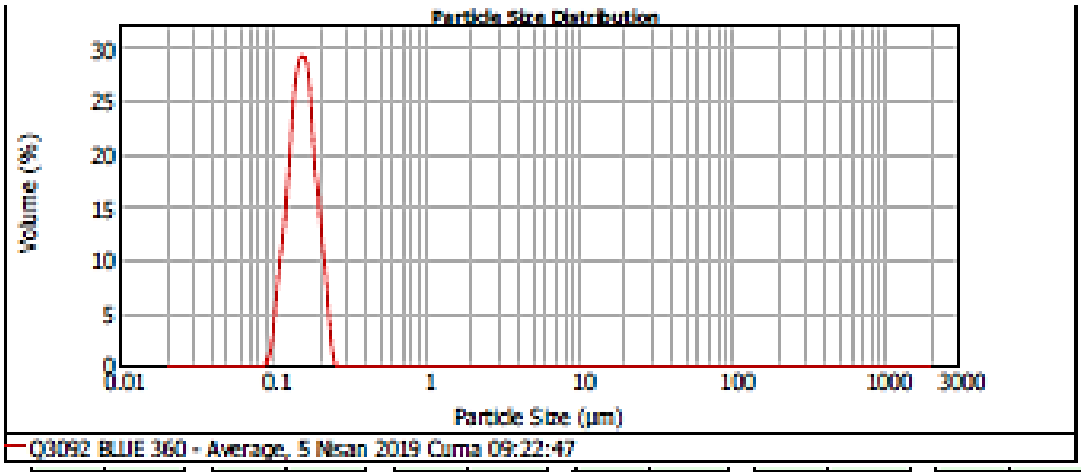
Particle RI: 1.520
Absorption: 0.1
Size range: 0.020 to 2000.000 um
Obscuration: 12.32 %

Dispersant Name: Water
Dispersant RI: 1.330
Weighted Residual: 17.850 %
Result Emulation: Off

Concentration: 0.0025 %Vol
Span : 0.514
Uniformity: 0.151
Result units: Volume

Specific Surface Area: 39.4 m²/g
Surface Weighted Mean D[3,2]: 0.152 um
Vol. Weighted Mean D[4,3]: 0.158 um

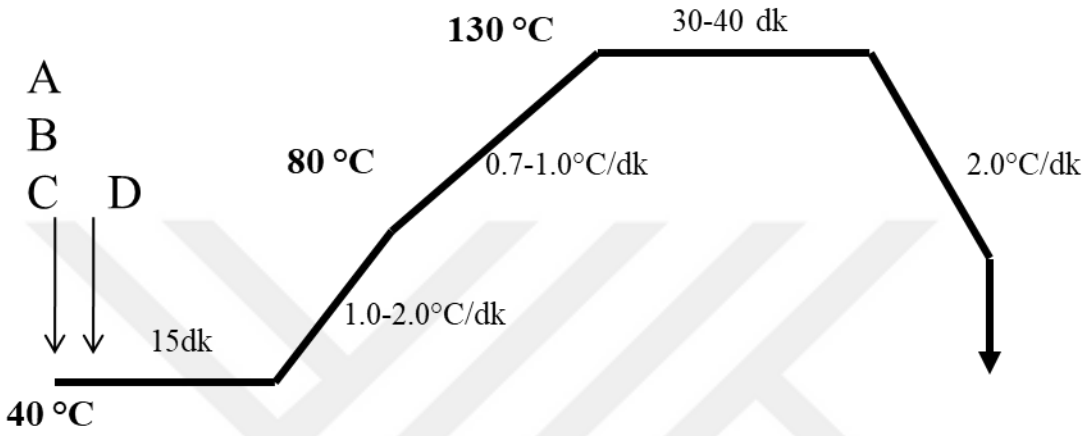
d(0.1): 0.119 um d(0.5): 0.158 um d(0.9): 0.200 um



Operator notes:

