



T.C.
ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SODYUM BORHİDRÜR'ÜN TEKSTİL TERBİYE İŞLEMLERİNDE
KULLANIM OLANAKLARININ ARAŞTIRILMASI

DUYGU YILMAZER

DOKTORA TEZİ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Bu Tez/...../200... tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği/oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Doç Dr. Mehmet KANIK
Danışman

Doç. Dr. Dilek KUT

Prof. Cevdet DEMİR

Doç. Dr. Behçet BECERİR

Doç. Dr. Nevin Çiğdem GÜRİSOY

ÖZET

Bu çalışmada en önemli bor bileşikleri arasında yer alan Sodyum Borhidrür'ün (SBH) tekstil terbiye alanında kullanım olanaklarının araştırılması hedeflenmiştir.

Çalışma dört aşamadan oluşmuştur. Birinci ve ikinci aşamada SBH'ün yünlü ve poliamid mamullerin ağartılmasında kullanım potansiyeli araştırılmıştır. Üçüncü aşamada dispers boyalı polyester mamullerin boyama sonrası indirgen yıkamalarında SBH'ün etkinliği incelenmiştir. Son aşamada ise küp boyamada boyarmaddenin indirgenme ve boyama verimi üzerine SBH'ün hidrosülfid ile beraber ve tek başına kullanılabilirliği üzerine çalışmalar yapılmıştır.

Çalışmalarda SBH proseslerinin optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Değerlendirmeler, konvansiyonel yöntemlerle SBH'ün kullanıldığı işlemler sonucunda elde edilen beyazlık değerleri, kimyasal hasar, renk verimi ve haslık değerleri karşılaştırılarak yapılmıştır. Ayrıca proses atık banyolarının ekolojik etkileri incelenmiştir.

Sonuçta SBH'ün tekstil terbiyesinde yüksek performanslı ve güvenli bir bileşik olduğu bulunmuştur. SBH ile yapılan işlemler sonucu mamulde kimyasal hasar düşük ve haslıklar yüksek olmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Sodyum Borhidrür, yün, poliamid, polyester, ağartma, boyama, indirgen yıkama

ABSTRACT

The aim of this study was to investigate the application possibilities of sodium borohydride (SBH), which is one of the most important boron compounds, in textile finishing processes.

The study was performed in four steps. In the first and second steps of the study the application potential of SBH in wool and polyamide bleaching processes was investigated. In the third step effectiveness of SBH in reduction clearing of polyester fabrics dyed with dispers dyes was examined. In the last step, the effects of SBH as a reducing agent with and without hydrosulfite on dye reduction yield and color quality of vat dyeing were studied.

In the studies, optimization of SBH processes were performed and then the SBH processes were compared to the conventional ones by means of whiteness values, chemical damage, color yield and fastness values of the treated fabrics. In addition to this the environmental impacts of the wastewaters were also investigated.

As a result it was observed that sodium borohydride is a high performance compound and it can be used in textile finishing processes safely. When compared to conventional methods the SBH treatments give higher fastness and lower chemical damage.

Key Words: Sodium borohydride, wool, polyamide, polyester, bleaching, dyeing, reduction clearing

İÇİNDEKİLER	Sayfa
TEZ ONAY SAYFASI	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
İÇİNDEKİLER	v
KISALTMALAR DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiv
SİMGELER DİZİNİ	xvii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ	3
2.1. Sodyum Borhidrür	3
2.1.1. Sodyum Borhidrür'ün genel özellikleri	3
2.1.2. Katalizörlerin etkisi	4
2.1.3. Sodyum Borhidrür'ün çözünürlüğü ve stabilitesi	6
2.1.3.1. Çözünürlük	6
2.1.3.2. Stabilite	8
2.2. Sodyum Borhidrürün Tekstilde Kullanım Alanları	11
2.2.1. Yün liflerinin ağartılması	12
2.2.2. Poliamid liflerinin ağartılması	15
2.2.2.1. Poliamid liflerinin boyanma mekanizması	17
2.2.3. Polyester Mamullerin İndirgen Yıkamaları	19
2.2.4. Selülozik Mamullerin Küp Boyarmaddelerle Boyanması	24
3. MATERYAL VE YÖNTEM	30
3.1. Materyal	30
3.1.1. Kumaşlar	30
3.1.2. Boyarmaddeler ve Yardımcı Kimyasal Maddeler	30
3.1.3. Kullanılan cihazlar	35
3.2. Yöntem	36
3.2.1. Yün liflerinin ağartılmasında kullanılan yöntemler	36
3.2.1.1. Yıkama	36
3.2.1.2. Hidrojenperoksit (H ₂ O ₂) ile yükseltgen ağartma	37
3.2.1.3. Yünlü mamullerin SBH ile indirgen ağartma yöntemi	37
3.2.2. Poliamid liflerinin ağartılmasında kullanılan yöntemler	41
3.2.2.1. Peroksit ağartması	41
3.2.2.2. Sodyum borhidrür ile ağartma yöntemi	42
3.2.2.3. Stabilize hidrosülfid (Hidro) ağartması	45
3.2.2.4. Tiyoüre dioksit (TUDO) ağartması	46
3.2.2.5. Poliamid mamullerin boyanması	47
3.2.3. Dispers Boyalı PES Mamullerin İndirgen Yıkanmasında Sodyum Borhidrür Kullanımı	48

3.2.3.1. Boyama yöntemi	48
3.2.3.2. Hidrosülfid ile indirgen yıkama yöntemleri	50
3.2.3.3. Sodyum Borhidrür ile indirgen yıkama yöntemleri	51
3.2.4. Küp boyama	52
3.3. Ölçüm ve Testler	53
3.3.1. Renk ölçümleri	53
3.3.2. Alkali çözünürlük testleri	53
3.3.3. Yıkama haslığı testleri	54
3.3.4. Kantitatif olarak amino uç gurubu tayini	54
3.3.5. Infrared spektroskopisi	54
3.3.6. Viskozite tayini	55
3.3.7. Redoks potansiyeli tayini	55
3.3.8. Işık haslığı testleri	56
3.3.9. Sürtünmeye karşı renk haslığı testleri	56
3.3.10. Elastikiyet testleri	56
3.3.11. Kimyasal oksijen ihtiyacı	57
3.3.12. Deneysel sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi	57
4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI	59
4.1. Yünlü Mamullerin Ağartılması	59
4.1.1. Hidrojenperoksit (H_2O_2) ile yükseltgen ağartma sonuçları	59
4.1.2. Sodyum Borhidrür ile indirgen ağartma sonuçları	59
4.1.2.1. Optimum SBH miktarının tespiti	59
4.1.2.2. Optimum katalizör miktarının tespiti	60
4.1.2.3. Optimum çalışma sıcaklığının tespiti	61
4.1.2.3. Optimum çalışma pH'ının tespiti	62
4.1.2.4. Optimum çalışma süresinin tespiti	62
4.1.2.5. Işık haslığı sonuçları	63
4.2. Poliamid Mamullerin Ağartılması	64
4.2.1 Ağartma sonuçları	64
4.2.1.1. Peroksit ağartmasının sonuçları	64
4.2.1.2. SBH Ağartması	65
4.2.1.3. Stabilize hidrosülfid ağartması	70
4.2.1.4. Tiyüre dioksit (TUDO) ağartması	70
4.2.2. Ağartma işlemleri sonucu poliamid mamulde meydana gelen hasarın tespiti	71
4.2.2.1. Amino uç grubunda meydana gelen değişikliklerin tespiti	71
4.2.2.2. Polimer yapısında meydana gelen değişikliklerin tespiti	82
4.2.3. Atık ağartma banyolarının kimyasal oksijen ihtiyacı	83
4.3. Dispers Boyalı PES Mamullerin İndirgen Yıkama	83
4.3.1. Dispers boyalı polyester/mikrolif mamullerin indirgen yıkama	83
4.3.1.1. Hidrosülfid ile indirgen yıkama sonuçları	83
4.3.1.2. SBH ile indirgen yıkama sonuçları	86
4.2.1.3. Atık indirgen yıkama banyolarının kimyasal oksijen ihtiyacı	100
4.3.1.4. İndirgen yıkama banyolarında renklilik giderimi	101
4.3.2. Dispers boyalı PES/Elastan mamullerin indirgen yıkamaları	105
4.3.2.1. Hidrosülfid ile indirgen yıkama sonuçları	105

4.3.2.2. SBH ile indirgen yıkama sonuçları	107
4.4. Selülozik Mamullerin Küp Boyarmaddelerle Boyama Sonuçları	117

5. TARTIŞMA VE SONUÇLAR	125
5.1. Yünlü Mamullerin Ağartılması	125
5.1.1. Hidrojenperoksit (H ₂ O ₂) ile yükseltgen ağartma	125
5.1.2. Sodyum Borhidrür ile indirgen ağartma	125
5.1.2.1. SBH miktarının beyazlık üzerine etkisi	125
5.1.2.2. Katalizör miktarının beyazlık üzerine etkisi	126
5.1.2.3. Çalışma sıcaklığının beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine etkisi	127
5.1.2.4. Çalışma pH'sının beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine etkisi	128
5.1.2.5. Çalışma süresinin beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine etkisi	129
5.1.3. Işık haslığı	130
5.1.4. Yünün ağartılması ile ilgili genel değerlendirme	131
5.2. Poliamid Mamullerin Ağartılması	133
5.2.1 Peroksit ağartması	133
5.2.2. SBH ağartması	134
5.2.2.1. Çalışma pH'sının ağartma sonuçlarına etkisi	134
5.2.2.2. SBS (Katalizör) konsantrasyonunun ağartma sonuçlarına etkisi	135
5.2.2.3. SBH konsantrasyonunun ağartma sonuçlarına etkisi	135
5.2.2.4. Çalışma sıcaklığının ağartma sonuçlarına etkisi	136
5.2.2.5. Çalışma süresinin ağartma sonuçlarına etkisi	137
5.2.3. Tiyoüredioksit (TUDO) ağartması	138
5.2.4. Stabilize hidrosülfid ağartması	139
5.3. Ağartma İşlemlerinin PA Liflerinin Boyanabilirliği Üzerine Etkisi	140
5.3.1. Renk ölçüm sonuçları	140
5.3.2. Haslık testleri	142
5.3.2.1. Yıkama haslığı	142
5.3.2.2. Işık haslığı	143
5.3.3. Amino uç gurubu miktarı üzerine ağartma yöntemlerinin etkisi	143
5.3.4. Infrared spektroskopisi	143
5.3.5. Viskozite tayini	144
5.3.6. Mukavemet ölçümleri	145
5.3.7. Kimyasal oksijen ihtiyacı	145
5.3.8. Poliamid mamullerin ağartılması ile ilgili genel değerlendirme	146
5.4. Dispers Boyalı PES Mamullerin İndirgen Yıkama	148
5.4.1. PES/Mikrolif mamullerin indirgen yıkama	148
5.4.1.1. Hidrosülfid ve SBH ile indirgen yıkama sonuçlarının renk değerleri ve haslıklar üzerine etkisi	148
5.4.1.2. Kimyasal oksijen ihtiyacı	158
5.4.1.3. Hidrosülfid ve SBH'ün atık indirgen yıkama banyolarının dekolorizasyonu üzerine etkisi	158
5.4.1.4. Polyester/mikrolif mamullerin indirgen yıkama ile ilgili genel değerlendirme	159
5.4.2. Dispers boyalı PES/Elastan mamullerin indirgen yıkamaları	160

5.4.2.1. Hidrosülfid ve SBH indirgen yıkama sonuçlarının renk değerleri ve haslıklar üzerine etkisi	160
5.4.2.2. Polyester/elastan mamullerin indirgen yıkanması ile ilgili genel değerlendirme	166
5.5. Selülozik Mamullerin Küp Boyarmaddelerle Boyanmasında Sodyum Borhidrür Kullanımı	167
5.6. Genel Değerlendirme	173
KAYNAKLAR	174
EKLER	180
ÖZGEÇMİŞ	211
TEŞEKKÜR	212

KISALTMALAR DİZİNİ

- Ac- Asetat
ATR- Attenuated total reflectance (hafifletilmiş toplam yansıtma)
C.I.-Color Index
DE- Renk farkı (ΔE)
FTIR- Fourier transform infrared
Hidro- Hidrosülfid
HT- High temperature (yüksek sıcaklık)
KOİ- Kimyasal oksijen ihtiyacı
K/S- Kubelka-Munk fonksiyonu (renk koyuluğu)
Konst- Konsantrasyon
L*-CIELab renk uzayında açıklık-koyuluk eksenini
PA- Poliamid
PES- Polyester
SBH- Sodyum borhidür
SBS- Sodyum bisülfid
THF- Tetrahidrofuran
TUDO- Tiyüre dioksit

ÇİZELGELER DİZİNİ**Sayfa**

Çizelge 2.1. Sodyum borhidrürün genel özellikleri	3
Çizelge 2.2. Sodyum borhidrürün bazı önemli organik reaksiyonları	4
Çizelge 2.3. Bazı önemli asit katalizörlerinin hidrojen oluşum miktarı üzerine etkisi	5
Çizelge 2.4. Bazı önemli katalitik hızlandırıcıların hidrojen oluşum miktarı üzerine etkisi	6
Çizelge 2.5. Sodyum Borhidrürün farklı çözücülerdeki çözünürlükleri (g/100 g çözücü)	7
Çizelge 2.6. Farklı kostik konsantrasyonları ve sıcaklıkta sodyum borhidrürün dekompozisyonu	10
Çizelge 3.1. Yün, poliamid ve pamuk kumaşların özellikleri	30
Çizelge 3.2. Deneyleerde kullanılan kimyasal maddeler ve özellikleri	31
Çizelge 3.3. Poliamid mamullerin boyanmasında kullanılan boyarmaddeler ve kimyasal yapıları	32
Çizelge 3.4. Polyester mamullerin boyanmasında kullanılan boyarmaddeler ve kimyasal yapıları	33
Çizelge 3.5. Küp boyamada kullanılan boyarmaddeler ve kimyasal yapıları	35
Çizelge 3.6. Deneyleerde kullanılan cihazlar	36
Çizelge 3.7. Optimum SBH miktarı tespiti amacıyla kullanılan kimyasal maddeler ve miktarları	38
Çizelge 3.8. Optimum SBS miktarı tespiti amacıyla kullanılan kimyasal madde miktarları ve gerçekleşen pH değerleri	39
Çizelge 3.9. Optimum sıcaklık tespiti amacıyla kullanılan kimyasal madde miktarları ve gerçekleşen pH değerleri	39
Çizelge 3.10. Optimum çalışma pH'sının tespiti amacıyla kullanılan kimyasal madde miktarları ve uygulama pH'ları	40
Çizelge 3.11. Optimum çalışma süresinin tespiti amacıyla kullanılan kimyasal madde miktarları	41
Çizelge 3.12. Hidrojen peroksit ile ağartma prosesinde kullanılan kimyasallar ve miktarları	41
Çizelge 3.13. Optimum katalizör miktarının tespiti amacıyla gerçekleştirilen işlem prosedürü	43
Çizelge 3.14. Optimum Sodyum Borhidrür çözeltisi miktarı tespiti amacıyla gerçekleştirilen işlem prosedürü	44
Çizelge 3.15. Optimum çalışma sıcaklığı tespiti amacıyla gerçekleştirilen işlem prosedürü	45
Çizelge 3.16. Optimum çalışma süresinin tespiti amacıyla gerçekleştirilen işlem prosedürü	45
Çizelge 3.17. Stabilize hidrosülfite ile ağartma prosesinde kullanılan kimyasallar ve miktarları	46
Çizelge 3.18. Tiyoüre dioksit ağartmasında kullanılan kimyasallar ve miktarları	47
Çizelge 3.19. Hidrosülfite ve SBH'ün küp boyama proseslerinde kullanım oranları	52
Çizelge 4.1. Optimum SBH miktarının tespiti amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen sarılık ve beyazlık değerleri	60
Çizelge 4.2. Optimum SBS (katalizör) miktarının tespiti amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen sarılık ve beyazlık değerleri	60
Çizelge 4.3. Optimum çalışma sıcaklığı tespiti amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen sarılık ve beyazlık değerleri	61

Çizelge 4.4. Optimum çalışma pH'sının tespiti amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen beyazlık, sarılık ve alkali çözünürlük değerleri	62
Çizelge 4.5. Optimum çalışma süresinin belirlenmesi amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen beyazlık, sarılık ve alkali çözünürlük değerleri	63
Çizelge 4.6. Gri skalaya göre ışık haslığı değerlendirme sonuçları	64
Çizelge 4.7. Peroksit ağartması sonucu poliamid 6.6 ve pamuklu kumaşta elde edilen beyazlık değerleri	65
Çizelge 4.8. Optimum pH'nın tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri	66
Çizelge 4.9. Optimum SBS miktarının tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri	67
Çizelge 4.10. Optimum SBH miktarının tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri	68
Çizelge 4.11. Optimum sıcaklığın tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri	69
Çizelge 4.12. Optimum çalışma süresinin tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri	69
Çizelge 4.13. Poliamid mamulün stabilize hidrosülfite ile ağartılması sonucu elde edilen beyazlık değerleri	70
Çizelge 4.14. Poliamid mamulün tiyoüre dioksitle ile ağartılması sonucu elde edilen beyazlık değerleri	71
Çizelge 4.15. Ağartma işleminden sonra asit boyarmaddeleri ile boyanmış poliamid mamulün renk ölçüm sonuçları	72
Çizelge 4.15. (devam) Ağartma işleminden sonra asit boyarmaddeleri ile boyanmış poliamid mamulün renk ölçüm sonuçları	73
Çizelge 4.16. Farklı yöntemlere göre ağartılmış mamulün boyama sonrası yıkama haslık sonuçları	74
Çizelge 4.16. (devam) Farklı yöntemlere göre ağartılmış mamulün boyama sonrası yıkama haslık sonuçları	75
Çizelge 4.17. Boyanmış poliamid mamulün ışık haslığı sonuçları	76
Çizelge 4.17. (devam) Boyanmış poliamid mamulün ışık haslığı sonuçları	77
Çizelge 4.18. Amino uç gurubu tayini sonucu mamuldeki NH_2 uç gurubu miktarları	77
Çizelge 4.19. Ham ve ağartılmış poliamid numunelerin viskozite sonuçları	82
Çizelge 4.20. Kopma mukavemeti değerleri	82
Çizelge 4.21. Ağartma banyoları KOİ değerleri	83
Çizelge 4.22. Hidrosülfite ile ard işleme tabi tutulan numunelerin renk değerlerinde meydana gelen değişimler	84
Çizelge 4.23. Hidrosülfite yapılan indirgen yıkamaların polyester/mikrolif kumaşların yıkama haslıkları üzerine etkisi	85
Çizelge 4.23. (devam) Hidrosülfite yapılan indirgen yıkamaların polyester/mikrolif kumaşların yıkama haslıkları üzerine etkisi	86
Çizelge 4.24. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Blue 79/1 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler	87

Çizelge 4.25. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Red 167/1 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler	88
Çizelge 4.26. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Orange 30 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler	89
Çizelge 4.27. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Black PRL ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler	90
Çizelge 4.28. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Blue 56 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler	91
Çizelge 4.29. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Red 60 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler	92
Çizelge 4.30. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Yellow 64 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler	93
Çizelge 4.31 Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	94
Çizelge 4.32. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Red 167/1 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	95
Çizelge 4.33. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Orange 30 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	96
Çizelge 4.34. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Black PRL ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	97
Çizelge 4.35. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	98
Çizelge 4.36. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Red 60 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	99
Çizelge 4.37. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Yellow 64 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	100
Çizelge 4.38. İndirgen yıkama banyolarının KOİ değerlendirmeleri	101
Çizelge 4.39. Hidrosülfitle ard işleme tabi tutulan PES/elastan numunelerde meydana gelen renk değişimleri	105
Çizelge 4.40. Hidrosülfitle yapılan indirgen yıkamaların PES/elastan kumaşların yıkama haslıklarına etkisi	106
Çizelge 4.41. Farklı dispers boyarmaddeler ile boyanmış mamulde hidrosülfitle ard işlem sonrası meydana gelen esneklik değişimleri	107
Çizelge 4.42 Blue 56 boyarmaddesi ile farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş mamulde meydana gelen renk değişimleri	108
Çizelge 4.43. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	109
Çizelge 4.44. Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde SBH ile ard işlem sonrası meydana gelen uzama ve kalıcı uzama değerleri	110

Çizelge 4.45. Dispers Blue 60 boyarmaddesi ile farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş mamulde meydana gelen renk değişimleri	111
Çizelge 4.46. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	112
Çizelge 4.47. Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulde SBH ile ard işlem sonrası meydana gelen uzama ve kalıcı uzama değerleri	113
Çizelge 4.48. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde meydana gelen renk değişimleri	114
Çizelge 4.49. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri	115
Çizelge 4.50. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde SBH ile ard işlem sonrası meydana gelen uzama ve kalıcı uzama değerleri	116
Çizelge 4.51. Vat Blue 66 ile boyanmış mamulün renk değerleri	117
Çizelge 4.52. Vat Red 14 ile boyanmış mamulün renk değerleri	118
Çizelge 4.53. Vat Orange 9 ile boyanmış mamulün renk değerleri	118
Çizelge 4.54. Hidrosülfite miktarının sabit olduğu farklı konsantrasyonlarda SBH kullanılarak gerçekleştirilen küp boyamaların renk değerleri	119
Çizelge 4.55. Vat Blue 66 ile farklı oranlarda hidrosülfite ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen boyama proseslerinin redoks potansiyeli değerleri	120
Çizelge 4.56. Vat Red 14 ile farklı oranlarda hidrosülfite ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen boyama proseslerinin redoks potansiyeli değerleri	121
Çizelge 4.57. Vat Blue 66 ile boyanmış mamulün yıkama haslık değerleri	122
Çizelge 4.58. Vat Red 14 ile boyanmış mamulün yıkama haslık değerleri	123
Çizelge 4.59. Vat Orange 9 ile boyanmış mamulün yıkama haslık değerleri	123
Çizelge 4.60. Küp boyamalar sonucunda elde edilen kuru ve yaş sürtme haslık değerleri	124

ŞEKİLLER DİZİNİ**Sayfa**

Şekil 2.1. Sıcaklığa bağlı olarak Sodyum borhidrürün çözünürlük değişimi	8
Şekil 2.2. pH'ya bağlı olarak sodyum borhidrürün stabilite değişimi	9
Şekil 2.3. Sıcaklığa bağlı olarak sodyum borhidrürün stabilite değişimi	10
Şekil 2.4. Konvansiyonel ve SBH ile gerçekleştirilen polyester indirgen yıkama prosedürlerinin karşılaştırılması a) geleneksel PES indirgen yıkama prosesi b) SBH çözültisi ile gerçekleştirilen indirgen yıkama prosesi	23
Şekil 2.5. SBH miktarının boya banyosunun redoks potansiyeline etkisi	29
Şekil 2.6. SBH miktarının renk verimi üzerine etkisi	29
Şekil 3.1. Peroksit ağartma prosesi	37
Şekil 3.2. Hidrojen peroksit ile ağartma prosesi	42
Şekil 3.3. Stabilize hidrosülfite ile ağartma prosesi	46
Şekil 3.4. Tiyoüre dioksit ile ağartma prosesi	47
Şekil 3.5. Poliamid 6.6'nın asit boyarmaddelerle boyama diyagramı	48
Şekil 3.6. Polyester/mikrolif boyama diyagramı	49
Şekil 3.7. Polyester/elastan boyama prosesi	50
Şekil 3.8. Hidrosülfite indirgen yıkama prosesi	51
Şekil 3.9. Sodyum borhidrürle indirgen yıkama prosesi	51
Şekil 3.10. Küp boyama diyagramı	53
Şekil 3.11. Ostwald viskozimetresi	55
Şekil 3.12. Redoks potansiyeli ölçüm düzeneği	56
Şekil 4.1. Ham ve ağartılmış poliamid mamullerin FT-IR ATR spektroskopileri	78
Şekil 4.2. 4000- 2600 cm^{-1} arasında ham ve ağartılmış poliamid mamullerin FT-IR ATR spektroskopileri	79
Şekil 4.3. 1800- 500 cm^{-1} arasında ham ve ağartılmış poliamid mamullerin FT-IR ATR spektrumları	79
Şekil 4.4. (a) 3600- 3400 cm^{-1} ve (b) 1800- 1600 cm^{-1} arasında FT-IR absorban spektrumları	80
Şekil 4.5. (a) Ham mamul ile peroksit ağartması yapılmış mamulün fark spektrumu, (b) Ham mamul ile TUDO ağartması yapılmış mamulün fark spektrumu, (c) Ham mamul ile Stab. Hidrosülfite ağartması yapılmış mamulün fark spektrumu, (d) Ham mamul ile SBH ağartması yapılmış mamulün fark spektrumu	80
Şekil 4.6. Dispers Blue 79/1 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği	101
Şekil 4.7. Dispers Red 167/1 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği	102
Şekil 4.8. Dispers Orange 30 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği	102
Şekil 4.9. Dispers Black PRL boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği	103
Şekil 4.10. Dispers Blue 56 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği	103
Şekil 4.11. Dispers Red 60 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği	104
Şekil 4.12. Dispers Yellow 64 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği	104

Şekil 5.1. 20 g/l sabit SBS ve farklı SBH konsantrasyonlarının beyazlık üzerine etkisi	126
Şekil 5.2. 2 g/l SBH ile değişen katalizör miktarının beyazlık değerleri üzerine etkisi	127
Şekil 5.3. Çalışma sıcaklığı ile beyazlık ve alkali çözünürlük arasındaki ilişki	127
Şekil 5.4. Çalışma pH'sının mamulün alkali çözünürlük ve beyazlığı üzerine etkisi	129
Şekil 5.5. Çalışma süresinin mamulün alkali çözünürlük ve beyazlığı üzerine etkisi	130
Şekil 5.6. Poliamid 6.6 ve pamuklu numunelerin peroksit ağartması sonucu beyazlık değerinde meydana gelen değişim	133
Şekil 5.7. pH'ya bağlı olarak beyazlık değerlerinde meydana gelen değişim	134
Şekil 5.8. SBS konsantrasyonuna bağlı olarak beyazlık değerlerinde meydana gelen değişim	135
Şekil 5.9. SBH konsantrasyonuna bağlı olarak beyazlık değerlerinde meydana gelen değişim	136
Şekil 5.10. Sıcaklığa bağlı olarak beyazlık değerlerinde meydana gelen değişim	137
Şekil 5.11. Çalışma süresine bağlı olarak beyazlığın değişimi	138
Şekil 5.12. Poliamid mamulün farklı TUDO konsantrasyonları ile muamelesi sonucu beyazlık değerinde meydana gelen değişim	139
Şekil 5.13. Poliamid mamulün stabilize hidrosülfite ağartması sonucu beyazlık değerinde meydana gelen değişim	140
Şekil 5.14. Acid Blue 25 boyarmaddesinin farklı konsantrasyonlarında ağartma yöntemlerine göre boyama sonuçları	141
Şekil 5.15. Acid Black 1 boyarmaddesinin farklı konsantrasyonlarında ağartma yöntemlerine göre boyama sonuçları	141
Şekil 5.16. Navy Blue RN boyarmaddesinin farklı konsantrasyonlarında ağartma yöntemlerine göre boyama sonuçları	142
Şekil 5.17. Farklı ağartma işlemi uygulanmış poliamid 6.6 kumaşların kopma mukavemet değerlerinde meydana gelen değişim	145
Şekil 5.18. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi	149
Şekil 5.19. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	149
Şekil 5.20. Dispers Red 167/1 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi	150
Şekil 5.21. Dispers Red 167/1 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	150
Şekil 5.22. Dispers Orange 30 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi	151
Şekil 5.23. Dispers Orange 30 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	151
Şekil 5.24. Dispers Black PRL ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi	152
Şekil 5.25. Dispers Black PRL ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	152
Şekil 5.26. Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi	153
Şekil 5.27. Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	153

Şekil 5.28. Dispers Red 60 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi	154
Şekil 5.29. Dispers Red 60 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	155
Şekil 5.30. Dispers Yellow 64 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi	156
Şekil 5.31. Dispers Yellow 64 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	156
Şekil 5.32. Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	162
Şekil 5.33. Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde SBH ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	162
Şekil 5.34. Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	163
Şekil 5.35. Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulde SBH ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	164
Şekil 5.36. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	165
Şekil 5.37. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde SBH ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi	165
Şekil 5.38. Farklı konantrasyonlarda hidrosülfite ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen Vat Blue 66 ile boyanmış mamulün K/S değerlerinde meydana gelen değişim	168
Şekil 5.39. Farklı konantrasyonlarda hidrosülfite ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen Vat Red 14 ile boyanmış mamulün K/S değerlerinde meydana gelen değişim	168
Şekil 5.40. Farklı konantrasyonlarda hidrosülfite ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen Vat Orange 9 ile boyanmış mamulün K/S değerlerinde meydana gelen değişim	169
Şekil 5.41. Hidrosülfite ve SBH konsantrasyonlarının Vat Blue 66 boyama çözeltisinin redoks potansiyeli üzerine etkisi	170
Şekil 5.42. Hidrosülfite ve SBH konsantrasyonlarının Vat Red 14 boyama çözeltisinin redoks potansiyeli üzerine etkisi	171

SİMGELER DİZİNİ

α - I.Tip Hata

μ - Faktörlerin Bütün Seviyeleri İçin Ortak Etki (Ortalama)

df - Serbestlik Derecesi

η - çözeltinin akış süresi

ε - Tesadüfi hata

1. GİRİŞ

Tekstil terbiye sektöründe indirgen prosesler oldukça önemli bir yere sahiptir. Bu indirgen proseslerin başlıcaları; poliamid ve protein gibi çeşitli liflerin ağartılması, polyester ve karışımlarının boyama ve baskıdan sonra indirgen yıkaması, küp ve kükürt boyarmaddelerle boyama ve baskı işlemleri, hatalı boyamaların soldurulması, boyama makinelerinin temizlenmesi ve atık sularda renk giderimi (dekolorizasyon) şeklinde sıralanabilir.

Günümüzde bu alanlarda çoğunlukla sodyum hidrosülfid, tiyoüre dioksit, sodyum bisülfid, formaldehit sülfoksilatlar vb. kükürtlü bileşikler kullanılmaktadır. Ancak ekonomik ve ekolojik kaygıların arttığı günümüz şartları bu konuda alternatif ürünlere yönelmeyi zorunlu kılmıştır. Çünkü konvansiyonel ürünlerin birçoğu yüksek maliyet, atık sulardaki kükürt yükü, stabilite, etkinlik, dozajlama, uzun işlem süreleri gibi pek çok çevresel ve teknik sorunlara sahiptir (US Patent 6663677 2003).

Sodyum Borhidrür (SBH) günümüzde fosil yakıtlarına alternatif hidrojenin depolama kaynağı olarak tanınmaktadır (Çelikkan 2007). Ancak yaygın olarak atık su prosesleri, kağıt ağartma ve ilaç sanayinde kullanılan kuvvetli indirgen bir bileşiktir. Aktivitesi ve indirgen özelliği ile ilgili araştırmalar 1950'li yıllara dayanmaktadır (Schlessinger ve ark. 1953). Buna paralel olarak aynı yıllarda tekstil terbiye alanında borhidrür bileşiklerinin kullanımına dair az sayıda patentler de mevcuttur. Ancak konu ile ilgili çalışmalar sınırlı kalmış son yıllara kadar ülkemizde herhangi bir uygulama alanı bulamamıştır. Oysa ki bir tekstil kimyasal maddesinden beklenen stabilite, iyi disperse özelliği, köpük oluşturmaması, boya tonuna etki etmemesi, uygulama kolaylığı, yanıcı olmaması gibi çok sayıda avantaja sahip bir indirgen olan SBH'nin tekstil sektöründe geniş bir kullanım potansiyelinin olduğu araştırmalar sonucu ortaya çıkmıştır (Amendola ve ark. 2000, Höhn 2005).

Bu çalışma 4 ana bölümden oluşmaktadır. Birinci ve ikinci bölümde yün ve poliamid mamullerin sodyum borhidrür ile ağartılması, üçüncü bölümde dispers boyalı polyester/mikrolif ve polyester/elastan içeren mamullerin sodyum borhidrürle indirgen yıkanması ve son olarak selülozik mamullerin sodyum borhidrür eşliğinde küp boyanması gerçekleştirilmiştir.

Yünlü mamullerin ağartılmasında konvansiyonel peroksit ve SBH ağartmaları beyazlık ve mamulde meydana gelen hasar açısından karşılaştırılmıştır. SBH ağartma işlemlerinde öncelikle proses optimizasyonu yapılmıştır. Mamulde hasar tespiti alkali çözünürlük testleri ile gerçekleştirilmiştir.

Poliamid mamulün ağartma çalışmaları ise SBH ve konvansiyonel ağartma metotları ile karşılaştırmalı olarak yürütülmüş, beyazlıklar ve mamulde meydana gelen kimyasal hasar asit boyarmaddeleri ile boyama, kantitatif olarak amino uç grup tayini, infrared spektroskopisi, viskozite ve ışık haslığı testleri uygulanarak tayin edilmiştir.

Dispers boyama sonrası gerçekleştirilen ard işlemler tekstil sektöründe sıklıkla haslık problemleri yaşanan polyester/mikrolif ve polyester/elastan mamullere uygulanmıştır. SBH ile ilgili yapılan çalışmalarda değerlendirmeler konvansiyonel hidrosülfite işlemi ile karşılaştırmalı olarak yapılmıştır. Numunelerin renk ölçümleri ve yıkama haslıkları incelenerek SBH'ün bu alanda hidrosülfite alternatif olarak kullanılabilirliği araştırılmıştır.

Son bölümde selülozik mamullerin küp boyanmasında SBH yardımı ile hidrosülfite miktarının azaltılmasına yönelik araştırmalar yapılmıştır. Değerlendirmeler boyama çözeltisi potansiyel farkı, renk ölçümleri ve haslık testleri göz önünde bulundurularak gerçekleştirilmiştir.

Çalışmaların sonucunda atık banyoların KOİ ölçümleri yapılarak geliştirilen proseslerin ekolojik etkileri incelenmiştir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Sodyum Borhidrür

2.1.1. Sodyum Borhidrür'ün genel özellikleri

Sodyum borhidrür (SBH), organik sentezlerde aldehit, keton ve anhidritlerin yanı sıra asit/ester indirgemeleri ve dehalojenasyonları, alkenlerin hidrojenasyonları, karbonil gruplarının indirgen aminleme ve stereoselektif indirgenmelerinde kullanılan tetrahidroborat grubunun en önemli üyesidir (Boehme 2004, Windey ve ark. 2002, Mohanazadeh ve ark. 2005, Panfilov 2002, Yakabe 2000, Berkes ve ark. 2000). Borhidrürler, ılıman bir indirgen olmaları sebebiyle aldehit ve ketonun indirgenmesinde tercih edilir (Boechat 2004). Aldehit ve ketonları çabuk indirgerken esterleri yavaş indirger (Fessenden 2001). Çizelge 2.1 ve 2.2'de NaBH_4 'ün genel özellikleri ve yalnız veya katalizör sistemi yardımıyla gerçekleşen bazı önemli organik bileşikler indirgeme reaksiyonları görülmektedir (Anonim 1999).

Çizelge 2.1. Sodyum borhidrürün genel özellikleri

Kimyasal Formülü	NaBH_4
Görünümü	Beyaz kristal katı
Moleküler Ağırlık	37.85
Yoğunluğu	1.074 g/cm ³
Erime Sıcaklığı	505 °C (10 atm H ₂)
CAS No	16940-66-2

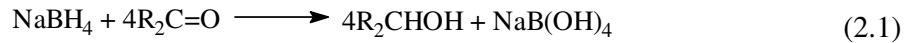
KAYNAK: Goldmann, „Sodium Borohydride Digest“, Morton International, Almanya, 59p.

Çizelge 2.2. Sodyum borhidrürün bazı önemli organik reaksiyonları

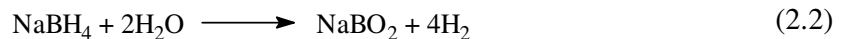
İndirgenen Madde	İndirgen Madde-Çözücü	Oluşan Ürün
Aldehit	NaBH ₄ ve alkol	Alkol
Keton	NaBH ₄ -MeOH-H ₂ O; NaBH ₄ -CeCl ₃ -MeOH	Alkol
Karboksilik asit	NaBH ₄ -ZnCl ₄ veya TiCl ₄ - THF	Alkol
Halojenlenmiş ketonlar	NaBH ₄	Halojenlenmiş alkol
Aminoasitler	1. NaBH ₄ -I ₂ -THF 2. KOH, MeOH	Amino alkol
Aromatik halojenürler	NaBH ₄ -geçiş metal tuzu; DMF- <i>hν</i>	Aromatik hidrokarbon
Aromatik diazonyum tuzları	NaBH ₄ -sulu çözelti	Aromatik hidrokarbon
Nitro bileşikleri	NaBH ₄ -geçiş metal tuzu	Primer amin

KAYNAK: http://www.finnishchemicals.com/images/finnchem/pdf/esitteet/FC_hydrifin.pdf

İdeal reaksiyon şartlarında 1 mol NaBH₄, 4 mol aldehit ya da ketonu alkole indirger.



Eşitlik 2.1'deki tepkime tamamlandıktan sonra alkolü tuzundan kurtarmak için karışım su veya seyreltik asitle muamele edilir. Ancak borhidrürle indirgemede çözücü olarak su, metanol ya da etanol kullanılmışsa bu basamak kendiliğinden oluşur. Hidroliz esnasında organoboratin bor kısmı borik asite (H₃BO₃) dönüşür (Fessenden 2001). Sodyum borhidrürün hidrojen üretim reaksiyonu aşağıdaki reaksiyona göre gerçekleşir (http://www.eere.energy.gov/hydrogenandfuelcells/storage/chem_storage.html).



Sodyum borhidrürün bu dekompozisyon reaksiyonunun asitler tarafından katalizlendiği belirtilmektedir (<http://www.hydridesolutions.com/pdf/Reductive%20amination.pdf>).

2.1.2. Katalizörlerin etkisi

Sodyum borhidrürle indirgenme yüzdesinin ve reaksiyon hızlarının artırılması amacıyla katalizör sistemleri kullanılabilir. Katalizörler anorganik redoks sistemi bileşenleridir. Bunlar

pH 8-14'te -1,5-0 volt arası potansiyele sahip Ni(II)tetrasiyanürük asit alkali tuzları, Co(II)hekzasiyanürük asit alkali tuzları, 2 değerlikli krom manganın siyanürük asit tuzları ve 2 yükseltgenme basamaklı oksijen kompleksleridir. Metal olarak kalay, arsenik, bakır, molibden, nikel ya da platin ve bu metallerin glikol, etanolamin, β -diketonlar gibi kompleksleri kullanılabilir. İnorganik bileşikler olarak iki değerlikli nikelin, kobaltın, kromun, manganın alkali metal siyanürleri ya da bir alkali metal stannat, alkali metal stannit ve organik bileşik olarak antrakınon ve türevleri uygundur (DE 1099506 1961).

Bazı kimyasal maddelerin eklenmesiyle sodyum borhidrürün reaktivitesi artırılabilir. Örneğin tetrahidrofuran (THF) içerisindeki sodyum borhidrüre iyot eklenmesi esteri ve diğer aromatik grupları indirger. $ZnCl_2-NaBH_4$ sistemi tersiyer aminler varlığında güçlü indirgeme özelliğine sahiptir ve ester indirgemesine başka bir örnek teşkil eder (Boechat 2004).

İndirgeme miktarını etkilemesi açısından katalizör ya da katalizör karışımlarına sodyumbisülfid, sodyumsülfid, kükürtdioksit, meta bisülfid, ditiyonat ve ditiyonitin eklenmesi uygundur. İyi bir indirgeme efekti elde edebilmek için katalizör kullanmak gerekir. Katalizör ya da katalizör sistemleri bor hidrürlerin ağırlığına göre %1-20 arasında tercihen %5-10 olacak şekilde kullanılır (EP 885852 1957).

Çizelge 2.3'de standart şartlarda sodyum borhidrürün eşit miktarını içeren asitlerin hidrojen oluşum miktarlarına olan etkilerinin karşılaştırması görülmektedir.

Çizelge 2.3. Bazı önemli asit katalizörlerinin hidrojen oluşum miktarı üzerine etkisi

Katalizör	Miktar (g/100 g $NaBH_4$)	Serbest Hidrojen (%, 10 Dakika)
Kalsiyum Klorür	100	0
Salisilik Asit	100	54
Benzoik asit	100	64
Maleik asit	100	85
Süksinik asit	100	Çok hızlı
Tartarik asit	100	>98
Sitrik asit	100	>99
Borik asit	100	97,5

KAYNAK: Schlessinger, H. I. ve ark. 1953. Sodium Borohydride, Its Hydrolysis and its Use as a Reducing Agent and in the Generation of Hydrogen. American Chem. Soc. Journal, 75: 215-219.

Yapılan çalışmalar borik oksit içeren peletlerin ısıya karşı dayanımlarının yüksek olduğunu ve hidrojen oluşumunda önemli avantajlar sağladığını göstermektedir. Zayıf bir asit olmasına rağmen borik oksitin metaboratlarla tetraborat oluşum reaksiyonu vermesi nedeniyle etkili olduğu düşünülmektedir (Schlessinger ve ark. 1953).

Çizelge 2.4’de katalitik hızlandırıcı maddelerin sodyum borhidrür ile reaksiyonu sonucu hidrojen oluşumuna etkileri görülmektedir. Çalışmalar sonucu elde edilen bulgular incelendiğinde kobalt(II) tuzlarının avantajlı olduğu görülmektedir (Schlessinger ve ark. 1953).

Çizelge 2.4. Bazı önemli katalitik hızlandırıcıların hidrojen oluşum miktarı üzerine etkisi

Katalizörler, Klorürler	Serbest Hidrojen (%)		
	5 dakika	10 dakika	15 dakika
Demir(II)	38	53	65
Kobalt (II)	46	97	...
Nikel (II)	42	74	99
Bakır (II)	32	43	49

KAYNAK: Schlessinger, H. I. ve ark. 1953. Sodium Borohydride, Its Hydrolysis and its Use as a Reducing Agent and in the Generation of Hydrogen. American Chem. Soc. Journal, 75: 215-219.

2.1.3. Sodyum Borhidrür’ün çözünürlüğü ve stabilitesi

2.1.3.1. Çözünürlük

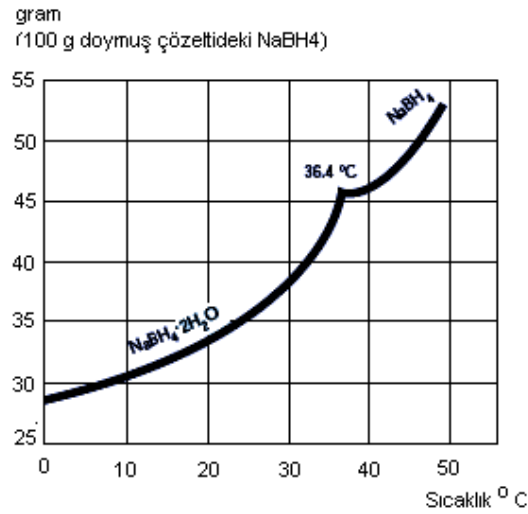
NaBH_4 ’ün reaksiyon hızı ve verimi reaktanın tipine ve konsantrasyonuna, sıcaklığa, çözücüye ve pH değerine bağlıdır. Çözücü olarak endüstride su, metanol, etanol ve aminler kullanılır. Özellikle çözücü olarak kullanılan metanolün borhidrürün reaktivitesini artırdığı belirtilmektedir (<http://www.hydrideresolutions.com/sodiumborohydride.html>).

Çizelge 2.5. Sodyum Borhidrürün farklı çözücülerdeki çözünürlükleri (g/100 g çözücü)

Çözücü	Sıcaklık (°C)	Çözünürlük (g/100 g çözücü)
Su	0	25.0
	25	55.0
	60	88.5
Sıvı amonyak	25	104.0
Metilamin	-20	27.6
Etilamin	17	20.9
n-propilamin	28	9.7
İzopropilamin	28	6.0
n-butilamin	28	4.9
sikloheksilamin	28	1.8
Anilin	75	0.6
Piridin	25	3.1
	75	3.4
Monoetanolamin	25	7.7
Etilendiamin	75	22.0
Metanol	20	16.4 (reaksiyon)
Etanol	20	4.0 (yavaş reaksiyon)
İzopropanol	25	0.37
	60	0.88
ters-bütanol	25	0.11
	60	0.18
2-etilhekzanol	25	0.01
Etilen glikol dimetil eter	0	2.6
	20	0.8
Dietilen glikol dimetil eter	0	1.7
	25	5.5
	45	8.0
	75	0.0
Trietilen glikol dimetil eter	0	8.4
	25	8.7
	50	8.5
	100	6.7
Tetraetilen glikol dimetil eter	0	8.7
	25	9.1
	50	8.4
	75	8.5
	100	4.2
Dimetilformamid	20	18.0
Dimetilasetamid	20	14.0
Dimetilsülfoksid	25	5.8
Tetrahidrofuran	20	0.1

KAYNAK: Goldmann, “Sodium Borohydride Digest“, Morton International, Almanya, 59p.

NaBH_4 suda çok kolay çözünür bir bileşik olup, sıcaklığa bağlı olarak sudaki çözünürlük değişimi Şekil 2.1’de görülmektedir. Sıcaklık artışına bağlı olarak sudaki çözünürlük de belirgin şekilde artmaktadır. Şekil 2.1 NaBH_4 ’ün iki farklı kristal formunun dengesini göstermektedir. 36,4 °C’nin altında suda dihidrat formunda ve daha yüksek sıcaklıklarda ise susuz formunda bulunur (<http://www.finnishchemicals.com/images/finnchem/pdf/esitteet/FChydrifin.pdf>).



Şekil 2.1. Sıcaklığa bağlı olarak Sodyum borhidrürün çözünürlük değişimi

KAYNAK: <http://www.finnishchemicals.com/images/finnchem/pdf/esitteet/FChydrifin.pdf>

2.1.3.2. Stabilite

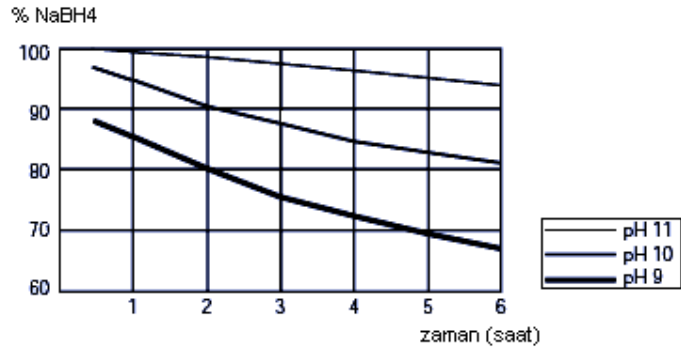
Katı haldeki NaBH_4 ’ün termal stabilitesi çok yüksektir. Vakum ortamında 400 °C’nin üzerinde bozunur. Su molekülünü havadan hızla absorbe ederek yavaş yavaş hidrojen ve sodyummetaborata (NaBO_2) dönüşür. Havadaki bozunma sıcaklık ve nem değerlerine bağlıdır. Kuru havada kararlı, nemli ortamlarda ise çok yavaş reaksiyon verir. NaBH_4 piyasada yüksek saflık derecesinde (%97-98 vb.) toz ve granül olarak bulunabileceği gibi, stabilize edilmiş %12’lik sulu çözeltiler halinde de bulunmaktadır. Sulu çözeltiler genel olarak % 12 NaBH_4 ve % 40 NaOH ’dan oluşmaktadır. Sulu NaBH_4 çözeltilerinin stabilitesi sıcaklığa, pH değerine ve katalizör etkisi yapan metal iyonlarının (nikel, kobalt, bakır vb.) bulunup bulunmamasına bağlıdır. Sıcaklığın artması ve pH değerinin düşmesi ile sulu

çözeltilerdeki NaBH_4 'ün eşitlik 2.2'deki reaksiyona göre hidrolizi hızlanır (Anonim Goldmann).