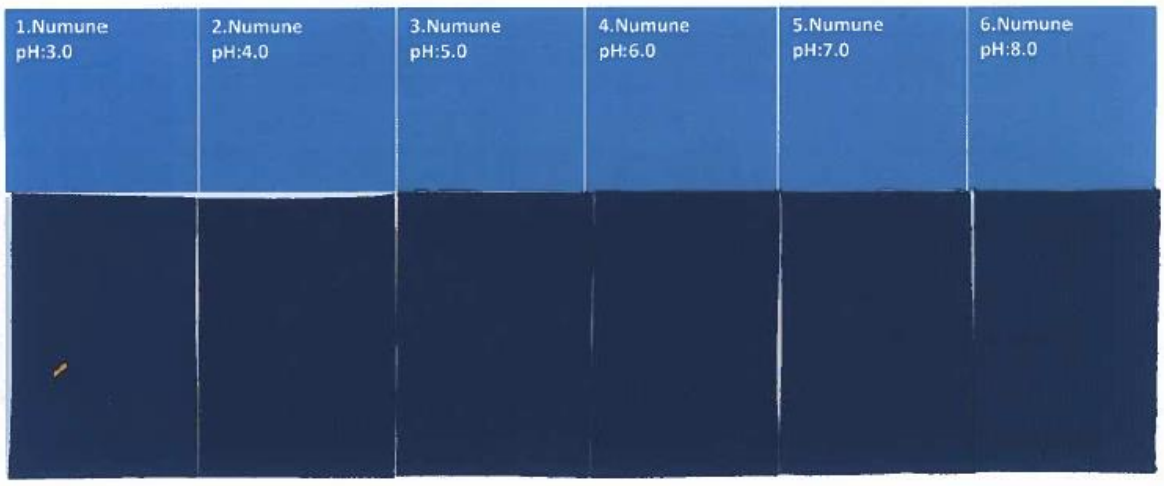
Şekil 45: Dispers blue boyarmadde tanecik dağılım sonucu

4.4.4. Dispers Blue Boyarmaddenin Boyama Prosesi



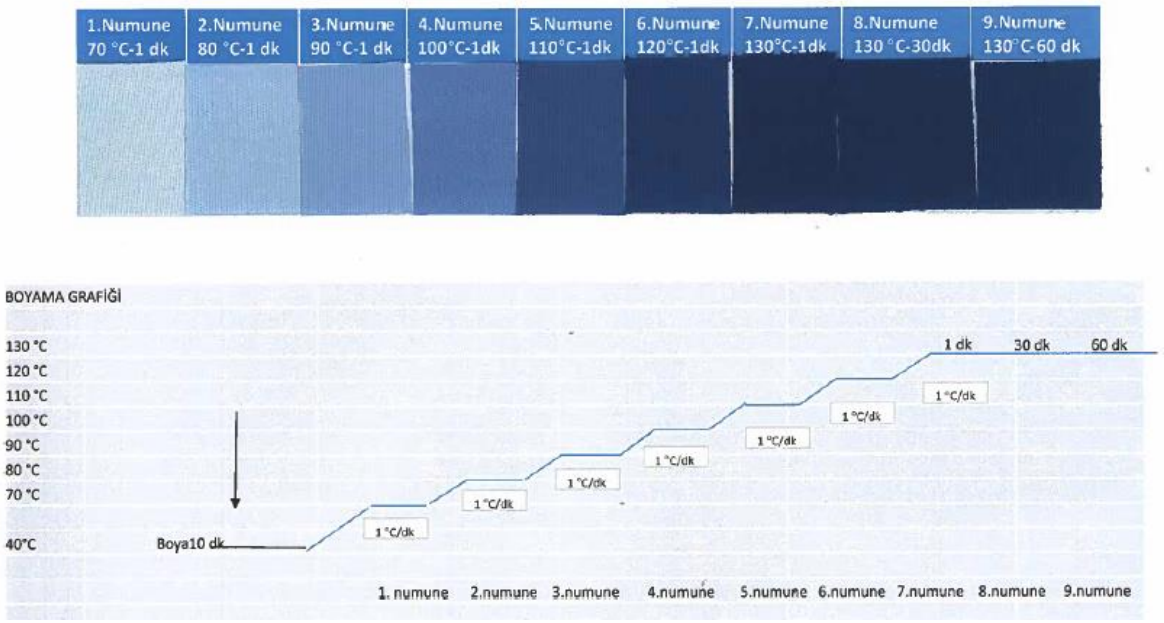
	0.5-1.0 g/lt Setalan SW-N (boya çözerken)
A	Setacid SAB Ph:4.0-4.5
B	1.0-2.0 g/lt Setalub ACA
C	0.50 g/lt Setalan DFT New
D	%0,2 Disperse blue boyarmadde

Şekil 46: Dispers blue boyarmadde haslık sonuçları

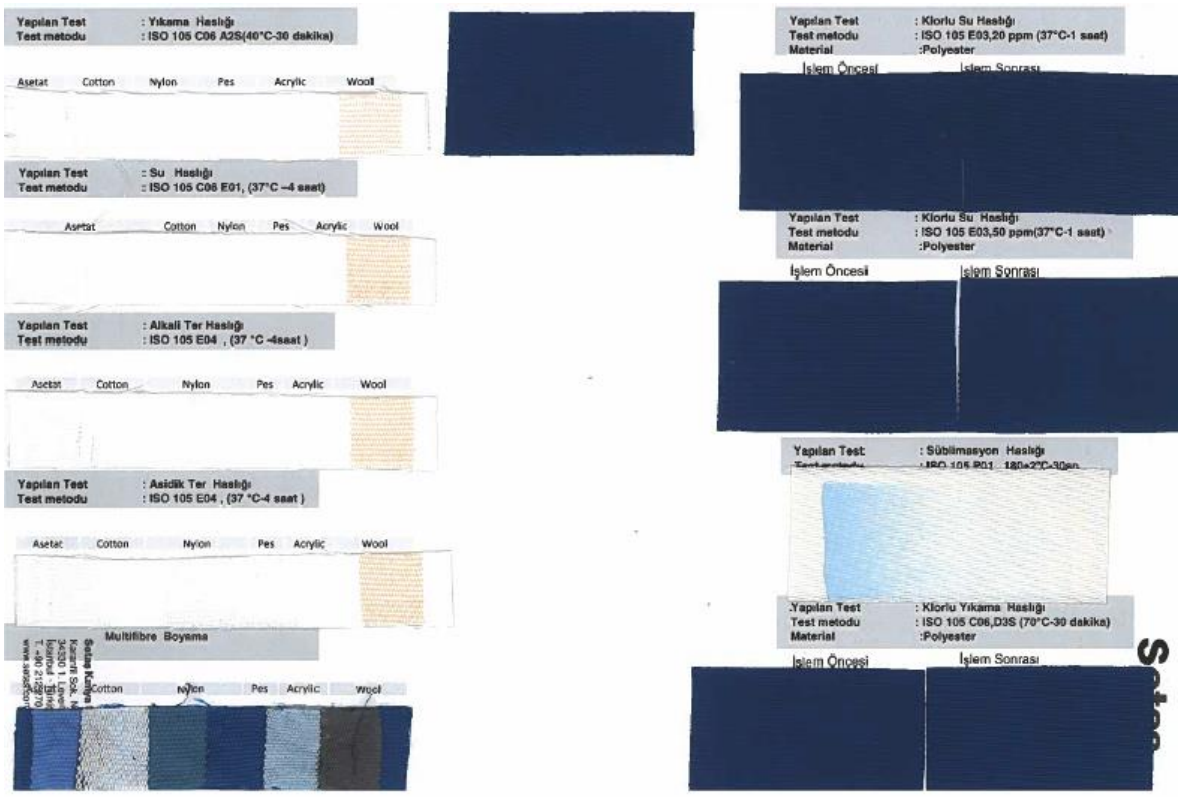


pH	%STR-WSUM	Adj.Str.DE cmc(2.0.1)	DE cmc(2.0.1)	DH*
4.0	100	0.00	0.00	0.00
3.0	93	0.16	0.74	-0.25 G
5.0	98	0.17	0.16	-0.08 G
6.0	100	0.29	0.29	-0.30 G
7.0	90	1.43	1.74	-1.721 G
8.0	88	1.40	1.82	-1.66 G

Şekil 47: Dispers blue boyarmadde ile boyama prosesinde pH'ın etkisi



Şekil 48: Dispers blue boyarmadde ile boyama prosesinde çekim eğrisi



Şekil 49: Dispers blue boyarmadde haslık sonuçları

4.5. DİSPERS BLACK BOYARMADDENİN YAPILIŞI

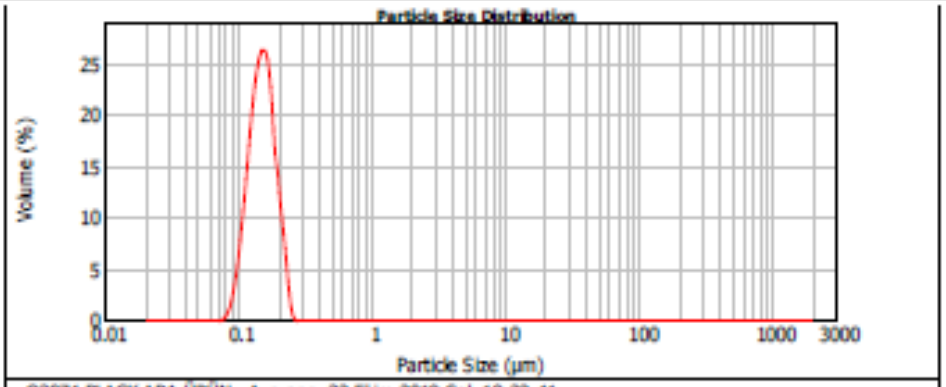
Dispersiyon halinde olan boyarmaddelerin karışımı ile yapılmaktadır. Orange 25g, red 30g, blue 45 g ve 12 g monopropilen glikol hazırlanarak 1 saat karıştırıldı. Hazırlanan karışımın tanecik boyutu ölçümleri yapıldı d[0,5]:0,225 nm UV-Vis 3 farklı maksimumun tepe noktası: 425, 535, 600 nm dır.