Sulu NaBH_4 çözeltisinin dekompozisyon oranı eşitlik 2.3'e göre gerçekleşmektedir. Buna göre $t_{1/2}$ dakikadaki yarı ömür ve T Kelvin sıcaklık derecesidir. (Anonim Goldmann, Amendola ve ark. 2000, Kim ve ark. 2004)

$$\log_{10}t_{1/2(\text{dk})} = \text{pH} - (0.034T - 1.92) \quad (2.3)$$

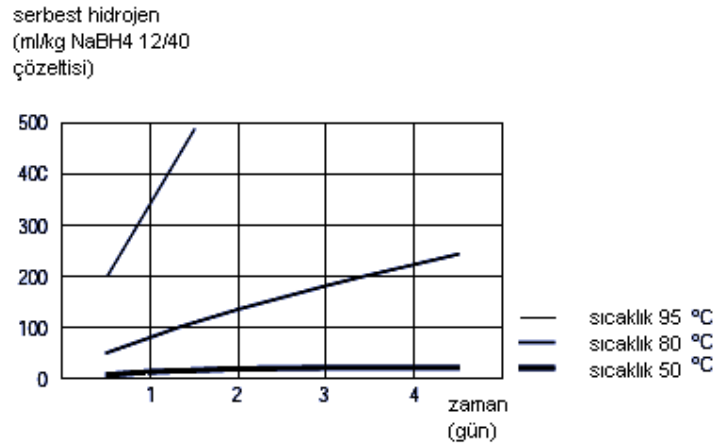
Sulu borhidrür çözeltilerinin stabilitesi ve reaksiyon verimi üzerine pH değerinin etkisi çok büyüktür. Şekil 2.2'de 1 mol borhidrür sulu çözeltisinin oda sıcaklığında farklı pH değerlerindeki stabilitesi görülmektedir



Şekil 2.2. pH'ya bağlı olarak sodyum borhidrürün stabilite değişimi

KAYNAK: <http://www.finnishchemicals.com/images/finnchem/pdf/esitteet/FChydrifin.pdf>

Çözeltilerin pH'ları üzerine yapılan çalışmalara göre hidroliz derecesi hidrojen iyon konsantrasyonuna bağlıdır. Örneğin pH 7'de 5 dakika içerisinde reaksiyonun %90'ı, pH 7,5'te aynı sürede reaksiyonun %67'si tamamlanmaktadır (Schlessinger ve ark. 1953). Borhidrür çözeltilerinin stabilitesi üzerinde önemli etkiye sahip olan diğer bir faktör de sıcaklıktır. %12'lik alkali (pH 14) NaBH_4 çözeltisinin stabilitesi üzerine sıcaklığın etkisi Şekil 2.3'de görülmektedir. Ticari ürün olan bu çözeltiler genellikle 50 °C'nin altında uzun süre stabil oldukları halde 95°C'de kısa sürede dekompoze olmaktadırlar (http://www.eere.energy.gov/hydrogenandfuelcells/storage/chem_storage.html).



Şekil 2.3. Sıcaklığa bağlı olarak sodyum borhidrürün stabilite değişimi

KAYNAK: <http://www.finnishchemicals.com/images/finnchem/pdf/esitteet/FChydrifin.pdf>

Çizelge 2.6’da farklı depolama sıcaklıklarında kostik olarak sodyum hidroksitin ve sulu sodyum borhidrürün farklı miktarları kullanıldığında hidrojen oluşumuyla belirlenmiş bozunan NaBH₄ oranı verilmektedir. Bu sonuçlara göre ağırlıkça %44’lük sodyum borhidrür çözeltisi çok düşük kostik oranlarında şaşırtıcı bir şekilde stabildir (US Patent 6866689 2005).

Çizelge 2.6. Farklı kostik konsantrasyonları ve sıcaklıkta sodyum borhidrürün dekompozisyonu

Sulu % NaBH ₄	Kostik Çözeltisi %	Sıcaklık (°C)	Dekompozisyon Oranı % NaBH ₄ /saat
12.0	40.0	25.0	0.00
9.3	0.0	25.0	2.50
9.3	0.5	25.0	0.30
44.0	0.0	40.0	0.06
44.0	0.1	40.0	0.01
44.0	0.2	40.0	0.00
47.0	0.7	50.0	0.03
47.0	1.0	50.0	0.02
50.0	0.3	60.0	0.17
50.0	0.5	60.0	0.10
50.0	0.7	60.0	0.03

KAYNAK: US Patent 6866689 2005

2.2. Sodyum Borhidrürün Tekstilde Kullanım Alanları

Sodyum borhidrür (NaBH_4) tekstil terbiye sektöründe poliamid ve protein gibi çeşitli liflerin ağartılması, polyester ve karışımlarının boyama ve baskıdan sonra indirgen yıkaması, küp ve kükürt boyarmaddelerle boyama ve baskı işlemleri, hatalı boyamaların soldurulması, boyama makinelerinin temizlenmesi ve atık sularda renk giderimi (dekolorizasyon) gibi birçok alanda kullanılma potansiyeli bulunan bir bileşiktir.

Yünlü mamullerin ağartılması yükseltgen ve indirgen olmak üzere iki farklı prosesle veya bunların kombinasyonları şeklinde yapılabilmektedir. Doğal olarak iyi bir beyazlığa sahip olan poliamid esaslı tekstil mamullerinde ise ısıfiksaj nedeniyle sararma meydana gelir. Boyama için iyi bir beyazlığa ihtiyaç duyulduğundan bu sararmanın giderilmesi gerekir. Bu amaçla peroksit, perasetik asit ve sodyum klorit ağartmaları uygulanmaktadır.

Tekstil sektöründe sentetik lifler ve lif karışımları arasında en büyük üretim payına sahip polyester mamullerin dispers boyarmaddelerle özellikle orta ve koyu tonlarda boyama ve baskı işlemleri sonunda yıkama ve sürtme haslıklarını arttırmak amacıyla indirgen yıkamalar yapılmaktadır. Açık renklerde ise fazla haslık problemleri ile karşılaşmadığından genelde indirgen bir ard işlem yapılmamakla beraber polyester polimerinin üretiminde ortaya çıkan ve sonraki terbiye aşamalarında sorun yaratan oligomerlerin azaltılması amacıyla redüktif bir ard işlem yapılması uygundur (Tiedemann 1998, Burkinshaw 1995).

Suda çözünmeyen küp boyarmaddelerin selülozik mamullere uygulanması bazik ortamda indirgenerek, suda çözünür hale getirilmeleriyle mümkün olur. Böylece life afinite kazanan boyarmadde ile boyanan mamullerin haslıkları da yüksek olmaktadır.

Kükürt boyarmaddeleriyle boyama küp boyarmaddelerine benzer bir şekilde indirgeme işlemi yapılarak life afinite kazandırmak amacıyla gerçekleştirilir.

Aşındırma baskıda boyalı zeminler üzerinde zemin boyasının tahrip edilmesi ile beyaz ve renkli desenler elde edilmesi amaçlanmaktadır. Boyarmaddenin tahribi indirgen, yükseltgen vb. birçok kimyasal metotla gerçekleştirilir (Miles 1994).

Tekstil endüstrisinde boyarmaddelerin atık sulardan uzaklaştırılması önemli bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır. Çünkü boyama prosesleri sonucu deşarj olan atık su düşük biyokimyasal oksijen ihtiyacı (BOİ), yüksek kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ) ve yüksek renklilik gösterir. Bu nedenle günümüzde çeşitli kimyasal, fiziksel ve biyolojik arıtma

yöntemleri kullanılmaktadır (Bechthold ve ark. 2001, Ghoreishi ve ark. 2003, Yang ve Garrahan 2005).

Yukarıdaki indirgen işlemler dışında tekstil sektöründe ekonomik ve ekolojik açıdan daha az önemli olan diğer bir indirgen işlem, başta boyama olmak üzere makinelerin temizlenmesidir. Oligomer artıkları ve boyarmadde kalıntılarını uzaklaştırmak amacıyla indirgen yöntemler kullanılmaktadır. (http://www.rohmhaas.com/bleaching/textile_dye.html, Höhn 2005)

Günümüzde bu alanlarda çoğunlukla sodyum hidrosülfid, tiyoüre dioksit, sodyum bisülfid, formaldehit sülfoksilatlar vb. kükürlü bileşikler kullanılmaktadır. Bu ürünler, atık sularda yüksek kükürt yüküne neden olma, ürün stabilitesinin sınırlı olması, yeterince etkin olamama ve dozajlama gibi ekolojik ve teknik sorunlara sahiptir.

Sodyum borhidür bileşiği (NaBH_4), ılıman şartlarda indirgeme yapabilmesi, ucuz olması ve çok sayıda fonksiyonel gruba uygulanabilmesiyle karbonillerin, peroksitlerin ve metal iyonların indirgenmesi, arıtma ve renk giderimi gibi endüstriyel alanlarda %50'lik çok geniş bir pazar payına sahiptir (<http://www.hydridesolutions.com/pdf/Reductive%20amination.pdf>). Sodyum borhidür, tekstil terbiye işlemlerinde de ekolojik olması, kolay uygulanabilirliği, stabilitesi ve yanıcı olmaması gibi özellikleriyle potansiyel kullanım alanı bulunan bir kimyasal bileşiktir (Höhn 2005).

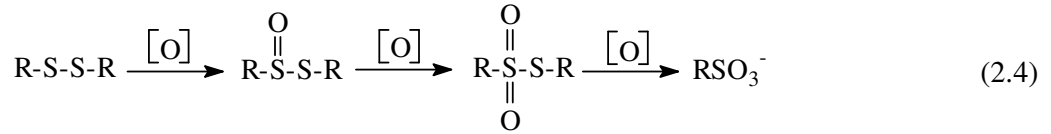
2.2.1. Yün liflerinin ağartılması

Yün, tekstil endüstrisinde kullanılan ve kalitesi çok yüksek olan bir doğal lifdir. Ancak kimyasal etkilere karşı hassas olması ve bu nedenle uzun süre, yüksek sıcaklık ve konsantrasyon içeren proseslere karşı dayanımının zayıf olması nedeni ile yün liflerine ağır şartlarda ağartma prosesleri uygulanamamaktadır. Dolayısı ile uygulanan ağartma proseslerinin ardından çok yüksek beyazlıklar elde edilememektedir. Bu nedenle yün genellikle doğal krem renginde kullanılmaktadır.

Günümüzde müşteri istekleri nedeniyle, gerek pamuklu karışımlarının kullanılması gerekse açık renklere boyanmaları söz konusu olduğundan yünlü mamullerden yüksek beyazlıklar beklenmektedir. Yünün ağartılması günümüzde sıklıkla yükseltgen (peroksit),

ikinci olarak indirgen veya yükseltgen ve indirgen ağartma metotlarının kombinasyonu şeklinde gerçekleştirilmektedir (Liu ve ark. 2003, Lewis 1992, Gacén ve Cayuela 2000).

Yünlü mamullerin ağartılması sırasında karşılaşılan en büyük tehlike mukavemet kaybından sonra mamulün sararma riskidir. Işık, yüksek sıcaklık ve asidik, bazik veya nötr sıcak ön terbiye işlemlerinden kaynaklanan bu sararma etkisi, yükseltgen maddelerle yapılan ağartma sonucunda indirgen maddelerle yapılandırılan daha fazla olmaktadır (Tarakçıoğlu 1983). Özellikle peroksit ve peroksi bileşikleri aşağıdaki reaksiyona göre yündeki disülfid bağlarını yükseltmek suretiyle, sisteik asit oluşturarak yünde hasara neden olmaktadır. Alkali çözünürlük testleri ağartma esnasında yünde meydana gelen bu hasarın derecesini tespit etmek amacıyla sıklıkla uygulanı bir yöntemdir (Lewis 1992).



İndirgen maddelerle yünün ağartılması günümüzde öncelikli olarak stabilize sodyum ditiyonit bazlı ürünler ya da buna alternatif olarak tiyoüre dioksit kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Ancak bunlar hava oksijeninden kısa sürede etkilenerek bozunmaktadırlar. Parlaklığı artırmak amacıyla kullanılan floresan beyazlatma maddeleri ise zaman içerisinde gün ışığıyla beraber yünde sararmalara yol açmaktadır. Hidrojen peroksit ile gerçekleştirilen ağartma işleminde mamulde yüksek lif hasarı meydana gelmektedir ve beyazlıklar yeterli derecede değildir. Konvansiyonel tiyoüre dioksit ve hidrosülfid ağartmalarında ise lif hasarı minimum düzeyde kalırken elde edilen beyazlık değerleri peroksit ağartmasının gerisinde kalmaktadır (Tarakçıoğlu 1983, Vigo 2002). Sodyum metabisülfid muamelesi ile de yünün parlaklığı artmasına rağmen daha çok yünün beyazlatılması için kullanılan prosesler hidrosülfid (Hidro), tiyoüredioksit (TUDO), formamidin sülfonik asit (FAS), çinko formaldehit sülfoksilat (ZFS) ve sodyum formaldehit sülfoksilat (SFS) gibi bir veya daha fazla geleneksel indirgen maddelerden oluşur. Ancak bu maddeler kısa depolama süreleri içerisinde kararlılıklarını kaybederler. Daha da önemlisi çevresel olarak kaçınılmaz zararlı yan ürünler oluştururlar. Örneğin TUDO prosesiyle beraber

kullanılan ZFS'den açığa çıkan çinko yan ürünü kanserojen özelliğinden dolayı kesinlikle istenmez (US Patent 6663677 2003, EP 1199398 B1, Anonim 1999b).

Yeni olarak sırasıyla hidrojenperoksitle oksidasyon ve tiyoüre ile indirgeme aynı banyoda yapılarak ağartma ve boyama prosesleri kombinasyonları gerçekleştirilmektedir (Vigo 2002). Bu şekilde oksidatif ağartma metotları da optimize edilerek yünlü mamulde nispeten düşük hasarlar meydana gelecek ağartma işlemleri uygulanmaktadır.

Tekstil liflerinin ağartılması konusu NaBH_4 'ün ilk kullanım alanlarından birisidir. Bu amaçla tek başına kullanılabildiği gibi, ozon ile veya lazer ile kombine olarak selülozik mamullerin indirgen yöntemle ağartılmasında başarıyla kullanılabildiği belirtilmektedir (DPT 1991, Ouchi 2001). Yine yapılan çalışmalarda yün ve ipek gibi protein lifleri ile poliamid, elastan ve bunların karışımlarından oluşan mamullerin NaBH_4 ile ağartılmasının pratikte önemli avantajlar sağladığı iddia edilmektedir (US Patent 6663677 2003, Anonim Rohm & Haas).

Yünün ağartılması ve yıkamada kullanmak amacıyla yapılan araştırmalarda yün ve diğer poliamidlerin nötral pH'da kısa sürede güvenli ve etkili şekilde ağartılması amaçlanmıştır. Bu işlem parça yıkama, boyarmadde soldurma gibi renkli komponentlerin indirgenmesi için de kullanılır. Bunun için borhidrür ve bisülfitten yararlanılmaktadır. Bisülfit borhidrürün etkinliğini arttırmaktadır. Parça yıkamayı içeren araştırmanın devamında özellikle indigo boyarmaddelerinin, asit, bazik, reaktif, direk, mordan, kükürt, dispers ve küp boyarmaddelerinin indirgenmesi yapılmıştır. Yünün ağartılmasında 1M:8M-12M oranında borhidrür ve bisülfit kullanılması tavsiye edilmektedir. (EP 1199398 B1 2004, US Patent 6663677 2003).

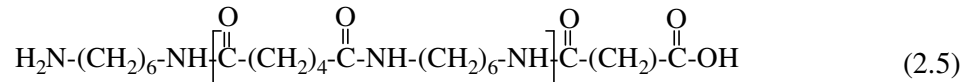
Kükürt içeren (yün gibi) liflerin boyama ve optik beyazlatılmasında sararmadan korunmaları amacıyla ve kir iticilik özellik kazandırmak amacıyla geliştirilen yardımcı maddelerin uygulanmasından önce tavsiye edilen ağartmada kullanılan maddelerin indirgen etkisi olması gerekmektedir. Buna bağlı olarak hidrojen, aktif hidrojen, sodyum hidrür, sodyum borhidrür, lityum alüminyum hidrür gibi maddelerin kullanılmasının uygun olacağı bildirilmiştir (EP 1443141 A1 2004).

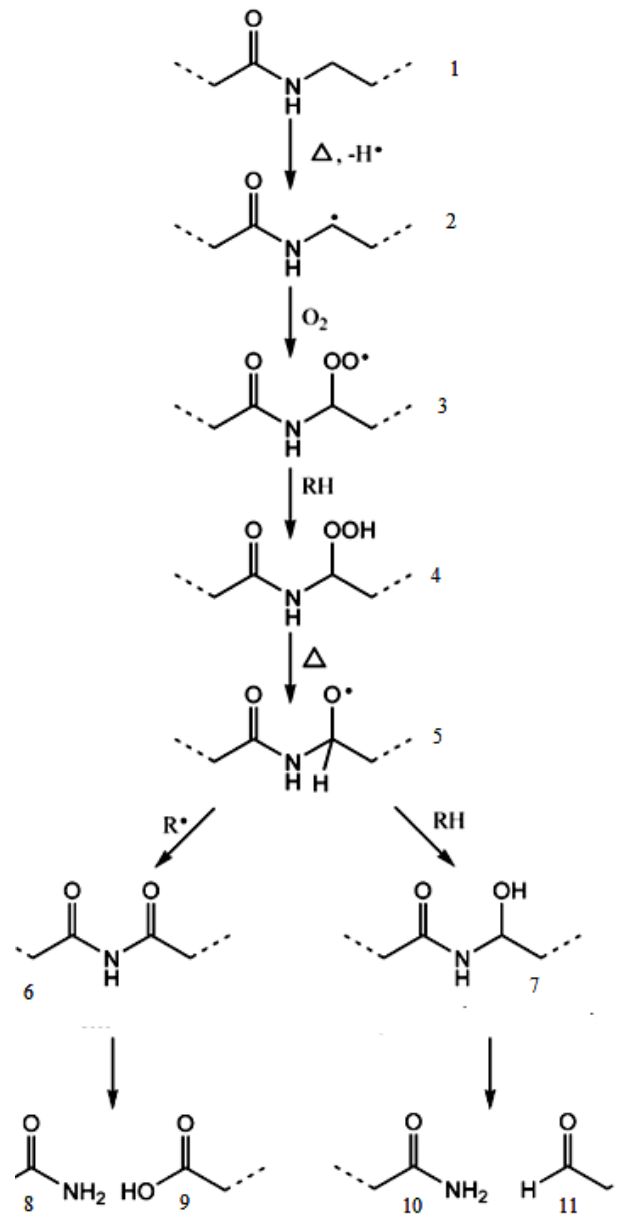
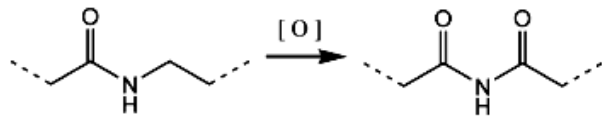
2.2.2. Poliamid liflerinin ağartılması

Poliamid (Naylon) üretimi beyaz olan, seyrek olarak ağartma işlemi gerektiren bir sentetik liftir. Ancak ısıl fiksaj gibi bazı prosesler sonucu oluşan sararma, lekelenme veya diğer doğal ve/veya sentetik liflerle karışımlarında ağartma işleminin uygulanması gerekir. Bu amaçla sodyum klorit, perasetik asit, hidrojen peroksit ve sodyum hipoklorit ağartmaları yapılmaktadır. Hidrojen peroksit ve sodyum klorit çok etkin olmamasına rağmen, ancak yüksek konsantrasyonda ve sıcaklıklarda uzun sürelerde uygulandıklarında yeterli beyazlıklar elde edilebilmektedir. Fakat özellikle yün ve pamuk karışımlarında tercih edilen bu oksidatif ağartıcılarla lifte degradasyonun meydana gelmesi kaçınılmaz olmaktadır (Cook 1984). Ön fikse olmuş mamulün temel beyazlığını geliştirmek amacıyla gerçekleştirilen oksidatif işlemler esnasında eşitlik 2.5'te naylon 6.6'nın yapısındaki amin uç gurupları okside olarak anyonik (asit vb.) boyalara karşı substantivite belirgin düzeyde azalabilmektedir. Daha da önemlisi amino uç guruplarının kaybı ve lifteki oksidatif artıkların varlığı foto-degradasyona karşı direnci azaltır ve ağartılmış mamulün boyamalarının ışık haslıklarını düşürür. Ağır oksidatif ağartma şartlarında foto-degradasyona karşı daha fazla direnç azalması gerçekleşmektedir. Ancak poliamid 6'da ışığa karşı hassasiyetin fazla olması nedeniyle poliamid 6.6'ya nazaran bu etki daha açık bir şekilde gözlenebilmektedir. Ağartma sonrasında kumaşta sadece az miktarda mukavemet kaybı yaşanırken sonradan ışığa maruz kalmalar sonucunda hızlı bir mukavemet kaybı gözlenmektedir (Nunn 1979).

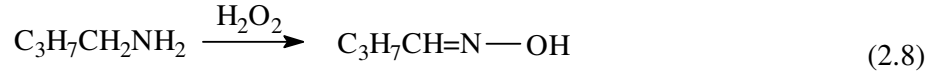
%100 Naylon mamuller için endüstriyel olarak stabilize hidrosülfid ve tiyoüre dioksit bazlı ağartma metotları önerilmektedir. Asidik şartlarda uygulanan bu indirgen ağartma işlemleri ile neredeyse hiç lif hasarı meydana gelmez ve lifin foto-degradasyona karşı direnci azalmaz.

Naylon mamuller asidik, termal, ışık ve oksidasyona karşı hassastır. Naylon 6 hidrolize karşı hassasken naylon 6.6 oksidasyonla zarar görmektedir. Boyama yada bitim işlemleri sırasında ısı ve ışık ile ekstrem şartların gerçekleşmesi naylonda oksidatif hasara neden olmaktadır (eşitlik 2.6 ve 2.7). Naylon 6 ve 6.6 için asit hasarı pek fazla görülmezken alkali hasar sonucu düzensüz boyanma ve bitim işlemleri gerçekleşir. Naylon mamuller ısıyla sararma eğilimi gösterirler (Fan 2005, Burkinshaw 1995, Gonçalves 2007, US Patent 2909404 1959).





Polimer uç gurubu primer amin ve polimer monomerleri sekonder amin yapısında olan naylon 6.6, hidrojen peroksit varlığında okside olma eğilimindedir. Aşağıdaki reaksiyonda görüldüğü gibi peroksit primer aminleri aldoksimlere dönüştüren bir reaksiyona yol açar (Christien 1989). Bu reaksiyon ortamdaki bazı metallerin varlığında katalizlenmektedir.



Sekonder ve tersiyer aminler de yükseltgen maddelerle primer aminlerin hidrojen peroksitle reaksiyonuna benzer şekilde hidroksil aminleri meydana getirirler (Christien 1989).



Bu tür reaksiyonların boyama üzerinde olumsuz etkisinin daha iyi anlaşılabilmesi açısından poliamid liflerin anyonik (asit, metal kompleks vb) boyarmaddelerle boyanma mekanizmasının kısaca incelenmesi faydalı olacaktır.

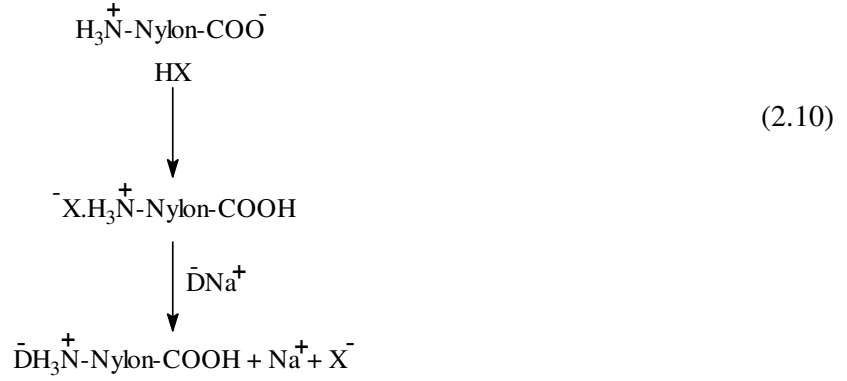
Oksidatif ağartma işlemleri sırasında lifte meydana gelen hasarı tespit etmek amacıyla çeşitli laboratuvar testleri uygulamak mümkündür. Bu testler boyanmamış mamule uygulanabileceği gibi mamul boyandıktan sonra da hasarı tespit etmek mümkündür. Bu amaçla asit boyarmaddelerle boyanma özellikleri, mukavemet kaybı, intrinsik viskozitedeki değişim, u.v spektrofotometresi ve uç gurup analizleri gibi testler yapılmaktadır (Thanki 1998).

2.2.2.1. Poliamid liflerinin boyanma mekanizması

Poliamid mamullerin boyanmasında kullanılan en önemli boyarmadde sınıfı anyonik boyarmaddelerdir. Bunlardan asit ve metal kompleks boyarmaddeleri en çok tercih edilen anyonik boyarmadde guruplarının başında gelir.

Esas itibariyle anyonik boyarmaddelerin poliamid (naylon) liflerine substantivitesi boyarmaddedeki anyonik gurupla (genellikle sülfonat gurupları) lifteki protonlanmış amino uç gurupları arasındaki iyon-iyon kuvvetleri ile meydana gelmektedir. Boyarmadde-lif substantivitesine katkıda bulunan diğer kuvvetler ise hidrojen bağları, dispersiyon kuvvetleri

ve van der Waals kuvvetleridir (Burkinshaw 1995). Aşağıdaki reaksiyonda poliamid liflerinin anyonik boyarmaddelerle boyanma mekanizması görülmektedir (Nunn 1979).



Genel olarak asit boyarmaddeler poliamid liflerine pH 5-7 arasında uygulanırlar. Boyamada iki metot kullanılabilir. Bunlardan birincisi boyama banyosunu boyama süresince sabit pH değerinde tutmak, ikincisi ise boyamaya hafif bazik ortamda başlayıp kontrollü bir şekilde boyamanın yapılacağı pH değerine düşerek boyamaya devam etmektir. İlk yöntemde farklı pH aralıkları için önerilen farklı tampon sistemlerinin kullanılması tavsiye edilmektedir. İkinci metot ise buna göre daha güvenli olan boyamanın yüksek pH'da başlatılarak daha sonra ısıtma ile pH'nın düşürülmesi esasına dayanmaktadır. Bunun sonucunda kontrollü olarak pH düşürülerek düzgün boyama başarıyla gerçekleştirilmektedir. Bu amaçla boyama sıcaklığının naylon 6.6 için 110-120 °C'de olması uygundur. Bunun gibi yüksek sıcaklıklar altında lifin daha iyi şişmesi sağlanarak boyarmaddenin penetrasyonu ve migrasyonu kolaylaşır. Ancak, böyle yüksek sıcaklıklarda naylon lifleri okside olma eğilimi gösterirler. Bu nedenle banyoya tiyoüre ve hidroksil amin sülfonatlar antioksidan olarak eklenebilir (Burkinshaw 1995, Nunn 1979).

Anyonik boyarmaddelerin lifteki kimyasal ve fiziksel değişimlere karşı çok fazla duyarlı olması sebebiyle lifteki düzgünlükler bu boyarmaddelerle çalışılırken dikkat çekici bir şekilde ortaya çıkmaktadır. İpliğin bükümü, inceliği, üretim sırasındaki lif çekim oranları ve buna bağlı olarak oryantasyonunda meydana gelen değişimler gibi fiziksel nedenlerin yanında fiksaj yöntemindeki farklılıklardan veya uygulanan kimyasal ön işlemlerden kaynaklanan amino uç gruplarındaki azalma ile meydana gelen degradasyon gibi kimyasal farklılıklar

sonucu boya alımı etkilenererek boyama sonucunda mamulün boya alımında azalma ve/veya barré etkisi adı verilen mamulün çizgili boyanması şeklinde sorunlar meydana gelmektedir. Şayet bu problemler sonucu düzgünsüz boyamanın ortadan kaldırılması isteniyorsa anyonik boyarmaddelerle çalışılırken anyonik, katyonik veya noniyonik egalizatörlerin boyama banyosuna ilavesi tavsiye edilmektedir. Asit boyarmaddelerin bu özelliğinden kısmen düşük molekül ağırlıklı mono veya disülfone tip asit boyarmaddelerle boyama ile amino uç gurubu miktarının kalitatif tayininde faydalanılabilir (Nunn 1979, Atherton 1955, Soleimani 2006).

2.2.3. Polyester Mamullerin İndirgen Yıkamaları

Tekstil sektöründe sentetik lifler ve lif karışımları arasında en büyük üretim payına sahip olan polyester ve polyester karışımı mamullerin dispers boyarmaddelerle özellikle orta ve koyu tonlarda boyama ve baskı işlemleri sonunda sürtme, yıkama ve ışık haslıklarının iyileştirilmesinin yanında renklerin parlaklığının artırılması ve yüzey oligomerlerinin uzaklaştırılması amacıyla bir indirgen yıkama işlemi yapılmaktadır (Nunn 1979, Burkinshaw 1995, Tiedemann 1998, Burkinshaw 2008).

İndirgen yıkama işlemi kaynama derecelerinin altında suda çözünebilen iyonik kimyasalların life penetrasyonunu engelleyen polyesterin hidrofobik özellikleri ile dispers boyarmaddenin liflerin içerisinden yüzeye doğru 80 °C'nin altında çok yavaş migrasyona uğradığı göz önünde bulundurularak gerçekleştirilir. Bu nedenle polyester ve karışımları, boyarmadde liften dışarı penetre olmadan kostik soda ve sodyum ditiyonit ile kuvvetli bir indirgen yıkamaya tabi tutulabilir. Proses antrakinin yapıları dispers boyarmaddelerin löko bileşiklerini çözer ve azo dispers boyarmaddelerini ve benzer hassas maddeleri indirgeyip parçalayarak tamamen uzaklaştırır. Alkali yıkama banyosuna disperse maddeleri ilave edilerek yıkamanın etkinliği belirgin bir şekilde artırılır ve ek bir yıkama işlemine gerek kalmadan yüzey kalıntıları temizlenebilir (Burkinshaw 1995).

İndirgen yıkama işleminden sonra kalan antrakinin yapıları dispers boyarmaddelerin artıkları genellikle ek bir oksidatif işlem gerektirir. Tipik bir indirgen yıkama prosesinde boyamadan sonra durulanan mamul 20-30 dakika 50-70 °C'de 2 g/l sodyum hidroksit (pul), 2 g/l sodyum ditiyonit ve 1g/l noniyonik dispersiyon maddesi içeren bir banyoda muamele edilir. Daha sonra durulama ve gerekirse asetik asitle nötralizasyon işlemi yapılır. Eğer

polyester mamul NaOH gibi kuvvetli bir baza duyarlı ise bunun yerine amonyak kullanılabilir (Burkinshaw 1995).

Moda eğilimleri, konfor ve teknik ihtiyaçlar son yıllarda mikro-ve elastan liflerinin sektördeki pazar payını gittikçe artırmaktadır. Mikrolif polyester mamullerin polyestere göre özellikle hava geçirgenliği sağlaması, dökümlülük ve örtme yeteneğinin yüksek olması ev tekstilinden teknik tekstillere kadar geniş bir alanda kullanım olanağı sağlamaktadır (Hawkyard 2004).

Mikrolifler aynı sıcaklık, süre ve konsantrasyonda normal liflere göre % 10-20 fazla boyarmadde alabilmektedir. Bu düzensiz boyama ile sonuçlanmaktadır. Başlangıçtaki düzensiz boya alımını boyarmaddenin migrasyonu ile düzgün boyamaya dönüştürmek ancak yavaş boyama ile mümkündür. Boyama oranı lif morfolojisi ile ilgilidir. Polyester mikrolifler konvansiyonel polyestere göre daha fazla amorf faza sahiptir ve bu durum boyarmaddenin penetrasyonunun daha hızlı olmasına neden olmaktadır. Polyester için 130 °C'de 10 dakika boyama için yeterli olabilir. Ancak mikrolif karışımlarında polyester ring boyanırken mikrolif içerisine boyarmaddenin tamamen nüfuz etmesinin engellenmesi gerekir. Vurgulanması gereken önemli nokta aynı ton boyamalarda çektirme yöntemine göre çalışılırken proses esnasında alınan ölçümlerde mikrolifin normal life göre daha geç boyandığıdır. Çünkü aynı tonda boyanabilmesi için çok daha fazla boyarmadde absorbe etmesi gerekmektedir.

Yüzey alanının geniş olması, fazla boyarmadde alması nedeni ile mikroliflerin normal liflere göre haslıklarının düşük olması normaldir. Bu nedenle alkali temizlenebilen dispers boyarmaddelerle çalışmak avantajlıdır. Özellikle polyester ve akrilik liflerinde indirgen yıkama işlemi rutin olarak yapılmaktadır.

Yaş haslıkların aksine renk koyulaştıkça ışık haslıklarında artış gözlenmektedir. Ancak yüzey alanının artması daha fazla ışığa maruz kalma anlamına geleceği için ışık haslıklarında düşme görülmektedir (Hawkyard 2004).

Özellikle yaş haslık sorunu yaşanan polyester mamullerden birisi de PES/elastan karışımlarıdır. Polyester karışımlarında mamul dispers boyarmadde ile boyanmaktadır. Ancak bu durumda elastan lifleri ile ilgili 2 konu ortaya çıkmaktadır. Bunlardan birincisi dispers boyarmaddelerin elastan lifleri ile çok düşük yaş haslıklar vermesidir. Dispers boyarmaddeler elastan liflerine çok kolay absorbe olur ancak elastanların düşük camlaşma sıcaklığından dolayı asla polyesterde olduğu gibi bir kenetlenme meydana gelmez. Bu nedenle özellikle

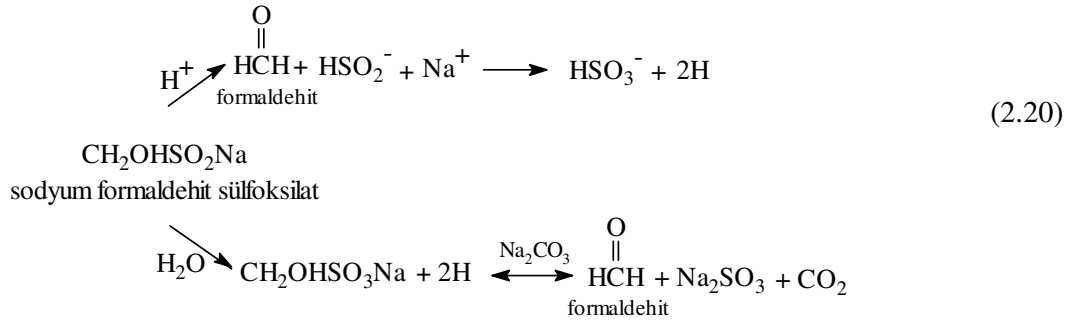
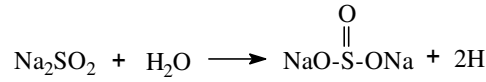
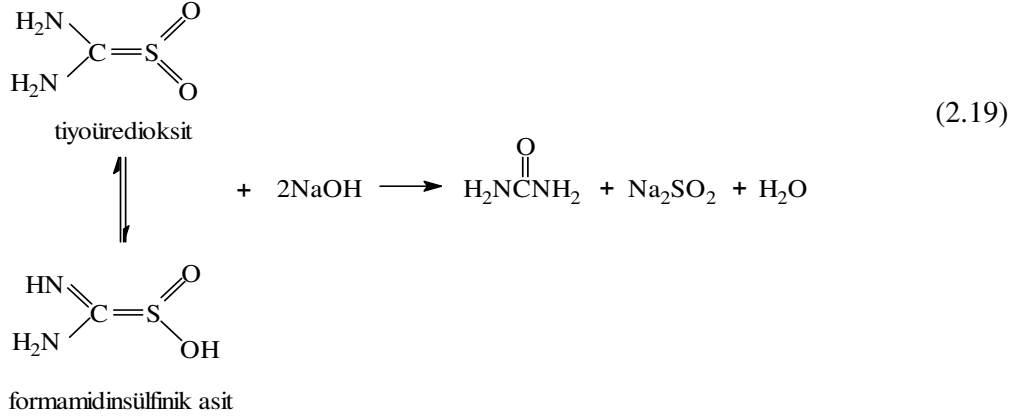
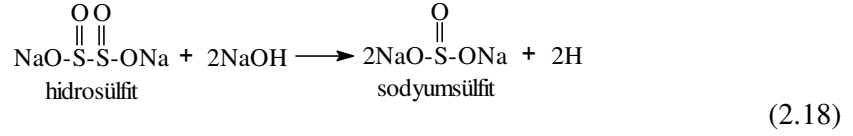
koyu renklerde evsel yıkamalarda dahi lekeleme problemleri ile karşılaşmaktadır. İkinci konu ise mamulün mekanik özelliklerinde meydana gelen değişimdir. 110 °C'nin üzerinde elastanın sert üre segmentindeki hidrojen bağları zarar görür. PES lifleri ise 130 °C civarında yapılarının tam olarak açılması ve lif soğuduğunda polimer matriksin kapanması ile boyarmaddenin hapsolarak evsel yıkama şartlarında lekelenmenin meydana gelmemesi ve sonuçta yüksek yaş haslıklar göstermeleri nedeni ile bu sıcaklıkta boyanırlar. Ancak bu sıcaklıktan daha düşük sıcaklıklarda life tam penetrasyon mümkün olmaz ve lifin yüzeyinde boyarmadde kalır. Bu durum da haslıkları düşürür. Polyester/elastan karışımlarında bu durumu kompanse etmek amacıyla yüksek denyeli elastan veya keriyer kullanmak gerekir (Hawkyard 2004).

Gerek polyester mikrolif gerekse polyester/elastan karışımları ile çalışılırken karşılaşılan yaş haslıkların düşük olması probleminin çözümü için uygun bir ard işlem şarttır. Fikse olmamış boyarmaddelerin lif yüzeyinde çökmesi veya birikmesi yanı sıra boyama prosesine bağlı olarak yüzey aktif maddeler, migrasyon önleyiciler ve keriyer artıkları da yüzeyde birikebilmektedir. Mamul yüzeyindeki tüm bu maddeler indirgen yıkama prosesiyle giderilebilir. İndirgen yıkamadan ayrı olarak, deterjan ve oksidatif maddeler de mamul üzerindeki bu artıkların uzaklaştırılması amacıyla kullanılmaktadır (Nunn 1979, Burkinshaw 1995).

Son yıllarda hidrosülfitin çabuk bozunması, bazı alanlarda yüksek haslıklar bakımından yeterince etkili olamaması ve ekolojik olmaması gibi nedenlerden dolayı kimyasal madde üreticisi firmalar indirgeme gücü yüksek ve daha ekolojik ürünlere yönelmektedirler. Bu amaçla tiyoüre dioksit (TUDO) ve karbonhidrat türevleri kullanılmaktadır (Burkinshaw 1995, Rudolf Duraner 2002).

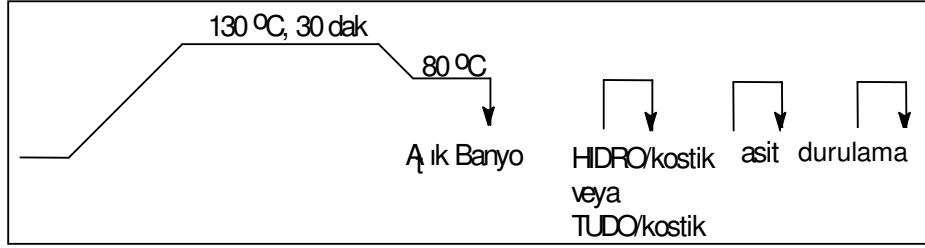
Az miktarda kullanılması ve dolayısıyla atık sulara daha az kükürt yükü getirmesi nedeniyle tercih edilen TUDO da diğer indirgen maddeler gibi aşırı su sarfiyatı, alkali ortamda uygulanma zorunluluğu ve katı olarak kullanılması dezavantajlarına sahiptir (Karl 1998).

Buna göre konvansiyonel olarak kullanılan indirgen maddeler ve yan ürünlerine bakacak olursak, yüksek kükürt oranları ve eşitlik 2.19'den açıkça görüldüğü üzere açığa çıkan formaldehit bu ürünlerin yerine alternatif bir kimyasal bileşiğin kullanımını zorunlu kılmaktadır (Rudolf Duraner Rugorit RGI 2002, Meisei Chemical Works 1999, Miles 1994).

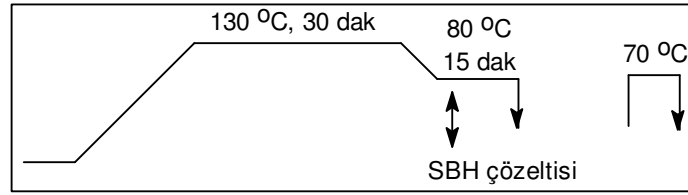


Boyalı ve baskılı PES mamullerin indirgen yıkamasında klasik ürünler yerine sodyum borhidrür kullanımının çok önemli ekolojik, kalite ve kullanım avantajları sağladığı iddia edilmektedir. Bunlara ek olarak konvansiyonel bir redüktif yıkama işlemine göre sodyum borhidrür çözeltisi katalizör eşliğinde kullanıldığında 40 dakika civarında bir zaman kazandırdığından ekonomiktir (Boehme 2004).

SBH ile alkali kullanılmaksızın yapılan polyester indirgen yıkama işlemlerinde 30-60 dakika arasında zaman kazancı sağlanabilmektedir. Sodyum borhidrür çözeltisi nötral soğuyan banyoya eklenerek ard işlem tamamlanmaktadır (http://www.rohmhaas.com/bleaching/textile_dye.html).



(a)



(b)

Şekil 2.4. Konvansiyonel ve SBH ile gerçekleştirilen polyester indirgen yıkama prosedürlerinin karşılaştırılması a) geleneksel PES indirgen yıkama prosesi b) SBH çözeltisi ile gerçekleştirilen indirgen yıkama prosesi

KAYNAK: http://www.rohmhaas.com/bleaching/textile_dye.html

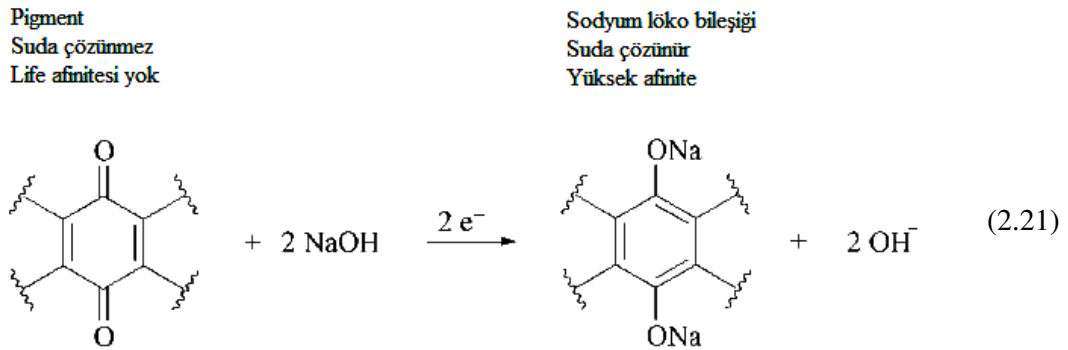
Bu işlem sadece zaman ve sudan tasarruf sağlamamaktadır. Aynı zamanda doldurma boşaltma adımlarını elimine eder ve banyoda artık kalan boyarmaddelerin de dekolorasyonu sağlanmış olur (Şekil 2.8). Bu şekilde proses daha düşük kimyasal oksijen ihtiyacı gösterir ve pH nötral olduğundan bitim işlemlerinden önce nötralizasyon ve ek bir durulama adımlarına gerek kalmaz. Ayrıca nötral pH polyesterin elastan gibi hassas mamuller ile karışımında güvenli kullanılabilmesi açısından büyük önem taşımaktadır.

İşletmeler açısından önemli bir diğer konu da kullanılan ürünün kolay uygulanabilir olmasıdır. Bu nedenle sıvı halde kullanılabilen ürünler tercih edilmektedir (Karl 1998).

2.2.4. Selülozik Mamullerin Küp Boyarmaddelerle Boyanması

Küp boyarmaddeler suda çözünmeyen, genellikle selüloz esaslı liflerin boyanmasında tercih edilmekle beraber bazıları yün, ipek, naylon ve asetat liflerinin boyanmasında da kullanılabilen pigmentlerdir. Küp boyamanın prensibi bu boyarmaddelerin sulu alkali ortamda çözünen ve life afinite gösteren löko bileşiklerine (yunanca: renksiz) kimyasal olarak indirgenmeleri ve bunun devamında lif içerisinde tekrar yükseltgenerek başlangıçtaki suda çözünmeyen pigment yapısına dönüşmelerinden ibarettir. Tüm küp boyarmaddeleri karbonil bazlı bir kinoid sistemi içermektedirler. İndirgeme sırasında kinoid yapısı $\equiv\text{C-OH}$ 'a ve baz varlığında $\equiv\text{C-ONa}$ tuzuna dönüşür. Kimyasal olarak iki ana küp boyarmadde sınıfı bulunmaktadır. Löko bileşiği yapılarının life daha az afinite göstermesi nedeniyle tekstil baskıcılığında tercih edilen indigo ve tiyo indigo yapısındaki indigoid küp boyarmaddeleri ve çok yüksek haslıklara sahip, selüloz liflerine yüksek afinite gösteren antrakinon küp boyarmaddeleri bu iki ana sınıfı oluşturmaktadır. Boyama prosesi ise dört ana adımdan oluşur:

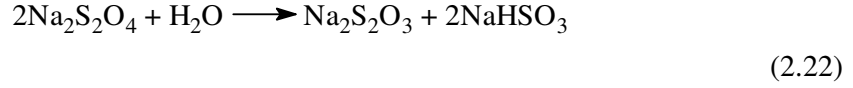
1. Boyarmaddenin küpelenmesi (indirgenmesi)



Reaksiyon 2.21'de antrakinon grubundan küp boyarmaddesinin indirgenme reaksiyonu görülmektedir. Boyarmadde 2 elektronunu vererek löko yapısına dönüşmektedir.

Hidrosülfid küp boyamada uzun zamandan beri kullanılan önemli bir indirgeme maddesidir. Ucuzdur ve modern tekniklerle üretildiği takdirde ağır metal içermez. Küp

boyarmaddelerini tamamen ve hızlı bir biçimde indirgeyecek uygun potansiyele (-970 mV) sahiptir (Preston 1986, Kulandainathan 2007).



Küpleme işlemi sadece boya konsantrasyonu ve indirgen maddeye bağlı değildir. Kristal form, yüzey ve pigment dispersiyonu da önemli faktörlerdir. Çalışma pH'sı ve sıcaklık ise boyamanın kalitesinde önemli ölçüde etkilidir. Antrakinin yapıları bir küp boyarmaddesi ile pH 13'ün altında çalışmak küp asidi çökeleği oluşma problemini ortaya çıkarırken, indirgeme sıcaklığının 50-60 °C'nin üzerine çıkartılması bazı boyarmaddelerde aşırı indirgenme sonucu bozunmalara yol açmaktadır.

Hidrosülfat atmosferik oksijenle hızla bozduğundan sürekli olarak kontrollü çalışılması gerekir. Bu nedenle hidrosülfat yerine daha kararlı sülfoksilik asit türevi indirgen maddeler de kullanılmaktadır. Ancak kükürt içeren indirgen maddelerin yükseltgenmeleri sırasında sülfat ve sülfat yan ürünleri oluşmakta ve atık sulara yüksek kirlilik yükü getirmektedirler.

Tiyoüre dioksit hidrosülfite göre daha kararlı ve yüksek indirgeme gücüne sahip (-1110 mV) bir bileşiktir. Ancak özellikle hassas boyarmaddelerde aşırı indirgenme problemlerine yol açmaktadır. Ayrıca sularda azot ve kükürt kirliliğine yol açmaktadır. Hidroksi aseton gibi organik indirgeme maddeleri atık sulara kükürt yükü getirmez ancak indirgeme potansiyelleri (-810 mV) hidrosülfatin yerini alamayacak kadar düşüktür. Günümüzde alternatif olarak elektrokimyasal yöntemler geliştirilmektedir. Ancak bu konu halen araştırma aşamasındadır (Kulandainathan 2007).

Küpleme basamağında yardımcı kimyasalların önemi büyüktür. Özellikle dispersiyon maddeleri küp asidi veya pamuktaki diğer safsızlıkları pigment partiküllerinin aglomerasyonlarını önleyerek gerçekleştirmektedir.