MASTERSIZER 2000

Result Analysis Report

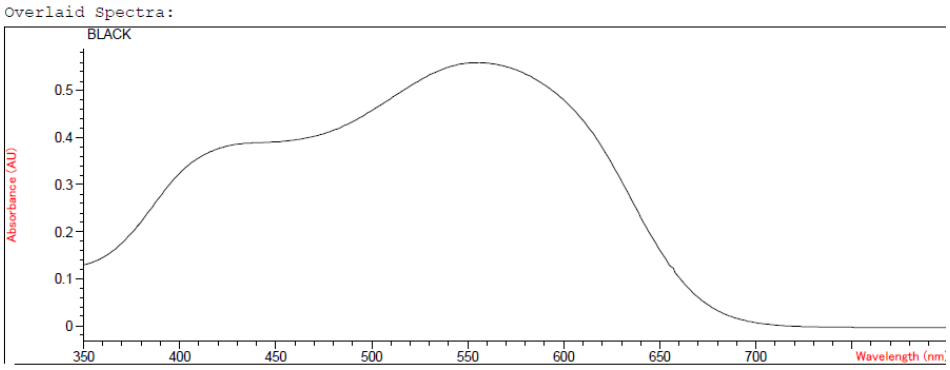
Sample Name: Q3074 BLACK ARA ÜRÜN - Average	**SOP Name:** SETAŞ	**Measured:** 22 Ekim 2019 Salı 10:32:41	
Sample Source & type: KONTROL	**Measured by:** macyisone	**Analysed:** 22 Ekim 2019 Salı 10:32:42	
Sample bulk lot ref: 19P43022	**Result Source:** Averaged		
Particle Name: Default	**Accessory Name:** Hydro 2000MU (A)	**Analysis model:** General purpose	**Sensitivity:** Enhanced
Particle RI: 1.520	**Absorption:** 0.1	**Size range:** 0.020 to 2000.000 um	**Obscuration:** 11.07 %
Dispersant Name: Water	**Dispersant RI:** 1.330	**Weighted Residual:** 13.704 %	**Result Emulation:** Off
Concentration: 0.0023 %Vol	**Span :** 0.584	**Uniformity:** 0.178	**Result units:** Volume
Specific Surface Area: 41.1 m²/g	**Surface Weighted Mean D[3,2]:** 0.148 um	**Vol. Weighted Mean D[4,3]:** 0.153 um	

d(0.1): 0.112 um d(0.5): 0.151 um d(0.9): 0.196 um



Operator notes:

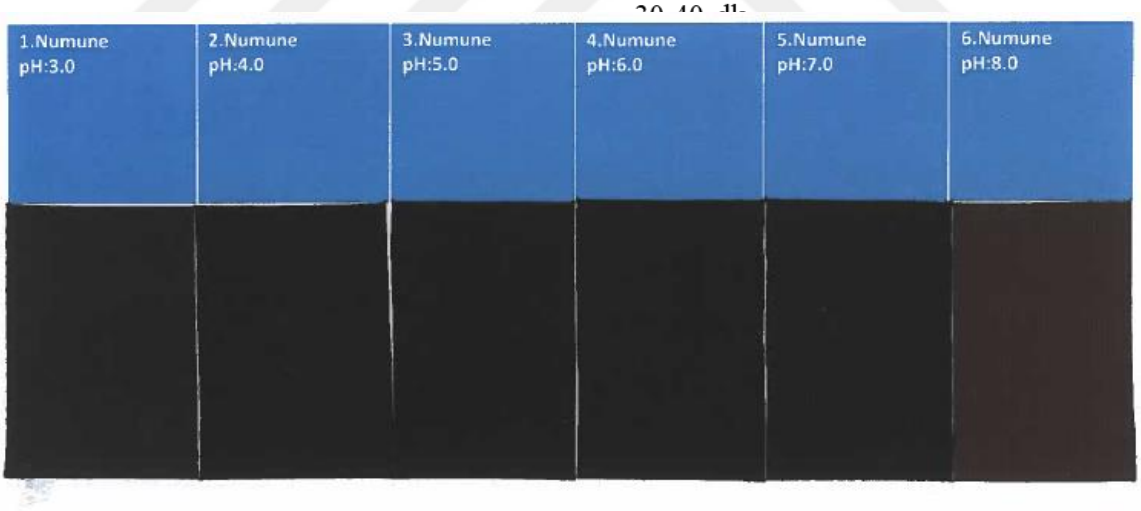
Şekil 50: Dispers black boyarmaddenin tanecik dağılım sonucu



#	Name	Abs<426nm>	Abs<515nm>	Abs<554nm>
1	BLACK	0.38322	0.49656	0.55924

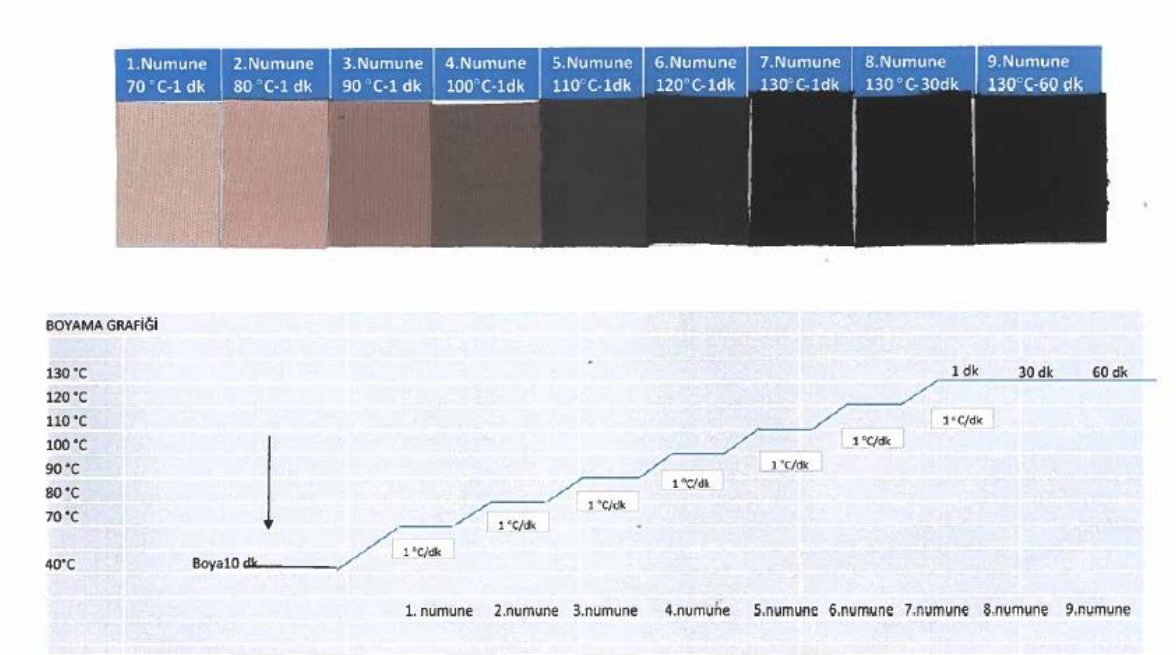
Şekil 51: Dispers black UV-Vis spektrumu

4.5.1. Dispers Black Boyarmadde ile Boyama Prosesi



pH	%STR-WSUM	Adj.Str.DE cmc(2.0.1)	DE cmc(2.0.1)	DH*
4.0	100	0.00	0.00	0.00
3.0	76	2.18	3.70	0.11 R
5.0	100	0.08	0.31	0.06 R
6.0	100	0.21	0.22	0.09 R
7.0	93	2.05	2.20	0.85 R
8.0	59	23.97	27.57	-12.05 G

Şekil 53: Dispers Black Boyarmadde ile Boyamada pH'ın Etkisi



Şekil 54: Dispers black boyarmaddenin boyama prosesinde çekim eğrisi



Şekil 55: Dispers black boyarmaddesinin haslık sonuçları

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışmada 3 farklı renkte dispers azo boyarmadde sentezi yapıldı. Sentezlenen bu disperse boyarmaddelerin kimyasal yapısı FTIR, UV, GC-MS, H^1-NMR, C^{13}-NMR, LC-MS/MS ve DSC ile aydınlatıldı.

Boyarmaddeler mekanik öğütme ile sulu ortamda dispersiyonları hazırlandı. Üç boyanın karışımı ile dördüncü boya olarak black yapıldı. Polyester kumaşlar türünde süblimasyon haslık değerleri yüksek olan bir gam hazırlandı.

Orange disperse boyarmaddenin kimyasal yapısı aydınlatıldı. DSC ile erime noktası: 143 ^oC olduğu tespit edildi. UV spektrofotometresi ile aseton/su 75/25 çözelti ortamında max dalga boyu:453 nm oldu ölçüldü. LC-MS/MS ile RT:25,022 $[M^+ +2]$:385 olduğu ölçüldü

Mekanik öğütme sonuçundan sulu ortamda oluşan dispersiyon taneciklerin dağılımı d(0,5):160 nm dır. Elde edilen dispersiyon ile tekstil uygulaması için uygun bir form kazanmıştır.