2. Boyarmaddenin lif tarafından absorpsiyonu

Absorpsiyon derecesi boyarmaddenin konsantrasyonu, banyo oranı, sıcaklık ve boya banyosundaki elektrolit konsantrasyonuna bağlıdır. Boyamanın bu fazında boyarmadde hızlı

bir şekilde lif tarafından absorbe edilir. Boyarmadde lifin dış yüzeyinde yüksek konsantrasyonda bulunur ancak bu dağılım düzensiz boyamaya neden olur. Düzgünleşme fazında boyarmadde lif içerisine girer ve egalizasyon meydana gelir.

3. Lif içerisinde oksidasyon

Lifin absorpsiyonunun ardından löko boyarmaddesi yükseltgenerek orijinal pigmente dönüşür ve life fikse olur. Atmosferik oksijenle bu yükseltgenme işlemi tamamlansa da bu amaçla hidrojenperoksit, perborat veya 3-nitrobenzen sülfonik asit oksidasyon banyosuna eklenebilir.

4. Ard işlemler

Oksidasyon adımından sonra mamul kaynama sıcaklığında alkali bir sabun ile yıkama işlemine tabi tutulur. Bu durum yıkama ve klor haslıklarını artırır. Bu sabunlama adımının mekanizması tam olarak bilinmemekle beraber amorf boya partiküllerinin kristalizasyonun meydana geldiği varsayılmaktadır. Sabunlama adımı uzatıldığı takdirde sürtme haslıklarının kötüleştiği görülmektedir.

Küp boyarmaddeler life afinite ve alkali ihtiyacına göre IK (I=indantren K= kalt (soğuk)), IN (N=normal) ve IW (w=warm (sıcak)) olarak gruplandırılırlar.

Boyama metotları ise dört grupta toplanmaktadır;

- Löko prosesi: Yardımcı kimyasallar, boyarmadde, sodyum hidroksit ve indirgen madde boya banyosuna eklenir. Mamul banyoya indirgemediği sonra katılır.
- Ön pigmentleme prosesi: Boya çözeltisi sadece boya dispersiyonunu içerir. Sıcaklık yükseltildikten sonra gerekli olduğu takdirde sodyum hidroksit ve tuz eklenir, pigment haldeki boyarmaddeler kısmen lif üzerinde birikir. İndirgeme maddesi eklendikten sonra küpleme hızlı bir şekilde gerçekleşir. Boyarmadde lif tarafında absorbe edilir.
- Yarı pigmentleme prosesi: Özellikle açık tonlarda kullanılır. Boyarmadde, sodyum hidroksit ve indirgen maddeler boyama banyosuna eklenir. Boyama oda sıcaklığında başlatılır. Sıcaklığın artırılmasıyla boyarmaddenin tamamı yavaş yavaş löko formuna dönüşür ve lif tarafından absorbe edilir.

- Yüksek sıcaklık (HT) prosesi: Küp boyarmaddelerin egalizasyon problemleri yüksek sıcaklıklara (90-115 °C) çıkılarak geliştirilebilir. Çektirme daha düşük sıcaklıklarda tamamlanabilir.

Küp boyama sürekli prosesler için uygundur. Pad-steam veya yaş pad-steam prosesleri küp boyamada tercih edilmektedir (Iqbal 2008, Hunger 2003, Rivlin 1992).

Pamuklu mamullerin küp boyama ve baskısında SBH kullanımına dair yapılan ilk çalışmalarda boyama veya baskının ikinci adımında mamul, pH 9,5-13'de alkali metal hidroksit ve alkali metal ya da kuarterner amonyum borhidrürleri içeren çözeltiyle emdirilerek boyarmaddenin suda çözünen leuco bileşiğine dönüştürülmesi sağlanmıştır. Daha sonra mamulden indirgeme çözeltisi uzaklaştırılarak oksidasyon gerçekleştirilmiştir. Çok kısa sürede boyarmaddenin leuco formuna dönüştüğü görülmüştür (EP 93737273 1961, Goerrig 1969).

Küp boyarmaddelerle selülozik mamullerin boyanmasında borhidrür kullanımı konusundaki bir başka patente göre, borhidrürlerle küplemenin (indirgemenin) dört değerlikli kükürtlü bileşikler varlığında yapılabileceği tartışılmaktadır. Bunun sonucunda küpleme, şimdiye kadar kullanılan indirgen maddelerden daha hızlı olmaktadır. Borhidrürün fazlasının kullanılmasına gerek yoktur. Kükürt bileşiği olarak reaksiyonda dört değerlikli kükürt bileşikleri kullanılır. HSO₃, SO₃ içeren sodyum sülfid, sodyum bisülfid gibi bileşikler uygundur. Ditiyonit ve ditiyonat gibi başka değerlikli kükürt bileşikleri de kullanılabilir (DE 1041462 1958).

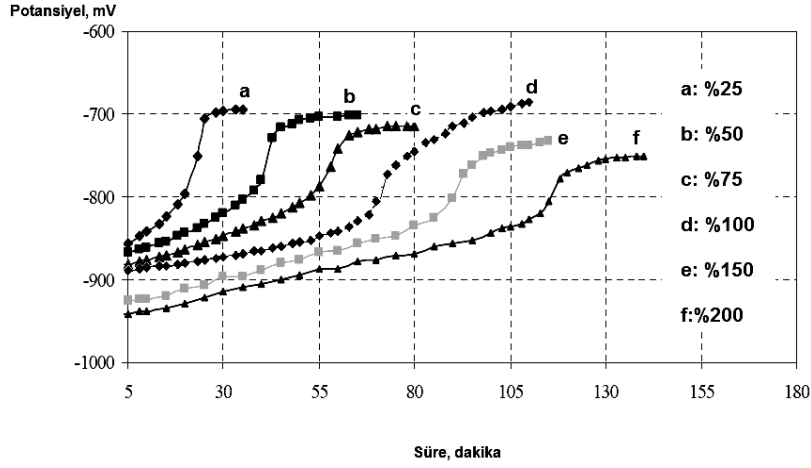
Küp boyarmaddelerinin indirgenmesi normalde yüksek pH (pH>13) değerlerinde gerçekleşir. Düşük pH değerinde çalışılabilmesi ise sodyum borhidrür ile mümkündür. Böylece yüksek pH'dan etkilenen mamullerin (yün gibi) boyanması da gerçekleştirilir. Bunun sonucunda hidrosülfitle yapılan boyamalarda karşılaşılan nihai ürünlerdeki ton farkları problemi burada olmaz. Daha iyi egalite ve boyarmadde verimi elde edilir. Sabunlaşma tehlikesi olan boyarmaddeler düşük alkali ortamda boyanırlar. Daha iyi yıkama ve sürtme haslıkları elde edilir (DE 1091981 1960).

Katalizör eşliğinde yapılan sodyum borhidrürün küp boyarmaddelerini indirgeme verimiyle ilgili yapılan araştırmada life çektirilen boyarmadde miktarı incelenmiştir. Sonuçta farklı katalizörler kullanılarak yapılan indirgeme işlemlerinde farklı yüzdelerde boyarmadde

life çektirilmiştir. Ayrıca kullanılan katalizöre göre buharlama sürelerinin 1/8 oranında kadar düştüğü bulunmuştur (EP 885852).

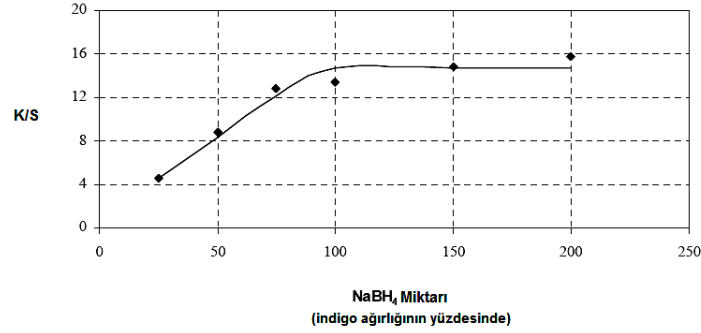
Redoks titrasyonu ile sodyum borhidrürün küp boyama banyosundaki stabiliteye olan etkisinin incelendiği bir araştırmada hidrosülfid tipik küp boyarmaddeleri ile çalışılmıştır. Hidrosülfid ile karşılaştırılması yapıldığında tek başına hidrosülfidin yerine sodyum borhidrürün kullanılmayacağı iddia edilmiştir. Sonuçta borhidrür şayet yardımcı madde olarak eklenirse boya banyosunun negatif löko potansiyelini artırmaktadır. Ancak borhidrür indirgemede başarılı değildir. Bunun temelinde küp boyanın löko formuna dönüşümü ve boyama sırasında bu şekilde devam etmesi için indirgeme maddesinin özgül olmasından çok indirgeme potansiyeli etkilidir (Nair 1970).

Günümüzde konuyla ilgili olarak yapılan sınırlı çalışmalarda alkali ortamda yürüyen klasik sodyum ditiyonit (sodyum hidrosülfid) indirgen yönteminin yerine SBH kullanılarak 40-70 °C arasında katalizör varlığında çalışmalar yapılmıştır. Sıcaklık ve katalizör miktarının etkisinin incelendiği çalışmada 55 °C'de %1'lik katalizörle maksimum indigo indirgeme verimi elde edilmiştir. Aynı çalışmanın devamında SBH miktarının indigo indirgenme yüzdesi üzerine etkileri incelenmiştir. Bu sonuçlara bağlı olarak renk verimi üzerine değerlendirmeler yapılmıştır. Sodyum borhidrür miktarının boya banyosunun redoks potansiyeli üzerine etkisinin incelendiği çalışmada Şekil 2.9 ve 2.10'da görüldüğü gibi indigo ağırlığına göre SBH'ün miktarı artırıldığında reaksiyon ortamının redoks potansiyeli daha da negatif değerler almaktadır (Meksi ve ark 2007 ve 2008).



Şekil 2.5. SBH miktarının boya banyosunun redoks potansiyeline etkisi

KAYNAK: Meksi, N. ve ark. 2008. New Process of Dyeing Cotton Textile by Indigo with Borohydride: Effect of the Concentration of the Reducing Agent. Int. J. Appl. Chem., 14:1-14.



Şekil 2.6. SBH miktarının renk verimi üzerine etkisi (Meksi ve ark 2008)

KAYNAK: Meksi, N. ve ark. 2008. New Process of Dyeing Cotton Textile by Indigo with Borohydride: Effect of the Concentration of the Reducing Agent. Int. J. Appl. Chem., 14:1-14.

Sodyum borhidrür miktarının renk verimi üzerine etkisi incelendiğinde SBH miktarı arttıkça K/S değerlerinde bir artış olduğu, bu artışın indigo ağırlığı kadar SBH kullanımına kadar devam ettiği daha sonra stabil kaldığı görülmektedir (Meksi ve ark 2008).

SBH, hidrosülfite ile yapılan küp boyama işlemlerinde stabilizatör olarak da görev yapabilmektedir. Böylece proseste hidrosülfite %40 daha az kullanılmasının mümkün olduğu iddia edilmektedir (Boehme 2004).

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

3.1.1. Kumaşlar

Dört ana bölümden oluşan çalışmanın birinci ve ikinci bölümünde Bahariye Mensucat A.Ş'den temin edilen %100 yünlü kumaş ve NİL-BA Tekstil Sanayi ve Ticaret Ltd. Şti.'den temin edilen poliamid ve pamuklu kumaşlar kullanılmıştır. Sodyum borhidrürün polyester mamullerin boyama sonrası ard işlemlerde kullanılabilirliğinin araştırılması amacıyla yapılan çalışmada NİL-BA Tekstil Sanayi ve Ticaret Ltd. Şti.'den temin edilen atkı yönünde 100 denye 120 filament, çözgü yönünde 100 denye 70 filament polyester/mikrolif ve polyester/elastan kumaşlar ile küp boyamada kullanılan kumaşların özellikleri Çizelge 3.1.'de belirtilmiştir.

Çizelge 3.1. Yün, poliamid ve pamuk kumaşların özellikleri

Hammadde	Örgü Yapısı	Gramaj (g/cm ²)	Atkı Sıklığı (cm ⁻¹)	Çözgü Sıklığı (cm ⁻¹)	Beyazlık (Stensby)
Yün	D 2/1	153.0	28	42	48.6
Poliamid 6.6	2/2 ribs	124.5	40	58	73.8
Pamuk 1	Bezayağı	105.5	27	30	55.9
Polyester/mikrolif	Bezayağı	124.0	48	60	85.0
Polyester/elastan	D 2/1	220.0	32	54	79.5
Pamuk 2	Bezayağı	140.0	25	45	80.2

3.1.2. Boyarmaddeler ve Yardımcı Kimyasal Maddeler

Deneylerin ağartma, boyama ve çevresel etkilerini incelemek amacıyla yapılan deney ve testlerde kullanılan kimyasal maddeler ve özellikleri Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Deneyleerde kullanılan kimyasal maddeler ve özellikleri

Kimyasal Madde	Özellik	Firma
Sodyum borhidrür (NaBH ₄)	%99 saflıkta, beyaz toz, indirgen madde	BOREN
Hidrojen Peroksit (H ₂ O ₂)	%35, yükseltgen madde	Teknik
Sodyum bisülfıt (NaHSO ₃)	%39'luk çözeltisi, asit	Merck
Sodyum bikarbonat (NaHCO ₃)	Zayıf baz	Teknik
Etanol (C ₂ H ₅ OH)	Alkol	Merck
Metanol (CH ₃ OH)	Alkol	Merck
m-Krezol ((CH ₃)C ₆ H ₄ (OH))	Fenol türevi, çözücü	Merck
Hidroklorik asit (HCl)	%25 saflıkta	Merck
Asetik asit (CH ₃ COOH)	Asit	Teknik
Timol mavisi	pH indikatörü	Merck
Sülfirik asit (H ₂ SO ₄)	%96 saflıkta	Merck
Sandozin MRN Liq TR,	Noniyonik ıslatıcı, yıkama maddesi	Clariant
Stabilizer Sof Liq	Stabilizatör	Clariant
Bactosol SAP liq	Peroksit giderici enzimi	Clariant
Ruco-Stab OKB	Stabilizatör	Rudolf-Duraner
Rucogen DEC	Islatıcı, yıkama maddesi	Rudolf-Duraner
Verolan NBO	İyon tutucu	Rudolf-Duraner
Rucorit RGI	Tiyüredioksit bazlı indirgen madde	Rudolf-Duraner
Arostit BLN	Stabilize hidrosülfıt, indirgen madde	Clariant
Ruco Acid ABS	Asit tampon maddesi	Rudolf-Duraner
Setacid SAB	Asit tamponu, dispergatör, iyon tutucu	Setaş
Setalan BNH	Noniyonik sabun	Setaş
Setalan ADN	Egalizatör	Setaş
Setalan AR	Redüksiyon önleyici	Setaş
Sera Spense CSN	Pamuk dispergatörü	Dystar
Sera Quest CPX	İyon tutucu	Dystar
Sera Spense MIS	İndigo boya dispergatörü	Dystar
Sera Gal C-Vat	Egalizatör	Dystar
Rucogal PAA	Anyonik egalizatör	Rudolf-Duraner
Ruco Acid GBK	Asit dönör	Rudolf-Duraner

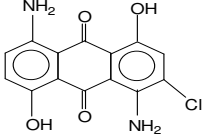
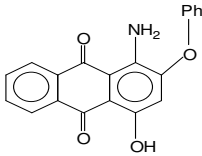
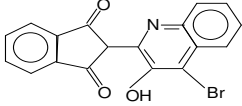
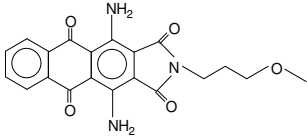
Poliamid kumaşların boyanmasında kullanılan asit boyarmaddeler Çizelge 3.3, polyester mamullerin boyanmasında kullanılan dispers boyarmaddeler Çizelge 3.4 ve küp boyarmaddelerin kimyasal yapıları ve Color İndeks numaraları Çizelge 3.5’de verilmiştir.

Çizelge 3.3. Poliamid mamullerin boyanmasında kullanılan boyarmaddeler ve kimyasal yapıları

Boyarmadde (C.I. Numarası)	Kimyasal Grup	Kimyasal Yapı
Acid Blue 25	Antrakinin	
Acid Black 1	Azo	
Navy Blue RN	Azo	

Polyester mamullere haslık artırıcı ard işlem yapılmadan önce laboratuvarında boyama işlemleri gerçekleştirilmiştir. Kullanılan boyarmaddeler ve kimyasal yapıları Çizelge 3.4'de belirtilmektedir.

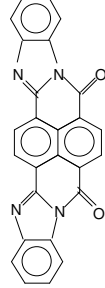
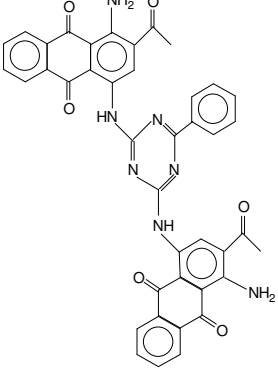
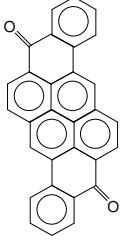
Çizelge 3.4. Polyester mamullerin boyanmasında kullanılan boyarmaddeler ve kimyasal yapıları

Boyarmadde (C.I. Numarası)	Kimyasal Gurup	Kimyasal Yapı	Sınıf
Dispers Blue 56	Antrakinin		B
Dispers Red 60	Antrakinin		B
Dispers Yellow 64	Metin		B
Dispers Blue 60	Antrakinin		C

Çizelge 3.4. (devam) Polyester mamullerin boyanmasında kullanılan boyarmaddeler ve kimyasal yapıları

Dispers Blue 79/1	Azo		D
Dispers Red 167/1	Azo		D
Dispers Orange 30	Azo		D
Black PRL	Azo	Karışım	D

Çizelge 3.5. Küp boyamada kullanılan boyarmaddeler ve kimyasal yapıları

Boyarmadde (C.I. Numarası)	Kimyasal Gurup	Kimyasal Yapı
Vat Red 14	Antrakininon	
Vat Blue 66	Antrakininon	
Vat Orange 9	Antrakininon	

3.1.3. Kullanılan cihazlar

Ağartma, boyama, renk ölçümü, ışık ve yıkama haslıkları işlemlerinin gerçekleştirildiği deneylerde kullanılan makine ve ekipmanlar Çizelge 3.6'da yer almaktadır.

Çizelge 3.6. Deneyleerde kullanılan cihazlar

Cihaz	Marka-Model
Boyama makinesi	Labotay HT10, Taylan
Boyama makinesi	IR Dyer, Rapid
Yıkama haslıđı Makinesi	TestLab
Spektrofotometre	Color Eye MS 2020, Macbeth
Mukavemet ölçüm cihazı	Model 4301, Instron
Viskozimetre	Ostwald viskozimetresi (Sifaş)
Infrared spektrometresi	Nicolet 6700 FT-IR Spektrometre
Işık haslıđı test cihazı	Apollo, James Heal
Kumaş Ekstensiyometresi	M031 Fryma, Atlas-SDL
pH-metre	Inolab 720, WTW
ORP Elektrot	Pt elektrot Ag/AgCl referans elektrot-WTW Teflon birleşik polimer elektrot HANNA
Krokmetre	James-Heal
Optik Mikroskop	SZ6045, Olympus

3.2. Yöntem

3.2.1. Yün liflerinin ağartılmasında kullanılan yöntemler

3.2.1.1. Yıkama

Ağartma işlemlerine geçmeden önce yünlü mamul, ipliklerdeki harman yağları, haşıl maddeleri ve mamul üretimi sırasında üzerine geçmiş olabilecek her türlü pislik, yağ, leke vb yabancı maddelerden uzaklaştırmak amacıyla bir yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama reçetesi aşağıdaki şekildedir:

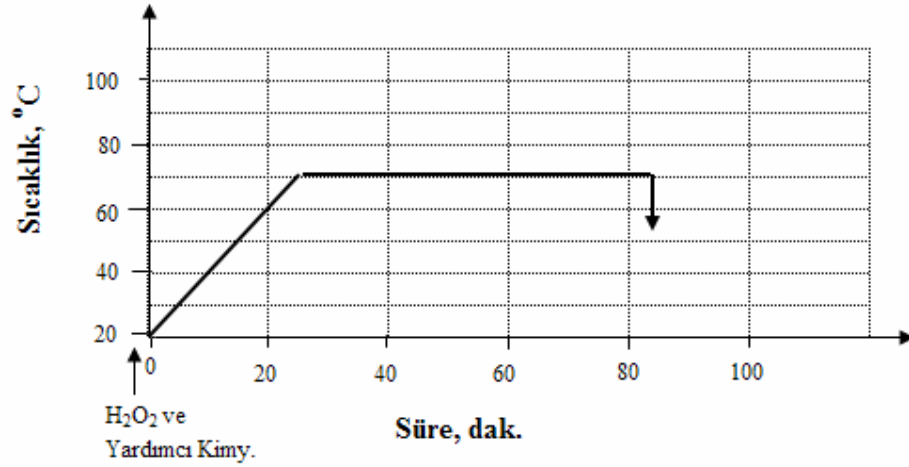
- 1 g/l Ruocolin CS
- 2 g/l Rugogen DFL

İşlem 50 °C'de 30 dakika süreyle yapılmış, daha sonra 40 °C'de 10 dakika ılık ve 10 dakika soğuk durulama yapılarak yıkama prosedürü sona ermiştir.

3.2.1.2. Hidrojenperoksit (H₂O₂) ile yükseltgen ağartma

Ağartma işlemi reçetede yer alan kimyasal maddeler gerekli miktarda suya karıştırılıp, pH ayarlandıktan sonra Şekil 3.1'deki diyagrama göre yapılmıştır.

- 20 g/l H₂O₂ (%50)
- 1 ml/l ıslatıcı-yıkayıcı madde
- 1 ml/l stabilizatör
- Sodyum tripolifosfat ile pH 7.5



Şekil 3.1. Peroksit ağartma prosesi

Bu işlem sonrası mamule enzimle (Bactosol SAP liq) 50 °C'de 10 dakika süreyle antiperoksit işlemi uygulanmıştır. Daha sonra ılık (40 °C), soğuk durulama ve kurutma işlemi yapılarak peroksit ağartması tamamlanmıştır.

3.2.1.3. Yünlü mamullerin SBH ile indirgen ağartma yöntemi

SBH ile optimum çalışma şartlarının belirlenmesi amacıyla katalizör ve SBH çözeltilerinin farklı konsantrasyonları ile çalışmalar yapılmış, elde edilen en iyi beyazlık değerleri göz önünde bulundurularak, uygun sıcaklık, pH ve süre tespit edilmiştir.

a) Optimum SBH miktarının tespiti

Optimum SBH miktarının tespiti amacıyla aşağıdaki reçetede belirtilen miktarlarda NaBH_4 (%12), katalizör (SBS, %39) ve ıslatıcı kullanılmıştır.

Ağartma işlemi çektirme yöntemine göre 1:10 banyo oranında 90 °C’de 45 dakika süreyle gerçekleştirilmiştir. Çizelge 3.7’de çalışma şartları belirtilmiştir.

Çizelge 3.7. Optimum SBH miktarı tespiti amacıyla kullanılan kimyasal maddeler ve miktarları

SBS (g/l)	SBH (g/l)	Islatıcı (g/l)	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	pH
20	0	0.5	90	45	6.0
20	0.5	0.5	90	45	6.1
20	1.0	0.5	90	45	6.4
20	1.5	0.5	90	45	6.5
20	2.0	0.5	90	45	6.7
20	2.5	0.5	90	45	6.7

Ağartma prosesi 60 °C’de sıcak ve soğuk durulamalar ile 40 °C’de kurutma işlemi yapılarak son bulmuştur.

b) Optimum katalizör miktarının tespiti

Optimum katalizör miktarının tespiti amacıyla %12’lik SBH çözeltisinden sabit 2 g/l ve katalizör olarak sodyum bisülfidin %39’luk çözeltisinin farklı konsantrasyonları kullanılmıştır. Çizelge 3.8’de uygulama prosedürü görülmektedir.

Çizelge 3.8. Optimum SBS miktarı tespiti amacıyla kullanılan kimyasal madde miktarları ve gerçekleşen pH değerleri

SBS (g/l)	SBH (g/l)	Islatıcı (g/l)	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	pH
0	2	0.5	90	45	11.8
5	2	0.5	90	45	8.5
10	2	0.5	90	45	7.0
15	2	0.5	90	45	6.8
20	2	0.5	90	45	6.7
25	2	0.5	90	45	6.7

Ağartma prosesi 60 °C’de sıcak ve soğuk durulamalar ile 40 °C’de kurutma işlemi yapılarak son bulmuştur.

c) Optimum çalışma sıcaklığının belirlenmesi

Yukarıdaki denemeler sonucunda ulaşılan maksimum beyazlık değerlerinin elde edildiği konsantrasyonlar kullanılarak optimum çalışma sıcaklığının bulunması amacıyla 40, 50, 60, 70, 80, 90 ve 100 °C’lerde 45 dakika süreyle ağartma yapılmıştır.

Ağartma işlemi çektirme yöntemine göre 1:10 banyo oranında Çizelge 3.9’a göre gerçekleştirilmiştir. Prosesin sonunda 60 °C’de sıcak ve soğuk durulamalar ile 40 °C’de kurutma işlemi yapılmıştır.

Çizelge 3.9. Optimum sıcaklık tespiti amacıyla kullanılan kimyasal madde miktarları ve gerçekleşen pH değerleri

SBS (g/l)	SBH (g/l)	Islatıcı (g/l)	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	pH
15	2	0.5	40	45	6.8
15	2	0.5	50	45	6.8
15	2	0.5	60	45	6.8
15	2	0.5	70	45	6.8
15	2	0.5	80	45	6.8
15	2	0.5	90	45	6.8
15	2	0.5	100	45	6.8

d) Optimum çalışma pH'sının belirlenmesi

En iyi verimde çalışılacak pH değerinin bulunması amacıyla yukarıda belirtilen prosesler çerçevesinde farklı pH değerlerinde işlemler gerçekleştirilmiştir: Asidik çözeltilerin pH'ları Ruco-Acid Abs kullanılarak, bazik pH'lar ise 0,1 N NaOH ile ayarlanmıştır.

Ağartma prosesi çektirme yöntemine göre aşağıdaki Çizelgedeki pH değerlerinde uygulanmıştır. Son olarak 60 °C'de sıcak ve soğuk durulamalar ile 40 °C'de kurutma işlemi yapılmıştır.

Çizelge 3.10. Optimum çalışma pH'sının tespiti amacıyla kullanılan kimyasal madde miktarları ve uygulama pH'ları

SBS (g/l)	SBH (g/l)	Islatıcı (g/l)	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	pH
15	2	0.5	60	45	4
15	2	0.5	60	45	5
15	2	0.5	60	45	6
15	2	0.5	60	45	7
15	2	0.5	60	45	8
15	2	0.5	60	45	9
15	2	0.5	60	45	10

e) Optimum çalışma süresinin belirlenmesi

Uygun proses süresinin belirlenmesi amacıyla 15, 30, 45, 60 ve 90 dakika sürelerde çalışmalar yapılmıştır. Diğer optimizasyon adımlarında olduğu gibi 1:10 banyo oranında çektirme yöntemine göre 60 °C'de çalışılmıştır.

Çizelge 3.11. Optimum çalışma süresinin tespiti amacıyla kullanılan kimyasal madde miktarları

SBS (g/l)	SBH (g/l)	Islatıcı (g/l)	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	pH
15	2	0.5	60	15	7
15	2	0.5	60	30	7
15	2	0.5	60	45	7
15	2	0.5	60	60	7
15	2	0.5	60	90	7

Son olarak 60 °C’de sıcak ve soğuk durulamalar ile 40 °C’de kurutma işlemi yapılmıştır.

3.2.2. Poliamid liflerinin ağartmasında kullanılan yöntemler

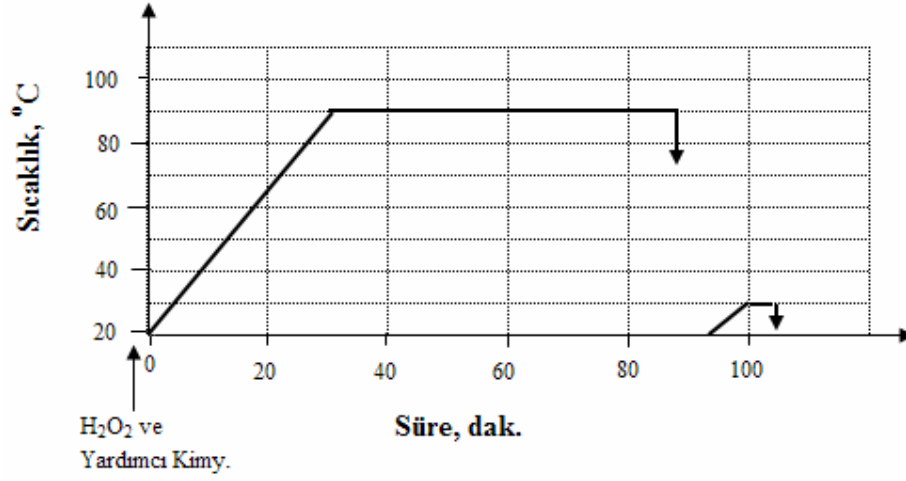
3.2.2.1. Peroksit ağartması

Değişen konsantrasyonlarda peroksit, kostik ve stabilizatör kullanılarak aşağıdaki grafikte belirtildiği şekilde ağartma prosedürü gerçekleştirilmiştir. Ağartma ve daha sonraki adımda gerçekleştirilecek olan boyama sonuçlarının ayrı ayrı değerlendirilebilmesi, naylon mamule peroksitin etkisinin araştırılabilmesi ve peroksit ağartmasının sektörde poliamid/pamuk karışımları için kullanılması nedeniyle ağartma banyosu içerisine eşit miktarda %100 poliamid ve %100 pamuklu kumaşlar yerleştirilerek muamele edilmiştir. Banyo oranı 1:10 olacak şekilde çalışılmıştır.

Ağartma banyolarının başlangıç pH’sı 11,8-12 olarak ayarlanmıştır. Ağartma işleminde kullanılan kimyasal maddeler ve miktarları Çizelge 3.12’de görülmektedir.

Çizelge 3.12. Hidrojen peroksit ile ağartma prosesinde kullanılan kimyasallar ve miktarları

Kimyasal Madde Miktarı (g/l)				
H ₂ O ₂ (%35)	NaOH (%50)	Stabilizatör	Islatıcı	İyon tutucu
1	1.0	0.5	1	0.5
2	1.5	1.0	1	0.5
3	2.0	1.5	1	0.5
4	2.5	2.0	1	0.5
5	3.0	2.5	1	0.5



Şekil 3.2. Hidrojen peroksit ile ağartma prosesi

Ağartma işlemi sonunda mamule soğuk durulama yapılmıştır. Daha sonra 1 g/l teknik saflıkta asetik asitle 10 dakika süreyle nötralizasyon işlemi gerçekleştirilmiş ve tekrar soğuk durulama yapılarak poliamid ve pamuklu kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur.

3.2.2.2. Sodyum borhidrür ile ağartma yöntemi

Sodyum borhidrürün poliamid mamuller üzerine ağartma etkisinin incelenmesi amacıyla yapılan optimizasyon çalışmalarında öncelikle uygun çalışma pH'sı belirlenmiştir. Daha sonra uygun SBH çözeltisi (%12) ve katalizör olarak kullanılan SBS miktarlarının belirlenmesi amacıyla çalışmalar yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar çerçevesinde farklı sıcaklık ve sürelerde çalışılarak optimizasyon işlemleri tamamlanmıştır.

a) Optimum çalışma pH'sının tespiti

Uygun çalışma pH'sının tespiti amacıyla aşağıdaki reçeteye göre SBS (%39) ve SBH (%12) çözeltilerinin sabit konsantrasyonları kullanılarak pH 4-10 aralığında ağartma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Burada kullanılan sabit SBH ve SBS konsantrasyonları literatürde tavsiye edilen ortalama kullanım oranları dikkate alınarak belirlenmiştir (US Patent 6663677).

Çalışma süresi ve sıcaklık değerleri de birinci dönem çalışmalarında kazanılan deneyimler ve literatür bilgilerine dayanılarak 45 dakika ve 90 °C olarak alınmıştır. pH değerleri soda (%10) ve tampon (Ruco Acid ABS) çözeltileri ile ayarlanmıştır.

- 2 g/l SBH çözeltisi
- 20 g/l SBS
- 1 g/l iyon tutucu
- 0.5 g/l Islatici

Ağartma sonunda soğuk durulama, 10 dakika ılık durulama ve tekrar soğuk durulama yapılarak poliamid kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur.

b) Optimum SBS (katalizör) miktarının tespiti

Optimum katalizör miktarının tayini amacıyla 2 g/l sabit SBH çözeltisi ile değişen konsantrasyonlarda SBS ile hazırlanan ağartma banyolarıyla deneyler gerçekleştirilmiştir. Çizelge 3.13'de işlem şartları ve kullanılan katalizör konsantrasyonları yer almaktadır. SBH'ün beyazlığa olan etkisini incelemek amacıyla yapılan katalizörsüz deney sonuçları da tabloda yer almaktadır.

Çizelge 3.13. Optimum katalizör miktarının tespiti amacıyla gerçekleştirilen işlem prosedürü

Konsantrasyon (g/l)				Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	pH
SBS	SBH	İyon tutucu	Islatici			
0	2	1	0.5	90	45	7
5	2	1	0.5	90	45	7
10	2	1	0.5	90	45	7
15	2	1	0.5	90	45	7
20	2	1	0.5	90	45	7
25	2	1	0.5	90	45	7
30	2	1	0.5	90	45	7

Ağartma işlemleri soğuk durulama, 10 dakikalık ılık durulama ve son olarak tekrar soğuk durulama ile oda sıcaklığında kurutma işlemleri yapılarak sonlandırılmıştır.

c) Optimum SBH çözeltisi konsantrasyonunun tespiti

Poliamid mamullerin ağartılması için uygun SBH miktarının belirlenmesi amacıyla önceki adımda bulunan en uygun pH'da SBS'in sabit, SBH'ün ise değişen konsantrasyonları ile aşağıdaki çizelgeye göre deneyler gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.14. Optimum Sodyum Borhidrür çözeltisi miktarı tespiti amacıyla gerçekleştirilen işlem prosedürü

Konsantrasyon (g/l)				Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	pH
SBS	SBH	İyon tutucu	Islatıcı			
20	0.0	1	0.5	90	45	7
20	0.5	1	0.5	90	45	7
20	1.0	1	0.5	90	45	7
20	1.5	1	0.5	90	45	7
20	2.0	1	0.5	90	45	7
20	2.5	1	0.5	90	45	7
20	3.0	1	0.5	90	45	7
20	3.5	1	0.5	90	45	7
20	4.0	1	0.5	90	45	7

İşlem sonunda mamule soğuk durulama, 10 dakika ılık durulama ve tekrar soğuk durulama uygulanarak oda sıcaklığında kurutulmuştur.

d) Optimum çalışma sıcaklığı tespiti

En uygun çalışma sıcaklığını bulmak amacıyla yapılan çalışmalarda 40, 50, 60, 70, 80, 90 ve 100 °C arasında 3 g/l SBH ve 20 g/l SBS ile pH 7'de 45 dakika süre ile poliamid mamule ağartma işlemi gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.15. Optimum çalışma sıcaklığı tespiti amacıyla gerçekleştirilen işlem prosedürü

Konsantrasyon (g/l)				Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	pH
SBS	SBH	İyon tutucu	Islatıcı			
20	3	1	0.5	40	45	7
20	3	1	0.5	50	45	7
20	3	1	0.5	60	45	7
20	3	1	0.5	70	45	7
20	3	1	0.5	80	45	7
20	3	1	0.5	90	45	7
20	3	1	0.5	100	45	7

Ağartma işleminden sonra mamule soğuk, 10 dakika süre ile ılık ve tekrar soğuk durulama yapılmış, oda sıcaklığında kurutulmuştur.

e) Optimum Çalışma Süresinin Tespiti

Bu çalışma basamağına kadar elde edilen en uygun sonuçlar dikkate alınarak optimum pH, konsantrasyon ve sıcaklıklar kullanılarak Çizelge 3.16'ya göre uygun işlem süresinin tespiti yapılmıştır.

Çizelge 3.16. Optimum çalışma süresinin tespiti amacıyla gerçekleştirilen işlem prosedürü

Konsantrasyon (g/l)				Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	pH
SBS	SBH	İyon tutucu	Islatıcı			
20	3	1	0.5	80	15	7
20	3	1	0.5	80	30	7
20	3	1	0.5	80	45	7
20	3	1	0.5	80	60	7
20	3	1	0.5	80	75	7
20	3	1	0.5	80	90	7

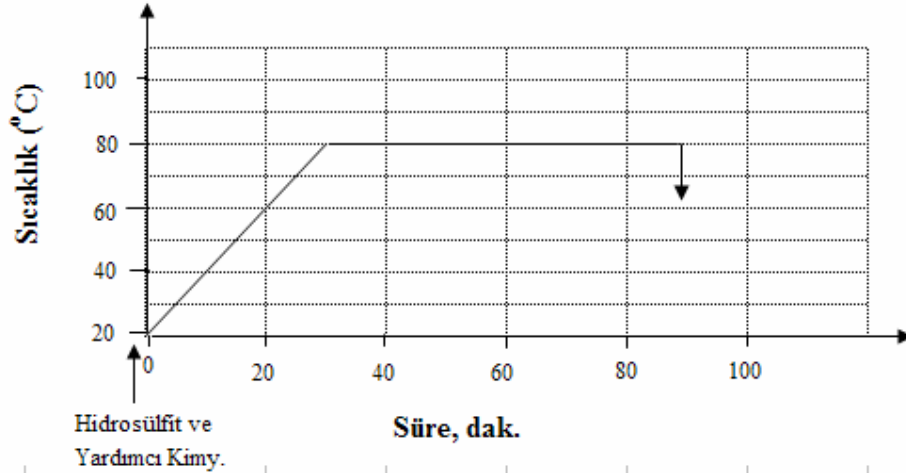
Ağartma işlemi soğuk, 10 dakika ılık ve tekrar soğuk durulama işlemi yapılarak bitirilmiştir. Mamul oda sıcaklığında kurutulmuştur.

3.2.2.3. Stabilize hidrosülfid (Hidro) ağartması

Stabilize hidrosülfid ile gerçekleştirilen ağartma işleminde kullanılan maddeler ve izlenen yöntem aşağıda verilen çizelge ve grafiğe göre gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.17. Stabilize hidrosülfite ile ağartma prosesinde kullanılan kimyasallar ve miktarları

Kimyasal Madde Miktarı (g/l)		
Stabilize Hidro	Islatıcı	İyon tutucu
1	1	0.5
2	1	0.5
3	1	0.5
4	1	0.5
5	1	0.5
6	1	0.5



Şekil 3.3. Stabilize hidrosülfite ile ağartma prosesi

Ağartma işlemi sonunda diğer ağartma metotlarında olduğu gibi soğuk durulama, 10 dakika ılık durulama ve tekrar soğuk durulama yapılarak kumaşlar oda sıcaklığında kurutulmuştur.

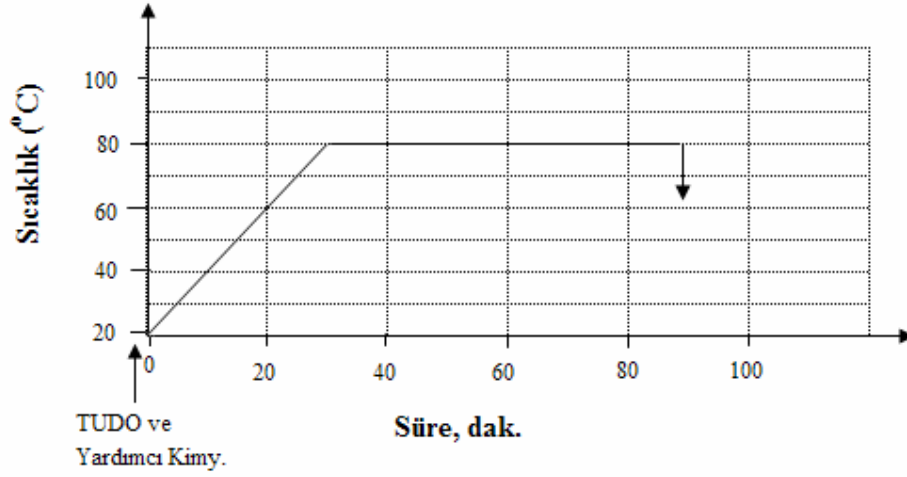
3.2.2.4. Tiyüire dioksit (TUDO) ağartması

Sanayide poliamid mamullerin ağartılması alanında TUDO'nun tavsiye edilmesinden dolayı yünlü mamullerden farklı olarak poliamid mamullere tiyüire dioksit ağartması uygulanmıştır.

Tiyüire dioksit ağartmasında kullanılan maddeler ve izlenen yöntem aşağıdaki çizelge ve grafiğe göre gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.18. Tiyöüre dioksit ağartmasında kullanılan kimyasallar ve miktarları

Kimyasal Madde Miktarı (g/l)		
TUDO	Islatıcı	İyon tutucu
1	1	0.5
2	1	0.5
3	1	0.5
4	1	0.5
5	1	0.5



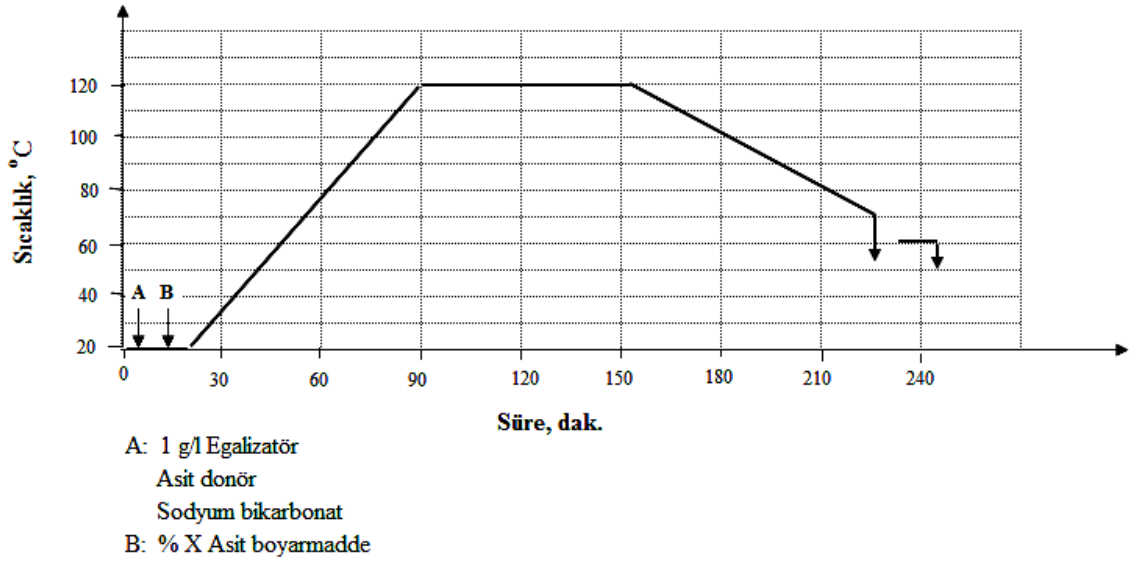
Şekil 3.4. Tiyöüre dioksit ile ağartma prosesi

Banyo oranı 1:10 olacak şekilde çalışılmıştır. Ağartma pH'sı tampon çözeltisi (Ruco Acid ABS) ile 7'ye ayarlanmıştır. Ağartma işlemi sonunda soğuk durulama, 10 dakika ılık durulama ve tekrar soğuk durulama yapılarak numuneler oda sıcaklığında kurutulmuştur.

3.2.2.5. Poliamid mamullerin boyanması

Yukarıda gerçekleştirilen ağartma metotlarına göre elde edilen en iyi beyazlık değerlerine sahip kumaşlara mamulde meydana gelen amino uç gurubu hasarını tespit etmek amacıyla farklı konsantrasyonlarda 3 farklı sülfonasyon derecesine sahip asit boyarmaddesi uygulanmıştır. Boyama şartlarının aynı olması amacıyla ham kumaş ile peroksit, tiyöüre dioksit, stabilize hidrosülfid ve sodyum borhidrür ile muamele edilen kumaşlar aynı tüpte boyama işlemine tabi tutulmuştur. Boyama banyosu 30 °C sıcaklıkta anyonik egalizatör

varlığında hazırlanmıştır. Boyarmadde konsantrasyonları % 0.5, 1.0 ve 2.0'lik hazırlanarak boyamalar gerçekleştirilmiştir. pH sodyum bikarbonat yardımıyla başlangıçta 8-8.5'e ayarlanarak boyamaya başlanmıştır. Asit donör maddesi yardımıyla pH kaydırma metoduna göre sıcaklıkla pH'nın düşmesi sağlanarak boyamalar sonunda istenen pH 5.5-6.0 değeri elde edilmiştir. Aşağıdaki grafiğe göre 120 °C'de gerçekleştirilen boyamalar sonunda mamule önce soğuk durulama ve 10 dakika 60 °C'de sıcak durulama yapılmıştır. Daha sonra mamul oda sıcaklığında kurutulmuştur.



Şekil 3.5. Poliamid 6.6'nın asit boyarmaddelerle boyama diyagramı

3.2.3. Dispers Boyalı PES Mamullerin İndirgen Yıkanmasında Sodyum Borhidrür Kullanımı

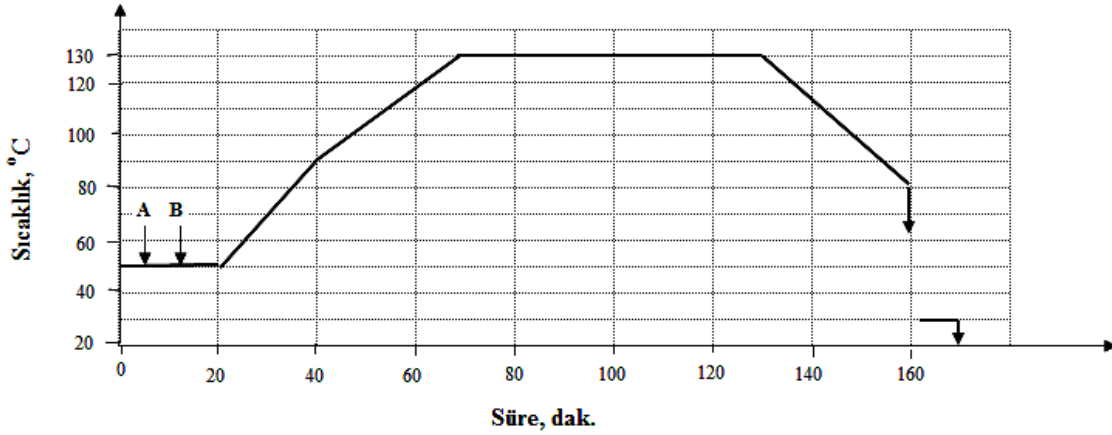
3.2.3.1. Boyama yöntemi

Polyester/mikrolif mamuller boyarmadde üreticisi firmanın önerdiği doygunluk değerleri göz önüne alınarak %1.5 Blue 56, %2 Red 60, %1 Yellow 64, %3 Blue 79/1, %1 Red 167/1, %1 Orange 30 ve % 3.5 Black PRL boyarmadde konsantrasyonlarında egalizatör, redüksiyon önleyici ve asit tamponu varlığında boyanmıştır. Boyamalar 1:10 banyo oranında ve pH 4.5-

5.0'te ařağıdaki řekilde verilen reęeteye ve řekil 3.6'daki boyama diyagramına gre yapılmıřtır.