Sentezlenen boyarmaddenin kumaşa uygulanması için en uygun pH ın belirlenmesi gerekmektedir. pH:4-8 aralığında boyama çalışması yapıldı. Boyama için en uygun pH:4 olduğu belirlendi. Polyester kumaş boyama prosesinde etkili olan faktörlerden optimum sıcaklığın belirlenebilmesi için sıcaklığın 70-130 ^oC arasında boyamalar yapıldı. En yüksek renk verimin 130 ^oC de 60 dakika olduğu belirlendi. Optimum boyama prosesi şartları oluşturulduktan sonra haslık çalışması yapıldı. Yapılan haslıklar yıkama haslığı, su haslığı, asidik ter haslığı, alkali ter haslığı, klorlu su haslığı 20ppm ve 50 ppm, süblimayon ve klorlu yıkama haslığı değerlendirmesi yapıldı. Haslıkların İSO standartlara göre:4/5 olarak değerlendirildi. Bu veriler ışığında disperse orange boyarmaddenin polyester kumaşlarda piyasada kullanılmasının uygun olduğu belirlendi.

Red dispers boyarmaddenin kimyasal yapısı aydınlatıldı. UV spektrofotometresi ile aseton/su 75/25 çözelti ortamında max dalga boyu:519 nm oldu ölçüldü DSC sonucuna göre erime noktası 158 ^0C'dir.FT-IR sonucuna göre boyarmaddede bulunan işlevsel gruplardan N=N:1500 cm^{-1} Ar:2850 cm^{-1} varlığı tespit edildi. LS-MS/MS:$[M^+]$:322, $[M^+ + NH_3]$:339, $[M^+ - CN]$:297, $[M^+ - CN - NO_2]$:255 iyonları tespit edildi.

Mekanik öğütme sonucundan sulu ortamda oluşan dispersiyon taneciklerin dağılımı d(0,5):161 nm dır. Elde edilen dispersiyon ile tekstil uygulaması için uygun bir form kazanmıştır.

Sentezlenen boyarmaddenin kumaşa uygulanması için en uygun pH ın belirlenmesi gerekmektedir. pH:4-8 aralığında boyama çalışması yapıldı. Boyama için en uygun pH:4 olduğu belirlendi. Polyester kumaş boyama prosesinde etkili olan faktörlerden optimum sıcaklığın belirlenebilmesi için sıcaklığın 70-130 ^{0}C arasında boyamalar yapıldı. En yüksek renk verimin 130 ^{0}C'de 60 dakika olduğu belirlendi. Optimum boyama prosesi şartları oluşturulduktan sonra haslık çalışması yapıldı. Yapılan haslıklar yıkama haslığı, su haslığı, asidik ter haslığı, alkali ter haslığı, klorlu su haslığı 20ppm ve 50 ppm, süblimayon ve klorlu yıkama haslığı değerlendirmesi yapıldı. Haslıkların İSO standartlara göre:4/5 olarak değerlendirildi. Bu veriler ışığında disperse red boyarmaddenin polyester kumaşlarda piyasada kullanılmasının uygun olduğu ortaya belirlendi.

Blue disperse boyarmaddenin kimyasal yapısı aydınlatıldı. DSC ile erime noktası: 143 ^{0}C olduğu tespit edildi. UV spektrofotometresi ile aseton/su 75/25 çözelti ortamında max dalga boyu:605 nm oldu ölçüldü DSC sonucuna göre erime noktası 177,4 ^{0}C'dir.FT-IR sonucuna göre boyarmadde bulunan işlevsel gruplardan N=N:1500 cm^{-1} Ar:2850 cm^{-1} varlığı tespit edildi.LS-MS/MS:[M^+]:306, [M^+-C_2H_5]:278, iyonları tespit edildi.

Mekanik öğütme sonuçundan sulu ortamda oluşan dispersion taneciklerin dağılımı d(0,5):238 nm dır. Elde edilen dispersiyon ile tekstil uygulaması için uygun bir form kazanmıştır.

Sentezlenen boyarmaddenin kumaşa uygulanması için en uygun pH ın belirlenmesi gerekmektedir. pH:4-8 aralığında boyama çalışması yapıldı. Boyama için en uygun pH:4 olduğu belirlendi. Polyester kumaş boyama prosesinde etkili olan faktörlerden optimum sıcaklığın belirlenebilmesi için sıcaklığın 70-130 ^{0}C arasında boyamalar yapıldı. En yüksek renk verimin 130 ^{0}C'de 60 dakika olduğu belirlendi. Optimum boyama prosesi şartları oluşturulduktan sonra haslık çalışması yapıldı. Yapılan haslıklar yıkama haslığı, su haslığı, asetik ter haslığı, alkali ter haslığı, klorlu su haslığı 20ppm ve 50 ppm, süblimayon ve klorlu yıkma haslığı değerlendirmesi yapıldı. Haslıkların İSO standartlara göre:5 olarak değerlendirildi. Bu veriler ışığında disperse blue boyarmaddenin polyester kumaşlarda piyasada kullanılmasının uygun olduğu ortaya belirlendi.