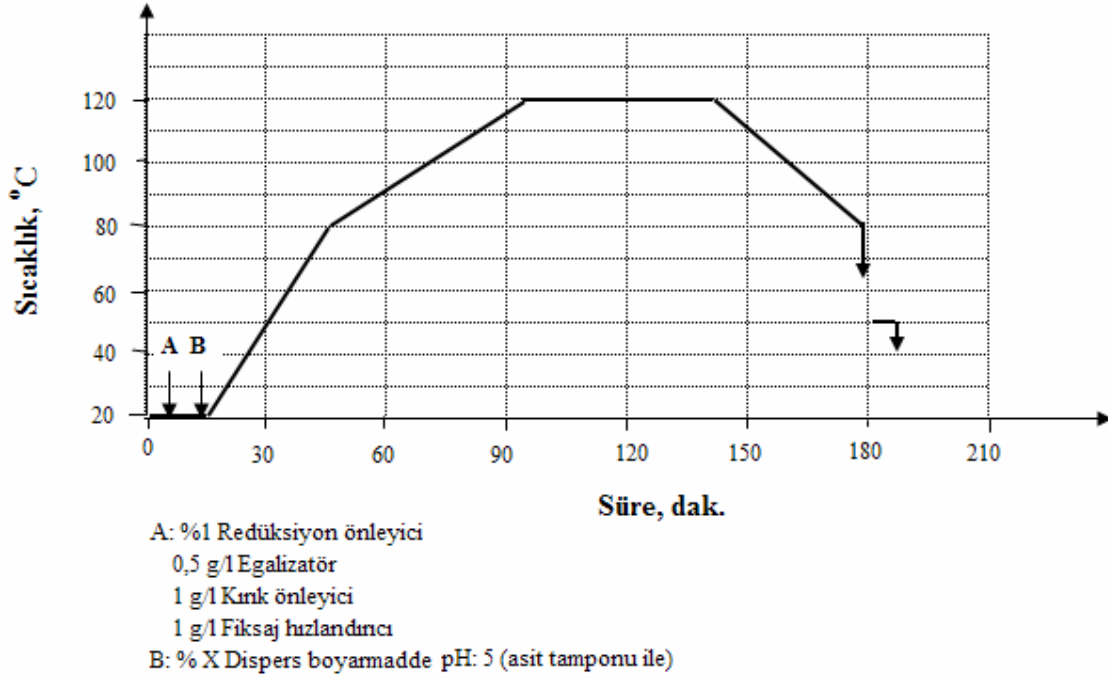
Boyama reęetesi:

- % X Dispers boyarmadde
- 1 g/l Redüksiyon nleyici
- 1 g/l Egalizatr
- 1.5-2.5 g/l Asit tamponu



Şekil 3.6. Polyester/mikrolif boyama diyagramı

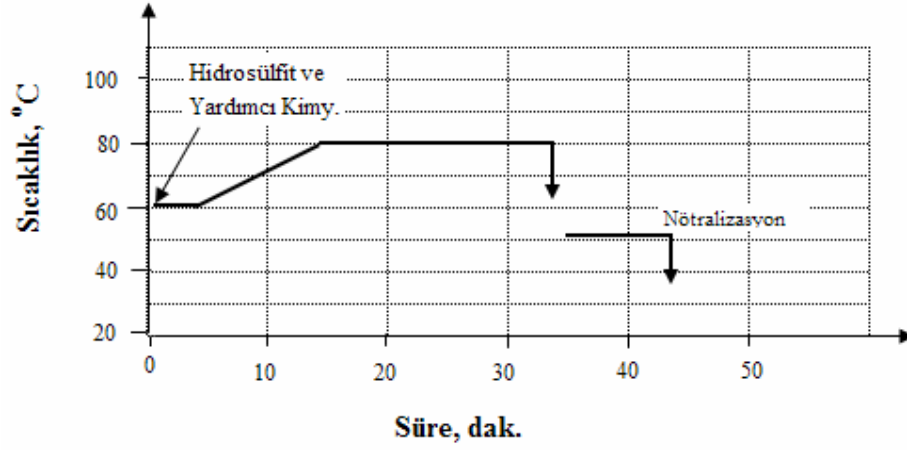
Polyester/elastan mamullerin boyama prosesi Şekil 3.7'de görlmektedir. Oda sıcaklığında yardımcı kimyasallar ve daha sonra boyarmadde suya ilave edilip karıştırılarak boyama zeltisi hazırlanmıştır. 1:15 banyo oranında alışılmıştır. 120 °C'de 1 saat süre ile boyama yapılmış, daha sonra banyo 80 °C'ye soğutularak boşaltma ve soğuk durulama, arkasından bir ılık durulama işlemi ile boyama tamamlanmıştır. Boyarmadde olarak %2 Dispers Blue 56, %3 Dispers Blue 60 ve %3 Dispers Blue 79/1 kullanılmıştır.



Şekil 3.7. Polyester/elastan boyama prosesi

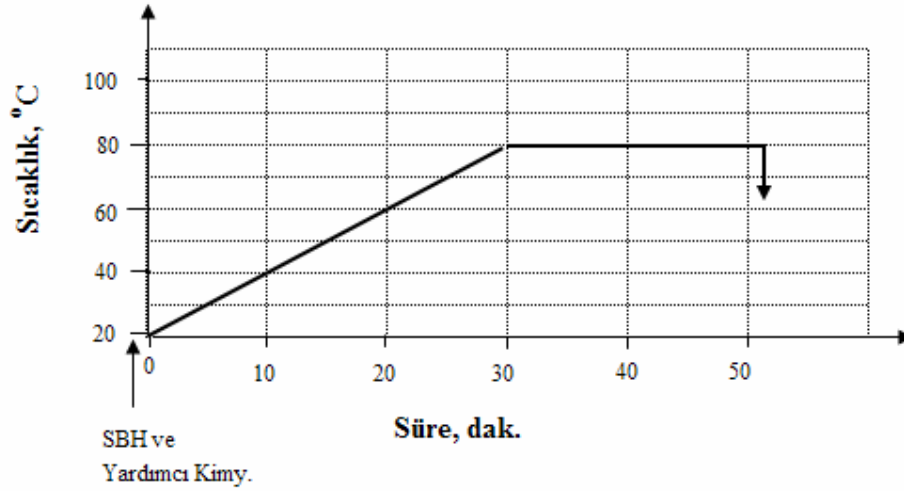
3.2.3.2. Hidrosülfid ile indirgen yıkama yöntemleri

Klasik PES indirgen yıkama maddesi olan hidrosülfitle yapılan yıkama işlemleri 6 farklı konsantrasyonda (0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, 3 g/l) hidrosülfid ile 2 g/l kostik ve 1 g/l noniyonik yıkama maddesi kullanılarak aşağıda verilen grafiğe göre gerçekleştirilmiştir. Hidrosülfidin erken bozunmasını önlemek amacıyla indirgen yıkama işlemine 60 °C'de başlanmıştır. 80 °C'ye çıkılarak 20 dakika yıkama işlemi yapılmış ve daha sonra banyo boşaltılarak 50 °C'de 1 g/l asetik asit ile nötralizasyon ve soğuk durulama işlemleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.8. Hidrosülfid ile gerçekleştirilen indirgen yıkama prosesi

3.2.3.3. Sodyum Borhidrür ile indirgen yıkama yöntemleri



Şekil 3.9. Sodyum borhidrürle gerçekleştirilen indirgen yıkama prosesi

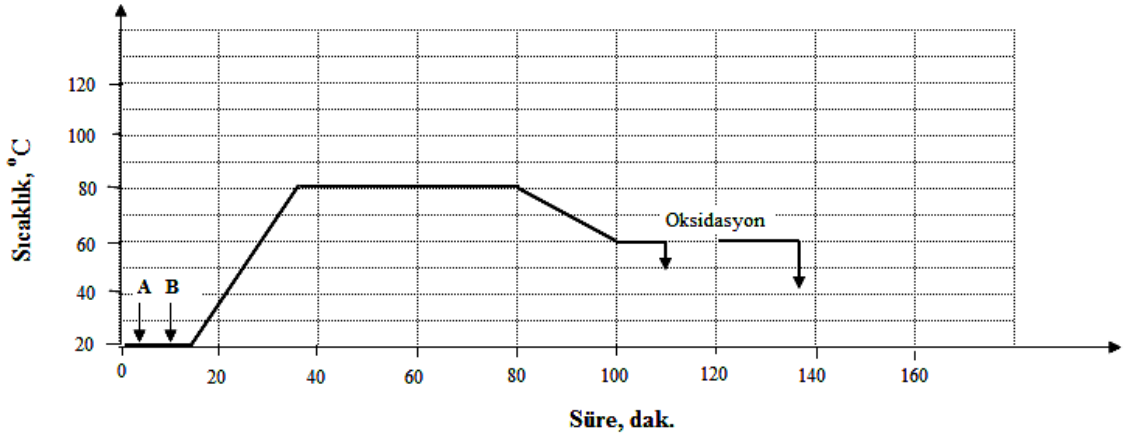
SBH ile yapılan indirgen yıkama işlemleri pH 7.0 ve sıcaklık 80 °C sabit alınarak 5 farklı SBH konsantrasyonunda (0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 g/l) ve 5 farklı sürede (5, 10, 15, 20, 25 dk) gerçekleştirilmiştir. Yıkamalarda katalizör olarak kullanılan SBS oranı ise SBH konsantrasyonuna göre 10:1 olacak şekilde alınmıştır. Bu oran daha önceki deneysel çalışmalarda ortaya çıkan ve literatürde de yer alan optimum SBS:SBH oranı dikkate alınarak seçilmiştir. Ayrıca tüm yıkama banyolarına 1 g/l noniyonik yıkama maddesi ilave edilmiştir.

3.2.4. Küp boyama

Küp boyama prosesi yarı pigmentasyon metoduna göre gerçekleştirilmiştir. Seçilmiş 3 adet küp boyarmadde ile çalışılmıştır. Ön literatür bilgilerinden ve yapılan ön denemelerden SBH'ün küp boyamada yetersiz kaldığı anlaşıldığından Hidrosülfite ve SBH'ün farklı konsantrasyonları kombine olarak kullanılmıştır. Boyamaya oda sıcaklığında 2 g/l pamuk dispergatorü, 1 g/l iyon tutucu, 3 g/l egalizator ve 1 g/l küp dispergatorü eşliğinde boyarmadde ve sonra hidrosülfite ve/veya SBH ile 20 ml NaOH (38° Bé) ilavesi yapılmıştır (Şekil 3.10). Başlangıçta boyama pH'sı 12.8-13'e ayarlanmıştır. Daha sonra 80 °C'ye çıkılarak indirgeme ve boyama adımı gerçekleştirilmiştir. 45 dakika 80 °C'de işleme devam edilmiş ve banyo sıcaklığı 60 °C'ye düşürüldükten sonra 10 dakika bu sıcaklıkta devam edilerek banyo boşaltılmıştır. Soğuk durulama ve daha sonra pH 11'de peroksit ile oksidasyon adımının ardından 10 dakika kaynar sabunlama yapılarak boyama işlemi sonuçlandırılmıştır.

Çizelge 3.19. Hidrosülfite ve SBH'ün küp boyama proseslerinde kullanım oranları

Hidro+SBH (g/l)
5.0+0
5.0+0.5
4.5+0.5
4.0+1.0
3.5+1.5
3.0+2.0
2.5+2.5
2.0+3.0
1.5+3.5
1.0+4.0
0.5+4.5
0+5.0



A: Pamuk dispergatörü
İyon tutucu
Küp dispergatörü
Egalizatör
Küp boyarmadde

B: Hidrosülfid + Kostik
veya
SBH+Hidro+Kostik

Şekil 3.10. Küp boyama diyagramı

3.3. Ölçüm ve Testler

3.3.1. Renk ölçümleri

Ağartma ve boyama işlemlerine tabi tutulmuş mamullerin renk değerlendirmeleri spektrofotometrede 3 tekrarlı olarak ölçülmüş ortalama değerler araştırma sonuçları bölümünde verilmiştir. D65 ışık kaynağı, gözlem açısı 10°, UV komponent dahil ve beyazlık indeksi Stensby, sarılık indeksi ASTM 1925 ve renk formülü olarak CIELAB kullanılmıştır.

3.3.2. Alkali çözünürlük testleri

Mamulde meydana gelen kimyasal hasarın tespiti amacıyla ISO 3072 1975(E)'ye göre alkali çözünürlük testleri uygulanmıştır. 1g numunenin 65 °C'de 0.1 N NaOH çözeltisiyle muamelesi sonucu ağırlık kaybı yüzde olarak hesaplanmıştır.

3.3.3. Yıkama haslığı testleri

Yıkama haslığı testleri ISO 105:C06'ya göre ECE standart test deterjanı kullanılarak, lekelenmeler SDC çok lifli refakat bezi ile Poliamid mamuller için B1S deney şartlarında 50 °C ve Polyester esaslı mamuller için C2S metoduna göre 60 °C'de yapılmıştır. Değerlendirmeler AATCC kromatik transfer skalası ile gerçekleştirilmiştir.

3.3.4. Kantitatif olarak amino uç gurubu tayini

Analitik olarak 0.6 g poliamid tartılır ve 50 ml'lik erlenmayer içerisine konur. 10 ml etanol ve 30 ml m-krezol eklenerek ısıtıcıli manyetik karıştırıcı altında ağzı kapalı olarak karıştırılır. Isıtma ile karıştırma işleminden sonra (60 dakika) çözünme işleminin tamamlanmasının ardından çözelti oda sıcaklığında soğumaya bırakılır. 0.5 ml indikatör çözeltisi eklenerek 0.02 M etanollü hidroklorik asit çözeltisi ile titrasyon işlemi gerçekleştirilir. Aşağıdaki eşitliğe göre harcanan titrant hacminden yararlanılarak mmol/kg olarak amin uç gurubu miktarı hesaplanır (Atherton 1955, Zimmer AG 1996):

$$\text{NH}_2 \text{ grubu (mmol/kg)} = \frac{V \times M \times F \times 10^3}{W} \quad (3.1)$$

V: Poliamid numunesi için harcanan etanollü hidroklorik asit (ml)

M: Etanollü hidroklorik asit molaritesi (0.02 M)

F: Etanollü hidroklorik asit çözeltisi faktörü

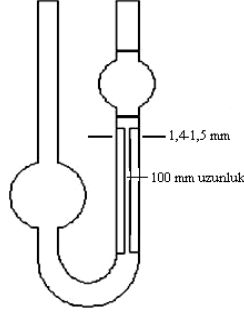
W: Başlangıçtaki numune ağırlığı (g)

3.3.5. Infrared spektroskopisi

ATR yöntemi ile FT-IR analizi gerçekleştirilmiştir. Belirli bir basınç altında ATR çinko selenür kristal yüzeyi ile naylon kumaş temas ettirilerek infrared spekturumu alınmıştır.

3.3.6. Viskozite tayini

Naylon 6.6 mamülün rölatif viskozitesinin tayini için 0.200 g mamul 20 ml % 96'lık sülfirik asit çözeltisi içerisinde çözülür. Berrak çözelti filtre edilerek Ostwald viskozimetresine verilir ve orada 20 dakika istenen sıcaklığa ayarlanır.



Şekil 3.11. Ostwald viskozimetresi

Ostwald viskozimetresi yardımıyla V hacmindeki çözelti veya sıvının t akış süresi belirlenir. Poiseuille bağıntısı ile sıvıların viskozite değeri hesaplanır.

$$\frac{V}{t} = \frac{\pi p r^4}{8 \eta l} \quad (3.2.)$$

- r: Kapiler yarıçapı
- l: Kapiler boyu
- p: Çözelti basıncı

Viskozimetre çözelti ve çözücünün akış süreleri için kullanıldığından r, l ve V değerleri belli bir çözelti için aynı olacağından,

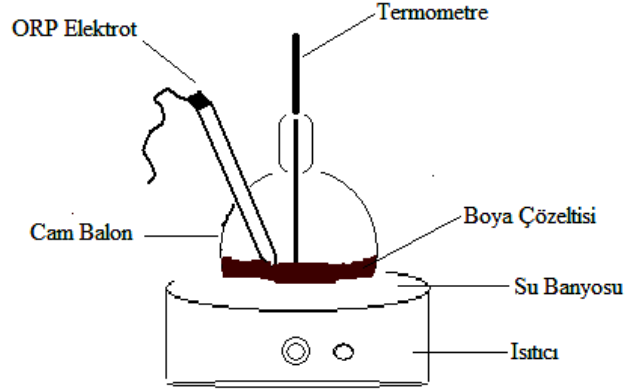
$$\eta r = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0} \quad (3.3)$$

bağıntısı ile bağıl viskozite hesaplanmış olur.

3.3.7. Redoks potansiyeli tayini

Şekil 3.12'deki gibi hazırlanan düzenek yardımıyla küp boya çözeltisinin redoks potansiyeli ölçülmüştür. Cam balonun çıkışları tıpa ile kapatılarak oksijen girişi

engellenmiştir. Su banyosu ile ısıtma yapılarak sıcaklık kontrollü bir şekilde artırılmış ve boya çözeltisinin redoks potansiyeli 5 dakika aralıklarla kaydedilmiştir.



Şekil 3.12. Redoks potansiyeli ölçüm düzeneği

3.3.8. Işık haslığı testleri

Yün ve poliamid mamullere uygulanan işlemlerin foto sararma ve renk metotlarındaki foto sararmaların araştırılması amacıyla mamule TS 1008 EN ISO 105 B02 standardına göre yapay ışığa karşı ışık haslığı testleri gerçekleştirilmiştir. Sararmalar TS 423-2 EN ISO 20105 standardında gri skalaya göre değerlendirilmiştir.

3.3.9. Sürtünmeye karşı renk haslığı testleri

Küp boyamalar sonucunda mamulün kuru ve yaş sürtünme haslıklarının tayini amacıyla TS EN ISO 105-X16 standardı kullanılmıştır.

3.3.10. Elastikiyet testleri

Polyester/Elastan mamullerdeki ard işlem sonrası uzamanın ve uzadıktan sonraki düzelmenin (geri dönüşün) derecesi BS 4294 1968'e göre kumaş ekstensiyometresi yardımı ile test edilmiştir.

3.3.11. Kimyasal oksijen ihtiyacı

Ağartma banyolarının kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ) açık reflüks metoduna (open reflux method, 5220B) göre gerçekleştirilmiş aşağıdaki bağıntıya göre hesaplanmıştır.

$$KOİ(mg/l) = \frac{(\text{şahit numune için sarfiyat} - \text{numune için sarfiyat} \times 0.1(\text{DAS molaritesi}) \times 8000}{ml \text{ numune}} \quad (3.5)$$

3.3.12. Dene sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi

SBH ile yün ve poliamid mamullerin ağartılmasında SBH, katalizör miktarı, süre, sıcaklık ve pH'nın mamulün beyazlık ve kimyasal hasarı üzerine etkisinin araştırılması amacıyla regresyon ve tek faktörlü varyans analizleri yapılmıştır. Bu amaçla kullanılan istatistiksel model:

$$Y_{ij} = \mu + \tau_j + \varepsilon_{ij} \quad (3.4)$$

τ = Sıcaklık (T), pH (p), Süre (S)

SBH ile polyester/mikrolif ve polyester/elastan mamulün indirgen yıkama işlemlerine ait deneyler belli bir istatistik modeline göre gerçekleştirilmiştir. Polyester/mikrolif mamuller için istatistik model 3 faktörlü 7 ve 5 seviyeli tamamen tesadüf dağılımlı varyans analizi olarak tasarlanmıştır. Faktörler, boyarmadde türü, SBH konsantrasyonu ve işlem süresidir. Deneylerin tekrar sayısı ise 3'tür. Bu grup çalışmalar sonunda işlem süresi ve konsantrasyonun mamulün renk farkı ve yıkama haslıkları üzerine olan etkisi incelenmiştir. En iyi sonuçların hangi süre ve konsantrasyonda elde edildiği ve bunların konvansiyonel hidrosülfid ile karşılaştırılması yapılmıştır.

Polyester/elastan mamuller için tamamen tesadüf dağılımlı varyans analizi modeli 3 ve 5 seviyeli olarak tasarlanmıştır. İşlem süresi ve konsantrasyonunun mamulün haslık (asetat, poliamid, polyester lekelenme dereceleri), renk farkı ve kalıcı uzama değerleri üzerine etkileri araştırılmıştır.

Varyans analizlerinin gerçekleştirilmesinde COSTAT istatistik programı kullanılmıştır. F istatistik değerleri (F_s) I tip hata $\alpha = 0,05$ için bulunan $F_{0,05,n,t}$ tablo değerleri ile karşılaştırılmış ve buna göre faktörün önem durumu belirlenmiştir. $F_s > F_{0,05,n,t}$ olduğu durumlarda hangi

faktör seviyeleri arasındaki farklılığın $\alpha = 0,05$ önem seviyesinde anlamlı olduğunun tespiti için SNK testi yapılmıştır. $F_s < F_{0,05,n,t}$ olduğu zaman P değeri altına ns (nonsignificant) ile ifade edilerek incelenen özellik üzerine adı geçen faktörün etkisinin olmadığı belirtilmiştir.

Çalışmalarda kullanılan varyans analizinin matematiksel modeli ve kullanılan hipotezler aşağıda belirtilmiştir:

İstatistiksel model:

$$Y_{ijkm} = \mu + B_i + K_j + BK_{ij} + S_k + BS_{ik} + KS_{jk} + BKS_{ijk} + \varepsilon_{m(ijk)} \quad (3.5)$$

Y_{ijkm} : Birinci faktörün (B, boyarmadde) i'inci, ikinci faktörün (K, konsantrasyon) j'inci ve üçüncü faktörün (S, süre) k'inci seviyelerdeki m'inci gözlem

μ : Her iki faktörün bütün seviyeleri için ortak etki

B_i : Birinci faktörün i'inci seviyesindeki etkisi

K_j : İkinci faktörün j'inci seviyesindeki etkisi

S_k : Üçüncü faktörün k'inci seviyesindeki etkisi

BK_{ij} : B ve K faktörlerinin ij'deki kesişimlerinin etkisi

BS_{ik} : B ve S faktörlerinin ik'deki kesişimlerinin etkisi

KS_{jk} : K ve S faktörlerinin jk'deki kesişimlerinin etkisi

BKS_{ijk} : B, K ve S faktörlerinin ijk'deki kesişimlerinin etkisi

$\varepsilon_{m(ijk)}$: B, K ve S faktörlerinin ijk'deki kesişimlerindeki m'inci gözlemlerde bulunan tesadüfi hata

4. ARAŐTIRMA SONUÇLARI

4.1. Yünlü Mamullerin Ağartılması

4.1.1. Hidrojenperoksit (H₂O₂) ile yükseltgen ağartma sonuçları

Sodyum borhidrür'ün yünün ağartılmasındaki etkinliđi araŐtırmak ve konvansiyonel olarak uygulanan peroksit ağartması ile beyazlık ve mamuldeki hasar açısından karşılaŐtırma yapmak amacı ile endüstriyel uygulamalarda kullanılan Őartlarda Clariant firması tarafından tavsiye edilen ağartma işlemleri uygulanmıştır. Sonuçta Stensby beyazlık indeksine göre 48.6 olan ham mamulün beyazlık değeri 57.0 ve %10.3 olan alkali çözünürlük değeri peroksit ağartması sonucu %24.1 olarak elde edilmiştir.

4.1.2. Sodyum Borhidrür ile indirgen ağartma sonuçları

Sodyum Borhidrür ile gerçekleştirilen indirgen ağartmalarda, elde edilen beyazlık değeri esas alınarak en uygun çalışma Őartlarını belirlemek amacıyla öncelikle katalizör (Sodyum bisülfid, NaHSO₃) miktarı sabit tutularak farklı SBH çözeltisi miktarlarında çalışılmıştır. Daha sonra elde edilen beyazlık değerlerine göre uygun katalizör miktarının tespiti amacıyla sabit SBH çözeltisi ve farklı katalizör konsantrasyonlarında deneyler yapılmıştır. Bu deneylerin sonucunda sırasıyla optimum sıcaklık, pH ve sürenin tespiti ile ilgili çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

4.1.2.1. Optimum SBH miktarının tespiti

Uygun SBH miktar tespiti için 90 °C'de 45 dakika sürede 20 g/l SBS sabit ve SBH'ün farklı konsantrasyonlarında denemeler yapılmıştır. Sonuçlar tekrarlanan üç deney sonucunun ortalaması olarak Çizelge 4.1'de verilmektedir:

Çizelge 4.1. Optimum SBH miktarının tespiti amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen sarılık ve beyazlık değerleri

NaBH ₄ (g/l)	pH	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM 1925)
0	6.1	48.8	21.3
0.5	6.0	51.1	20.5
1	6.4	51.3	20.1
1.5	6.5	53.0	18.7
2	6.7	55.8	17.9
2.5	6.7	54.2	17.5

Beyazlık değerleri incelenerek en yüksek değer 2 g/l SBH ile çalışılması ile elde edildiği sonucuna varılmış ve çalışmanın bundan sonraki adımında 2 g/l SBH çözeltisi ile çalışılmasına karar verilmiştir.

4.1.2.2. Optimum katalizör miktarının tespiti

Uygun SBS miktarının tayini amacıyla 90 °C'de 45 dakika sürede 2 g/l SBH ile ve SBS'nin farklı konsantrasyonlarında çalışılarak elde edilen beyazlık ve sarılık değerleri Çizelge 4.2.'de verilmektedir:

Çizelge 4.2. Optimum SBS (katalizör) miktarının tespiti amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen sarılık ve beyazlık değerleri

NaHSO ₃ (g/l)	pH	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM 1925)
0	11.8	39.5	31.0
5	8.5	50.0	20.2
10	7.0	54.5	18.1
15	6.9	55.5	17.8
20	6.7	55.8	17.9
25	6.7	51	18.3

Yapılan denemelerde özellikle 5 g/l SBS'den sonra etkin bir beyazlık artışı görülmekte 15 g/l konsantrasyonuna ulaşıldığında bu yükseliş durmaktadır ve 25 g/l konsantrasyonlara çıkılmasına rağmen beyazlıkta kayda değer bir artış gözlenmemiştir. Bu durumda en iyi beyazlık sonuçları 15 ve 20 g/l SBS ile elde edilmiştir.

Bu sonuçlar neticesinde yün için 15 g/l SBS katalizörü kullanılmasının yeterli olduğuna karar verilmiştir.

4.1.2.3. Optimum çalışma sıcaklığının tespiti

Yukarıda elde edilen optimum konsantrasyonlar çerçevesinde bu konsantrasyonlarda farklı sıcaklıklarda denemeler yapılmıştır. Bu denemelerin beyazlık, sarılık ve alkali çözünürlük değerlendirme sonuçları 3'er tekrarın ortalaması olarak Çizelge 4.3.'de verilmektedir.

Çizelge 4.3. Optimum çalışma sıcaklığı tespiti amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen sarılık ve beyazlık değerleri

Sıcaklık (° C)	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM 1925)	Alkali Çözünürlük
40	51.0	19.4	11.3
50	53.5	17.6	11.2
60	56.6	17.0	9.2
70	56.6	17.1	10.4
80	56.5	17.0	12.0
90	55.3	17.9	11.4
100	51.5	17.7	12.6

Farklı sıcaklıklardaki beyazlık değerleri incelendiğinde 60, 70 ve 80 °C'de maksimum beyazlığa ulaşıldığı görülmektedir. 40 °C'den 60 °C'ye doğru belirgin bir artış olmakta ve 100 °C'de belirgin bir biçimde düşmektedir. 60 ve 70 °C'de Stensby beyazlık indeksine göre 56.6'lık beyazlık değeriyle referans kabul edilen peroksit ağartma sonuçlarına (57.0) en yakın değerlere ulaşılmıştır.

Sodyum borhidrür indirgen ağartması ile farklı sıcaklıklarda yapılan çalışmalar sonucu elde edilen alkali çözünürlüklerinde ise 40, 50 ve 80 °C'lerde hafif bir artış gözlenmekte ve 60 °C'de bu artış eğilimi azalmaya geçmektedir. Daha sonra tekrar ham yüne paralel değerlere ulaşılmaktadır.

4.1.2.3. Optimum çalışma pH'sının tespiti

Optimum sıcaklık verileri doğrultusunda 60 °C'de 45 dakika süre ile farklı pH'larda çalışılmış ve 3'er tekrarın ortalamalarına göre Çizelge 4.4'te görülen değerler elde edilmiştir.

Çizelge 4.4. Optimum çalışma pH'sının tespiti amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen beyazlık, sarılık ve alkali çözünürlük değerleri

pH	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM 1925)	Alkali Çözünürlük
4	52.6	19.80	10.9
5	54.0	18.94	10.7
6	54.8	18.29	11.6
7	56.6	17.00	9.2
8	52.7	18.86	11.2
9	52.1	18.49	11.8
10	51.7	18.71	12.5

pH 4, 5, 6, 7, 8, 9, ve 10'da yapılan denemeler sonucunda pH 7 en uygun çalışma şartı olarak belirlenmiştir.

Farklı pH'larda yapılan çalışmalar sonucu elde edilen alkali çözünürlükler ham yününkine yakındır. pH 7 civarında alkali çözünürlüklerde çok az bir azalma eğilimi görülürken pH 9 ve 10'da çözünürlükte artma olmaktadır.

4.1.2.4. Optimum çalışma süresinin tespiti

Uygun çalışma süresinin tespiti amacıyla 60 °C'de 15, 30, 45, 60 ve 90 dakika sürelerde yapılan ağartma işlemlerinde elde edilen sonuçlar 3'er tekrarın ortalaması olarak Çizelge 4.5.'te verilmiştir.

Çizelge 4.5. Optimum çalışma süresinin belirlenmesi amacıyla yapılan deney sonuçlarında elde edilen beyazlık, sarılık ve alkali çözünürlük değerleri

Süre (dakika)	Beyazlık (Stensby)	Sarılık (ASTM 1925)	Alkali Çözünürlük
15	51.2	19.36	10.9
30	51.8	18.14	10.9
45	56.6	17.00	9.2
60	54.3	18.71	11.2
90	52.8	18.47	15.5

Prosesin süresindeki değişime bağlı olarak elde edilen çalışma sonuçları 60 dakikaya kadar kayda değer bir değişim olmadığını göstermektedir. 45 dakikalık işlem süresi sonunda 56.6 maksimum Stensby beyazlık değerine ulaşılmış, bu beyazlık değeri işlem süresi arttıkça azalmıştır. Buna göre 45 dakika proses süresi çalışmak için uygun bulunmuştur. 60 dakikalık işlem sonrasında beyazlık azalmasının yanı sıra alkali çözünürlük değerlerinde de hızlı bir artış görülmektedir.

4.1.2.5. Işık haslığı sonuçları

Yünlü mamullerde sararma eğilimi hasarın derecesini belirleme yöntemi olarak da kullanılmaktadır. Bu amaçla gerçekleştirilen ışık haslığı testlerinin sonuçları Çizelge 4.6'da görülmektedir.

Testler 2 g/l SBH ve 15 g/l SBS konsantrasyonlarında farklı sıcaklık, pH ve sürelerde yapılan Sodyum Borhidrür indirgen ağartması ve peroksit ile muamele edilmiş yünlü mamullere uygulanmıştır. Değerlendirmeler sonucunda farklı süre, konsantrasyon ve sıcaklıkta yapılan SBH ağartmalarının kendi aralarındaki ışık haslıklarında bir farklılık olmadığı gibi peroksit ile yapılan yükseltgen ağartma işlemleri sonucunda da fark görülmemektedir. Ağartma işlemleri sonucu yünlü mamulün ışık haslıklarında ham mamule göre yarım derecelik bir düşüş ortaya çıkmıştır.

Çizelge 4.6. Gri skalaya göre ışık haslığı değerlendirme sonuçları

	İşlem	Değerlendirme Sonucu
	Ham	5
	H ₂ O ₂	4-5
Sıcaklık (°C)	100	4-5
	90	4-5
	80	4-5
	70	4-5
	60	4-5
	50	4-5
	40	4-5
	pH	4
5		4-5
6		4-5
7		4-5
8		4-5
9		4-5
10		4-5
Süre (dak.)	15	4-5
	30	4-5
	45	4-5
	60	4-5
	90	4-5

4.2. Poliamid Mamullerin Ağartılması

4.2.1 Ağartma sonuçları

4.2.1.1. Peroksit ağartmasının sonuçları

Ağartılan poliamid/pamuk karışımlarında her bir lifin beyazlık etkisini net olarak değerlendirebilmek amacıyla eşit miktarda (%50-%50) naylon ve pamuklu kumaş numuneleri aynı banyoda peroksit ağartmasına tabi tutulmuştur. Farklı peroksit konsantrasyonlarında elde edilen beyazlık değerlerinin ortalamaları Çizelge 4.7’de yer almaktadır.

Çizelge 4.7. Peroksit ağartması sonucu poliamid 6.6 ve pamuklu kumaşta elde edilen beyazlık değerleri

Mamul	H ₂ O ₂ Konsantrasyonu (g/l)	Beyazlık (Stensby)
Poliamid 6.6	0	73.80
	1	77.82
	2	78.59
	3	79.30
	4	80.60
	5	80.64
Pamuk	0	55.90
	1	65.94
	2	71.30
	3	74.70
	4	78.10
	5	79.28

Elde edilen ağartma sonuçları pamuklu kumaşta maksimum beyazlık değerine (79.28) 5 g/l peroksit konsantrasyonu ile ulaşılrken, poliamid kumaşta 4 g/l peroksit konsantrasyonu ile maksimum Stensby beyazlık değerine (80.60) ulaşıldığını ve 5 g/l konsantrasyonda beyazlık değerinde önemli bir değişim meydana gelmediğini göstermektedir.

4.2.1.2. SBH Ağartması

a) SBH ağartmasının poliamid/pamuk karışımlarında kullanılabilirliğine ait ön denemeler

Tekstil sektöründe %100 poliamidten ziyade, poliamid/pamuk karışımları ağartmaya tabi tutulmakta ve bunların ağartılması genellikle hidrojen peroksit ile yapılmaktadır. Bu uygulamalarda peroksitin poliamid liflerindeki amino uç gruplarını yükseltgeyerek liflerin boyanabilirliğini düşürmesi söz konusu olmaktadır. Bu nedenle PA/pamuk karışımlarının ağartılmasında SBH'ün kullanılabilirliğini anlamak amacıyla bir seri ön deneme yapılmıştır.

Bu denemelerde, aynı banyoda eşit miktarda pamuklu ve poliamid kumaş numuneleri 2 g/l SBH ve 20 g/l SBS ile pH 7'de muamele edilmiştir. Elde edilen ortalama beyazlık değerleri PA numuneler için 77.5 ve pamuklu numuneler için 63.0 Stensby değerleri olmuştur.

Bu sonuçlar, SBH'ün pamuklu kumaşların ağartılmasında peroksit ağartmasına göre oldukça etkisiz kaldığını ortaya koyduğundan çalışmanın ileriki aşamalarında SBH ile sadece poliamid mamul üzerine ağartma işlemleri gerçekleştirilmiştir.

b) Çalışma pH'sının tespiti

PA numuneler üzerinde uygun çalışma pH'sının belirlenmesi amacıyla, 2 g/l SBH ve 20 g/l SBS ile farklı pH değerlerinde gerçekleştirilen ağartmalarda elde edilen ortalama beyazlık değerleri Çizelge 4.8.'de görülmektedir.

Çizelge 4.8. Optimum pH'nın tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri

pH	Beyazlık (Stensby)
4	81.0
5	79.7
6	80.4
7	80.9
8	76.0
9	74.8
10	75.3

Bu grup çalışma sonucunda, nötral pH'da çalışılmasının uygun olduğuna ve daha sonraki çalışmaların pH' 7 de yapılmasına karar verilmiştir.

c) SBS (Katalizör) konsantrasyonunun tespiti

Optimum katalizör miktarının tespiti amacıyla yapılan çalışmalarda 5-30 g/l arasında farklı konsantrasyonlarda katalizör kullanılarak en iyi beyazlık değerine ulaşılması hedeflenmiştir. SBH'ün tek başına beyazlığa olan etkisinin de araştırılması amacıyla katalizör kullanılmadan pH 7'ye ayarlanarak bir çalışma da yapılmıştır. Bu çalışmada elde edilen beyazlık sonuçları aşağıda çizelgede verilmiştir.

Çizelge 4.9. Optimum SBS miktarının tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri

SBS Konsantrasyonu (g/l)	Beyazlık (Stensby)
Ham	73.8
0	75.0
5	78.0
10	78.0
15	79.3
20	80.9
25	80.7
30	78.7

20 ve 25 g/l SBS kullanıldığında en yüksek beyazlık değerine ulaşıldığı görülmüştür. Katalizör kullanmadan ise ham mamule göre beyazlık değerinde kayda değer bir artış görülmemiştir. Buradan, çalışılan şartlarda en uygun SBS konsantrasyonunun 20 g/l olduğu kabul edilerek daha sonraki denemelerde bu değer dikkate alınmıştır.

d) SBH çözeltisi konsantrasyonunun tespiti

SBH çözeltisinin konsantrasyonunun poliamid mamulün beyazlığı üzerine etkisini araştırmak üzere gerçekleştirilen bu çalışma adımı daha önce bulunan en uygun pH (7) ve SBS konsantrasyonunda (20 g/l) farklı SBH çözeltisi konsantrasyonları ile çalışılmıştır. Bu amaçla 0.5-4.0 g/l arasında farklı SBH konsantrasyonu kullanılarak yapılan deneyler sonucunda elde edilen ortalama beyazlık değerleri Çizelge 4.10.'da verilmiştir.

Çizelge 4.10. Optimum SBH miktarının tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri

SBH Konsantrasyonu (g/l)	Beyazlık (Stensby)
Ham	73.8
0	76.2
0.5	79.1
1.0	79.8
1.5	80.0
2.0	80.9
2.5	81.8
3.0	82.4
3.5	82.4
4.0	81.3

Stensby beyazlık indeksine göre elde edilen en yüksek beyazlık değeri 82.4'tür. Dolayısıyla yapılan çalışma şartlarında 3 g/l SBH konsantrasyonunun en uygun değer olduğu ortaya çıkmaktadır.

Katalizörün tek başına etkisinin incelenmesi amacıyla yapılan denemede ham mamule göre bir miktar yüksek beyazlık (73.8) elde edilmiştir.

e) Çalışma sıcaklığının tespiti

Uygun çalışma sıcaklığının tespiti amacıyla yapılan çalışma sonuçları aşağıdaki grafik ve tabloda görülmektedir. Optimizasyon adımlarıyla belirlenmiş olan pH 7, 3 g/l SBH ve 20 g/l SBS konsantrasyonları ile 40-100 °C arasındaki farklı sıcaklıklarda ağartma çalışmaları yapılmıştır.

Çizelge 4.11. Optimum sıcaklığın tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri

Sıcaklık (°C)	Beyazlık (Stensby)
Ham	73.8
40	77.8
50	79.6
60	79.9
70	82.3
80	82.5
90	82.4
100	82.6

80 °C’de en yüksek beyazlık değeri olan Stensby 82.5’e ulaşıldığı görülmektedir. 80 °C’den 100 °C’ye kadar kayda değer bir beyazlık değişimi görülmemiştir. Bu nedenle bir sonraki adımda çalışma sıcaklığı olarak 80 °C’nin kullanılmasına karar verilmiştir.

f) Çalışma süresinin tespiti

Uygun çalışma süresinin tespiti amacıyla, 3 g/l SBH ve 20 g/l SBS kullanılarak hazırlanan ağartma çözeltileri ile pH 7’de ve 80 °C’de 15, 30, 45, 60, 75 ve 90 dakika süreyle yapılan ağartma işlemleri sonucunda elde edilen beyazlık değerleri Çizelge 4.12’de yer almaktadır.

Çizelge 4.12. Optimum çalışma süresinin tespiti amacıyla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen beyazlık değerleri

Süre (dakika)	Beyazlık (Stensby)
Ham	73.8
15	81.5
30	82.6
45	82.5
60	82.4
75	82.6
90	82.7

30 dakikalık ağartma süresinde maksimum 82.6 beyazlık değerine ulaşıldığı görülmektedir.

4.2.1.3. Stabilize hidrosülfid ağartması

Stabilize hidrosülfid ile poliamid mamule yapılan ağartma çalışmaları pH 6'da, 80 °C'de ve 60 dakika süreyle gerçekleştirilmiştir. Denemeler 6 farklı konsantrasyonda (1, 2, 3, 4, 5, 6, g/l) yapılmıştır.

Genel olarak 5 g/l stabilize hidrosülfid konsantrasyonuna kadar beyazlık doğrusal bir artış gözlenirken 6 g/l ile beyazlıkta kısmi bir azalma görülmeye başlamıştır. En yüksek beyazlık değerleri 4 ve 5 g/l hidrosülfid ile elde edilen değerler olup sırayla 81.8 ve 82.0 Stensby değerleridir.

Çizelge 4.13. Poliamid mamulün stabilize hidrosülfid ile ağartılması sonucu elde edilen beyazlık değerleri

Stabilize Hidrosülfid Konsantrasyonu (g/l)	Beyazlık (Stensby)
Ham	73.8
1	79.5
2	81.3
3	81.5
4	81.8
5	82.0
6	81.4

4.2.1.4. Tiyüire dioksit (TUDO) ağartması

pH 7'de 80 °C'de 1 saat süre ile gerçekleştirilen TUDO ağartması peroksit ağartmasında olduğu gibi 5 farklı konsantrasyonda yapılmıştır. Elde edilen beyazlık sonuçları aşağıda Çizelge 4.14'de görülmektedir.

Ağartma maddesi konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak beyazlıklarda da artış gözlenmektedir. Ancak, 4 g/l TUDO konsantrasyonu ile maksimum beyazlık değerine ulaşılmakta ve bundan sonra bir artış meydana gelmemektedir.

Çizelge 4.14. Poliamid mamulün tiyoüre dioksitle ile ağartılması sonucu elde edilen beyazlık değerleri

TUDO Konsantrasyonu (g/l)	Beyazlık (Stensby)
Ham	73.8
1	80.0
2	81.6
3	82.5
4	83.7
5	83.5

4.2.2. Ağartma işlemleri sonucu poliamid mamulde meydana gelen hasarın tespiti

4.2.2.1. Amino uç grubunda meydana gelen değişikliklerin tespiti

a) Asit boyarmaddeleri ile boyanabilirlik

Asit boyarmaddelerinin boyama mekanizmasından kaynaklanan ve böylece mamulün amino uç gruplarındaki herhangi bir değişikliğin tespit edilebilmesine imkan vermesi nedeniyle ağartılmış poliamid mamuller seçilen 3 farklı asit boyarmaddesi ile % 0.5, %1 ve %2 oranında boyanmıştır. Boyanacak poliamid mamuller farklı metotlara göre ağartılmış numunelerin en yüksek beyazlık değerlerine sahip olanlar arasından seçilmiştir. Boyama ve yıkama işlemlerinden sonra kurutulan kumaş numuneleri üzerinde renk ölçümleri yapılmıştır. Çizelge 4.15’de elde edilen L*, DE ve K/S değerleri görülmektedir.

Çizelge 4.15. Ağartma işleminden sonra asit boyarmaddeleri ile boyanmış poliamid mamulün renk ölçüm sonuçları

Boyarmadde	Kons (%)	Ağartma Yöntemi	Beyazlık (Stensby)	L*	K/S	ΔK/S	DE
Acid Blue 25 ($\lambda_{\max} = 640$ nm)	0.5	Ham	73.8	43.5	7.80		
		Peroksit	80.6	44.6	7.30	-0.54	1.29
		TUDO	83.7	45.8	6.60	-1.21	2.23
		Stab. Hidro	82.0	45.6	6.70	-1.13	2.20
		SBH	82.6	44.3	7.50	-0.39	0.98
	1	Ham	73.8	35.7	13.73		
		Peroksit	80.6	36.4	13.35	-0.38	0.92
		TUDO	83.7	37.9	11.83	-1.90	2.69
		Stab. Hidro	82.0	36.9	12.58	-1.15	1.48
		SBH	82.6	35.9	13.50	-0.23	0.90
	2	Ham	73.8	29.5	19.50		
		Peroksit	80.6	30.4	18.90	-0.61	1.43
		TUDO	83.7	31.1	18.30	-1.24	2.14
		Stab. Hidro	82.0	30.8	18.20	-1.34	1.44
		SBH	82.6	30.2	18.80	-0.68	1.11
Acid Black 1 ($\lambda_{\max} = 600$ nm)	0.5	Ham	73.8	37.6	9.80		
		Peroksit	80.6	39.0	8.90	-0.93	1.46
		TUDO	83.7	40.1	8.50	-1.27	2.66
		Stab. Hidro	82.0	41.0	7.50	-2.11	3.20
		SBH	82.6	38.3	9.50	-0.33	0.89
	1	Ham	73.8	29.0	16.60		
		Peroksit	80.6	29.1	16.50	-0.11	0.21
		TUDO	83.7	32.1	13.80	-2.83	4.24
		Stab. Hidro	82.0	30.6	15.00	-1.55	2.47
		SBH	82.6	29.0	16.80	0.15	0.34
	2	Ham	73.8	24.3	20.60		
		Peroksit	80.6	24.9	20.10	-0.21	1.38
		TUDO	83.7	26.2	19.60	-1.24	2.31
		Stab. Hidro	82.0	25.5	19.60	-0.40	1.59
		SBH	82.6	24.7	20.50	-0.12	0.66

Çizelge 4.15. (devam) Ağartma işleminden sonra asit boyarmaddeleri ile boyanmış poliamid mamulün renk ölçüm sonuçları

NavyBlue RN ($\lambda_{\max} = 620 \text{ nm}$)	0.5	Ham	73.8	35.4	8.30		
		Peroksit	80.6	36.8	7.50	-0.21	1.47
		TUDO	83.7	38.1	7.00	-1.24	3.12
		Stab. Hidro	82.0	38.9	6.40	-0.40	4.32
		SBH	82.6	36.3	7.90	-0.12	1.15
	1	Ham	73.8	26.7	14.90		
		Peroksit	80.6	27.6	14.00	-0.92	3.15
		TUDO	83.7	29.2	12.43	-2.53	1.81
		Stab. Hidro	82.0	29.2	12.33	-2.63	2.61
		SBH	82.6	27.3	14.43	-0.53	0.73
	2	Ham	73.8	22.5	19.30		
		Peroksit	80.6	22.8	19.10	-0.21	0.63
		TUDO	83.7	26.2	18.10	-1.24	2.25
		Stab. Hidro	82.0	25.5	19.00	-0.40	0.68
		SBH	82.6	24.6	19.20	-0.12	0.45

i) Yıkama haslığı

Boyanarak renk ölçümleri yapılan PA kumaş numuneleri üzerinde 50 °C'de yapılan yıkama haslığı test sonuçları Çizelge 4.16'da görülmektedir.

Çizelge 4.16. Farklı yöntemlere göre ağartılmış mamulün boyama sonrası yıkama haslık sonuçları

Boyarmadde	Kons (%)	Ağartma Yöntemi	Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Acid Blue 25	0.5	Ham	4	5	5	2.5	4	4.5
		Peroksit	4	5	5	2.5	4	4.5
		TUDO	4	5	5	2.5	4	4.5
		Stab. Hidro	4	5	5	2.5	4	4.5
		SBH	4	5	5	2.5	4	4.5
	1	Ham	3	5	5	1.5	3.5	3
		Peroksit	3	5	5	1.5	3.5	3
		TUDO	3	5	5	2	3.5	3
		Stab. Hidro	3	5	5	2	3.5	3
		SBH	3	5	5	2	3.5	3
	2	Ham	3	5	5	1.5	3.5	3.5
		Peroksit	3	5	5	2	3.5	3.5
		TUDO	3	5	5	2	3.5	3.5
		Stab. Hidro	3	5	5	2	3.5	3.5
		SBH	3	5	5	2	3.5	3.5
Acid Black 1	0.5	Ham	5	5	5	5	3.5	5
		Peroksit	5	5	5	5	3.5	5
		TUDO	5	5	5	5	4.5	5
		Stab. Hidro	5	5	5	5	4.5	5
		SBH	5	5	5	5	4.5	5
	1	Ham	5	5	5	5	4	5
		Peroksit	5	5	5	5	4	5
		TUDO	5	5	5	5	4	5
		Stab. Hidro	5	5	5	5	4	5
		SBH	5	5	5	5	4	5
	2	Ham	5	5	5	5	3	5
		Peroksit	5	5	5	5	3	5
		TUDO	5	5	5	5	3.5	5
		Stab. Hidro	5	5	5	5	3.5	5
		SBH	5	5	5	5	3.5	5

Çizelge 4.16. (devam) Farklı yöntemlere göre ağartılmış mamulün boyama sonrası yıkama haslık sonuçları

Acid Navy Blue RN	0.5	Ham	5	5	5	5	4.5	5
		Peroksit	5	5	5	5	5	5
		TUDO	5	5	5	5	5	5
		Stab. Hidro	5	5	5	5	5	5
		SBH	5	5	5	5	5	5
	1	Ham	5	5	5	5	4.5	5
		Peroksit	5	5	5	5	4.5	5
		TUDO	5	5	5	5	4.5	5
		Stab. Hidro	5	5	5	5	4.5	5
		SBH	5	5	5	5	4.5	5
	2	Ham	5	5	5	5	3.5	5
		Peroksit	5	5	5	5	3.5	5
		TUDO	5	5	5	5	4	5
		Stab. Hidro	5	5	5	5	4	5
		SBH	5	5	5	5	4	5

ii) Işık haslığı

Poliamid mamullerin ışığa karşı dayanımının düşük olduğu bilinmektedir. Ancak mamulde meydana gelen herhangi bir kimyasal hasar sonucu ışığa karşı hassasiyet de artmaktadır. Bu amaçla yapılan ışık haslığı testlerine ait sonuçlar çizelgede toplu olarak görülmektedir.