Sentezlenen 3 boyarmaddenin karışımı ile elde edilen disperse black boyarmaddedinin kumaşa uygulanması için en uygun pH ın belirlenmesi gerekmektedir. pH:4-8 aralığında boyama çalışması yapıldı. Boyama için en uygun pH:4 olduğu belirlendi. Polyester kumaş boyama prosesinde etkili olan faktörlerden optimum sıcaklığın belirlenebilmesi için sıcaklığın 70-130 ^{o}C arasında boyamalar yapıldı. En yüksek renk verimin 130 ^{o}C'de 60 dakika olduğu belirlendi. Optimum boyama prosesi şartları oluşturulduktan sonra haslık çalışması yapıldı. Yapılan haslıklar yıkma haslığı, su haslığı, asetik ter haslığı, alkali ter haslığı, klorlu su haslığı 20ppm ve 50 ppm, süblimayon ve klorlu yıkma haslığı değerlendirmesi yapıldı. Haslıkların ISO standartlara göre:4 olarak değerlendirildi. Bu veriler ışığında disperse black boyarmaddenin polyester kumaşlarda piyasada kullanılmasının uygun olduğu belirlendi.

KAYNAKLAR

[1]-A. F.Y., 2007, Pet [Poletilen Tereftalat] Atık. Endüs. Değerlen., Gazi Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi

[2]-Nuralın F., 2006, Bazı Dispers Azo Boyarmaddelerinin Sentezi, Absorpsiyon Spektrumları ve Boyama Özelliklerinin İncelenmesi, Gazi Üniversitesi, Doktora Tezi

[3]-Holme, I., 2003. Pamuklu Mamullerin Boyama ve Bitim Islemlerindeki Son Gelismeler. ISTEK 2003, Uluslararsi Isparta Tekstil Kongresi, 145-224, Isparta.

[4]- Phillips, D., 2003. Tekstil Boyarmadde ve deterjan Endüsrisinin Tekstil Ürünlerinin Yıkamaya Karsi Renk Hasliklarinin İyilestirilmesinde Oynadigi Roller. ISTEK 2003, Uluslarası Isparta Tekstil Kongresi, 124-145, Isparta

[5]-Ugur Ş.S., 2004, Polyesterin Dis. b.maddelerle Boyama Yöntemlerinin Karşılaştırılması, Süleyman Demirel Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi

[6]- http://www.polyester.tk/polyester-kumasozellikleri.html
S

[7]-W. A., F. B., Rybicki E., 2003, Dyeing PES and Cotton-PES Fabrics by Means of Direct Dyestuffs After Chitosan Treat., Fibr.& Text. in East. Europa, Vol.11[2] 71-74

[8]-T., I., 1986, Tekstil T. ve M.Cilt III. Ege Üniversitesi, Tekstil-Danis Yayinlari, No:1, 554. Izmir

[9]-A. F., Benli S., Alıcılar A., 2005, Invest.of Charact. And App. of Disperse Red 1 Text. Dyestuff, J. Fac. Eng. Arch., Vol 20, No 4, 429-432

[10]- A. O., Egli R., H. R., H. B., Jakob H., Matz. P., 1987, Rev. Prog. Coloration, 17, 72.

[11]- As., J.R., 1992. Disp. Dyes and Their Apl. to PES, Text. Chem. and Colorist, 24 [2], 19-23.

[12]- N., D.M., 1979. The D. of Synt.c-Poly. And Acetate Fibers, Univer. of Bradford, Dyers Com. Publications Trust, 358, England.

[13]- Rageh, N.M., 1997, “Electronic Spectra, Solvatochromic Behaviour And Acidity Constant of Some 2-Amino-3-Arylazo-7-Hydroxy-5-Methyl Pyrazolo[1,5-A] Pyrimidines”, Can. J. of Anal. Sci. and Spect., 42[6], 170-177

[14]- E., H., Uyar, T., 2007, The Syn. of Some Azo D. F. by S-Hydrindacene-1,3,5,7-Tetrone With Some Aromatic Amines And The Investigation of The Effects of ConC., Acid, Base and S. Upon Their UV-Visible Spectra, Dyes and Pigments, 72 [1], 109-112

[15]- G., K.L., Tsatsaroni, E.G., 2002, Hetarylazo Dis. Dyes D. from Substituted N,N-Bis-Acetoxy- Ethyl., Dyes and Pigments, 53[1], 73-78

[16]- Halas, G., Choi, J., 1999, Synthesis And Spectral Properties of Azo Dyes Derived From 2-Amino thiophenes and 2-Amino thiazoles, Dyes and Pigments, 42[3], 249-265

[17]- Yen, M.S., Wang, I.J., 2004, Synthesis And Absorption Spectra of Coupler 4- Aryl-3-Siyano-2-Aminothiophenes, Dyes and Pigments, 61[3]: 243-250