Testler sonucunda elde edilen ışık haslığı değerlerinin boyarmadde yapısından kaynaklandığı ve ağartma yöntemlerine göre bir fark oluşmadığı görülmektedir.

Çizelge 4.17. Boyanmış poliamid mamulün ışık haslığı sonuçları

Boyarmadde	Sülfo Gurubu Sayısı	Ağartma Yöntemi	Boyarmadde Oranı (%)	Işık Haslığı Derecesi
Acid Blue 25	1	Ham	0.5	6
		Peroksit		6
		TUDO		6
		Stab. Hidro		6
		SBH		6
		Ham	1	6
		Peroksit		6
		TUDO		6
		Stab. Hidro		6
		SBH		6
		Ham	2	6
		Peroksit		6
		TUDO		6
		Stab. Hidro		6
		SBH		6
Acid Black 1	2	Ham	0.5	2
		Peroksit		2
		TUDO		2
		Stab. Hidro		2
		SBH		2
		Ham	1	2
		Peroksit		2
		TUDO		2
		Stab. Hidro		2
		SBH		2
		Ham	2	2
		Peroksit		2
		TUDO		2
		Stab. Hidro		2
		SBH		2

Çizelge 4.17. (devam) Boyanmış poliamid mamulün ışık haslığı sonuçları

Navy Blue RN	3	Ham	0.5	2
		Peroksit		2
		TUDO		2
		Stab. Hidro		2
		SBH		2
	Ham	1	2	
	Peroksit		2	
	TUDO		2	
	Stab. Hidro		2	
	SBH		2	
	Ham	2	2	
	Peroksit		2	
	TUDO		2	
	Stab. Hidro		2	
	SBH		2	

b) Kantitatif olarak amino uç grubu tayini

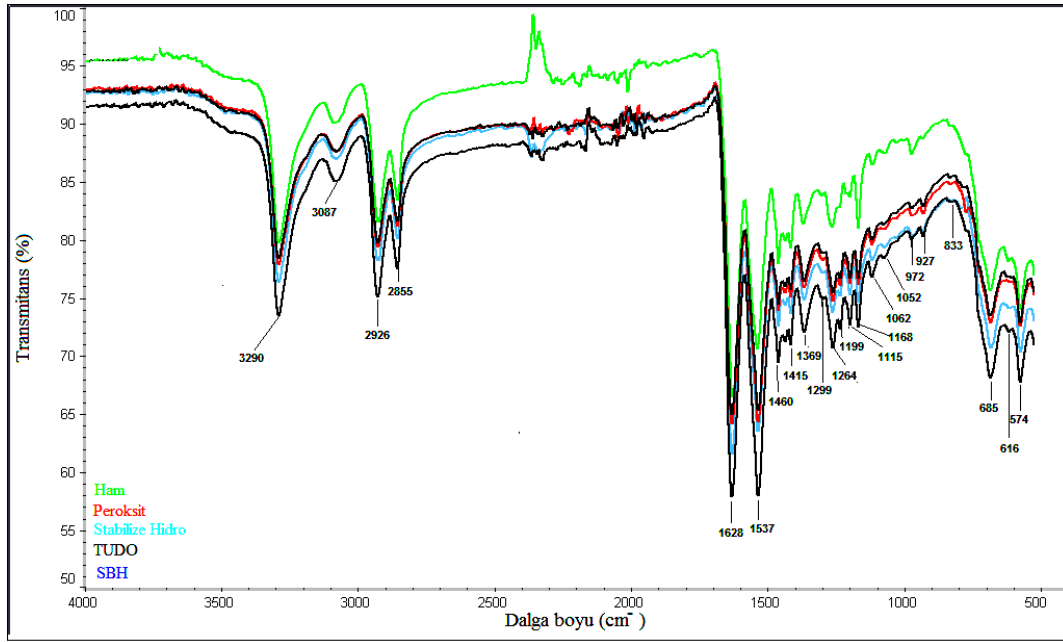
Poliamid mamullerde ağartma işlemleri sonucu meydana gelen degradasyonun tespiti için amino uç grubu tayini yapılmıştır (Lurgi Zimmer AG 1996). Bu amaçla yapılan denemeler sonucunda elde edilen veriler Çizelge 4.18'de yer almaktadır.

Çizelge 4.18. Amino uç grubu tayini sonucu mamuldeki NH₂ uç grubu miktarları

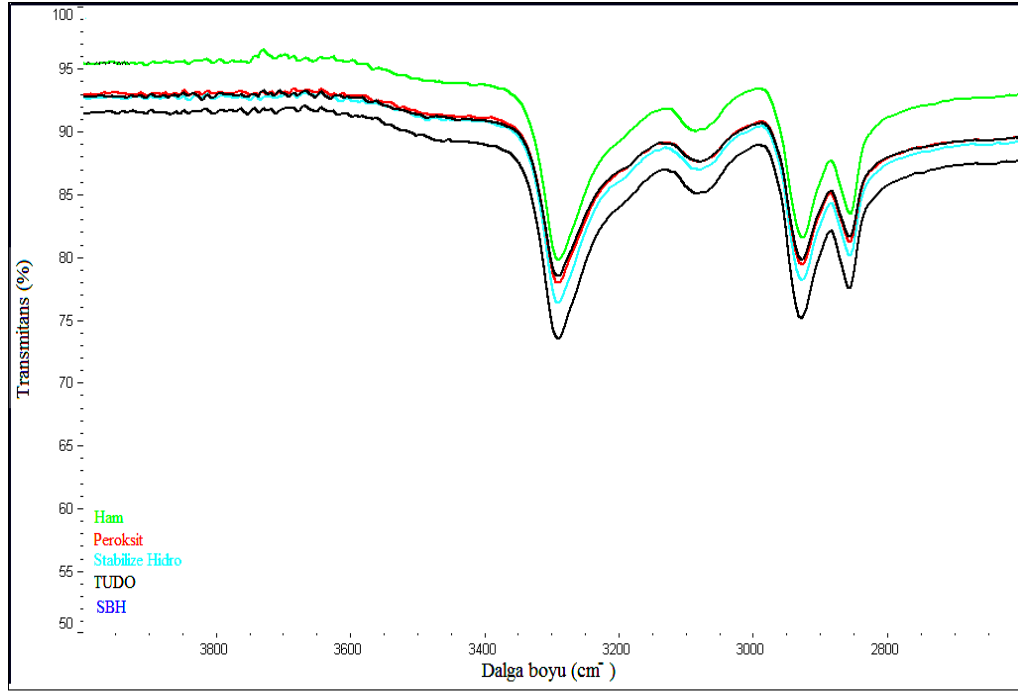
Ağartma Yöntemi	HCl Sarfiyatı (ml)	NH ₂ Uç Grubu Miktarı (mmol/kg)
Ham	0.50	25.7
Peroksit	0.43	22.1
TUDO	0.40	20.5
Stab. Hidro	0.44	23.1
SBH	0.42	21.6

c) Infrared spektroskopisi

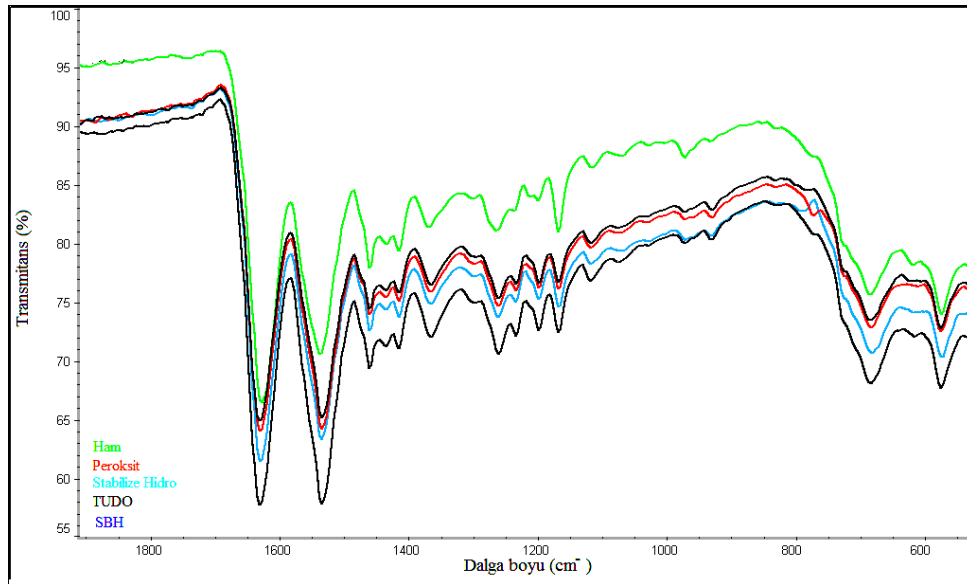
Ağartma işlemi gören ve ham poliamid 6.6 numunelerine ait IR spektrumları Şekil 4.1’de yer almaktadır. Şekilde tüm spektrumları bir arada incelemek mümkündür. Diğer IR spektrumlarına ait şekillerde ise 4000–2600 ve 1900–500 cm^{-1} ’deki spektrumlar görülmektedir. Tüm spektrumlar poliamid 6.6’ya ait tipik pikleri vermektedirler. 3300 cm^{-1} civarında sekonder amino guruplarına ait pikler görülmektedir. 1630 cm^{-1} ’de C=O gerilimi en önemli piklerdendir ve aşağıdaki spektrumlarda net bir şekilde görülmektedir. 3070’de amid II ve 1540 cm^{-1} civarında N-H deformasyon titreşim pikleri bulunur (Bower 1989).



Şekil 4.1. Ham ve ağartılmış poliamid mamullerin FT-IR ATR spektroskopileri

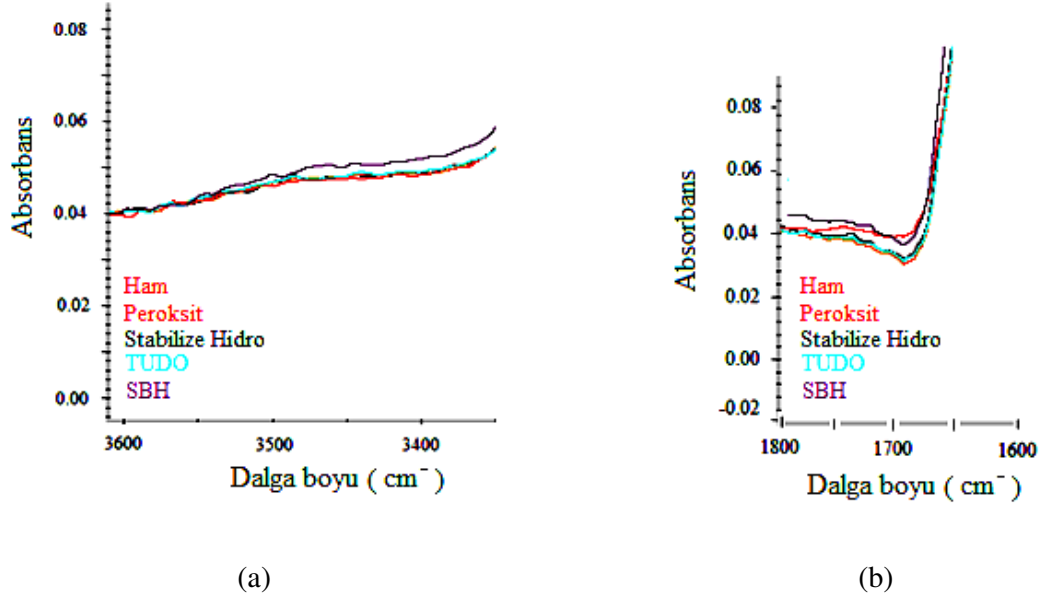


Şekil 4.2. 4000- 2600 cm^{-1} arasında ham ve ağartılmış poliamid mamullerin FT-IR ATR spektroskopileri

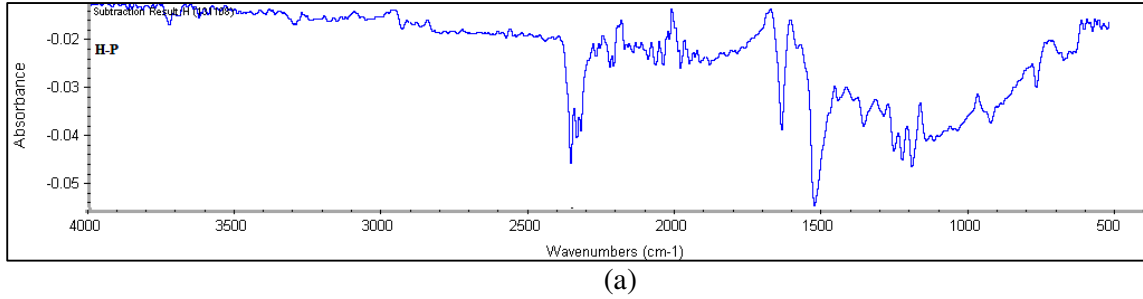


Şekil 4.3. 1800- 500 cm^{-1} arasında ham ve ağartılmış poliamid mamullerin FT-IR ATR spektrumları

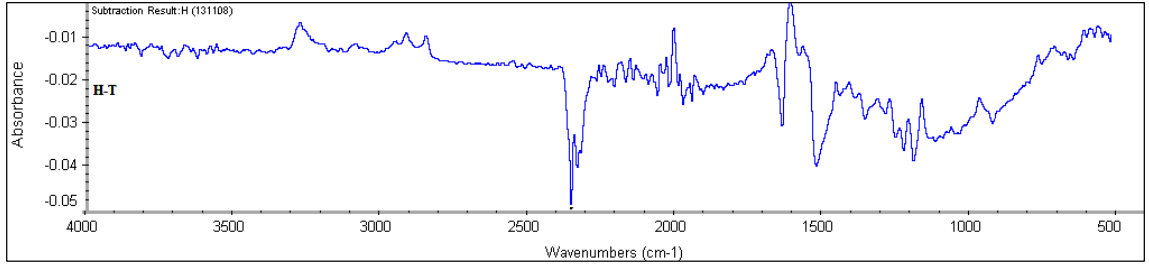
Mamulün absorbands eğrilerindeki hidroksil bölgesi ($3700-3200\text{ cm}^{-1}$) ve karbonil gurubuna ($1600-1800\text{ cm}^{-1}$) ait deęişiklikler incelenmiřtir.



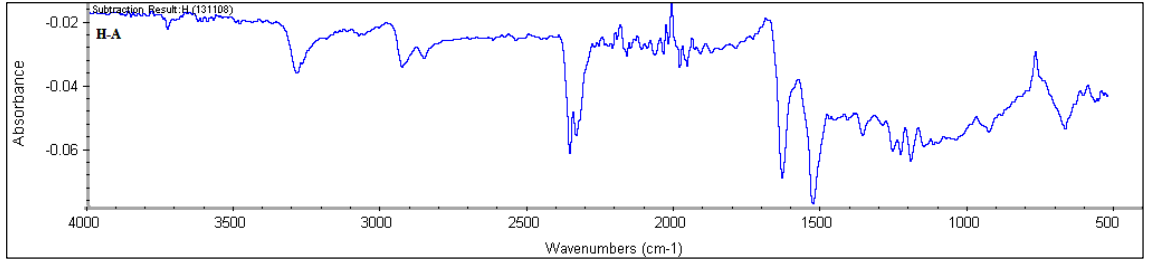
řekil 4.4. (a) $3600-3400\text{ cm}^{-1}$ ve (b) $1800-1600\text{ cm}^{-1}$ arasında FT-IR absorbands spektrumları



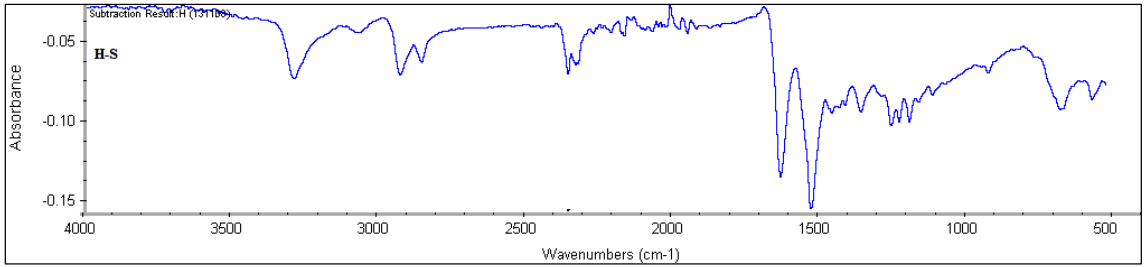
řekil 4.5. (a) Ham mamul ile peroksit aęartması yapılmıř mamulün fark spektrumu, (b) Ham mamul ile TUDO aęartması yapılmıř mamulün fark spektrumu, (c) Ham mamul ile Stab. Hidrosülfite aęartması yapılmıř mamulün fark spektrumu, (d) Ham mamul ile SBH aęartması yapılmıř mamulün fark spektrumu



(b)



(c)



(d)

Şekil 4.5. (devam) (a) Ham mamul ile peroksit ağartması yapılmış mamulün fark spektrumu, (b) Ham mamul ile TUDO ağartması yapılmış mamulün fark spektrumu, (c) Ham mamul ile Stab. Hidrosülfite ağartması yapılmış mamulün fark spektrumu, (d) Ham mamul ile SBH ağartması yapılmış mamulün fark spektrumu

4.2.2.2. Polimer yapısında meydana gelen deęişikliklerin tespiti

a) Viskozite tayini

Mamulün polimer yapısında bir deęişiklik meydana gelip gelmedięine dair bilgi sahibi olmak için farklı aęartma maddeleri ile işlem görmüş olan numuneler üzerinde viskozite tayinleri yapılmıştır. Rölatif viskoziteden gerçek viskozite deęerine geçiş ise poliamidlerin konsantre sülfirik asitte yapılan viskozite hesaplamaları için önerilen aşağıdaki eşitlikten yararlanılmıştır:

$$[\eta] = \frac{2}{c} \sqrt{\eta_{rel} - 1} \quad (4.1.)$$

Çizelge 4.19. Ham ve aęartılmış poliamid numunelerin viskozite sonuçları

Aęartma Yöntemi	Rölatif Viskozite, [η_{rel}]	İndirgenmiş Viskozite, [η] (dl/g)	Gerçek Viskozite (dl/g)
Ham	2.42	1.42	2.38
Peroksit	2.39	1.39	2.36
Tiyüredioksit	2.34	1.34	2.32
Stab. Hidrosülfite	2.36	1.36	2.33
SBH	2.42	1.42	2.38

b) Mukavemet ölçüm sonuçları

Bilindięi gibi poliamidlerde oksidatif maddelerin etkisi mamuldeki mukavemet kaybıyla kendini göstermektedir (Cook 1984). Bu amaçla yapılan çalışmalar sonucu elde edilen kopma mukavemet deęerleri Çizelge 4.20’de görölmektedir.

Çizelge 4.20. Kopma mukavemeti deęerleri

Aęartma Yöntemi	Kopma Mukavemeti (MPa, çözü)
Ham	52.60
Peroksit	48.97
Tiyüredioksit	52.13
Stab. Hidrosülfite	52.08
SBH	50.90

4.2.3. Atık ağartma banyolarının kimyasal oksijen ihtiyacı

Farklı ağartma yöntemlerinin çevresel etkilerini arařtırmak amacıyla gerekleřtirilen atık ağartma banyolarına uygulanan kimyasal oksijen ihtiyacı test sonuçları izelge 4.21’de yer almaktadır.

izelge 4.21 Ağartma banyoları KOİ deęerleri

Ağartma Yöntemi	KOİ (mg/l)
Peroksit	3680
Tiyoüredioksit	1280
Stab. Hidrosülfıt	1120
SBH	4320

4.3. Dispers Boyalı PES Mamullerin İndirgen Yıkaması

Boyalı ve baskılı polyester kumařların indirgen yıkaması, özellikle PES mikrolif mamuller ile elastan ieren PES kumařlarda ok kritik bir öneme sahip olup, bu alanda SBH kullanım potansiyeli oldukça yüksek görünmektedir. Bu nedenle bu kapsamda pratikte SBH kullanımını daha önceki alıřmalara göre daha büyük bir önem arz etmektedir.

Bu durum göz önüne alınarak, klasik indirgen yıkama maddeleri ile yüksek yıkama haslıkları eldesinin zor olması beklenen PES kumařlarla alıřılması kararlařtırılmıř ve bařlangıta mikrolif ieren (özgüsü standart, atkısı mikro liflerden oluřan) %100 PES bir kumař ile atkı ve özgüsü elastan lifleri ieren ikinci bir PES kumař seilerek alıřılmıřtır.

4.3.1. Dispers boyalı polyester/mikrolif mamullerin indirgen yıkaması

4.3.1.1. Hidrosülfıt ile indirgen yıkama sonuçları

Farklı konsantrasyonlarda konvansiyonel hidrodülfıtlı indirgen ard iřlemlerin polyester/mikrolif mamulün renk deęerleri ve yıkama haslıklarına etkisi izelge 4.22 ve 4.23’de görölmektedir.

Çizelge 4.22. Hidrosülfid ile ard işleme tabi tutulan numunelerin renk değerlerinde meydana gelen değişimler

Boyarmadde	Hidrosülfid Kons. (g/l)	K/S _{ILK}	K/S _{SON}	Δ K/S	DE
Dispers Blue 79/1 (λ_{\max} =600 nm)	0.5	21.50	21.98	-0.48	0.54
	1.0	21.70	22.38	-0.68	0.57
	1.5	21.91	22.86	-0.95	0.46
	2.0	21.88	22.52	-0.64	0.67
	2.5	21.84	22.34	-0.5	1.00
	3.0	21.57	22.48	-0.91	0.43
Dispers Red 167/1 (λ_{\max} =520 nm)	0.5	13.34	12.97	0.37	0.31
	1.0	13.18	12.86	0.32	0.47
	1.5	13.09	13.04	0.05	0.41
	2.0	12.97	12.91	0.06	0.35
	2.5	13.18	13.30	-0.12	0.28
	3.0	13.01	13.32	-0.31	0.4
Dispers Orange 30 (λ_{\max} =440 nm)	0.5	5.72	5.78	-0.06	0.16
	1.0	5.98	5.96	0.02	0.22
	1.5	5.42	5.45	-0.03	0.23
	2.0	5.95	5.83	0.12	0.25
	2.5	5.64	5.61	0.03	0.28
	3.0	5.50	5.63	-0.13	0.30
Dispers Black PRL (λ_{\max} =620 nm)	0.5	19.07	20.14	-1.07	0.47
	1.0	19.23	19.64	-0.41	0.27
	1.5	18.57	19.90	-1.33	0.68
	2.0	19.12	19.99	-0.87	0.42
	2.5	19.31	20.20	-0.89	0.41
	3.0	19.09	19.62	-0.53	0.19
Dispers Blue 56 (λ_{\max} =640 nm)	0.5	9.31	9.63	-0.32	0.54
	1.0	8.43	8.16	0.27	0.19
	1.5	9.34	8.91	0.43	0.17
	2.0	8.90	8.55	0.35	0.06
	2.5	9.37	8.44	0.93	1.01
	3.0	9.23	8.46	0.77	0.62
Dispers Red 60 (λ_{\max} =520 nm)	0.5	12.26	12.89	-0.63	0.68
	1.0	12.72	12.64	0.08	0.19
	1.5	12.33	12.53	-0.20	0.50
	2.0	11.53	11.40	0.13	0.14
	2.5	11.08	10.65	0.43	0.57
	3.0	11.56	12.13	-0.57	0.58
Dispers Yellow 64 (λ_{\max} =440 nm)	0.5	8.93	8.25	0.68	1.09
	1.0	8.15	8.77	-0.62	1.44
	1.5	8.65	8.75	-0.10	1.00
	2.0	8.47	7.91	0.56	0.95
	2.5	8.24	8.09	0.15	0.32
	3.0	8.87	8.82	0.05	0.46

Çizelge 4.23. Hidrosülfitle yapılan indirgen yıkamaların polyester/mikrolif kumaşların yıkama haslıkları üzerine etkisi

Boyarmadde	Hidrosülfite Kons. (g/l)	Yıkama Haslıkları					
		Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Blue 79/1	İşlem Görmemiş	5	5	3	3	5	3
	0.5	5	5	4.5	4	5	4
	1	5	5	4.5	4	5	5
	1.5	5	5	4.5	4	5	5
	2	5	5	4.5	4	5	5
	2.5	5	5	4.5	4	5	5
	3	5	5	4.5	4	5	5
Dispers Red 167/1	İşlem Görmemiş	5	5	4	3	4.5	3.5
	0.5	5	5	4.5	3	5	5
	1	5	5	5	3	5	5
	1.5	5	5	5	3.5	5	5
	2	5	5	5	3.5	5	5
	2.5	5	5	5	3.5	5	5
	3	5	5	5	3.5	5	5
Dispers Orange 30	İşlem Görmemiş	5	5	4.5	4.5	5	4.5
	0.5	5	5	5	5	5	5
	1	5	5	5	5	5	5
	1.5	5	5	5	5	5	5
	2	5	5	5	5	5	5
	2.5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5
Dispers Black PRL	İşlem Görmemiş	5	5	3	3	5	3
	0.5	5	5	4	3.5	5	3.5
	1	5	5	5	3.5	5	3.5
	1.5	5	5	5	4	5	3.5
	2	5	5	5	4	5	3.5
	2.5	5	5	5	4	5	3.5
	3	5	5	5	4	5	3.5
Dispers Blue 56	İşlem Görmemiş	5	5	3	3	5	4.5
	0.5	5	5	5	3.5	5	4.5
	1	5	5	5	3.5	5	4.5
	1.5	5	5	5	3.5	5	4.5
	2	5	5	5	3.5	5	4.5
	2.5	5	5	5	3.5	5	4.5
	3	5	5	5	4	5	4.5

Çizelge 4.23. (devam) Hidrosülfitle yapılan indirgen yıkamaların polyester/mikrolif kumaşların yıkama haslıkları üzerine etkisi

Dispers Red 60	İşlem Görmemiş	5	5	4	3	5	3.5
	0.5	5	5	4.5	3.5	5	3.5
	1	5	5	4.5	3.5	5	3.5
	1.5	5	5	4.5	3.5	5	3.5
	2	5	5	4.5	3.5	5	3.5
	2.5	5	5	4.5	3.5	5	3.5
	3	5	5	4.5	3.5	5	3.5
Dispers Yellow 64	İşlem Görmemiş	5	5	5	4.5	5	4.5
	0.5	5	5	5	5	5	5
	1	5	5	5	5	5	5
	1.5	5	5	5	5	5	5
	2	5	5	5	5	5	5
	2.5	5	5	5	5	5	5
	3	5	5	5	5	5	5

4.3.1.2. SBH ile indirgen yıkama sonuçları

Çizelge 4.24-4.30'da Sodyum borhidrür ile gerçekleştirilen indirgen yıkama işlemlerine ait kumaşlarda meydana gelen renk değerleri görülmektedir. Buna göre farklı süre ve konsantrasyonlarda yapılan sodyum borhidrürün bisülfite eşliğindeki indirgen yıkama işlemleri sonucunda mamulde kayda değer bir renk değişimi gözlenmemiştir.

Çizelge 4.24. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Blue 79/1 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	K/S _{İLK}	K/S _{SON}	$\Delta K/S$	DE
Dispers Blue 79/1 ($\lambda_{\max}=600$ nm)	0.5:5	5	21.30	21.87	-0.57	0.22
		10	21.27	21.64	-0.37	0.33
		15	21.24	21.37	-0.13	0.48
		20	21.42	22.20	-0.78	0.59
		25	21.78	22.37	-0.59	0.40
	1:10	5	21.68	22.12	-0.44	0.33
		10	21.37	22.06	-0.69	0.32
		15	21.75	22.00	-0.25	0.25
		20	21.67	21.92	-0.25	0.44
		25	22.02	22.27	-0.25	0.32
	1.5:15	5	21.35	22.02	-0.67	0.49
		10	21.22	21.80	-0.58	0.34
		15	21.29	22.01	-0.72	0.30
		20	21.79	22.49	-0.70	0.52
		25	21.42	22.25	-0.83	0.46
	2:20	5	21.47	22.21	-0.74	0.37
		10	21.44	22.04	-0.60	0.44
		15	21.52	21.88	-0.36	0.20
		20	22.07	22.35	-0.28	0.38
		25	21.57	22.48	-0.91	0.49
	2.5:25	5	21.17	21.87	-0.70	0.37
		10	22.05	22.50	-0.45	0.46
		15	21.49	21.74	-0.25	0.61
		20	22.34	22.33	0.01	0.69
		25	21.83	22.27	-0.44	0.46

Çizelge 4.25. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Red 167/1 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	K/S _{İLK}	K/S _{SON}	ΔK/S	DE
Dispers Red 167/1 (λ _{max} =520 nm)	0.5:5	5	13.81	13.79	0.02	0.68
		10	13.40	13.54	-0.14	0.33
		15	13.73	13.99	-0.26	0.38
		20	13.37	13.35	0.02	0.23
		25	13.11	13.18	-0.07	0.26
	1:10	5	13.89	13.77	0.12	0.46
		10	13.84	13.88	-0.04	0.39
		15	13.52	13.53	-0.01	0.66
		20	13.30	13.37	-0.07	0.37
		25	13.24	13.51	-0.27	0.33
	1.5:15	5	13.81	14.02	-0.21	0.49
		10	13.61	13.69	-0.08	0.28
		15	13.95	13.77	0.18	0.22
		20	12.98	12.95	0.03	0.59
		25	13.56	13.50	0.06	0.38
	2:20	5	13.71	13.68	0.03	0.51
		10	13.47	13.54	-0.07	0.28
		15	14.00	13.81	0.19	0.62
		20	13.45	13.42	0.03	0.41
		25	13.07	13.04	0.03	0.33
	2.5:25	5	13.3	13.48	-0.18	0.60
		10	13.72	13.49	0.23	0.46
		15	13.48	13.25	0.23	0.63
		20	13.27	12.18	1.09	0.46
		25	13.73	13.75	-0.02	0.33

Çizelge 4.26. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Orange 30 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	K/S _{İLK}	K/S _{SON}	ΔK/S	DE
Dispers Orange 30 (λ _{max} =440 nm)	0.5:5	5	5.76	5.83	-0.07	0.46
		10	6.02	5.98	0.04	0.35
		15	5.92	5.83	0.09	0.61
		20	5.99	5.88	0.11	0.21
		25	5.95	5.94	0.01	0.27
	1:10	5	5.89	5.92	-0.03	0.83
		10	6.03	5.95	0.08	0.52
		15	5.90	5.82	0.08	0.32
		20	5.72	5.82	-0.10	0.45
		25	5.93	5.94	-0.01	0.38
	1.5:15	5	6.13	6.09	0.04	0.26
		10	5.87	5.94	-0.07	0.60
		15	5.89	5.80	0.09	0.45
		20	5.85	5.80	0.05	0.23
		25	5.83	5.72	0.11	0.38
	2:20	5	5.97	5.94	0.03	0.56
		10	5.84	5.91	-0.07	0.35
		15	5.90	5.90	0.00	0.50
		20	6.06	5.75	0.31	0.90
		25	5.88	5.87	0.01	0.30
	2.5:25	5	5.99	5.98	0.01	0.20
		10	5.82	5.79	0.03	0.50
		15	5.89	5.86	0.03	0.31
		20	5.87	5.94	-0.07	0.67
		25	5.89	5.86	0.03	0.39

Çizelge 4.27. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Black PRL ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	K/S _{İLK}	K/S _{SON}	ΔK/S	DE
Dispers Black PRL (λ_{\max} =620 nm)	0.5:5	5	19.31	20.17	-0.86	0.47
		10	19.33	19.82	-0.49	0.33
		15	18.58	18.67	-0.09	0.38
		20	18.83	19.11	-0.28	0.29
		25	18.96	19.48	-0.52	0.35
	1:10	5	18.89	19.54	-0.65	0.34
		10	19.44	19.97	-0.53	0.30
		15	19.21	19.72	-0.51	0.45
		20	19.12	19.31	-0.19	0.22
		25	19.31	20.17	-0.86	0.44
	1.5:15	5	18.43	19.30	-0.87	0.48
		10	19.19	19.67	-0.48	0.32
		15	18.92	19.49	-0.57	0.44
		20	19.27	19.72	-0.45	0.28
		25	19.39	19.62	-0.23	0.46
	2:20	5	19.05	19.84	-0.79	0.40
		10	19.44	19.77	-0.33	0.30
		15	18.52	19.78	-1.26	0.34
		20	19.46	19.75	-0.29	0.22
		25	19.14	19.57	-0.43	0.29
2.5:25	5	18.83	19.44	-0.61	0.50	
	10	19.27	19.55	-0.28	0.46	
	15	19.09	19.59	-0.50	0.33	
	20	19.17	19.65	-0.48	0.43	
	25	19.54	20.47	-0.93	0.50	

Çizelge 4.28. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Blue 56 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	K/S _{İLK}	K/S _{SON}	ΔK/S	DE
Dispers Blue 56 (λ_{\max} =640 nm)	0.5:5	5	10.55	10.44	0.11	0.43
		10	10.25	9.60	0.65	0.95
		15	9.63	9.50	0.13	0.64
		20	10.15	10.35	-0.20	0.52
		25	10.17	10.45	-0.28	0.34
	1:10	5	10.07	10.37	-0.30	0.61
		10	8.95	9.02	-0.07	0.18
		15	10.28	10.33	-0.05	0.41
		20	9.93	10.45	-0.52	0.54
		25	10.67	10.39	0.28	0.48
	1.5:15	5	9.59	9.32	0.27	0.61
		10	8.90	8.85	0.05	0.46
		15	10.02	10.32	-0.30	0.33
		20	9.91	10.2	-0.29	0.59
		25	10.18	10.03	0.15	0.50
	2:20	5	8.84	9.06	-0.22	0.33
		10	8.83	9.00	-0.17	0.45
		15	8.91	9.26	-0.35	0.37
		20	10.06	10.07	-0.01	0.43
		25	10.43	10.5	-0.07	0.33
2.5:25	5	8.59	8.76	-0.17	0.23	
	10	10.24	10.6	-0.36	0.62	
	15	9.05	9.25	-0.20	0.35	
	20	10.34	10.34	0.00	0.55	
	25	9.89	9.89	0.00	0.20	

Çizelge 4.29. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Red 60 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	K/S _{İLK}	K/S _{SON}	ΔK/S	DE
Dispers Red 60 (λ_{\max} =520 nm)	0.5:5	5	12.37	11.91	0.46	0.38
		10	12.51	12.22	0.29	0.36
		15	11.80	11.89	-0.09	0.37
		20	12.50	12.38	0.12	0.42
		25	12.34	12.15	0.19	0.29
	1:10	5	11.60	12.08	-0.48	0.61
		10	12.26	12.33	-0.07	0.33
		15	12.16	11.90	0.26	0.41
		20	12.23	11.96	0.27	0.71
		25	12.09	12.20	-0.11	0.20
	1.5:15	5	11.90	11.83	0.07	0.33
		10	12.19	12.45	-0.26	0.30
		15	12.10	12.15	-0.05	0.30
		20	12.41	12.29	0.12	0.46
		25	11.89	11.82	0.07	0.46
	2:20	5	12.22	12.37	-0.15	0.27
		10	12.03	11.86	0.17	0.25
		15	11.10	11.40	-0.30	0.52
		20	11.85	11.75	0.10	0.60
		25	12.06	12.34	-0.28	0.33
2.5:25	5	12.40	12.33	0.07	0.35	
	10	12.04	12.29	-0.25	0.28	
	15	11.11	11.24	-0.13	0.65	
	20	12.16	12.33	-0.17	0.27	
	25	11.68	12.09	-0.41	0.58	

Çizelge 4.30. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş Dispers Yellow 64 ile boyalı polyester/mikrolif mamulün renk değerlerinde meydana gelen değişimler

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	K/S _{İLK}	K/S _{SON}	ΔK/S	DE
Dispers Yellow 64 (λ_{\max} =440 nm)	0.5:5	5	9.67	10.1	-0.43	0.73
		10	8.47	8.58	-0.11	0.65
		15	9.08	8.87	0.21	0.73
		20	9.27	9.52	-0.25	0.57
		25	9.46	9.67	-0.21	0.60
	1:10	5	9.37	9.18	0.19	0.38
		10	8.34	7.99	0.35	0.62
		15	7.88	8.37	-0.49	0.97
		20	9.36	9.25	0.11	0.33
		25	10.31	10.22	0.09	0.56
	1.5:15	5	9.90	9.54	0.36	0.70
		10	9.52	9.26	0.26	0.48
		15	8.99	9.06	-0.07	0.84
		20	9.33	9.38	-0.05	0.47
		25	8.90	9.24	-0.34	0.94
	2:20	5	8.68	8.83	-0.15	0.66
		10	9.28	8.14	1.14	0.41
		15	8.99	8.81	0.18	0.65
		20	8.70	8.37	0.33	0.81
		25	9.35	9.36	-0.01	0.48
2.5:25	5	9.05	9.23	-0.18	0.52	
	10	8.03	9.48	-1.45	0.95	
	15	7.78	7.59	0.19	0.45	
	20	8.78	8.25	0.53	1.00	
	25	9.82	9.52	0.30	0.99	

Çizelge 4.31 Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Blue 79/1	İşlem Görmemiş		5	5	3	3	5	3
	0.5:5	5	5	5	4	3.5	5	4
		10	5	5	5	3.5	5	4.5
		15	5	5	5	3.5	5	4.5
		20	5	5	5	3.5	5	4.5
		25	5	5	5	3.5	5	4.5
	1:10	5	5	5	5	5	5	4.5
		10	5	5	5	5	5	4.5
		15	5	5	5	5	5	4.5
		20	5	5	5	5	5	4.5
	1.5:15	5	5	5	5	5	5	4.5
		10	5	5	5	4.5	4.5	5
		15	5	5	5	4.5	4.5	5
		20	5	5	5	4.5	4.5	5
		25	5	5	5	4.5	4.5	5
	2:20	5	5	5	5	4.5	4.5	5
		10	5	5	5	4.5	4.5	5
		15	5	5	5	4.5	4.5	5
		20	5	5	5	4.5	4.5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	2.5:25	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5

Çizelge 4.32. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Red 167/1 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Red 167/1	İşlem Görmemiş		5	5	4	3	4.5	3.5
	0.5:5	5	5	5	4.5	3.5	5	4
		10	5	5	4.5	3.5	5	4
		15	5	5	4.5	3.5	5	4.5
		20	5	5	4.5	3.5	5	4.5
		25	5	5	4.5	3.5	5	4.5
	1:10	5	5	5	4.5	4	5	4.5
		10	5	5	4.5	4	5	4.5
		15	5	5	4.5	4	5	4.5
		20	5	5	4.5	4	5	4.5
		25	5	5	4.5	4	5	4.5
	1.5:15	5	5	5	5	4.5	5	5
		10	5	5	5	4.5	5	5
		15	5	5	5	4.5	5	5
		20	5	5	5	4.5	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5
	2:20	5	5	5	5	4.5	5	5
		10	5	5	5	4.5	5	5
		15	5	5	5	4.5	5	5
		20	5	5	5	4.5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	2.5:25	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5

Çizelge 4.33. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Orange 30 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Orange 30	İşlem Görmemiş		5	5	4.5	4.5	5	4.5
	0.5:5	5	5	5	5	5	5	4.5
		10	5	5	5	5	5	4.5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	1:10	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	1.5:15	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	2:20	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	2.5:25	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
25		5	5	5	5	5	5	

Çizelge 4.34. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Black PRL ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Black PRL	İşlem Görmemiş		5	5	3	3	5	3
	0.5:5	5	5	5	3.5	3.5	5	3.5
		10	5	5	4	4	5	4
		15	5	5	4	4	5	4
		20	5	5	4	4	5	4
		25	5	5	4.5	4	5	4
	1:10	5	5	5	4	4	5	4
		10	5	5	4	4	5	4
		15	5	5	4	4	5	4
		20	5	5	4	4	5	4
		25	5	5	4.5	4	5	4
	1.5:15	5	5	5	4.5	4.5	5	4.5
		10	5	5	4.5	4.5	5	4
		15	5	5	4.5	4.5	5	4
		20	5	5	4.5	4.5	5	4
		25	5	5	5	4.5	5	5
	2:20	5	5	5	4.5	4.5	5	4.5
		10	5	5	4.5	4.5	5	4
		15	5	5	5	4.5	5	5
		20	5	5	5	4.5	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5
	2.5:25	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
25		5	5	5	5	5	5	

Çizelge 4.35. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Blue 56	İşlem Görmemiş		5	5	3	3	5	4.5
	0.5:5	5	5	5	5	3.5	5	4.5
		10	5	5	5	3.5	5	4.5
		15	5	5	5	4	5	5
		20	5	5	5	4	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5
	1:10	5	5	5	5	3.5	5	4.5
		10	5	5	5	3.5	5	4.5
		15	5	5	5	4	5	5
		20	5	5	5	4	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5
	1.5:15	5	5	5	5	3.5	5	4.5
		10	5	5	5	3.5	5	4.5
		15	5	5	5	4	5	5
		20	5	5	5	4	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5
	2:20	5	5	5	5	3.5	5	5
		10	5	5	5	3.5	5	5
		15	5	5	5	4	5	5
		20	5	5	5	4	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5
	2.5:25	5	5	5	5	4.5	5	5
		10	5	5	5	4.5	5	5
		15	5	5	5	4.5	5	5
		20	5	5	5	4.5	5	5
25		5	5	5	4.5	5	5	

Çizelge 4.36. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Red 60 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Red 60	İşlem Görmemiş		5	5	4	3	5	3.5
	0.5:5	5	5	5	4.5	3.5	5	4
		10	5	5	4.5	3.5	5	4
		15	5	5	4.5	3.5	5	4
		20	5	5	4.5	3.5	5	4
		25	5	5	4.5	4	5	4
	1:10	5	5	5	4.5	3.5	5	4
		10	5	5	4.5	3.5	5	4
		15	5	5	4.5	3.5	5	4
		20	5	5	4.5	3.5	5	4
		25	5	5	4.5	4	5	4
	1.5:15	5	5	5	4.5	3.5	5	4
		10	5	5	4.5	3.5	5	4
		15	5	5	4.5	3.5	5	4
		20	5	5	4.5	3.5	5	4
		25	5	5	4.5	4	5	4
	2:20	5	5	5	4.5	3.5	5	4.5
		10	5	5	4.5	3.5	5	4.5
		15	5	5	4.5	3.5	5	4.5
		20	5	5	4.5	3.5	5	4.5
		25	5	5	4.5	4	5	4.5
	2.5:25	5	5	5	5	4.5	5	5
		10	5	5	5	4.5	5	5
		15	5	5	5	4.5	5	5
		20	5	5	5	4.5	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5

Çizelge 4.37. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Yellow 64 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Yellow 64	İşlem Görmemiş		5	5	5	4.5	5	4.5
	0.5:5	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	1:10	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	1.5:15	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	2:20	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	2.5:25	5	5	5	5	5	5	5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
25		5	5	5	5	5	5	

4.2.1.3. Atık indirgen yıkama banyolarının kimyasal oksijen ihtiyacı

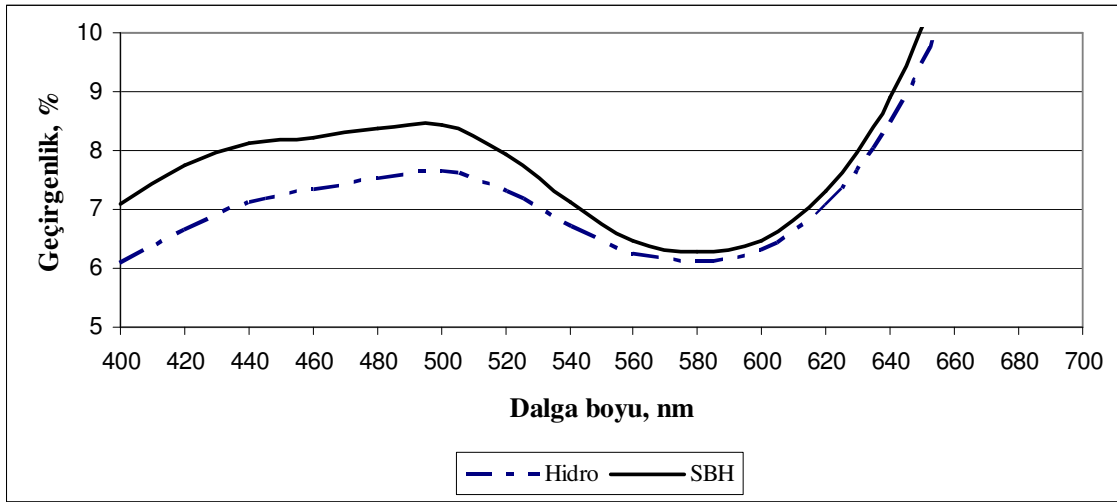
Sodyum borhidrür ve hidrosülfid ile gerçekleştirilen polyester indirgen yıkama işlemlerinin çevresel etkilerini incelemek amacı ile kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ) analizleri gerçekleştirilmiştir. KOİ testleri, boyamalar sonucunda elde edilen en iyi haslık değerlerine ait atık banyolara uygulanmıştır. Elde edilen ortalama KOİ değerleri Çizelge 4.38.'de yer almaktadır.

Çizelge 4.38. İndirgen yıkama banyolarının KOİ değerlendirmeleri

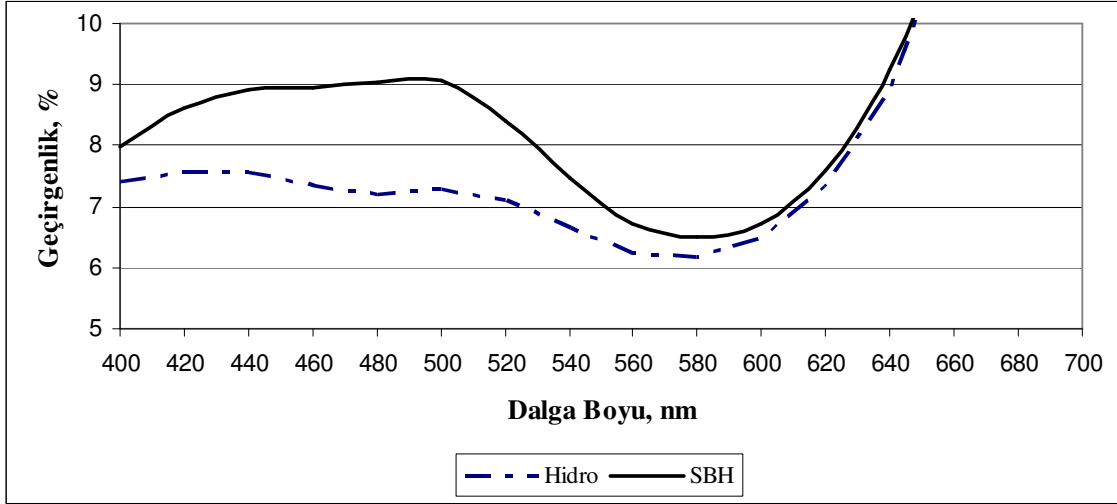
Boyarmadde	İndirgen Yıkama Banyoları					
	Hidrosülfid			SBH:SBS		
	Toplam KOİ (mg l O ⁻¹)	Konst. (g/l)	Süre (dakika)	Toplam KOİ (mg l O ⁻¹)	Konst. (g/l)	Süre (dakika)
Blue 79/1	4780	2.0	20	3900	2:20	25
Red 167/1	6374	2.0	20	7000	2:20	25
Orange 30	1600	0.5	20	1200	0.5:5	15
Black PRL	3180	2.0	20	2780	2.5:25	5
Blue 56	1600	3.0	20	1000	2:20	25
Red 60	5500	2.0	20	4000	2.5:25	5
Yellow 64	1590	0.5	20	2300	0.5:5	5

4.3.1.4. İndirgen yıkama banyolarında renklilik giderimi (Dekolorizasyon)

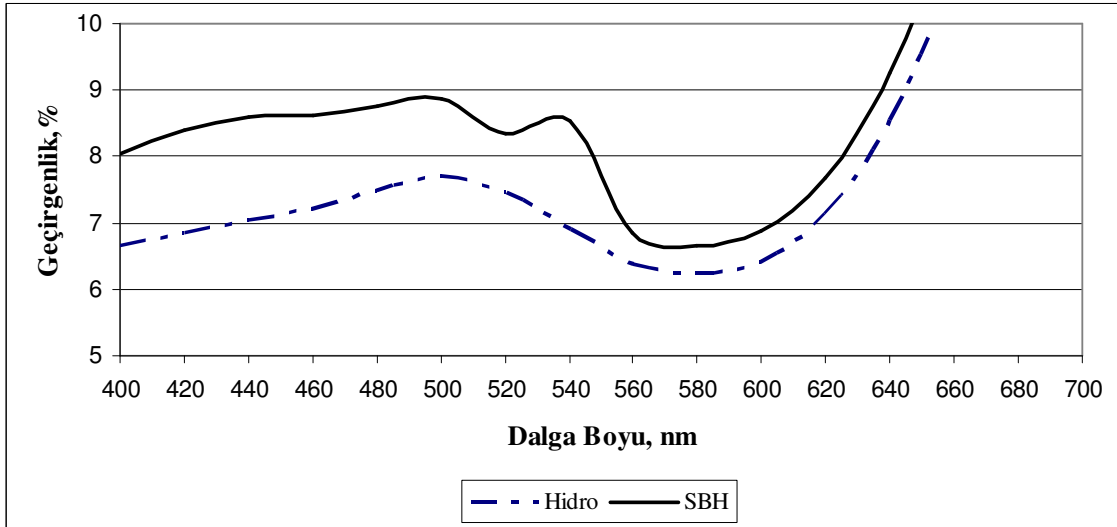
Atık banyoların geçirgenlik ölçüm değerlendirmelerinde renklerin maksimum absorpsiyon yaptığı dalga boylarındaki değerler dikkate alınmıştır. Şekil 4.6-12’de farklı dispers boyarmaddelerle boyanmış polyester mamullerin indirgen yıkama sonrası atık banyolarına ait geçirgenlik grafikleri görülmektedir.