[18]- A. E., 2008, Bazı Dispers Azo Boyarmaddelerinin Sentezi, Absorpsiyon Spektrumları Ve Boyama Özelliklerinin İncelenmesi, Gazi Üniversitesi, Doktora tezi

[19]- Tiedemann, W., Schad, J., 1999 Ekolojik ve Ekonomik Açılardan PES Boyarmaddelerinin Redüktif Temizlenmesi, Melliand Türkiye Sayısı, 112-114

[20]- Aniş, P., 1998, Tekstil Ön Terbiyesi, Alfa Yayınları [ISBN 975-316-109-3], Bursa

[21]- Tarakçıoğlu, I., 1980-1981, Tekstil Boyacılığı-II Teksiri,

[22]- Aspland, J.R., 1992, Disperse Dyes and Their Application to Polyester, Textile Chemist and Colorist, 24 [12], 9-23

[23]- Yurdakul, A. Atav, R., 2006, Boya Baskı Esasları, Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bornova-İzmir

[24]- Anders, S., Schnıdler, W., 1997, Comparison Of Reducing Agents in Reduction Clearing of Polyester Dyeings And Prints, Melliand English, 1-2, 21-22.

[25]- Fıte, F.S.C., 1995, Dyeing Polyester At Low Temperatures: Kinetics Of Dyeing With Disperse Dyes,Textile Research Journal, 65[6], 362-368.

[26]- Kuhar, N., Gorensek, M., 2000, Experimental Alkaline Dyeing of Polyester Yarn, Textiltec, 43[5-6], 181-187

[27]- Bohrınger, A., 1998, Continuous Dyeing of Celluse Yarn and its Blends, International Textile Bulletin, 44[3], 80-82

[28]- Fellner, F., Rıchter, R., 1999, Polyester/Selüloz Karışımları İçin Yeni Boyama Yöntemleri', Melliand Türkiye Sayısı, 4, 205-207

[29]- Lewıs, D.M., Broadbant, P.J., 1997, A Universal Dye for Polyester Fibers- Are Disperse Dyes Capable of Fulfilling This Vision?, Jsdc, 113, 159-16

[30]- Williams, D.L.H., "Nitrosation mechanism", Adv. Phys. Org. Chem., 19381,[1983]

[31]-

[32]- Huges E.D., Ingold C.K., Ridd J.H., "Nitrosation, diazotisation and deamination Part _. Principle, backgraund and metod for the kinetic study of diazotisation", J. Chem. Soc., 58, [1958].

EKLER

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler	
Adı Soyadı	Samet SOLAK
Doğum Yeri	İSTANBUL
Doğum Tarihi	02.05.1985
Uyruğu	☑ T.C. ❒ Diğer:
Telefon	05387977488
E-Posta Adresi	Samet34pau@hotmail.com
Web Adresi	

Eğitim Bilgileri	
Lisans	
Üniversite	Pamukkale Üniversitesi
Fakülte	Fen-Edebiyat Fak.
Bölümü	Kimya
Mezuniyet Yılı	2008

Yüksek Lisans	
Üniversite	Pamukkale Üni.
Enstitü Adı	Fen Bilimleri Enstitüsü
Anabilim Dalı	Kimya Anabilim Dalı
Programı	Anorganik kimya

Makale ve Bildiriler
Triethylammonium [S]-[−]-O-[1-[2- naphthyl] ethyl][4- methoxyphenyl] dithiophosphonate S Solak, M Karakuş, B Tercan, T Hökelek Acta Crystallographica Section E: Structure Reports Online 67 [5], o1260-o1261 Novel Gold [I] and Silver [I] Complexes of Phosphorus-1, 1,-dithiolates and Molecular Structure of [O, O'- [Bornyl] 2 PS 2] H 3 NC [CH 3] 3 S Solak, C Aydemir, M Karakus, P Lönnecke Chemistry Central Journal 7 [1], 89 Synthesis, crystal structure and ab initio/DFT calculations of a derivative of dithiophosphonates M Karakus, S Solak, T Hökelek, H Dal, A Bayrakdar, SÖ Kart, ... Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy 122, 582-590 Synthesis, Characterization, and Antibacterial Activity of Dithiophosphonates and Amidodithiophosphonates C Aydemir, S Solak, G Acar Doganlı, T Sensoy, D Arar, N

Bozbeyoglu, ...Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements 190 [3], 300-309

Investigation of spectroscopic studies and DFT calculations on glucofuranose derivatives of dithiophosphonates S Solak, AÖ Kiraz, M Karakuş
Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements, 1-8

SYNTHESIS AND DYEING PROPETİES OF NEW BLACK MONOAZO DISPERSE DYE Adem ÇINARLI[1], Samet **SOLAK**[2], Demet GÜRBÜZ[1], Aydin TAVMAN[1]2nd International Confererence on New Trends in Chemistry,

19 – 22 April 2016 Zagreb – Croatia