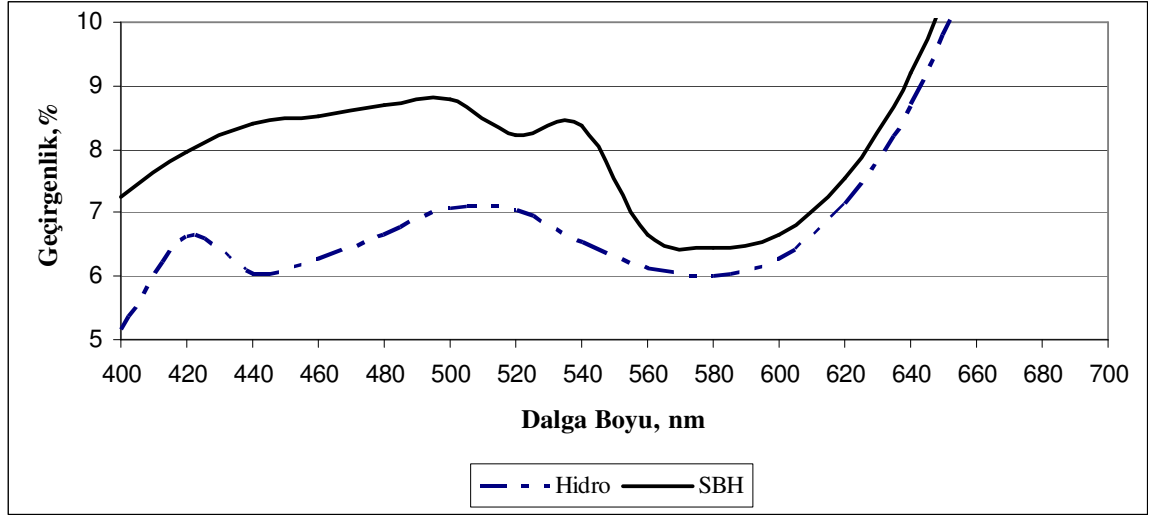
Şekil 4.6. Dispers Blue 79/1 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği



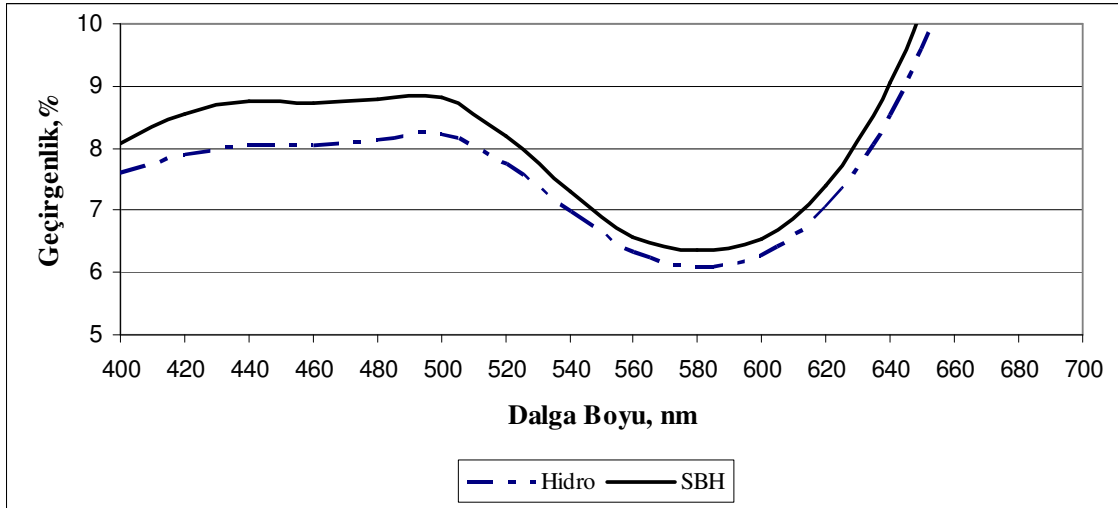
Şekil 4.7. Dispers Red 167/1 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği



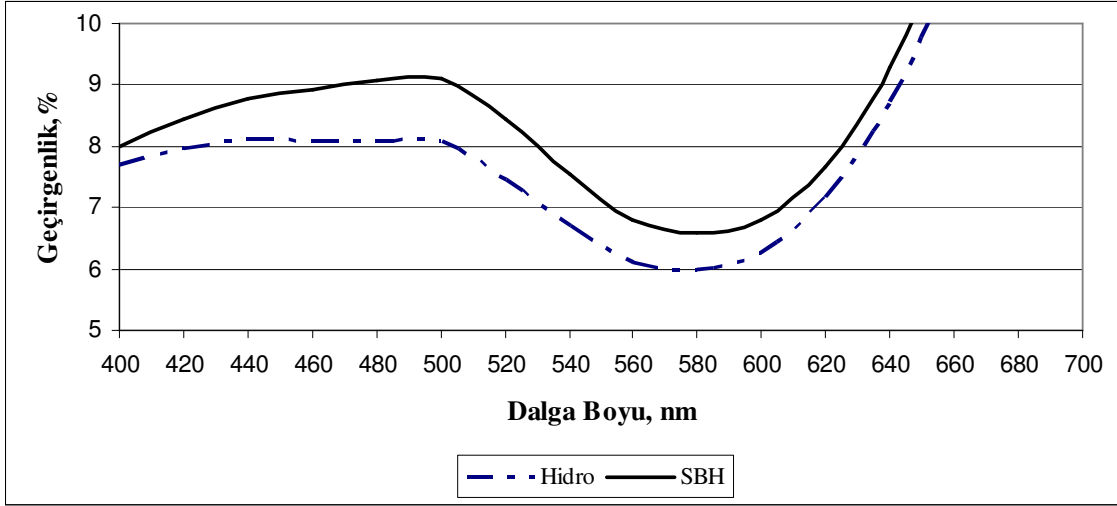
Şekil 4.8. Dispers Orange 30 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği



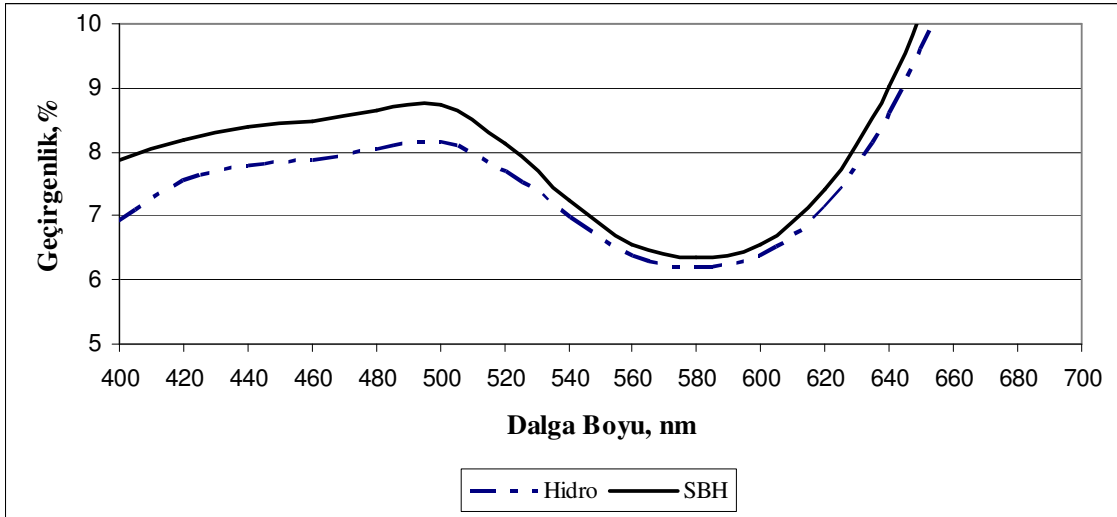
Şekil 4.9. Dispers Black PRL boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği



Şekil 4.10. Dispers Blue 56 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği



Şekil 4.11. Dispers Red 60 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği



Şekil 4.12. Dispers Yellow 64 boyarmaddesi ile boyanmış polyester mamule ait indirgen yıkama banyosunun geçirgenlik grafiği

Geçirgenlik değerlerini gösteren grafikler, SBH ile yapılan indirgen yıkamalara ait atık banyoların tümünde geçirgenlik değerlerinin hidrosülfitle yapılanlara göre daha yüksek olduğunu açıkça göstermektedir.

4.3.2. Dispers boyalı PES/Elastan mamullerin indirgen yıkamaları

4.3.2.1. Hidrosülfitle ile indirgen yıkama sonuçları

Polyester/elastan mamullere konvazyonel olarak uygulanan hidrosülfitle ile indirgen yıkama işlemleri SBH uygulamaları ile karşılaştırılabilir olması açısından farklı konsantrasyonlarda gerçekleştirilmiştir. Buna göre düşük, orta ve yüksek enerji düzeylerinde 3 farklı boyarmadde seçilerek uygulanan ard işlemlerin boyarmadde tipine bağlı olup olmadığı da araştırılmıştır. Kimyasal ve fiziksel etkilere karşı hassas olan elastanlı mamullerin ard işlemler sonucu esnekliğindeki değişiminin tespit edilmesi amacıyla esneme ve esnedikten sonra geri dönüş testleri yapılmıştır.

Çizelge 4.39. Hidrosülfitle ard işleme tabi tutulan PES/elastan numunelerde meydana gelen renk değişimleri

Boyarmadde	Hidrosülfitle (g/l)	DE	K/S ilK	K/S SON	$\Delta K/S$
Dispers Blue 56 ($\lambda_{max} = 640$ nm)	0.5	0.41	18.53	18.38	-0.15
	1.0	0.46	19.16	19.12	-0.04
	1.5	0.46	18.89	18.85	-0.04
	2.0	0.40	18.95	18.95	0.00
	2.5	0.42	18.62	18.60	-0.02
	3.0	0.34	18.88	18.72	-0.16
Dispers Blue 60 ($\lambda_{max} = 640$ nm)	0.5	1.43	21.31	21.28	-0.03
	1.0	1.75	21.24	21.32	0.08
	1.5	1.74	21.69	21.40	-0.29
	2.0	1.37	21.49	21.59	0.10
	2.5	1.27	21.59	21.67	0.09
	3.0	1.40	21.66	21.37	-0.29
Dispers Blue 79/1 ($\lambda_{max} = 600$ nm)	0.5	0.45	26.89	27.46	0.57
	1.0	0.52	26.39	27.10	0.71
	1.5	0.40	26.62	27.05	0.43
	2.0	0.43	26.94	27.40	0.46
	2.5	0.48	26.79	27.43	0.65
	3.0	0.58	26.62	27.19	0.57

Hidrosülfite ile yapılan ard işlemler neticesinde mamulün renk değerlerinde kayda değer bir değişiklik gözlenmemiştir. Renk farkı değerleri ise B (antrakinon yapılı Dispers Blue 56) ve D (azo yapılı Dispers Blue 79/1) sınıfı boyarmadelerde 1'in altında kalırken C (antrakinon yapılı Dispers Blue 60) sınıfı boyarmadde ile boyanmış mamulde 1'ün üzerine çıkmıştır.

Çizelge 4.40'da görüldüğü üzere genel olarak hidrosülfite konsantrasyonunun artışı haslıklarda bir iyileşmeye yol açmaktadır. Ancak özellikle naylon ve asetat lekelenmeleri göz önüne alındığında çok fazla bir artış ortaya çıkmamıştır. Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulün asetat ve naylon kirlenme derecesi maksimum 1 derece artarken, Dispers Blue 60'da asetat ve naylonda 1.5 derecelik bir artış gözlenmiştir. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde ise genel olarak haslıkların yüksek olduğu ancak bu düzeye 3 g/l hidrosülfite ile ulaşılabildiği görülmektedir.

Çizelge 4.40. Hidrosülfite yapılan indirgen yıkamaların PES/elastan kumaşların yıkama haslıklarına etkisi

Boyarmadde	Hidro (g/l)	Yıkama Haslıkları					
		Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Blue 56	İşlem Görmemiş	4.5	5	3.5	2	4.5	2.5
	0.5	4.5	5	4.5	2.5	4.5	3
	1	4.5	5	4.5	2.5	4.5	3
	1.5	4.5	5	4.5	2.5	4.5	3
	2	5	5	5	3	5	3.5
	2.5	5	5	5	3	5	3.5
	3	5	5	5	3	5	3.5
Dispers Blue 60	İşlem Görmemiş	5	5	4	2.5	4	3
	0.5	5	5	5	3	5	4
	1	5	5	5	3.5	5	4
	1.5	5	5	5	3.5	5	4
	2	5	5	5	3.5	5	4
	2.5	5	5	5	4	5	4.5
	3	5	5	5	4	5	4.5
Dispers Blue 79/1	İşlem Görmemiş	4	4.5	3	2	4.5	3
	0.5	4	4.5	3.5	3.5	4.5	3
	1	4	4.5	3.5	3.5	4.5	3
	1.5	4	4.5	3.5	3.5	4.5	3
	2	4	4.5	3.5	3.5	4.5	3
	2.5	4.5	5	4	4	5	5
	3	5	5	4.5	4	5	5

Çizelge 4.41. Farklı dispers boyarmaddeler ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile ard işlem sonrası meydana gelen esneklik değişimleri

Boyarmadde	Hidro (g/l)	Uzama (%)	Kalıcı Uzama (%)
Dispers Blue 56	Ham	22.5	1.5
	0.5	22.5	1.5
	1.0	22.5	1.5
	1.5	22.5	1.5
	2.0	22.5	1.5
	2.5	23.0	1.5
	3.0	23.0	1.5
Dispers Blue 60	Ham	22.5	1.5
	0.5	22.5	1.5
	1.0	23.0	1.5
	1.5	22.5	1.5
	2.0	23.5	1.5
	2.5	23.5	2.5
	3.0	23.0	1.5
Dispers Blue 79/1	Ham	22.5	1.5
	0.5	23.0	2.0
	1.0	23.0	2.0
	1.5	22.5	2.0
	2.0	22.5	1.5
	2.5	22.0	2.0
	3.0	22.0	2.0

Farklı boyarmaddelerle boyanmış PES/elastan karışımı mamuldeki uzama ve esneklik geri dönüş değerleri Çizelge 4.41’de verilmiştir. Ham mamule göre hidrosülfite konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak uzama ve kalıcı uzama değerlerinde kayda değer bir fark gözlenmemiştir.

4.3.2.2. SBH ile indirgen yıkama sonuçları

Polyester/elastan kumaşların materyal yöntem bölümünde belirtildiği üzere boyamaları gerçekleştirilmiş ve SBH ile ard işlemler uygulanmıştır. Üç tekrarlı olarak gerçekleştirilen deneylerin işlem sonrası ve öncesi renk değerleri ve haslıkları aşağıda rapor edilmiştir. Ayrıca likralı mamulün esneme ve esnedikten sonra geri dönüş analizleri yapılmış, sonuçlar çizelge halinde belirtilmiştir.

Çizelge 4.42 Blue 56 boyarmaddesi ile farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş mamulde meydana gelen renk değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre	K/S _{İLK}	K/S _{SON}	ΔK/S	DE
Dispers Blue 56	0.5:5	5	19.19	19.25	0.06	0.29
		10	18.98	19.06	0.08	0.24
		15	19.07	19.04	-0.02	0.32
		20	18.96	18.83	-0.13	0.33
		25	18.89	18.95	0.06	0.40
	1:10	5	19.37	19.77	0.40	0.25
		10	18.82	18.87	0.05	0.32
		15	18.52	18.79	0.28	0.52
		20	18.38	18.56	0.17	0.37
		25	18.74	18.83	0.08	0.29
	1.5:15	5	19.32	19.24	-0.07	0.32
		10	19.15	19.11	-0.04	0.37
		15	18.67	18.78	0.11	0.36
		20	18.82	18.76	-0.05	0.42
		25	18.73	18.82	0.09	0.47
	2:20	5	18.95	19.09	0.14	0.35
		10	18.09	18.21	0.12	0.34
		15	18.88	19.09	0.21	0.31
		20	18.70	18.62	-0.08	0.31
		25	18.53	18.67	0.14	0.24
	2.5:25	5	19.22	19.33	0.11	0.30
		10	18.66	18.78	0.12	0.26
		15	19.15	18.99	-0.16	0.30
		20	18.66	18.44	-0.22	0.30
		25	18.83	18.98	0.15	0.20

Çizelge 4.42.'de Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulün işlem öncesi ve sonrası K/S değerleri arasında önemli bir fark gözlenmemiştir. Benzer şekilde renk farkı değerleri için de aynı sonuca varılmıştır. Konsantrasyon ve süre artışına bağlı olarak DE değerleri 0.5'in altında kalmıştır.

Çizelge 4.43. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Blue 56	İşlem Görmemiş		4.5	5	3.5	2	4.5	2.5
	0.5:5	5	4.5	5	3.5	2.5	5	3
		10	4.5	5	4	2.5	5	3
		15	4.5	5	3.5	2	5	3
		20	4.5	5	3.5	2.5	5	2.5
		25	5	5	3.5	2.5	5	3
	1:10	5	4.5	5	4	2.5	5	3
		10	4.5	5	4	2.5	5	3
		15	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		20	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		25	5	5	4	3	5	3.5
	1.5:15	5	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		10	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		15	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		20	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		25	5	5	5	3	5	3.5
	2:20	5	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		10	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		15	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		20	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		25	5	5	5	3	5	3.5
	2.5:25	5	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		10	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		15	4.5	5	4.5	2.5	5	3
		20	4.5	5	4.5	3.5	5	4
		25	5	5	4.5	3.5	5	4

Haslık değerlendirmeleri, süre ve konsantrasyon artışına bağlı olarak özellikle asetat, naylon ve polyester kirlenmelerinde 1.5 derece civarında bir artışın sağlandığını göstermektedir.

Çizelge 4.44. Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde SBH ile ard işlem sonrası meydana gelen uzama ve kalıcı uzama değerleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Uzama (%)	Kalıcı Uzama (%)
Dispers Blue 56	İşlem Görmemiş		22.5	1.5
	0.5:5	5	22.5	1.5
		10	22.0	1.3
		15	22.0	1.5
		20	21.5	1.5
		25	21.5	1.5
	1:10	5	22.0	1.3
		10	22.0	1.3
		15	22.0	1.5
		20	22.0	1.4
		25	22.0	1.3
	1.5:15	5	22.0	1.7
		10	21.5	1.5
		15	22.0	1.7
		20	22.0	1.5
		25	22.0	1.5
	2:20	5	22.5	1.5
		10	22.0	1.5
		15	22.0	1.5
		20	22.5	1.5
		25	21.5	1.4
	2.5:25	5	22.0	1.4
		10	22.0	1.5
		15	22.2	1.7
20		22.0	1.5	
25		22.0	1.5	

Çizelge 4.44'ün incelenmesi sonucu esneklik değerlerinin ard işlem görmemiş mamule göre fazla bir fark göstermediği görülmektedir. Özellikle kalıcı uzama değerleri genel olarak değişmemiştir.

Çizelge 4.45. Dispers Blue 60 boyarmaddesi ile farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ve SBS ile ard işleme tabi tutulmuş mamulde meydana gelen renk değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	K/S _{İLK}	K/S _{SON}	Δ K/S	DE
Dispers Blue 60	0.5:5	5	21.65	22.08	0.43	0.66
		10	21.61	21.75	0.14	0.43
		15	22.12	22.29	0.17	0.44
		20	22.18	22.29	0.11	0.46
		25	21.98	22.06	0.08	0.42
	1:10	5	22.02	22.35	0.34	0.74
		10	21.81	21.83	0.02	0.50
		15	22.06	22.20	0.14	0.57
		20	22.55	22.25	-0.30	0.76
		25	22.02	22.15	0.13	0.59
	1.5:15	5	22.37	22.60	0.23	0.79
		10	21.31	21.42	0.11	0.61
		15	21.77	22.07	0.29	0.74
		20	22.04	22.13	0.09	0.66
		25	21.45	21.37	-0.08	0.84
	2:20	5	22.18	22.18	0.00	0.40
		10	21.42	21.51	0.70	0.12
		15	21.24	21.02	-0.22	1.20
		20	22.18	22.03	-0.15	1.03
		25	21.65	21.49	-0.16	1.15
2.5:25	5	22.07	22.43	0.37	0.33	
	10	21.35	21.31	-0.04	0.58	
	15	20.87	20.73	-0.14	0.96	
	20	22.10	21.93	-0.16	1.02	
	25	21.37	21.08	-0.29	1.11	

Dispers Blue 60 ile boyanmış mamuldeki SBH ile ard işlem öncesi ve sonrası renk kuvveti ve DE renk farkı değerlendirmelerinde önemli bir fark gözlenmemiştir. Süre ve konsantrasyon artışına bağlı olarak renk farkı değerlerinde genel bir artış eğilimi gözlenirken bu değer çoğunlukla 1'in altında olmuştur.

Çizelge 4.46. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Blue 60	İşlem Görmemiş		5	5	4	2.5	4	3
	0.5:5	5	5	5	5	4.5	5	4.5
		10	5	5	5	4.5	5	4.5
		15	5	5	5	4.5	5	5
		20	5	5	5	4.5	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5
	1:10	5	5	5	5	4.5	5	4.5
		10	5	5	5	4.5	5	4.5
		15	5	5	5	4.5	5	5
		20	5	5	5	4.5	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5
	1.5:15	5	5	5	5	4.5	5	4.5
		10	5	5	5	4.5	5	4.5
		15	5	5	5	4.5	5	5
		20	5	5	5	4.5	5	5
		25	5	5	5	4.5	5	5
	2:20	5	5	5	5	4.5	5	4.5
		10	5	5	5	4.5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	4.5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5
	2.5:25	5	5	5	5	4.5	5	4.5
		10	5	5	5	5	5	5
		15	5	5	5	5	5	5
		20	5	5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5

Haslık sonuçlarında süre ve konsantrasyon artışının olumlu etkisi açıkça görülmektedir. 2.5:25 g/l SBH:SBS konsantrasyonunda 10 dakika süre ile işlem, maksimum haslık değerlerine ulaşılmasını sağlamıştır.

Çizelge 4.47. Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulde SBH ile ard işlem sonrası meydana gelen uzama ve kalıcı uzama değerleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Uzama (%)	Kalıcı Uzama (%)
Dispers Blue 60	İşlem Görmemiş		22.5	1.5
	0.5:5	5	22.0	1.5
		10	22.0	1.5
		15	22.0	1.5
		20	21.5	1.5
		25	21.5	1.5
	1:10	5	21.5	1.5
		10	21.5	1.5
		15	21.0	1.5
		20	22.0	1.5
		25	21.0	1.5
	1.5:15	5	22.0	1.5
		10	21.0	1.5
		15	21.5	1.5
		20	22.0	1.5
		25	21.0	1.5
	2:20	5	22.5	1.5
		10	21.5	1.5
		15	21.5	1.5
		20	21.5	1.5
		25	21.0	1.5
	2.5:25	5	22.5	1.5
		10	21.5	1.5
		15	21.5	1.5
		20	21.5	1.5
25		21.5	1.5	

Uzama ve kalıcı uzama yüzde değerlerinde de işlem görmemiş boyalı mamule göre bir değişikliğin meydana gelmediği Çizelge 4.47.'de görülmektedir.

Çizelge 4.48. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde meydana gelen renk değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	K/S İLK	K/S SON	ΔK/S	DE
Dispers Blue 79/1	0.5:5	5	26.93	27.24	0.32	0.31
		10	26.77	27.05	0.28	0.38
		15	26.38	26.72	0.34	0.29
		20	26.31	26.58	0.27	0.24
		25	26.74	27.03	0.29	0.22
	1:10	5	26.31	27.03	0.72	0.09
		10	26.82	26.96	0.14	0.51
		15	26.31	26.63	0.32	0.40
		20	26.41	26.72	0.31	0.26
		25	26.75	27.01	0.26	0.46
	1.5:15	5	26.84	27.36	0.51	0.47
		10	26.72	26.99	0.27	0.42
		15	26.15	26.73	0.58	0.56
		20	26.68	26.77	0.09	0.56
		25	26.79	27.43	0.64	0.68
	2:20	5	26.58	26.87	0.29	0.52
		10	26.86	27.34	0.49	0.66
		15	26.64	27.29	0.66	0.57
		20	26.55	27.09	0.54	0.48
		25	26.80	27.37	0.57	0.64
2.5:25	5	26.80	27.64	0.83	0.72	
	10	26.46	27.44	0.98	0.89	
	15	25.98	26.66	0.68	0.65	
	20	26.41	27.42	1.01	0.29	
	25	26.38	27.14	0.76	0.66	

Çizelge 4.48. Blue 79/1 dispers boyarmaddesi ile boyanmış PES/elastan mamulün SBH'ün bisülfid katalizörlüğünde gerçekleştirilen ard işlemleri sonucu meydana gelen renk farklılıklarını göstermektedir. İnceleme sonucunda gerek renk kuvveti gerekse renk farkı değerlerinde kayda değer bir fark gözlenmemiştir.

Çizelge 4.49. Farklı konsantrasyon ve sürelerde SBH ile yapılan indirgen işlemler sonucunda Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde meydana gelen haslık değişimleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Yıkama Haslıkları					
			Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Dispers Blue 79/1	İşlem Görmemiş		4	4.5	3	2	4.5	3
	0.5:5	5	4.5	4.5	3	3	4.5	3
		10	4.5	4.5	3	3	4.5	3
		15	4.5	4.5	3.5	2.5	4.5	3.5
		20	4.5	4.5	3.5	2.5	4.5	4
		25	4.5	4.5	3.5	3	4.5	4
	1:10	5	4.5	4.5	3	3	4.5	3
		10	4.5	4.5	3	3	4.5	3
		15	4.5	4.5	3.5	3	4.5	3.5
		20	4.5	4.5	3.5	3	4.5	4
		25	4.5	4.5	4	3.5	4.5	4
	1.5:15	5	4.5	4.5	4	3.5	5	4
		10	4.5	4.5	3.5	3	5	4
		15	4.5	4.5	3.5	3.5	5	3.5
		20	4.5	4.5	4	3.5	5	3.5
		25	4.5	5	4.5	4.5	5	4
	2:20	5	4.5	4.5	4	3.5	5	4
		10	5	4.5	4.5	4.5	5	4.5
		15	5	4.5	4.5	4.5	5	4.5
		20	5	4.5	4.5	4.5	5	4.5
		25	5	5	5	5	5	5
	2.5:25	5	5	4.5	4.5	5	5	5
		10	5	4.5	4.5	5	5	5
		15	5	4.5	5	5	5	5
		20	5	4.5	5	5	5	5
		25	5	5	5	5	5	5

2:20 g/l SBH:SBS konsantrasyonunda 25 dakika süre ile işlem yapıldığı takdirde 5 maksimum değerlere ulaşıldığı görülmektedir

Çizelge 4.50. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde SBH ile ard işlem sonrası meydana gelen uzama ve kalıcı uzama değerleri

Boyarmadde	SBH:SBS (g/l)	Süre (dak)	Uzama (%)	Kalıcı Uzama (%)
Dispers Blue 79/1	İşlem Görmemiş		22.5	1.5
	0.5:5	5	22.0	2.0
		10	22.0	1.5
		15	22.5	1.5
		20	22.0	1.5
		25	21.0	1.5
	1:10	5	21.5	1.5
		10	21.5	1.5
		15	22.0	1.5
		20	21.5	1.5
		25	21.5	1.5
	1.5:15	5	22.0	2.0
		10	21.5	1.5
		15	22.0	1.5
		20	22.0	1.5
		25	21.5	1.5
	2:20	5	22.0	2.0
		10	21.5	1.5
		15	21.5	1.5
		20	22.0	1.5
		25	21.5	1.5
	2.5:25	5	22.0	2.0
		10	22.5	1.5
		15	21.5	1.5
		20	22.0	1.5
25		21.5	1.5	

Çizelge 4.50'den görüldüğü üzere diğer dispers boyarmaddelerle boyanmış PES/elastan mamulde olduğu gibi mamulün esneklik özelliklerinde ise önemli bir fark meydana gelmemiştir.

4.4. Selülozik Mamullerin Küp Boyarmaddelerle Boyama Sonuçları

Farklı konsantrasyonlarda hidrosülfite ve SBH kombinasyonu ve sadece hidrosülfite kullanılarak gerçekleştirilen boyamalar sonucu elde edilen renk verimi ve CIELab L değerleri Çizelge 4.51-53'de yer almaktadır. Renk farkı ve ΔL değerleri konvansiyonel hidrosülfite boyama sonuçları referans alınarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.51. Vat Blue 66 ile boyanmış mamulün renk değerleri

Boyarmadde	Hidro:SBH (g/l)	K/S	ΔL	DE
Vat Blue 66 ($\lambda_{max}=600$ nm)	5:0	6.37±1.0		
	5:0.5	6.56±0.2	0.76	0.91
	4.5:0.5	2.39±0.4	9.42	10.56
	4:1	2.85±0.3	5.86	6.85
	3.5:1.5	2.63±0.4	6.47	7.82
	3:2	2.09±0.1	9.01	10.59
	2.5:2.5	2.4±0.2	6.88	9.50
	2:3	1.75±0.2	10.72	13.03
	1.5:3.5	1.88±0.1	9.76	12.33
	1:4	1.69±0.1	11.03	13.80
	0.5:4.5	0.95±0.2	17.74	20.60
	0:5	0.3	41.57	49.83

Vat Blue 66 ile boyanmış mamulde sadece hidrosülfite kullanılarak uygulanan boyama proseslerine göre SBH miktarındaki artışa ve hidrosülfite miktarındaki azalmaya bağlı olarak renk veriminde belirgin bir azalma meydana gelmektedir. Çizelge 4.52 ve 53'de görülen Vat Red 14 ve Vat Orange 9 boyarmaddeleri ile gerçekleştirilen çalışmalar için de aynı durum söz konusudur. Ayrıca renk farkı da hidrosülfite ve SBH oranlarındaki değişime bağlı olarak belirgin bir şekilde artmaktadır.

Çizelge 4.52. Vat Red 14 ile boyanmış mamulün renk değerleri

Boyarmadde	Hidro:SBH (g/l)	K/S	ΔL	DE
Vat Red 14 ($\lambda_{\max}=480$ nm)	5:0	11.5±2.4		
	5:0.5	10.96±0.2	3.22	3.43
	4.5:0.5	10.53±0.05	1.91	3.86
	4:1	10.84±0.13	2.34	2.59
	3.5:1.5	5.46±0.4	6.68	13.10
	3:2	2.27±0.4	16.90	22.49
	2.5:2.5	1.81±0.1	20.09	28.07
	2:3	1.28±0.05	23.90	32.78
	1.5:3.5	0.68±0.03	31.44	44.13
	1:4	0.82±0.1	27.76	39.33
	0.5:4.5	0.33±0.1	32.41	51.00
0:5	0.2	39.0	56.50	

Çizelge 4.53. Vat Orange 9 ile boyanmış mamulün renk değerleri

Boyarmadde	Hidro:SBH (g/l)	K/S	ΔL	DE
Vat Orange 9 ($\lambda_{\max}=440$ nm)	5:0	8.23±2.1		
	5:0.5	8.27±0.2	-0.74	2.42
	4.5:0.5	8.07±0.4	1.40	3.22
	4:1	2.80±0.3	12.56	18.77
	3.5:1.5	3.80±0.7	10.24	12.43
	3:2	2.4±0.07	12.26	17.20
	2.5:2.5	3.20±0.2	14.44	23.26
	2:3	1.73±0.2	15.91	28.19
	1.5:3.5	2.03±0.3	14.83	23.90
	1:4	1.88±0.2	14.05	24.80
	0.5:4.5	1.11±0.1	18.06	34.55
0:5	0.3	22.7	65.4	

Literatür çalışmalarından elde edilen bilgiler doğrultusunda ve SBH'ün boyama verimi ve tekrarlanabilirlik üzerine etkisinin araştırılabilmesi amacıyla yukarıdaki konsantrasyon oranları dışında Çizelge 4.54'de yer alan konsantrasyonlarda çalışılmış ve boyamalara ait renk değerleri verilmiştir (Boehme 2004).

Çizelge 4.54. Hidrosülfid miktarının sabit olduğu farklı konsantrasyonlarda SBH kullanılarak gerçekleştirilen küp boyamaların renk değerleri

Boyarmadde	Hidro:SBH (g/l)	K/S	ΔL	DE
Vat Blue 66	5:0	6.37±1.0		
	5:0.1	7.47±0.2	-2.25	2.35
	5:0.2	7.70±0.1	-2.70	2.80
	5:0.3	7.57±0.2	-2.40	2.41
	5:0.4	7.63±0.1	-2.60	2.60
	5:0.5	6.56±0.2	0.76	0.91
Vat Red 14	5:0	11.50±2.4		
	5:0.1	9.73±0.06	-2.6	4.37
	5:0.2	9.83±0.06	-2.4	4.60
	5:0.3	10.23±0.15	-1.9	4.07
	5:0.4	10.77±0.2	-2.2	3.79
	5:0.5	10.96±0.2	-1.13	3.86
Vat Orange 9	5:0	8.23±2.0		
	5:0.1	8.17±0.15	-3.07	5.48
	5:0.2	7.97±0.15	-3.20	5.70
	5:0.3	8.23±0.2	-3.24	5.47
	5:0.4	8.43±0.2	-2.99	5.30
	5:0.5	8.27±0.2	-0.74	5.05

Çizelge 4.54'ten görüldüğü üzere genel olarak bu konsantrasyonlarda yapılan boyamalar sonrası elde edilen K/S değerleri diğer çalışma grubuna göre (Çizelge 4.51-53) sadece hidrosülfid ile elde edilen değerlere daha paralel ve renk farkları daha düşüktür. Standart sapmaların ise hidrosülfid çalışmaları sonucu daha yüksek olduğu görülmektedir. Vat Blue 56 ile boyamalarda hidrosülfid eşliğinde SBH kullanıldığında renk koyuluğunda bir artış görülmüştür. Ancak benzer bir eğilime diğer boyarmaddelerle yapılan denemeler sonucunda rastlanmamıştır.

Çizelge 4.55'te sıcaklık ve süreye bağlı olarak tüm boyama proseslerinin redoks potansiyellerinde belirgin bir artışın olduğunu görülmektedir. Hidrosülfid içeren proseslerde 80 °C'de bu değerlerin sabit kaldığı dikkat çekmektedir. SBH kullanılarak gerçekleştirilen işlemlerde ise potansiyel fark değerleri hidrosülfid göre bir miktar fazla olmaktadır. Ancak sadece SBH kullanıldığında potansiyel değerlerinin prosesin 35-40 dakikalarında maksimum düzeylere ulaştığı ve başlangıç potansiyelinin de diğer proseslere göre çok düşük kaldığı gözlenmiştir.

Çizelge 4.55. Vat Blue 66 ile farklı oranlarda hidrosülfid ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen boyama proseslerinin redoks potansiyeli değerleri

Redoks Potansiyeli, mV				Sıcaklık (°C)	Süre (dak)
5 g/l Hidro	2,5 g/l Hidro+ 2,5 g/l SBH	0,5 g/l Hidro + 4,5 g/l SBH	5 g/l SBH		
-815	-820	-810	-630	25	0
-890	-870	-930	-725	40	1
-920	-918	-956	-745	60	5
-916	-930	-970	-790	70	10
-916	-952	-980	-890	75	15
-914	-960	-980	-980	80	20
-914	-965	-986	-980	80	25
-917	-972	-990	-993	80	30
-917	-971	-992	-995	80	35
-920	-975	-992	-995	80	40
-922	-978	-992	-995	80	45
-926	-978	-990	-995	80	50
-926	-978	-990	-995	80	55
-926	-978	-990	-995	80	60
-932	-978	-990	-995	80	65
-932	-976	-990	-995	80	70
-933	-977	-990	-995	75	75
-935	-980	-990	-994	70	80
-935	-980	-990	-980	65	85
-935	-980	-986	-980	60	90

Çizelge 4.56. Vat Red 14 ile farklı oranlarda hidrosülfid ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen boyama proseslerinin redoks potansiyeli değerleri

Redoks Potansiyel, mV				Sıcaklık (°C)	Süre (dak)
5 g/l Hidro	2,5 g/l Hidro+ 2,5 g/l SBH	0,5 g/l Hidro+ 4,5 g/l SBH	5 g/l SBH		
-820	-780	-775	-650	25	0
-920	-840	-790	-755	40	1
-930	-956	-960	-745	60	5
-930	-970	-980	-782	70	10
-932	-973	-990	-880	75	15
-932	-978	-995	-955	80	20
-932	-980	-1000	-990	80	25
-934	-980	-1000	-993	80	30
-936	-981	-1000	-998	80	35
-936	-984	-1000	-996	80	40
-936	-985	-1000	-995	80	45
-936	-985	-1000	-995	80	50
-940	-985	-1000	-992	80	55
-942	-985	-1000	-1000	80	60
-942	-984	-1000	-1001	80	65
-942	-981	-1000	-1002	80	70
-946	-985	-1000	-995	75	75
-948	-982	-998	-994	70	80
-950	-986	-992	-983	65	85
-950	-986	-990	-980	60	90

Çizelge 4.57-59 incelendiğinde kúp boyama sonrası mamulün yıkama haslıkları deęerlendirmelerinde pamuęun lekelenmesi aısından belirgin farklar gözlenmemiştir. Ancak Vat Red 14 ve Vat Orange 9 ile boyanmış mamulde pamuęun lekelenme derecesinde 3 g/l hidrosülfite 2 g SBH ve 2.5 g hidrosülfite 2.5 g SBH ile kullanıldığı proseslerde haslıklarda bir miktar azalma gerçekleşmiştir. Daha sonraki SBH miktarının hidrosülfite göre fazla olduğu prosesler sonucunda ise yıkama haslıkları 5 maksimum deęerini aldığı görülmektedir.

Çizelge 4.57. Vat Blue 66 ile boyanmış mamulün yıkama haslık deęerleri

Boyarmadde	Hidro:SBH (g/l)	Yıkama Haslıkları					
		Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Vat Blue 66	5:0	5	5	5	5	4.5	5
	5:0.5	5	5	5	5	4.5	5
	4.5:0.5	5	5	5	5	4.5	5
	4:1	5	5	5	5	4.5	5
	3.5:1.5	5	5	5	5	4.5	5
	3:2	5	5	5	5	4.5	5
	2.5:2.5	5	5	5	5	4.5	5
	2:3	5	5	5	5	4.5	5
	1.5:3.5	5	5	5	5	4.5	5
	1:4	5	5	5	5	4.5	5
	0.5:4.5	5	5	5	5	4.5	5

Çizelge 4.58. Vat Red 14 ile boyanmış mamulün yıkama haslık değerleri

Boyarmadde	Hidro:SBH (g/l)	Yıkama Haslıkları					
		Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Vat Red 14	5:0	5	5	5	5	4.5	5
	5:0.5	5	5	5	5	4.5	5
	4.5:0.5	5	5	5	5	4.5	5
	4:1	5	5	5	5	4.5	5
	3.5:1.5	5	5	5	5	4.5	5
	3:2	5	5	5	5	4	5
	2.5:2.5	5	5	5	5	4	5
	2:3	5	5	5	5	5	5
	1.5:3.5	5	5	5	5	5	5
	1:4	5	5	5	5	5	5
	0.5:4.5	5	5	5	5	5	5

Çizelge 4.59. Vat Orange 9 ile boyanmış mamulün yıkama haslık değerleri

Boyarmadde	Hidro:SBH (g/l)	Yıkama Haslıkları					
		Yün	Akrilik	PES	Naylon	Pamuk	Asetat
Vat Orange 9	5:0	5	5	5	5	5	5
	5:0.5	5	5	5	5	5	5
	4.5:0.5	5	5	5	5	5	5
	4:1	5	5	5	5	5	5
	3.5:1.5	5	5	5	5	4.5	5
	3:2	5	5	5	5	4.5	5
	2.5:2.5	5	5	5	5	4	5
	2:3	5	5	5	5	5	5
	1.5:3.5	5	5	5	5	5	5
	1:4	5	5	5	5	5	5
	0.5:4.5	5	5	5	5	5	5

Çizelge 4.60. Küp boyamalar sonucunda elde edilen kuru ve yaş sürtme haslık değerleri

Boyarmadde	Hidro:SBH (g/l)	Sürtme Haslığı	
		Kuru	Yaş
Vat Blue 66	5:0	4	3.5
	5:0.5	5	4
	4.5:0.5	4.5	3.5
	4:1	4.5	3.5
	3.5:1.5	4.5	3.5
	3:2	4.5	3.5
	2.5:2.5	4.5	3.5
	2:3	4	3.5
	1.5:3.5	4.5	3.5
	1:4	4	3.5
Vat Red 14	0.5:4.5	4	3.5
	5:0	4.5	3
	5:0.5	5	4
	4.5:0.5	4.5	3
	4:1	4.5	3
	3.5:1.5	4.5	3
	3:2	4.5	3
	2.5:2.5	4.5	3
	2:3	4	3
	1.5:3.5	4.5	3.5
Vat Orange 9	1:4	4.5	3.5
	0.5:4.5	4.5	3.5
	5:0	5	4
	5:0.5	4.5	4
	4.5:0.5	5	4
	4:1	4.5	4
	3.5:1.5	4.5	3
	3:2	4.5	3
	2.5:2.5	4.5	3
	2:3	4	3
1.5:3.5	4.5	3	
1:4	4.5	3	
0.5:4.5	4.5	3	

Kuru ve yaş sürtme haslıklarında Vat Blue 66 için belirgin farklar bulunmamaktadır. Yaş sürtme haslıkları 3.5 kuru sürtme haslıkları ise 4.5 değeri almıştır. Ancak 5 g/l hidrosülfite ve 0.5 g/l SBH kullanılan reçeteler ile boyanmış mamulün kuru sürtme haslığı maksimum 5 değerini alırken yaş haslığı da diğerlerine göre daha yüksek olan 4 değerine ulaşmıştır. Aynı durum diğer boyarmaddeler ile boyamalar sonucunda da gözlenmektedir.

5. TARTIŞMA VE SONUÇLAR

5.1. Yünlü Mamullerin Ağartılması

5.1.1. Hidrojenperoksit (H₂O₂) ile yükseltgen ağartma

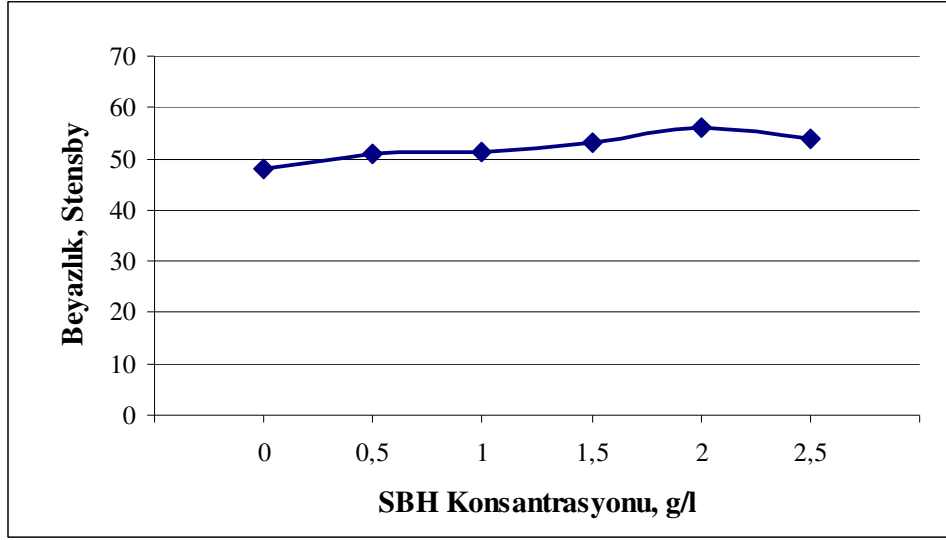
Sodyum borhidrür'ün yünün ağartılmasındaki etkinlik ve sözü edilen hasarların oluşma derecesi açısından karşılaştırılabilmesi amacıyla endüstriyel olarak uygulanan hidrojen peroksit ağartması Clariant firması tarafından tavsiye edilen şartlarda uygulanmıştır. Ham yün beyazlık değerinin 48.6 Stensby olduğu çalışmada hidrojen peroksit ile ağartma sonucunda 57.0 değeri bulunmuştur. Yünde meydana gelen daha çok sistin ve az miktarda arjinin, histidin ve serin proteinlerinin alkali hidrolizi sonucu oluşan hasarın tespiti için sıklıkla alkali çözünürlük testleri uygulanmaktadır. Bu amaçla yapılan testlerde ham yünde %10.3 olan alkali çözünürlüğün peroksit ağartması sonucu %24.1'e yükseldiği bulunmuştur.

5.1.2. Sodyum Borhidrür ile indirgen ağartma

Sodyum Borhidrür ile gerçekleştirilen indirgen ağartmalarda optimizasyon çalışmaları sonucu elde edilen bulgular araştırma sonuçlarında Çizelgeler halinde verilmiştir. Verilerin işlenmesiyle elde edilen şekiller sonuçların yorumlanması için kolaylık sağlayacaktır. SBH ile ilgili değerlendirmelerde referans olarak peroksit ağartma sonuçları ve ham mamulün beyazlık ve alkali çözünürlük değerleri göz önünde bulundurulmuştur.

5.1.2.1. SBH miktarının beyazlık üzerine etkisi

Uygun SBH miktarının tespiti için yapılan çalışma sonucunda Şekil 5.1.'den görüldüğü üzere SBH çözeltilisinden 2 g/l kullanıldığı takdirde maksimum beyazlık değerlerinin elde edildiği görülmektedir. Ancak bu konsantrasyondan sonra beyazlıkta kayda değer bir yükselmenin olmadığı bulunmuştur. Peroksit ağartmasında elde edilen Stensby'e göre 57.0'lık beyazlık değerine en yakın değer 2 g/l SBH ile sağlanmaktadır.

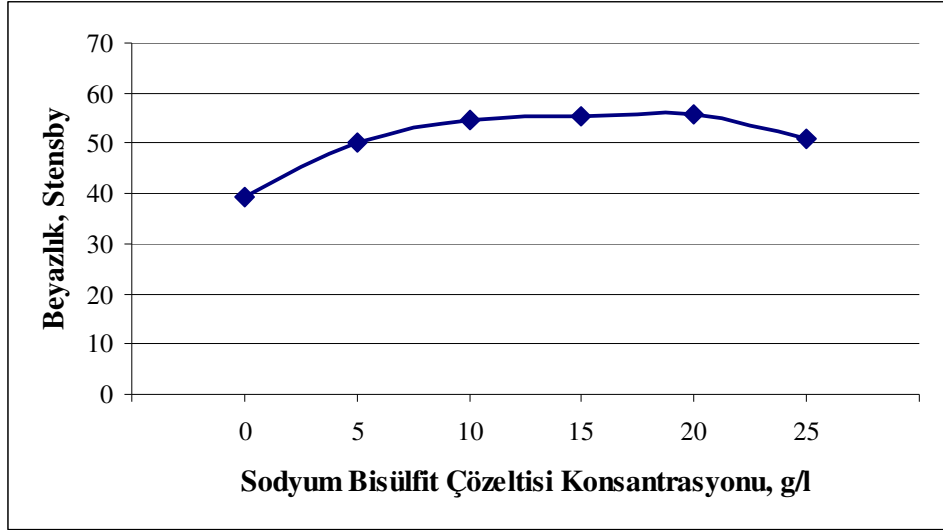


Şekil 5.1. 20 g/l sabit SBS ve farklı SBH konsantrasyonlarının beyazlık üzerine etkisi

Yukarıdaki grafik incelendiğinde SBH konsantrasyonunun artışına bağlı olarak beyazlıkta da bir artışın söz konusu olduğu görülmektedir. Bunu teyit etmek amacıyla yapılan regresyon analizi sonucunda elde edilen R değerinin 0,93 olması SBH konsantrasyonu arttıkça beyazlığın artma eğiliminde olduğunu göstermektedir.

5.1.2.2. Katalizör miktarının beyazlık üzerine etkisi

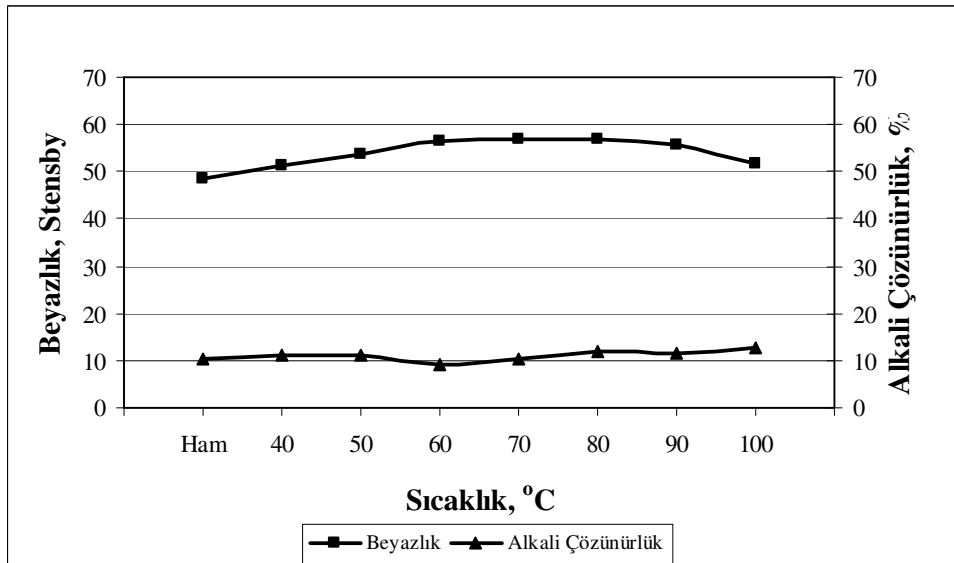
Yapılan denemelerde katalizör olarak SBS kullanılmadığı takdirde yeterli beyazlığın elde edilemediği hatta yüksek pH'dan dolayı sararma derecesinin yüksek olduğu ölçülmüştür. SBS konsantrasyonu artırıldıkça beyazlık derecesindeki artış dikkat çekmektedir. Özellikle 5 g/l SBS'den sonra etkin bir beyazlık artışı görülmekte, 15 g/l konsantrasyonuna ulaşıldığında bu yükseliş durmakta ve 25 g/l konsantrasyonlara çıkılmasına rağmen beyazlıkta kayda değer bir artış gözlenmemektedir. Hatta beyazlıkta azalma söz konusudur. Bu durumda en iyi beyazlık sonuçları 15 g/l SBS ile elde edilmiştir.



Şekil 5.2. 2 g/l SBH ile değişen katalizör miktarının beyazlık değerleri üzerine etkisi

Beyazlık ile bisüfit arasındaki ilişkiyi incelemek üzere yapılan regresyon analizlerinde R değerinin 0,78 çıkması doğrusal bir ilişkiye işaret etmektedir. Ancak bu değer 1'e çok yakın olmaması 20 g/l SBS konsantrasyonundan sonra beyazlıktaki azalmayı açıklar niteliktedir.

5.1.2.3. Çalışma sıcaklığının beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine etkisi



Şekil 5.3. Çalışma sıcaklığı ile beyazlık ve alkali çözünürlük arasındaki ilişki

Farklı sıcaklıklardaki beyazlık değerleri incelendiğinde 60, ve 70 ve 80 °C'de maksimum beyazlığa ulaşıldığı görülmektedir. 40 °C'den 60 °C'ye doğru belirgin bir artış olmakta ve 100 °C'de belirgin bir şekilde düşmektedir. Ancak dikkat çekici bir sonuç, geniş bir sıcaklık aralığında yakın beyazlık değerlerinin elde edilmiş olmasıdır. Bu durum proses şartlarına göre farklı sıcaklıklarda çalışabilme imkânını doğurmaktadır.

60 °C'de Stensby beyazlık indeksine göre 56.6'lık beyazlık değeriyle, referans olarak kabul edilen peroksit ağartmasında elde edilen sonuçlara (57.0) en yakın değerlere ulaşılmıştır.

Sodyum borhidrür indirgen ağartması ile farklı sıcaklıklarda yapılan çalışmalar sonucu elde edilen alkali çözünürlükler ise ham yüne yakın değerler göstermektedir. 40, 50 ve 80 °C'lerde çözünürlüklerde hafif bir artış eğilimi gözlenmekte ve 60 °C'de bu artış eğilimi azalmaya geçmektedir. Daha sonra tekrar ham yüne paralel değerlere ulaşılmaktadır.

Sıcaklığın beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine etkisinin incelenmesi amacıyla tek faktörlü varyans analizi uygulanmıştır. Beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine sıcaklığın etkisinin olduğu bulunmuştur. Analizlerde 60, 70, 80 ve 90 °C uygulama sıcaklıklarının etkisi aynı olduğu ortaya konmuştur. Bulunan deneysel sonuçlarla paralellik gösteren bu analiz sonucunda en düşük sıcaklık değeri olan 60 °C'nin optimum çalışma sıcaklığı olduğu görülmektedir. Alkali çözünürlüklere çalışma sıcaklığının etkisinin incelenmesinde ise 60 °C'nin etkisinin diğerlerine göre farklı olduğu görülmektedir (Ek 1.1 ve 1.2).

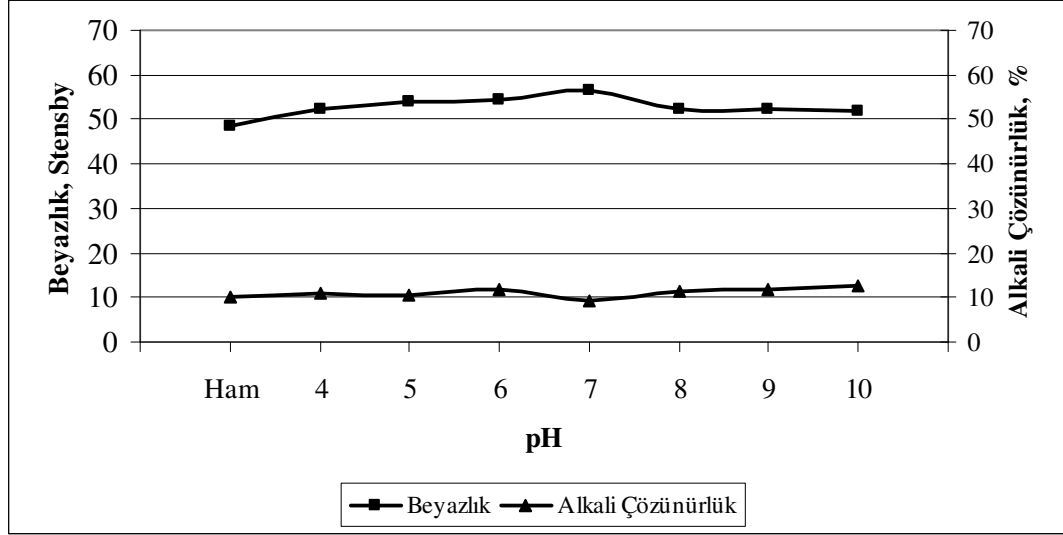
5.1.2.4. Çalışma pH'sının beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine etkisi

pH 4, 5, 6, 7, 8, 9 ve 10'da yapılan denemeler sonucunda (Şekil 5.4.) pH 6 ve 7'ye doğru beyazlık artarken bu değerlerden sonra pH arttıkça beyazlıkta belirgin bir azalma görülmektedir. Bu çalışma sonucunda pH 7 en uygun çalışma şartı olarak belirlenmiştir.

Farklı pH'larda yapılan çalışmalar sonucu elde edilen alkali çözünürlükler ham yününe yakındır. pH 7 civarında alkali çözünürlüklerde çok az bir azalma eğilimi görülürken pH 9 ve 10'da çözünürlükte artma olmaktadır.

pH'nın beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine etkisini araştırmak amacıyla yapılan tek faktörlü varyans analiz testlerinde beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine etkisinin olduğu

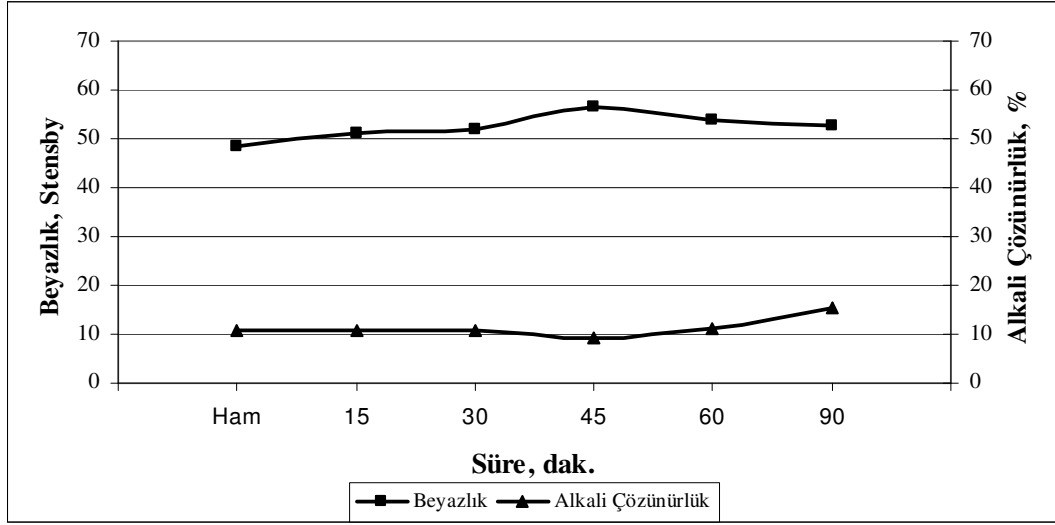
saptanmıştır. Çok düşük ve yüksek pH değerlerinin beyazlık değerlerine etkisinin aynı olduğu bulunmuştur. Alkali çözünürlük analizlerinde de buna paralel sonuçlar elde edilmiştir. pH 7'nin ise diğer pH değerlerinden farklı bir etkisi bulunmaktadır.



Şekil 5.4. Çalışma pH'sının mamulün alkali çözünürlük ve beyazlığı üzerine etkisi

5.1.2.5. Çalışma süresinin beyazlık ve alkali çözünürlük üzerine etkisi

Prosesin süresindeki değişime bağlı olarak elde edilen çalışma sonuçları 60 dakikaya kadar kayda değer bir değişim olmadığını göstermektedir. Ancak 90 dakikalık işlem süresinde alkali çözünürlükte dramatik bir artış görülmektedir.



Şekil 5.5. Çalışma süresinin mamulün alkali çözünürlük ve beyazlığı üzerine etkisi

Şekil 5.5. değerlendirildiğinde 15 dakika işlem süresinden 45 dakikaya doğru beyazlıkta belirgin bir artış gözlenmektedir. 45 dakikalık işlem süresi sonunda 56.6 maksimum Stensby beyazlık değerine ulaşılmış, bu beyazlık değeri işlem süresi arttıkça azalmıştır. Buna göre 45 dakika proses süresi çalışmak için uygun bulunmuştur.

Proses süresi ile beyazlık ve alkali çözünürlük arasındaki ilişkinin incelenmesi amacıyla uygulanan tek faktörlü varyans analizlerinde ise sürenin etkili olduğu bulunmuştur. Deneysel verileri doğrular nitelikte olarak 15 dakikalık işlem süresinin beyazlık üzerinde farklı bir etkiye sahip olduğu görülmektedir. Alkali çözünürlük üzerinde ise hasarın en fazla görüldüğü 90 °C etkili olmuştur.

5.1.3. Işık haslığı

Yünlü mamullerde sonradan sararma eğilimini belirleme yöntemi olarak ışık haslığı testleri kullanılmıştır.

Sarma sonuçlarının gri skalaya göre değerlendirmeleri sonucunda ham mamule göre ışık haslıklarında belirgin bir fark gözlenmemiştir. Ayrıca peroksit ağartması sonucunda da mamulde ışık haslığında bir değişiklik olmadığı görülmektedir.

5.1.4. Yünün ağartılması ile ilgili genel değerlendirme

Çalışmada kullanılan kimyasalları tedarik eden Clariant firması tarafından önerilen pH 7.5'ta yapılan ağartma işlemi referans olarak uygulanmıştır. Bunun nedeni düşük hasarla yüksek beyazlık değerlerine böyle bir peroksit ağartma prosesi ile ulaşıldığının iddia edilmesidir. Peroksit ağartması sonuçları bir indirgen ağartma metodu olan SBH ağartması ile karşılaştırıldığında peroksit ile ağartmalarda beyazlık derecelerinin bir miktar daha iyi olduğu gözlenmiştir. Ancak peroksit ağartması sonucu mamulde meydana gelen kimyasal hasar Sodyum borhidrür ağartmasıyla elde edilenlere göre göz ardı edilemeyecek kadar büyüktür.

Çalışmada uygun katalizör eşliğinde SBH ile ağartma işleminin optimizasyon çalışması sonucunda,

1. Optimum SBS konsantrasyonunun tespiti amacıyla yapılan denemelerde en iyi beyazlık derecesinin 15 ve 20 g/l SBS ile sağlandığı görülmüştür. En düşük sararma değerleri ise 10, 15 ve 20 g/l SBS ile sağlanmıştır.

2. Optimum SBH miktarının belirlenmesinde elde edilen sonuçlara göre en iyi beyazlıklar 2 ve 2,5 g/l SBH kullanıldığında elde edilmiştir. Buna paralel olarak sararma değerleri aynı konsantrasyonlarda en düşük düzeydedir.

3. Sonuç olarak en uygun konsantrasyonlar 15 g/l SBS ve 2 g/l SBH olarak belirlenmiştir.

4. Optimum konsantrasyon değerleri kullanılarak uygun sıcaklık araştırmaları sonucunda beyazlık değerlerinin maksimum olduğu sıcaklık 60 °C olarak bulunmuştur. Ancak 50-90 °C gibi geniş bir aralıktaki beyazlık değerleri birbirine çok yakındır. Sararma değerleri ise 60-80 °C arasında minimumdur.

5. Geniş bir pH aralığında gerçekleştirilen uygun pH'yı bulmaya yönelik çalışmalar sonucunda pH 6 ve 7'de en iyi beyazlık değerlerine ulaşılmıştır.

6. Çeşitli sürelerde yapılan denemelerde 45 dakikalık işlem sonucunda en iyi beyazlık elde edilmiştir. Aynı sürede sarılık değerleri de düşük çıkmıştır.

Sistin çapraz bağlarının kaybı, asit hasarı ve gün ışığı degradasyonlarını belirlemek amacıyla kullanılan alkali çözünürlük testleri peroksit ve SBH ağartmalarına uygulanmıştır. Genel olarak zarar görmemiş yün için %10 civarında çözünürlük değerleri elde edilmektedir. % 10'dan daha yüksek çözünürlük değerleri mamuldeki hasara işaret etmektedir. Nitekim

mamulün peroksit ağartma sonrası alkali çözünürlük değerlerinin yüksek (24.1) olması bu işlem sonrası mamulde meydana gelen hasara işaret etmekte ve literatür ile örtüşmektedir (Simpson 2002, <http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=16061097>, Lewis 1992). Hidrojen peroksitle yün ağartması farklı nedenler yüzünden önemli bir alkali çözünürlük artışına yol açar. Peroksit tarafından üretilen sülfonik grupların (sisteik asit) çözünme etkisi, disülfid bağlarının oksidasyonu yoluyla azalan çapraz bağlanma ve polipeptit zincirinin kırılması sonucu ayrı olarak ve birlikte yün alkali çözünürlüğünde artışa yol açar (<http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=16061097>). Bu durum peroksit ağartması sonucu alkali çözünürlüğün yüksek olmasının nedenini açıklamaktadır.

Sıcaklığın etkisiyle SBH ağartması uygulanmış yünde ham mamule göre 80 °C civarında bir artışa rastlansa da genel eğilim ciddi bir alkali çözünürlük değişimi görülmemesidir. Bunun nedeni ise ısı etkisiyle mamulde oluşabilecek hasarın (kahverengiye dönüşme ve sistinil, seril, theronil, arjinil, triptofil, lisil ve alanil köklerinin parçalanması) ancak 100- 110 °C'nin üzerinde gerçekleşiyor olmasından kaynaklanmaktadır (US Patent 6663677, Lewis 1992).

İşlem süresine bağlı olarak alkali çözünürlükte zamanla artış meydana gelmektedir. Bunun nedeni ise işlem süresinin uzamasına bağlı olarak mamulde kimyasal hasar meydana gelmesidir.

Işık haslığı çalışmaları sonucunda farklı sıcaklık, süre ve pH'larda yapılan sodyum borhidrür ağartmasında, peroksit ağartması ve ham yünde meydana gelen sararmalar ile karşılaştırıldığında kayda değer bir fark gözlenmemiştir. Ham yüne göre diğer ağartma metotlarında yarım derecelik bir düşüşle ifade edilecek bir sararma meydana gelmiştir. Çalışılan banyo pH'sı, sıcaklık ve işlem süresi yünün sararmasında etkili faktörlerdir. Banyo pH'sının 9'un üzerine çıkması, 100 °C'nin üzerinde ve 2 saati geçen işlem süreleri yünde sararmaya neden olur (Lewis 1992).

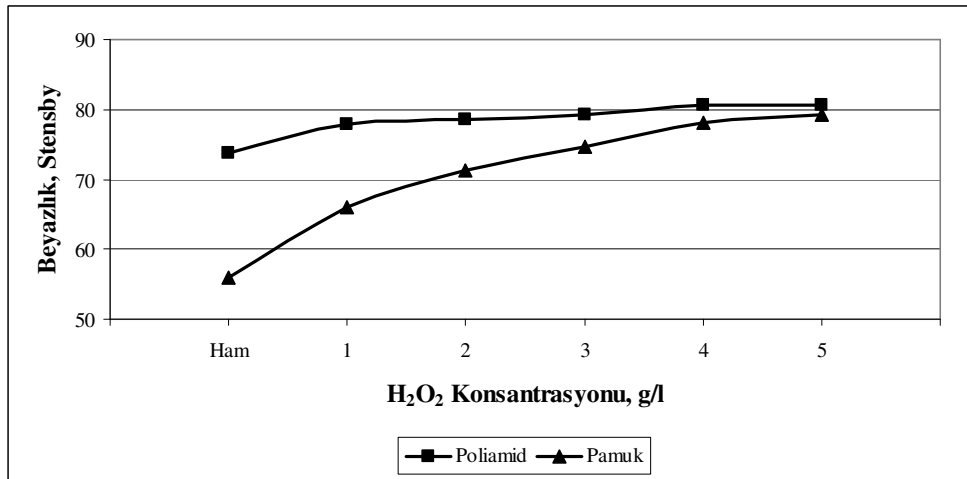
Yün liflerinin ılıman koşullar altında indirgen maddelerle işlem görmesi sonucu lifler önemli bir değişikliğe uğramaz ve zarar görmez. Bu çalışmada SBH ile ağartmada çok yüksek pH, süre ve sıcaklıklarda çalışılmadığından ham yüne nazaran çok yüksek bir sararma etkisi gözlenmemiştir. Bazlara karşı yüksek hassasiyeti olan yün liflerine peroksit ağartmasının etkisi çalışılan pH'ya bağlı olarak değişmektedir. Peroksit ağartmasında yünde belli sürelerde (2-4 gün) ışıkla muamele sonucunda sararmalar meydana gelmektedir (Millington 2006).

Özellikle yaş haldeyken bu sararma etkisinin arttığı gözlenmiştir. Ancak bu çalışmada peroksit ağartması pH 7,5'ta ve 60 dakika gibi kısa sürelerde mamulde hasar artışı en az olacak biçimde optimize edilerek yapılmıştır. Bu nedenle belirgin bir sararma değişikliği olmamıştır.

5.2. Poliamid Mamullerin Ağartılması

5.2.1 Peroksit ağartması

Şekil 5.6.'da görülen eğri, H_2O_2 konsantrasyonu arttıkça hem PA kumaşta, hem de pamuklu kumaşta ağartma etkisinin de arttığını, ancak peroksitin ağartma etkisinin pamuğa nazaran poliamid 6.6'da çok daha düşük olduğunu göstermektedir. Bununla beraber, başlangıçta poliamid kumaşın beyazlığı oldukça yüksek olduğundan 5 g/l peroksit konsantrasyonunda iki lifin de beyazlık değerleri birbirlerine çok yakın çıkmaktadır. Pamuklu kumaşta maksimum beyazlık değerine (79.28) 5 g/l peroksit konsantrasyonuyla, poliamid kumaşta 4 g/l peroksit konsantrasyonu ile maksimum Stensby beyazlık değerine (80.60) ulaşılmaktadır.

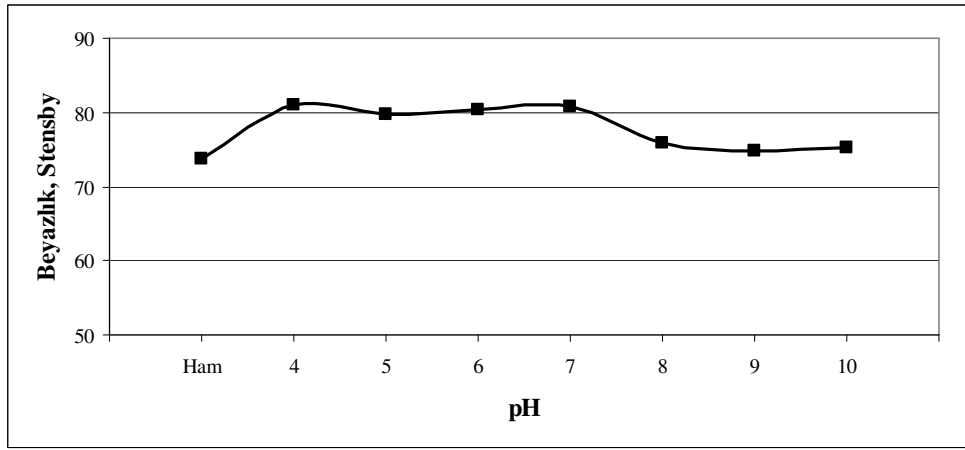


Şekil 5.6. Poliamid 6.6 ve pamuklu numunelerin peroksit ağartması sonucu beyazlık değerinde meydana gelen değişim

5.2.2. SBH ağartması

5.2.2.1. Çalışma pH'sının ağartma sonuçlarına etkisi

Bu konuda yapılan çalışmalar Çizelge 4.7.'de raporlandırılmıştır. Şekil 5.7'de ise bu değerlerin grafiğe dönüştürülmesi görülmektedir. Bu şekilde yorumların daha kolay ve anlaşılır olacağı düşünülmüştür.



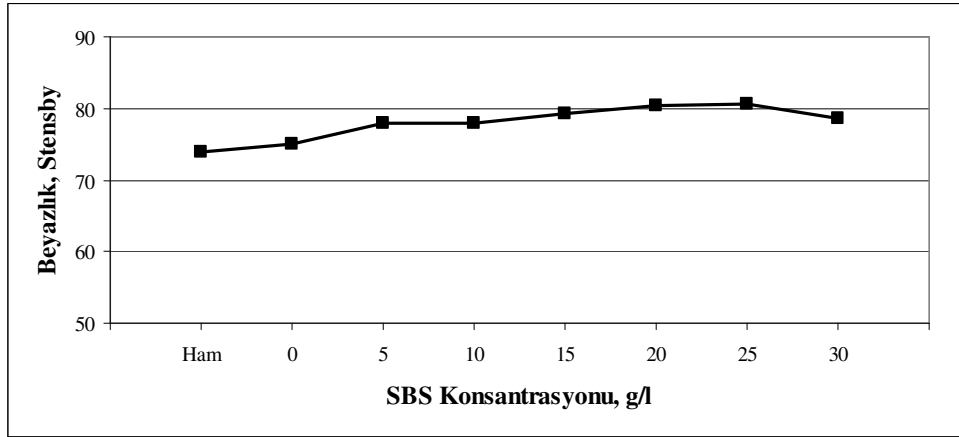
Şekil 5.7. pH'ya bağlı olarak beyazlık değerlerinde meydana gelen değişim

Şekil 5.7.'de açık bir şekilde görüldüğü üzere beyazlık değerleri pH 4-7 arasında en yüksek seviyede olmakta ve daha sonra pH 8'den itibaren belirgin bir düşüş göstererek neredeyse ağartma etkisi ortadan kalkmaktadır. Bu durum aslında yün ağartması konusundaki çalışma sonuçlarını da teyit etmekte ve yüksek pH (bazik) değerlerinde sodyum borhidrürün stabilitesinin artması nedeniyle ağartma etkisinin zayıflamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Yapılan varyans analizleri sonucu pH'nın beyazlık üzerine etkisinin olduğu bulunmuştur. Şekil 5.7'de görülen pH 8, 9, ve 10'nun beyazlık üzerine etkilerinin aynı olduğu varyans analizi ile de ortaya konmuştur. Benzer şekilde pH 4, 5, 6 ve 7'nin etkileri ortaktır (Ek 2.1).

Bu grup çalışma sonucunda, nötral pH'da çalışılmasının uygun olduğuna ve daha sonraki çalışmaların pH' 7 de yapılmasına karar verilmiştir.

5.2.2.2. SBS (Katalizör) konsantrasyonunun ağartma sonuçlarına etkisi

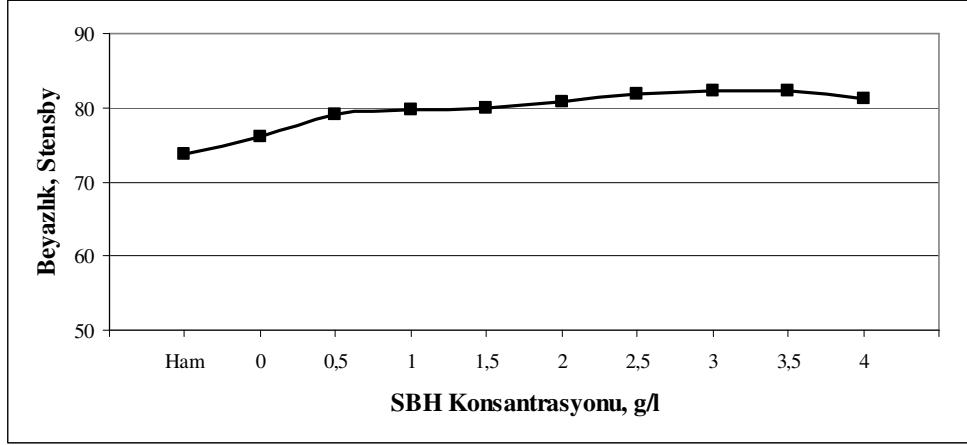
Elde edilen sonuçlar, SBS konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak beyazlık değerlerinde de belirgin bir artışın meydana geldiğini, ancak bu artış eğiliminin 25 g/l SBS konsantrasyonundan sonra azalma eğilimine doğru yön değiştirdiğini göstermektedir.



Şekil 5.8. SBS konsantrasyonuna bağlı olarak beyazlık değerlerinde meydana gelen değişim

5.2.2.3. SBH konsantrasyonunun ağartma sonuçlarına etkisi

Şekil 5.9'daki değerler, başlangıçtan itibaren SBH konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak beyazlık değerlerinin de arttığını ve 3 ve 3.5 g/l SBH konsantrasyonlarında maksimum beyazlık değerine ulaşıldığını göstermektedir. Eğrinin ilerleme trendinden 3.5 g/l konsantrasyondan sonra bir iyileşme sağlanamayacağı, hatta 4 g/l konsantrasyondan itibaren hafif bir düşme eğiliminin söz konusu olduğu anlaşılmaktadır. Yapılan çalışma şartlarında 3 g/l SBH konsantrasyonunun en uygun değer olduğu ortaya çıkmaktadır.

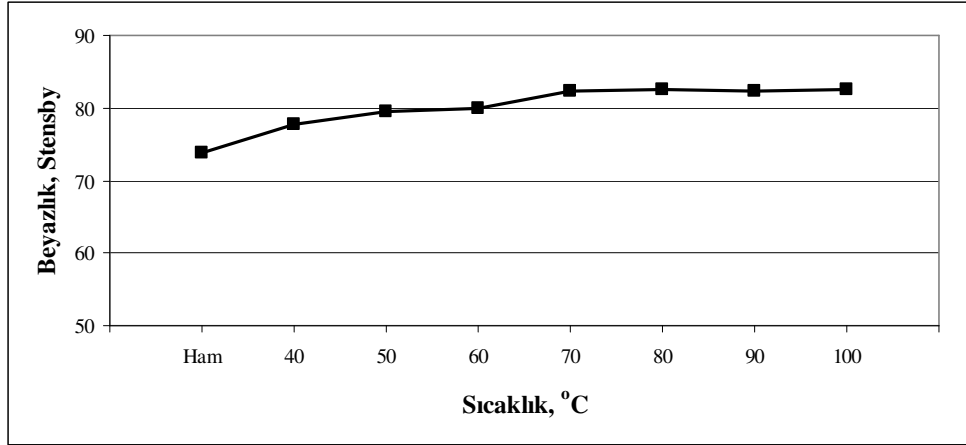


Şekil 5.9. SBH konsantrasyonuna bağlı olarak beyazlık değerlerinde meydana gelen değişim

Katalizörün tek başına etkisinin incelenmesi amacıyla yukarıdaki şekilde ve tabloda görülen SBH kullanılmadan (0 g/l SBH ile) yapılan denemenin sonuçları ise, tek başına katalizörün ağartmaya katkısının çok az olduğunu göstermektedir.

5.2.2.4. Çalışma sıcaklığının ağartma sonuçlarına etkisi

Yapılan çalışmalar sonucunda 40, 50, 60 °C'lerde ham mamule göre beyazlık değerlerinde dikkate değer artışlar meydana gelmekle beraber, 70 °C'den sonra belirgin bir artış meydana gelmemektedir. 80 °C'de en yüksek beyazlık değeri olan Stensby 82.5'e ulaşıldığı görülmektedir. 80 °C'den 100 °C'ye kadar kayda değer bir beyazlık değişimi gözlenmemiştir.

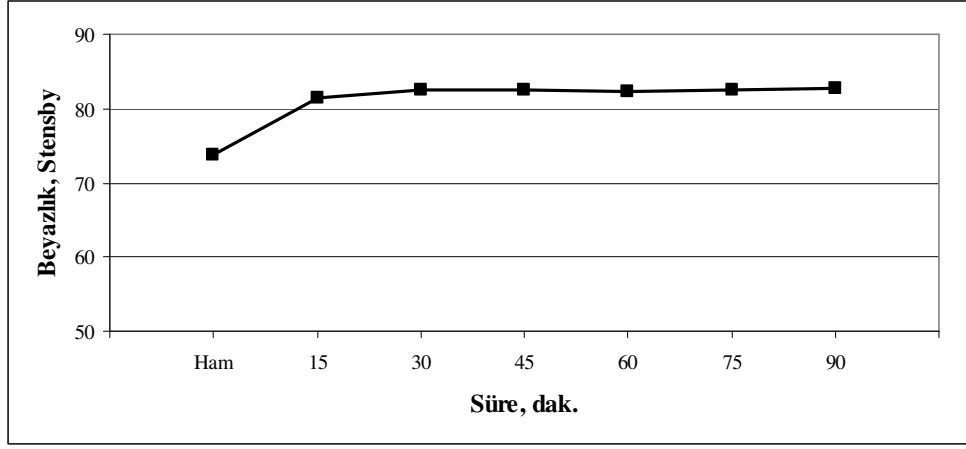


Şekil 5.10. Sıcaklığa bağlı olarak beyazlık değerlerinde meydana gelen değişim

Çalışma sıcaklığının beyazlık değeri üzerine etkisinin incelendiği varyans analizi testlerinde 70-100 °C'lerin beyazlık üzerine aynı etkiye sahip olduğu görülmektedir. Bu sonuçlar yapılan deneysel çalışmalar ile örtüşmektedir.

5.2.2.5. Çalışma süresinin ağartma sonuçlarına etkisi

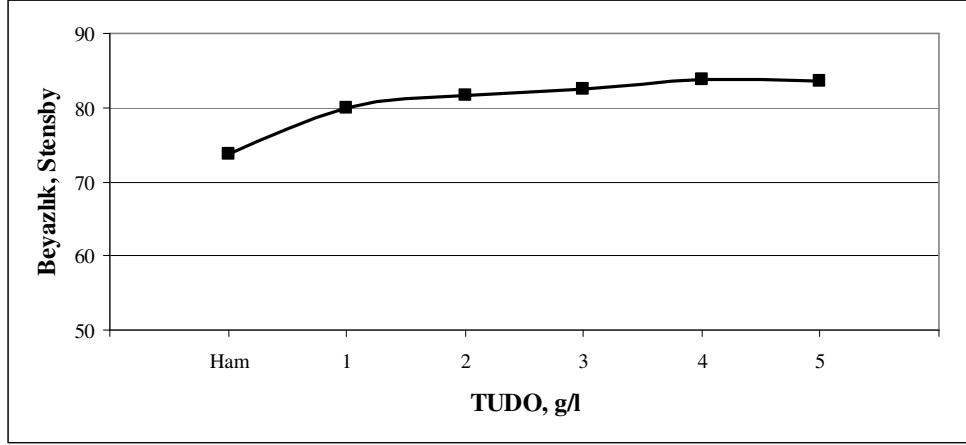
Şekil 5.11'de yer alan beyazlık değerleri, 15 ve 30 dakikalık ağartma sürelerinde beyazlığın ham kumaşa göre arttığını, fakat daha sonra hemen hemen sabit kaldığını göstermektedir. Bu sonuçlar, SBH ile PA mamullerin çok kısa bir sürede ağartılabileceğini ortaya koymaktadır. Varyans analizi sonucunda da 30, 45, 60, 75 ve 90 dakikalık işlem sürelerinin beyazlık değerlerine olan etkilerinin aynı bulunmuştur Buna göre 82.6 Stensby beyazlık indeksinin elde edildiği uygulama süresi olan 30 dakika en uygun muamele süresi olarak ortaya çıkmaktadır.



Şekil 5.11. Çalışma süresine bağlı olarak beyazlığın değişimi

5.2.3. Tiyüredioksit (TUDO) ağartması

Tiyüre dioksit ile yapılan ağartma çalışmasında aşağıdaki şekle göre eğilimin konsantrasyon artışına bağlı olarak beyazlığın artışı şeklinde olduğu görülmektedir. 4 g/l TUDO konsantrasyonu ile maksimum beyazlık değerine ulaşılmakta ve bundan sonra bir artış meydana gelmemektedir. Şekil 5.12'deki eğriden 3 g/l TUDO ile elde edilen ortalama beyazlık değerinin yaklaşık olarak 3 g/l SBH çözeltisi ile elde edilen beyazlık değerine eşit olduğu ortaya çıkmaktadır.

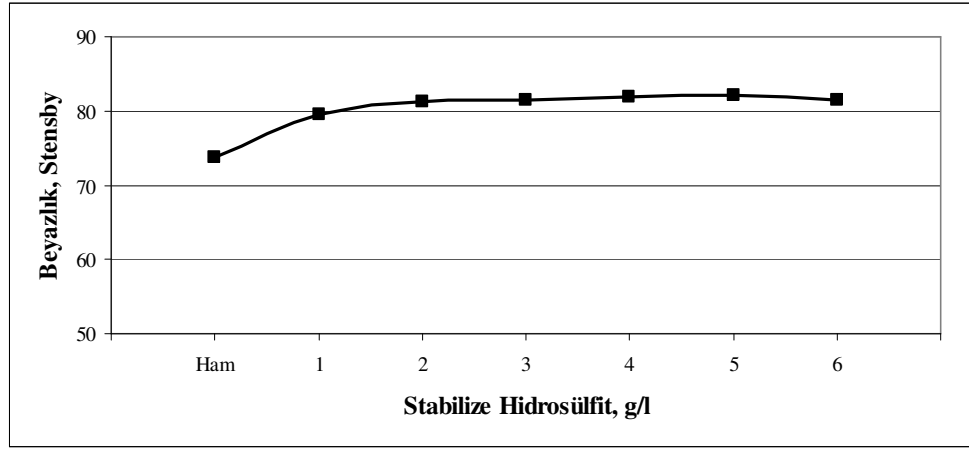


Şekil 5.12. Poliamid mamulün farklı TUDO konsantrasyonları ile muamelesi sonucu beyazlık değerinde meydana gelen değişim

5.2.4. Stabilize hidrosülfite ağartması

Şekil 5.13'ün incelenmesi sonucunda genel olarak 5 g/l stabilize hidrosülfite konsantrasyonuna kadar beyazlıkta doğrusal bir artış gözlenirken 6 g/l ile beyazlıkta kısmi bir azalma görülmeye başlamıştır. En yüksek beyazlık değerleri 4 ve 5 g/l hidrosülfite ile elde edilen değerler olup sırayla 81.8 ve 82.0 Stensby değerleridir. 6 g/l konsantrasyondan itibaren beyazlık değerlerinde bir azalma trendi gözlenmektedir.

Sonuç olarak, stabilize hidrosülfite ile PA mamullerin ağartılmasında ulaşılabilen maksimum beyazlık değeri hem diğer yöntemlere göre bir miktar düşük kalmakta ve hem de belli bir beyazlık değeri için daha fazla kullanım gerekmektedir.



Şekil 5.13. Poliamid mamulün stabilize hidrosülfit ağartması sonucu beyazlık değerinde meydana gelen değişim

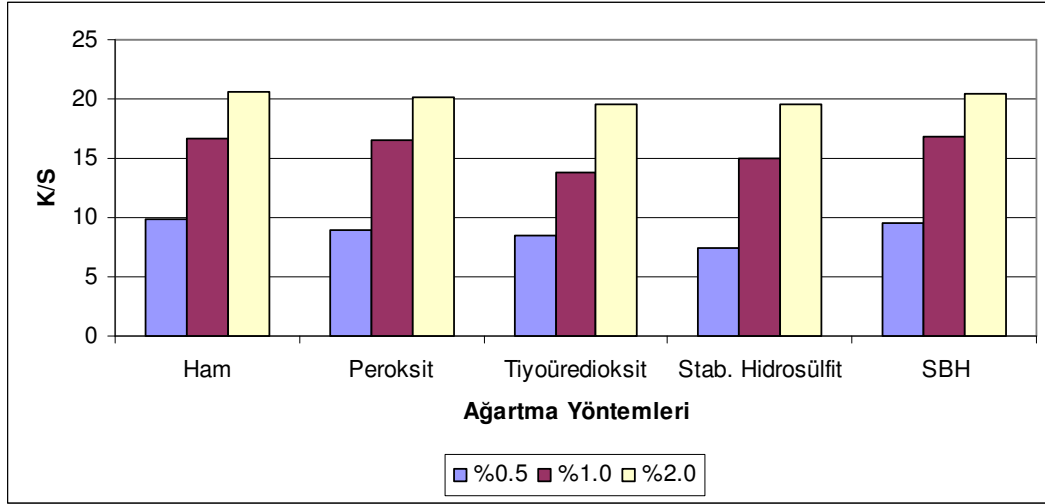
5.3. Ağartma İşlemlerinin PA Liflerinin Boyanabilirliği Üzerine Etkisi

5.3.1. Renk ölçüm sonuçları

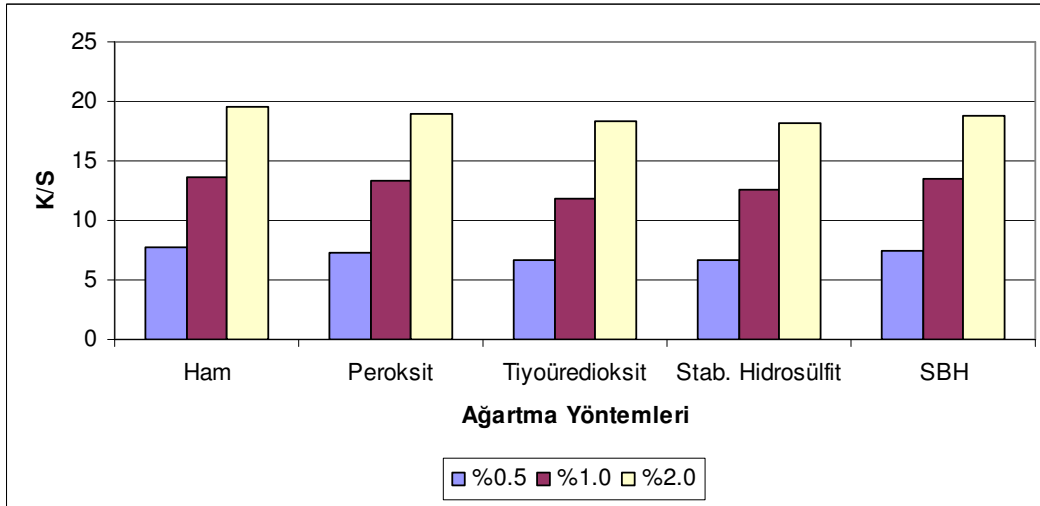
Poliamid mamuller sıklıkla asit boyarmaddeleriyle boyanırlar. Asidik ortamda naylonun protonlanmış amino uç guruplarına boyarmaddenin anyonik sülfonat guruplarının atakları sonucunda meydana gelen iyon-iyon bağı mekanizması ile boyama işlemi gerçekleşmektedir. Asit boyarmaddelerin bu özelliğinden dolayı mamulde ön işlemlerden kaynaklanan ve amino uç guruplarında meydana gelen herhangi bir değişikliğe neden olan bir etki bu şekilde asit boyarmaddeleri ile farklı konsantrasyonlarda çalışılarak tespit edilebilmektedir.

Çizelge. 4.14'deki değerler, Sodyum Borhidrür ile ağartılan poliamid numunelerin her 3 boyarmadde ve 3 farklı konsantrasyonda da -ağartılmış olan numuneler arasında- en yüksek K/S değerlerine (en yüksek renk koyuluğuna) sahip olduğunu göstermektedir. Ağartma yapılmayan numunelerin ve peroksitle ağartılan numunelerin renk koyuluklarının yüksek olması muhtemelen bunların zeminlerinin diğerlerine göre daha koyu (daha az beyaz) olmasından kaynaklanmaktadır. Zira, L* değerlerinin yüksek olması bunu doğrulamaktadır. Benzer şekilde, TUDO ve stabilize hidrosülfitle ağartılan numunelerin zemin beyazlıkları daha yüksek olduğundan renkleri diğer numunelere göre bir miktar daha açık çıkmaktadır (Şekil 5.14-16).

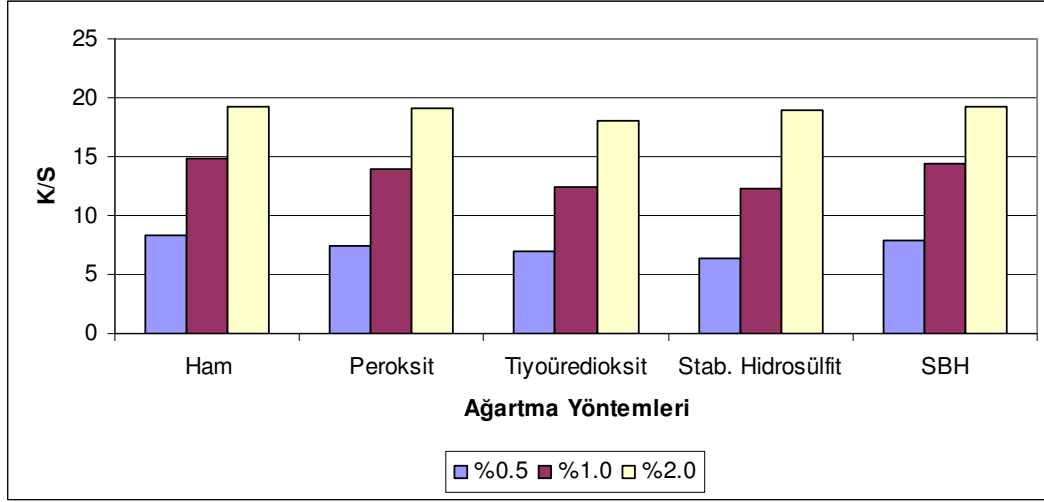
Burada ortaya çıkan en önemli sonuç, SBH ile ağartılan numuneler örneğin stabilize hidrosülfite nazaran daha açık zemine sahip olmasına rağmen daha koyu renklerin elde edilmiş olmasıdır. Bu durum SBH ağartmasının PA mamullerin boyanabilirliği açısından avantajlı olduğunu ortaya koymaktadır.



Şekil 5.14. Acid Blue 25 boyarmaddesinin farklı konsantrasyonlarında ağartma yöntemlerine göre boyama sonuçları



Şekil 5.15. Acid Black 1 boyarmaddesinin farklı konsantrasyonlarında ağartma yöntemlerine göre boyama sonuçları



Şekil 5.16. Navy Blue RN boyarmaddesinin farklı konsantrasyonlarında ağartma yöntemlerine göre boyama sonuçları

5.3.2. Haslık testleri

5.3.2.1. Yıkama haslığı

Haslık sonuçlarının değerlendirilmesiyle, monosülfone tip bir boyarmadde olan Acid Blue 25 boyarmaddesiyle boyama sonucunda 3 farklı konsantrasyon için dikkate değer bir fark gözlenmemiştir. Ancak %1'lik konsantrasyonda peroksit ile ağartılmış mamulün naylonu kirlenmesinde yarım değerlik bir düşüş gerçekleşmektedir.

Acid Black 1'in %0.5'lik konsantrasyonu ile boyamalarda pamuğun kirlenme değerinde peroksit ile ön muamele görmüş kumaşta haslık değeri diğer metotlara göre dikkate değer bir biçimde düşüktür. Aynı fark %2'lik boyamalara ait haslık sonuçlarında da görülmektedir.

Sülfonasyon derecesi 3 olan Navy Blue RN ile boyama çalışmaları sonucunda en önemli fark %2'lik boyamalarda kaşımıza çıkmaktadır. Diğer boyamalar sonucu gerçekleştirilen haslık testlerinde olduğu gibi peroksit ile ağartılmış mamulde haslıkların bir miktar düştüğü görülmektedir.

Sonuç olarak, test kumaşındaki poliamid 6.6 liflerinin kirlenme derecesi açısından genel olarak ham kumaş ile peroksitle ağartma yapılan kumaşlarda haslıklar diğer yöntemlerden

biraz daha düşük çıkmıştır. Ham kumaşların diğer kumaşlara göre daha koyu boyanmış olması (dolayısıyla üzerinde daha fazla boyarmadde olması) nedeniyle haslıklarının yer yer 0,5 ile 1 derece daha düşük çıkması doğaldır. Ancak peroksit ağartmasına tabi tutulan kumaşların renklerinin -çok az da olsa- SBH ağartmasına tabi tutulandan daha açık olmasına rağmen haslıklarının yer yer daha düşük çıkması anlamlıdır ve peroksit ağartması sırasında bazı amino uç guruplarının oksitlenmesi nedeniyle elektrostatik bağlanmanın SBH'dakine göre bir miktar daha zayıf kaldığı sonucunu ortaya çıkarmaktadır.

5.3.2.2. Işık haslığı

Işık haslığı sonuçları uygulanan ağartma şartlarında ağartma yönteminin PA 6.6 kumaşlarda ışık haslıkları üzerinde belirgin bir etkisinin olmadığını ortaya koymaktadır. Ancak, boyarmaddelerin farklı kimyasal yapıları nedeniyle ışık haslığı değerleri her bir boyarmadde için farklı seviyelerde çıkmıştır.

5.3.3. Amino uç gurubu miktarı üzerine ağartma yöntemlerinin etkisi

Amino uç grubu tayinindeki değerlerden ham mamule göre ağartma işlemi gören bütün PA kumaş numunelerinde amino uç guruplarının bir miktar azaldığı görülmektedir. Ağartma metotları arasında ise, stabilize hidrosülfite ile yapılan ağartma işlemi sonucunda amino uç guruplarındaki azalma en düşük seviyede gerçekleşmiştir. Buna karşılık, tiyürediyoksit ile yapılan ağartma sonucunda amino uç gurubu miktarında diğer yöntemlere göre azalmanın biraz daha fazla olduğu gözlenmektedir.

5.3.4. Infrared spektroskopisi

IR spektroskopisi polimerdeki oksidasyon ve degradasyonun belirlenmesinde önemli bilgiler vermektedir (Gonçalves 2007, Thanki 1998, Bower 1989, Do 1987, Schindler 2003). Bu amaçla gerçekleştirilen IR spektrumlarının incelenmesi sonucunda işlem görmüş ve görmemiş poliamid mamullere ait spektrumlar arasında dikkate değer bir farkın olmadığı gözlenmektedir. Ancak işlem görmemiş mamulün spektrumunda gözlenen 980 cm⁻¹

civarındaki pik ađartılmıř mamullere ait spektrumda kaybolmuřtur. Ayrıca ham mamul spektrumunda mevcut olmayan, diđer iřlem görmüř mamullere ait spektrumlarda görülen 1140 cm⁻¹'deki pik C-O deformasyon pikidir. 1229 cm⁻¹'da peroksit ađartmasına ait olan ve diđer spektrumlarda rastlanmayan bir pik oluřtuđu saptanmıřtır. Bu pikin primer aminlere ait olduđu düřünülmektedir.

FT-IR spektroskopisi özellikle peroksit ile mamulde meydana gelebilecek oksidatif etkilerden kaynaklı hasarların tespiti amacıyla kullanılmıřtır. Bu amaçla mamulün absorbands eđrilerindeki hidroksil bölgesi (3700-3200 cm⁻¹) ve karbonil gurubuna (1600-1800 cm⁻¹) ait deđiřiklikler incelenmiřtir.

İnceleme sonucunda özellikle iřık ile meydana gelen hasar sonucu oluřan hidroperoksitlerin görüldüđu 3700-3200 bölgesinde kayda deđer bir fark gözlenmemiřtir. Polimerin dekompozisyonu sonucu oluřan imid veya aldehit yapısı 1690-1800 bölgesinde gözlenmektedir. Bu bölgedeki deđiřim de düzenli deđildir ve belirgin bir fark saptanmamıřtır.

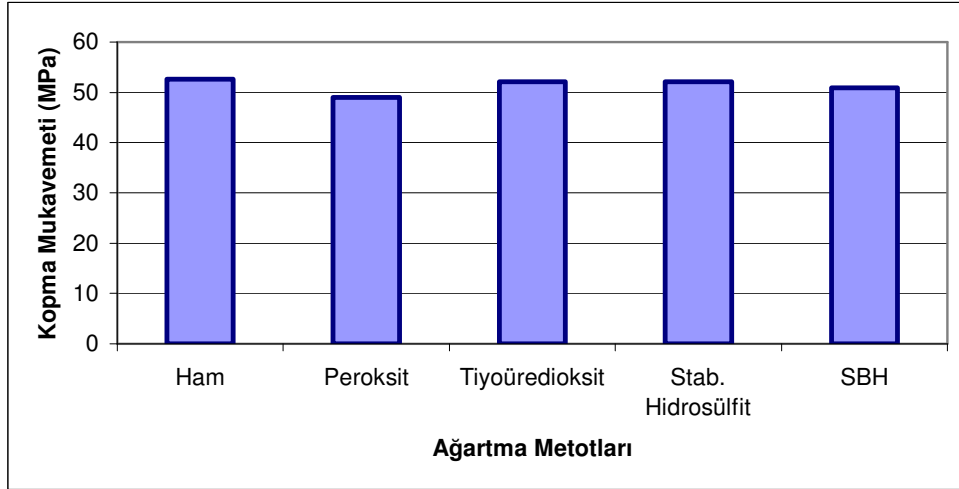
Fark spektrumu incelemelerinden de poliamidin degradasyonuna ait veriler elde edilebilmektedir (Do ve ark. 1987, Vasanthan 2001). Spektrumlar incelendiđinde tiyoüredioksit ile muamele edilmiř mamul ve ham mamul arasındaki fark spektrumunda diđerlerine göre 3300 civarında bir pik artıřı gözlenmektedir. Primer amid bandında görülen bu azalma polimerik bir degradasyona iřaret ediyor gibi görünse de 1650 cm⁻¹'deki amid II pikinde diđer ađartma maddeleri ile muamele görmüř poliamid 6.6'larla karřılařtırıldıđında fark gözlenmemektedir. Dolayısıyla fark spektrumlarında da farklı ađartma yöntemlerine ait belirgin deđiřimler görülmemektedir.

5.3.5. Viskozite tayini

Çizelge 4.18'deki gerçek viskozite deđerleri incelendiđinde her 4 ađartma yöntemine göre ađartılan numunelerde belirgin bir vizkozite azalması olmadıđı görülmektedir. SBH ađartması sonucu ham mamulle aynı viskozite deđeri elde edilirken, viskozitedeki en fazla azalma tiyoüre dioksit ile iřlem sonucunda gerçekteřmektedir. Ancak viskozite ölçümleri ile çok hassas sonuçlar elde edilemediđinden bu sonuçlar, PA liflerine ait polimerik yapının SBH ađartmasından hiç etkilenmediđi anlamına gelmemektedir.

5.3.6. Mukavemet ölçümleri

Bilindiği gibi poliamidlerde oksidatif maddelerin etkisi mamuldeki mukavemet kaybıyla kendini göstermektedir (Cook 1984). Bu amaçla yapılan çalışmalar sonucu Şekil 5.17'den ve Çizelge 4.19'dan görüldüğü üzere kopma mukavemet değerleri birbirine yakındır. Ancak peroksit ile ağartma sonucu mukavemet kaybı diğerlerine göre biraz daha fazladır. Bu kayıp ham mamule göre %6.8 oranında olup yükseltgen ağartmanın lifte miktar hasara yol açtığına işaret etmektedir. SBH ağartmasında meydana gelen çok düşük mukavemet kaybı ise ihmal edilebilecek seviyededir.



Şekil 5.17. Farklı ağartma işlemi uygulanmış poliamid 6.6 kumaşların kopma mukavemet değerlerinde meydana gelen değişim

5.3.7. Kimyasal oksijen ihtiyacı

KOİ incelemeleri sonucunda kirliliğin en fazla sodyum borhidrür ağartması sonucu elde edilen atık sularda gerçekleştiği ortaya çıkmaktadır. Ancak diğer konvansiyonel ağartma metotları yanında sodyum borhidrür ağartmasının da KOİ değerleri çevresel açıdan yüksek kabul edilen 15000 mg/l KOİ sınırlarının altındadır (Khadraoui 2009).

5.3.8. Poliamid mamullerin ağartılması ile ilgili genel değerlendirme

Yapılan deneyler sonucunda, poliamid 6.6 mamullerin SBH ile ağartma işlemleri en iyi beyazlık elde edilecek şekilde optimize edilmiştir. Bunun yanı sıra konvansiyonel olarak sektörde uygulanan diğer önemli ağartma metotları da uygulanarak karşılaştırılması yapılmıştır. Bu işlemlerden sonra meydana gelen hasarın tespiti amacıyla çeşitli testler gerçekleştirilmiştir. SBH ile yapılan ağartma çalışmalarının sonuçlarını şu şekilde özetlemek mümkündür:

1. Mamulün beyazlığına çalışma pH'sının etkisinin belirlenmesi amacıyla yapılan çalışmalarda genel olarak hafif asidik ve nötr pH değerlerinde yüksek beyazlık değerleri elde edilirken bazik pH bölgesinde beyazlığın belirgin bir şekilde azaldığı görülmektedir. Buna göre nötr olması ve daha sonraki terbiye işlemleri için herhangi bir nötrleştirme gibi ek yıkama yükü getirmemesi nedeniyle pH 7'de çalışmanın uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

2. Katalizör konsantrasyonunun tespiti amacıyla yapılan çalışmalarda ise 20 ve 25 g/l SBS konsantrasyonlarında en yüksek beyazlıklar elde edilmiştir. Bu nedenle 20 g/l SBS'in kullanımının uygun olacağı sonucuna varılmıştır.

3. SBH konsantrasyonunun beyazlığa olan etkisi çalışmalarında ise 3 ve 3.5 g/l SBH konsantrasyonlarında yüksek beyazlıklar elde edilmiştir. İki konsantrasyon arasında dikkate değer bir fark olmadığından 3 g/l SBH uygun konsantrasyon olarak kabul edilmiştir.

4. Sıcaklığın etkisini tespit etmek amacıyla yapılan denemelerde 80 °C'nin en uygun çalışma sıcaklığı olduğu görülmüştür.

5. Yukarıdaki optimum sonuçlara göre pH 7'de, 3 g/l SBH, 2 g/l SBS ve 80 °C'de farklı sürelerde yapılan çalışılmalar 30 dakikalık işlem süresinin yeterli olduğunu ortaya koymuştur.

Yapılan optimizasyon çalışmaları çerçevesinde endüstriyel uygulamalar için aşağıdaki reçete önerilmektedir:

- 3 g/l Sodyum borhidrür (%12)
- 20 g/l Sodyum bisülfid (% 39)
- 1 g/l Islatma maddesi (tercihen)
- 0.5 g/l İyon tutucu
- pH değeri: 7
- Sıcaklık : 80 °C

- Süre : 30 dk

6. Hidrosülfid ve hidrojenperoksit ağartmalarına göre daha yüksek beyazlıklar elde edilmiştir.
7. Boyama testlerinde zemin beyazlık değerleri ve haslıklar göz önüne alındığında SBH ağartmaları hidrosülfid ve hidrojenperoksit ağartmalarına nazaran avantajlıdır.
8. IR spektrumlarında ise özellikle amin bölgesinde yeni bir pik oluşumu veya olan bir pikin kaybolması şeklinde belirgin bir farklılığa rastlanmamaktadır.
9. Amino uç grubu miktarının tayini için yapılan testlerde SBH ağartması sonucunda amino grubu ham mamule göre azalmıştır. Ancak TUDO ile işlem görmüş mamule göre ise amino uç grubu miktarı daha fazla olduğu bulunmuştur.
10. Yapılan viskozite ölçümleri sonucunda SBH ile muamele edilmiş poliamid mamulde -diğer ağartma yöntemlerinde farklar oluşmasına rağmen- ham ürüne göre bir viskozite değişimi olmamıştır.
11. Mukavemet ölçüm sonuçlarına göre kopma mukavemet değerleri peroksitle muamele sonucu belirgin düzeyde azalmakta ancak SBH ile muamelede ihmal edilebilecek düzeyde az bir kayıp meydana gelmektedir.
12. Poliamid mamulde kimyasal bir hasar sonucu oluşan ışığa karşı hassasiyetin artışı tespiti amacıyla yapılan ışık haslığı testlerinde farklı ağartma işlemi görmüş boyanmış mamulün ışık haslıklarında fark görülmemiştir.
13. KOİ ölçümlerinde SBH ağartma işlemleri sonucu bulunan değerler diğer metotlardan yüksek çıkmıştır. Ancak buna rağmen kirlilik düzeyi yüksek olarak kabul edilen sınırların altındadır.

Ağartma sonucunda liflerde meydana gelen değişimleri ortaya koymak amacıyla yapılan bu grup çalışmalarının genel sonucu, -beyazlık derecesine de dağılı olarak- özellikle peroksit yönteminde olmak üzere konvansiyonel metotlarla ağartmada lif yapısında bazı hasarların olabileceğine işaret etmektedir (Nunn 1979, Cook 1984). Buna karşılık, SBH ağartmasında böyle bir sonuca rastlanmamakta ve elde edilen beyazlık değerleri de genel olarak yüksek olmaktadır.

Sonuç olarak, Sodyum Borhidrür'ün yünlü mamuller yanında Poliamid mamullerin ağartılmasında da kullanılabilir emniyetli bir ağartma maddesi olduğu ortaya konulmuştur.

5.4. Dispers Boyalı PES Mamullerin İndirgen Yıkanması

5.4.1. PES/Mikrolif mamullerin indirgen yıkanması

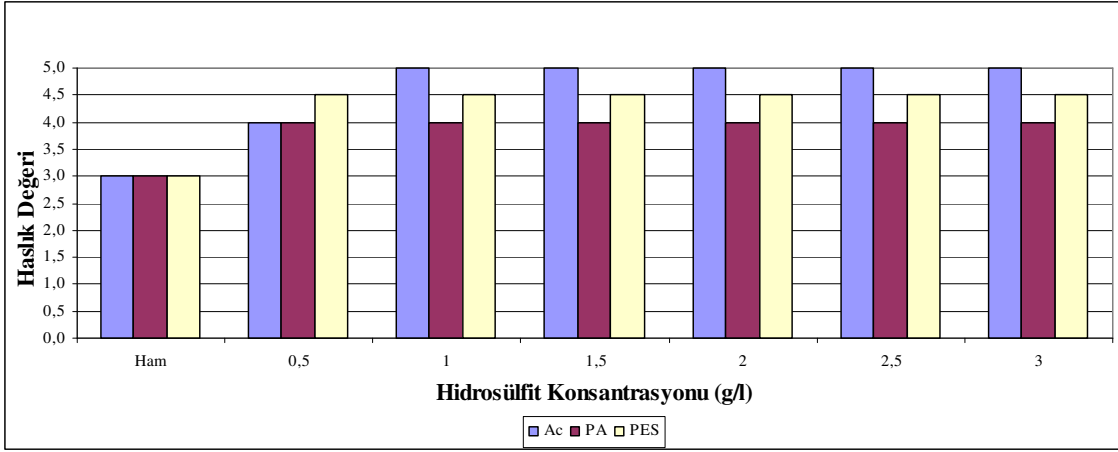
5.4.1.1. Hidrosülfite ve SBH ile indirgen yıkama sonuçlarının renk değerleri ve haslıklar üzerine etkisi

Hidrosülfite ile gerçekleştirilen ard işlemlere ait deney sonuçları incelendiğinde (Çizelge 4.22.), deney şartlarından kaynaklanması muhtemel olan birkaç istisna renk farkı değerinin ($\Delta E > 1.0$) göz ardı edilmesi durumunda hidrosülfite yapılan indirgen yıkamaların kumaşların renk tonu üzerine belirgin bir etkisinin olmadığı görülmektedir. Bu sonuçların indirgen yıkama işlemlerinin PES liflerinin 1. camlaşma sıcaklığı civarında yapılmış olması ile ilgili olduğunu söylemek mümkündür. Çünkü, bu sıcaklıklarda indirgen yıkama banyosunun liflerin içerisine nüfuz etmemesi nedeniyle renk tonu ve koyuluğu üzerine belirgin bir etkide bulunmaması beklenir.

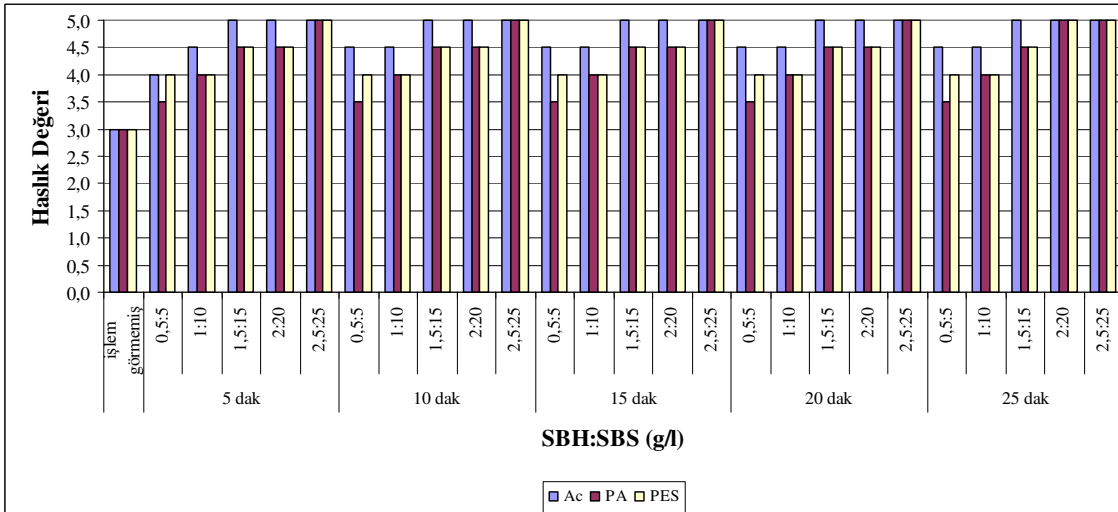
Dispers boyarmaddelerin multifibre test kumaşındaki liflerden sadece PES, PA (Naylon) ve Asetat (Ac) liflerine karşı afinitesinin olması nedeniyle genel olarak diğer lifler üzerinde bir lekeleme (kirlenme) etkisi gözlenmemektedir. Bu nedenle, bu bölümde gerek hidrosülfite ve gerekse SBH ile yapılan çalışmalara ait haslık test sonuçlarının değerlendirilmesi sadece PES, PA ve Ac liflerinin kirlenmesi üzerinden yapılarak bu liflere ait yıkama haslık sonuçları Şekil 5.18.-31’de verilmiştir.

Genel olarak hidrosülfite yapılan indirgen yıkamaların dispers boyalı PES numunelerin yıkama haslıklarının –boyarmaddenin özelliğine göre- sadece 0.5-1.0 gri skala derecesi kadar artırabildiğini, hidrosülfite konsantrasyonundaki artışa rağmen haslıkları düşük olan bazı boyarmaddelerde özellikle PA ve asetate liflerinin kirlenmesi açısından 3.5 veya 4’ün üzerine çıkarılamadığını göstermektedir.

SBH ile gerçekleştirilen ard işlemlerde ise genel olarak haslıkların belirgin düzeyde arttığı gözlenmiştir. Toplam renk farkı değerlerinin (DE) genel olarak 1.0’in altında olması nedeniyle meydana gelecek renk farklarının pratik açıdan büyük bir anlam ifade etmeyeceğini söylemek mümkündür.

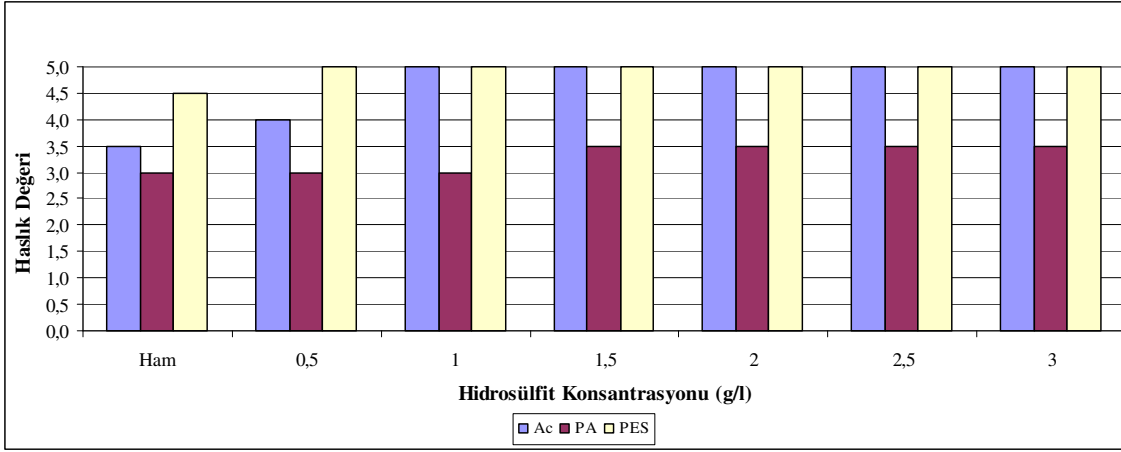


Şekil 5.18. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde hidrosülfüt ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi

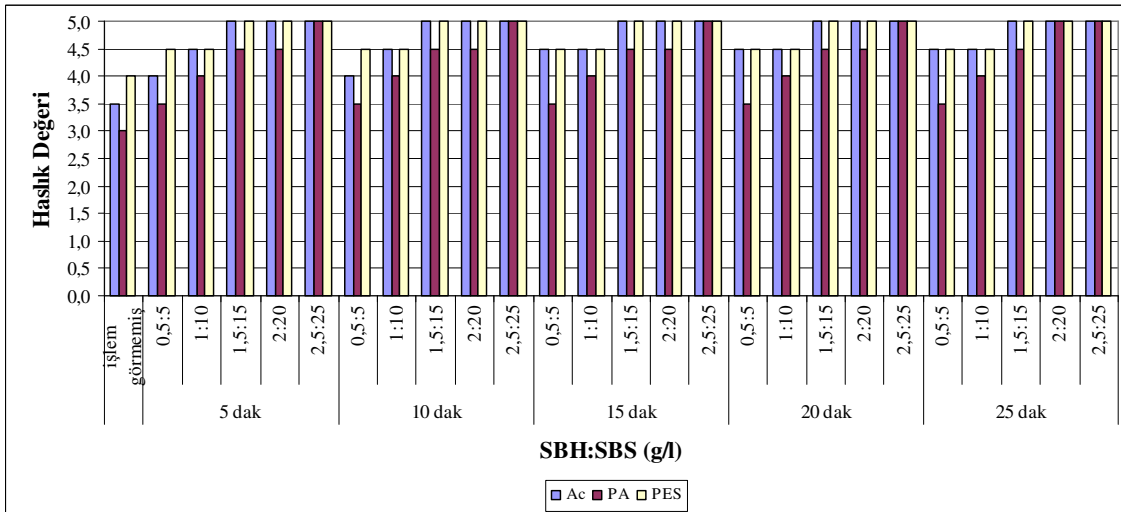


Şekil 5.19. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

Şekil 5.19'daki haslık değerlerine göre azo yapılı Dispers Blue 79/1 boyarmaddesi ile boyanmış mamulün yıkama haslıkları, indirgen yıkamada kullanılan SBH konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak artmaktadır. 2:20 g/l SBH:SBS 25 dk süre ile 80 °C'de ve 2.5:25 g/l SBH:SBS 5 dk süre ile uygulandığında işlem görmemiş mamule göre PES, PA 6.6 ve asetat üzerindeki kirlenmelerde ikişer derecelik bir artışla maksimum haslık değerleri (5) elde edilmiştir. Hidrosülfitle yapılan yıkamalarda PES ve PA lifleri üzerinde elde edilen maksimum haslık değerleri sırayla 4-5 ve 4 seviyesinde kaldığından SBH ile yapılan indirgen yıkamaların haslıklar açısından daha etkin olduğu ortaya çıkmaktadır.



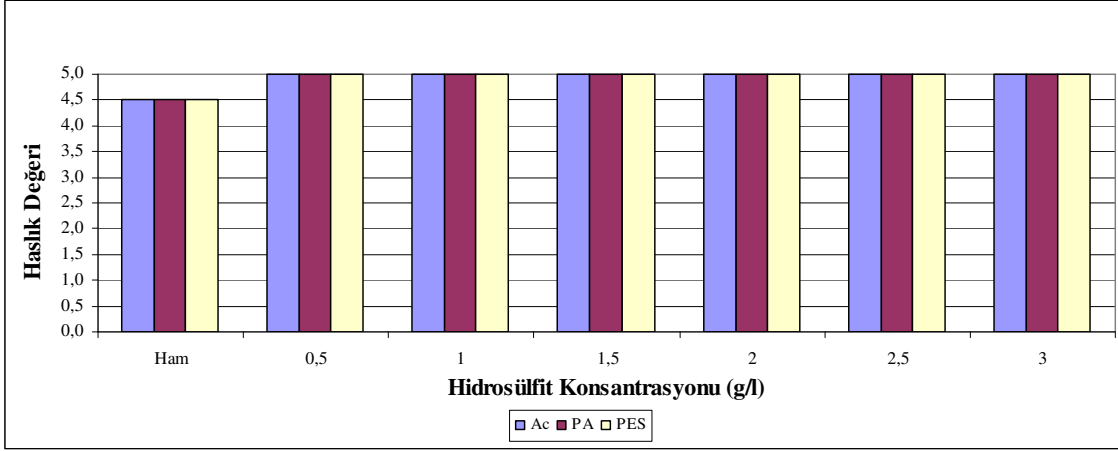
Şekil 5.20. Dispers Red 167/1 ile boyanmış mamulde hidrosülfıt ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değışimi



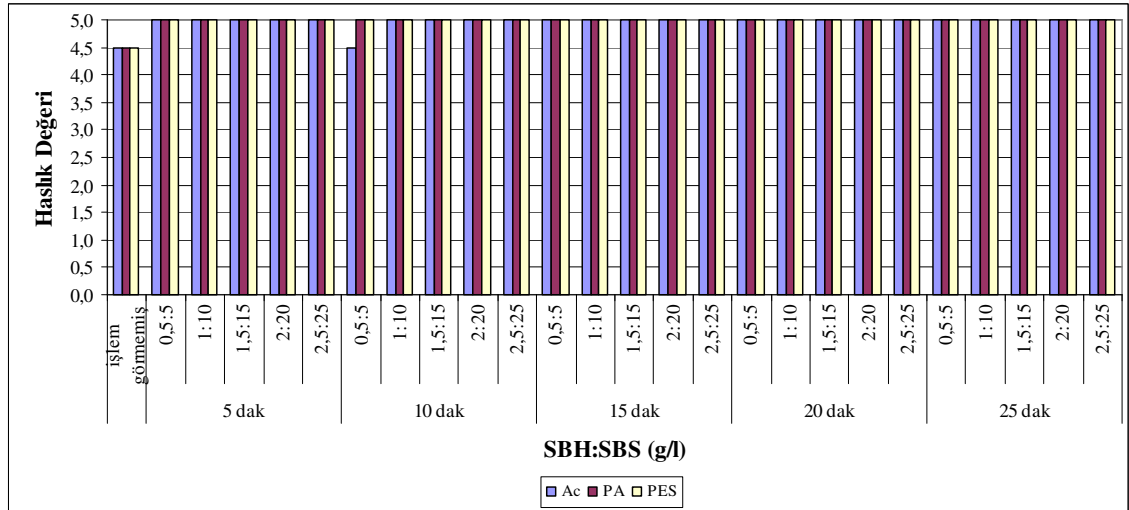
Şekil 5.21. Dispers Red 167/1 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değışimi

Dispers Red 167/1 ile boyanmış polyester mamulün hidrosülfıt ile işlem sonucu PA kirlenme derecesine ait haslık değerlerinde bir artış gözlenmezken SBH ile indirgen yıkama işlemleri sonucunda en yüksek haslık değerlerine (5), 2:20 g/l SBH:SBS konsantrasyonu ile 25 dakikada ulaşıldığı görülmektedir (Şekil 5.21). Konsantrasyon artırıldığında ise farklı sürelerde yine en yüksek haslıklar elde edilebilmektedir. Buna göre tablo ve grafik incelendiğinde konsantrasyon artışı ile haslık değerleri arasında paralel bir ilişki olduğu göze

çarpmaktadır. Nitekim yapılan istatistik analizlerine göre haslıklar üzerinde SBH:SBS konsantrasyonunun en etkili faktör olduğu görülmektedir.



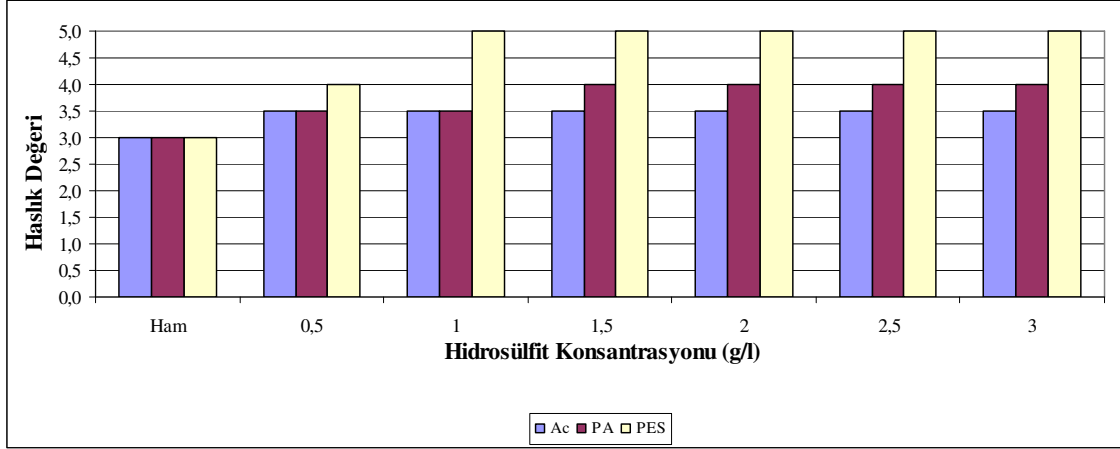
Şekil 5.22. Dispers Orange 30 ile boyanmış mamulde hidrosülfüt ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi



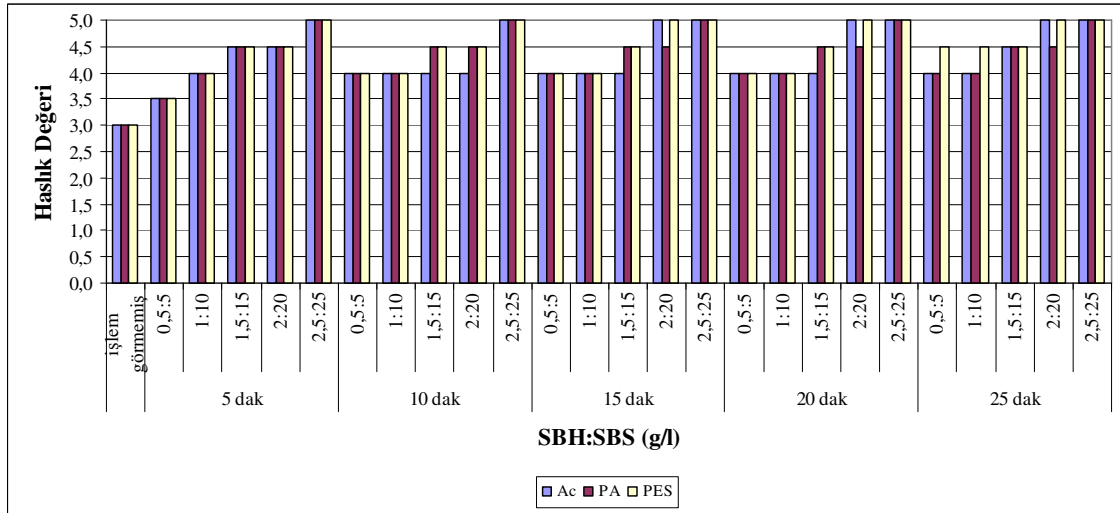
Şekil 5.23. Dispers Orange 30 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

D sınıfı Dispers Orange 30 ile boyanmış mamule gerek hidrosülfüt gerekse SBH ile uygulanan indirgen yıkamalar sonrası haslıklarda kayda değer bir artış gözlenmemektedir. Çünkü boyarmaddelerin temin edildiği firma önerisi doğrultusunda çalışılan konsantrasyonda ard işlem görmemiş üründe dahi haslıklar son derece yüksek olmuştur. Sonuç olarak her iki

yöntemde de yarım derecelik bir artış elde edilerek 5 dk sürede 0.5:5 g/l SBH:SBS ile 5 en yüksek haslık değerine ulaşılmıştır.



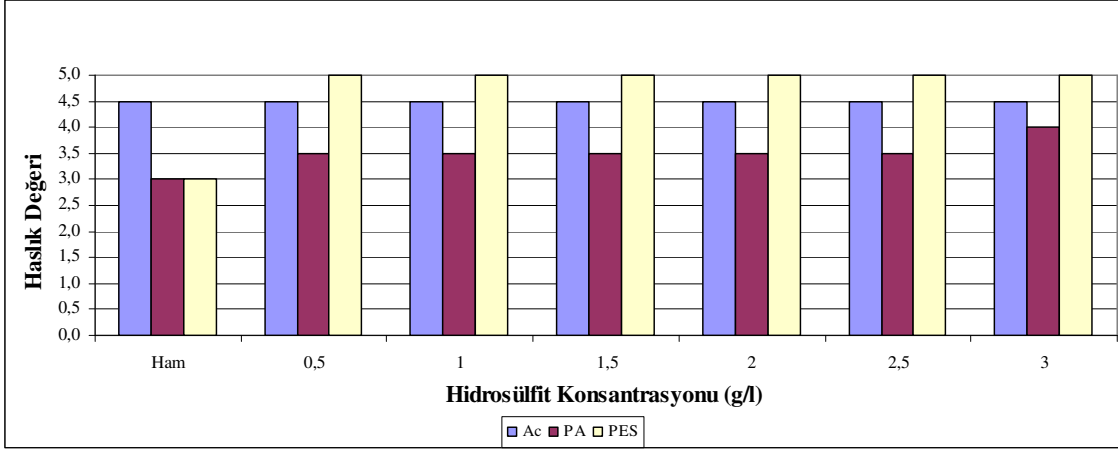
Şekil 5.24. Dispers Black PRL ile boyanmış mamulde hidrosülfit ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi



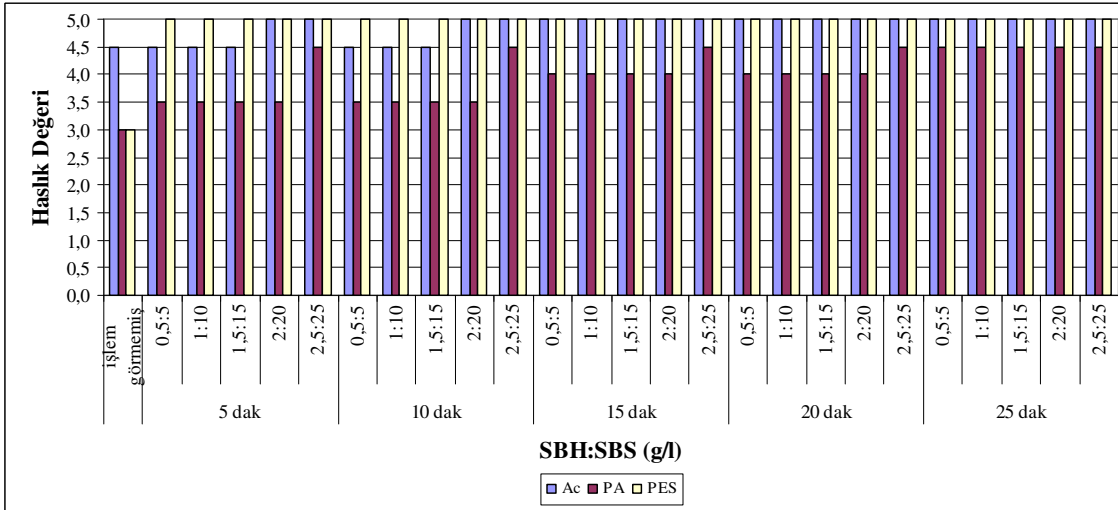
Şekil 5.25. Dispers Black PRL ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

Yukarıdaki 3 azo yapılı dispers boyarmaddenin karışımından oluşan Black PRL ile boyanmış numunelerde SBH ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda haslıklarda ciddi artışlar görülmüştür. Diğer boyarmaddelerde olduğu gibi Black PRL boyamalarına uygulanan SBH ard işleminin haslık değerleri konsantrasyon artışına paralel olarak yükselmiştir. İşlem

görmemiş mamulün haslık değerlerinin PES, PA ve Ac kirlenme dereceleri için 3 olduğu ve hidrosülfite ile PA için en fazla 4 ve Ac için en fazla 3.5 haslık değerleri elde edilebildiği göz önüne alındığında, 2.5:25 g/l SBH:SBS konsantrasyonlarında çalışılarak 5 dk sürede en yüksek haslık değeri olan 5 seviyesine ulaşılması önemli bir iyileşme olarak ortaya çıkmaktadır.

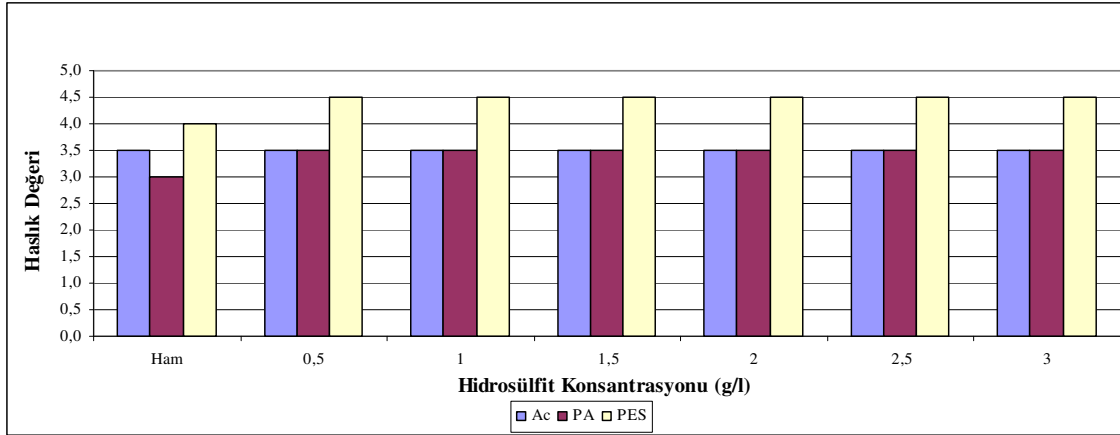


Şekil 5.26. Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi

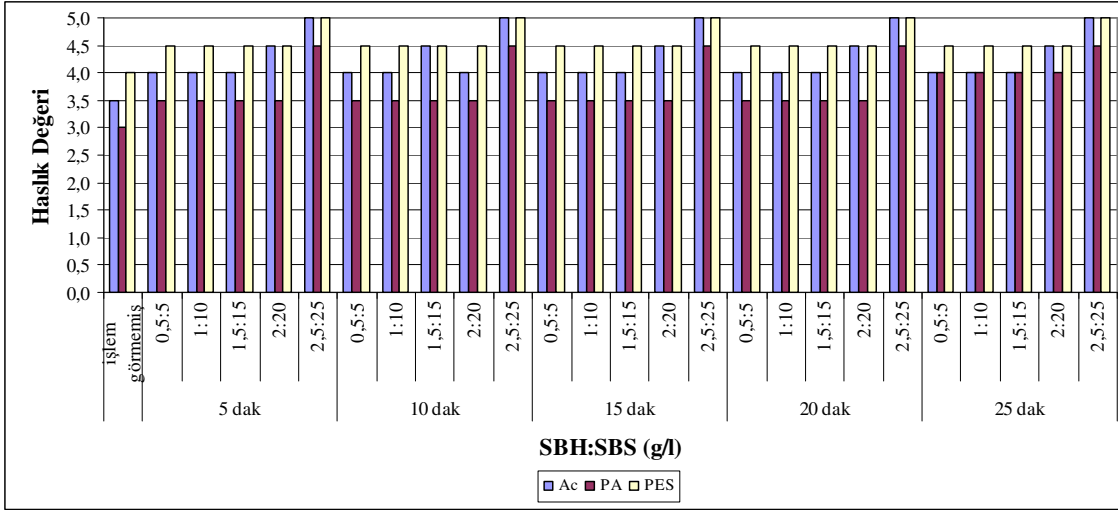


Şekil 5.27. Dispers Blue 56 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

Blue 56 boyamalarına uygulanan SBH ard işlemi sonuçlarının haslıklarında (Şekil 5.27) diğer boyarmaddelere göre farklı bir durum gözlenmektedir. Şöyle ki, özellikle düşük konsantrasyon değerlerinde haslıklar üzerinde SBH:SBS konsantrasyonundan daha çok süre etkili olmaktadır. Örneğin, en düşük konsantrasyon değerleri olan 0.5:5 seviyesinde indirgen yıkama işleminin 25 dakikaya kadar uzatılması ile maksimum haslık değerlerine yaklaşılmaktadır. Blue 56 boyarmaddesinin daha önceki boyarmaddelerden farklı davranış göstermesinin antrakininon esaslı bir boyarmadde olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. PES ve asetatta haslık değeri daha çabuk artarken PA 6.6'da bu değerlere ancak yüksek konsantrasyon ve sürelerde çalışılarak ulaşılabilmektedir. Maksimum haslık değerleri 20 dakikada 2.5 g/l SBH'ün 25 g/l SBS eşliğinde uygulanması ile veya 25 dakika işlem süresinde çalışılarak elde edilmiştir.



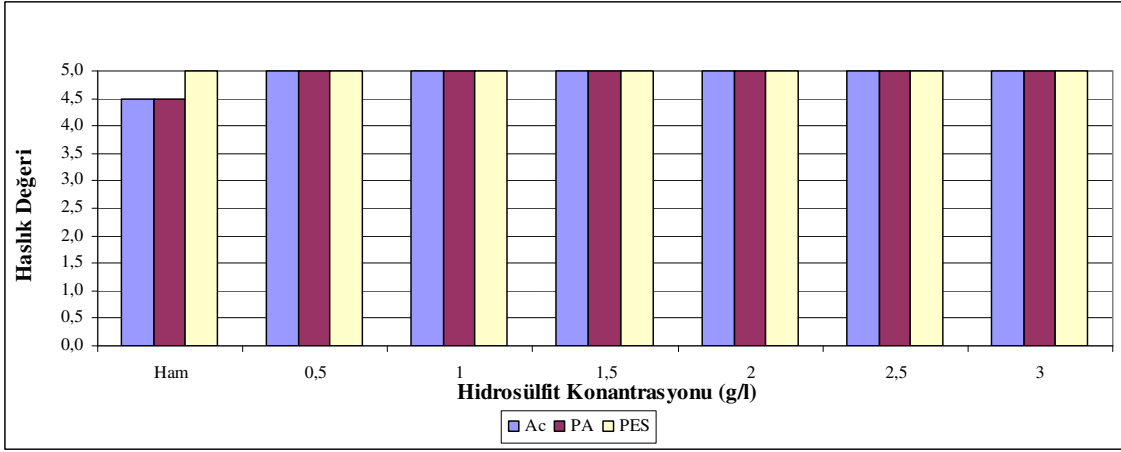
Şekil 5.28. Dispers Red 60 ile boyanmış mamulde hidrosülfid ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi



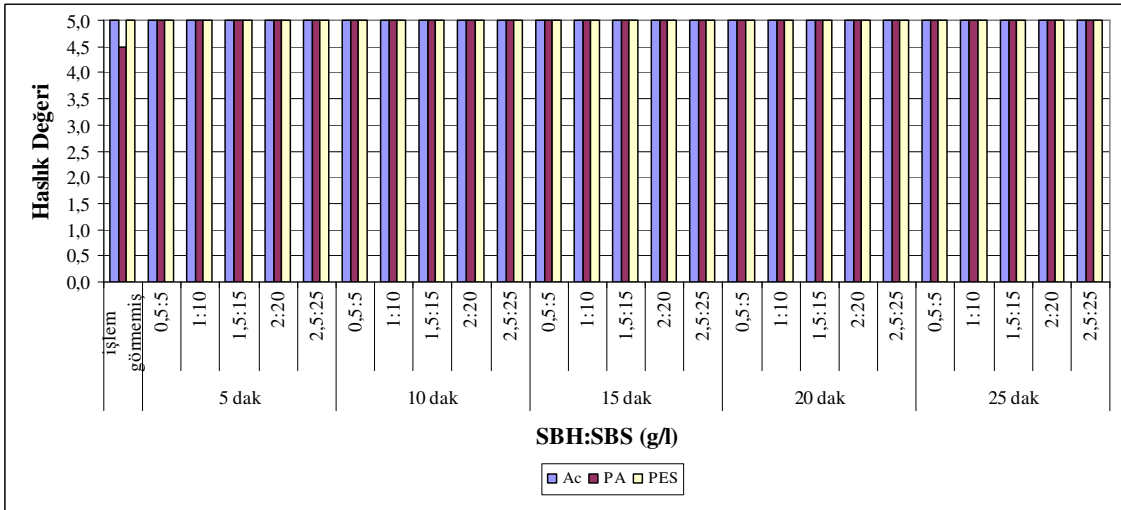
Şekil 5.29. Dispers Red 60 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

Şekil 5.29 SBH:SBS konsantrasyonlarındaki artışa bağlı olarak Dispers Red 60 ile boyalı numunelerdeki haslık artışının diğer boyarmaddelere göre daha yavaş gerçekleştiğini göstermektedir. Özellikle PA 6.6'daki kirlenme derecesine ait sonuçlar ancak yüksek konsantrasyonlarda yüksek haslıklara ulaşılabileceğini göstermekte ve yüksek konsantrasyon ve uzun sürelerle rağmen maksimum haslık değerine ulaşamamaktadır. Hidrosülfid ile muamele sonucunda ise asetat ve poliamid kirlenme derecelerinde iyileşme görülmemektedir.

Antrakinin yapıları boyarmaddelere uygulanan indirgen yıkamaların haslık sonuçları, hidrosülfidin bu boyarmaddelerde daha az etkin olduğunu göstermektedir. Örneğin Blue 56 için 3 g/l hidrosülfid kullanılarak ve uzun sürede ancak 1 derecelik haslık artışı sağlanabilmekte, Red 60'ta ise sadece yarım puanlık bir artış elde edilebilmektedir



Şekil 5.30. Dispers Yellow 64 ile boyanmış mamulde hidrosülfüt ile yapılan indirgen işlemler sonucunda meydana gelen haslık değişimi



Şekil 5.31. Dispers Yellow 64 ile boyanmış mamulde sodyum borhidrür ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

Dispers Yellow 64 boyarmaddesinin gerek sarı renkli olması ve gerekse düşük konsantrasyonda çalışılması nedeniyle ard işlem görmemiş mamulün bile yıkama haslıkları yüksektir. Sadece PA liflerini kirletme derecesi 4-5 olup, en hafif şartlarda yapılan bir yıkama ile bile (0.5:5 g/l SBH:SBS ile 5 dk) haslık derecesi 5'e çıkmaktadır.

Sodyum borhidrür ile gerçekleştirilen ard işlemlerde ΔE ve haslık değerlerine dispers boyarmadde türünün, SBH:SBS konsantrasyonlarının ve sürenin etkisi incelenmiştir (Ek 1).

Haslık deęerlendirmelerinde multifibre test kumařının PES, PA 6.6 ve Asetat b6l6mleri ayrı ayrı istatistiki analize tabi tutulmuřtur.

SNK test sonuları incelendięinde deneylerde kullanılan ilk 6 boyarmadde arasında DE deęerleri aısından bir farklılıęın bulunmadıęı, ancak Dispers Yellow 64 boyarmaddesinin dięerlerinden farklı bir etkiye sahip olduęu ortaya ıkmaktadır. Bu sonu, SBH ile indirgen yıkamaların Yellow 64 boyarmaddesi ile boyanan numunelerde anlamlı renk farklılıklarına yol aabileceęini g6stermektedir

Varyans analizine g6re haslıklardaki deęiřime boyarmadde, konsantrasyon ve s6renin etkisinin incelenmesi sonucu, PES iin kirlenme derecesinde s6renin etkisinin olmadıęı saptanmıřtır. Ancak boyarmadde t6r6 ve konsantrasyonun etkisi b6y6kt6r. 0.05 6nem seviyesinde 0.5:5 ve 1:10 g/l SBH:SBS ile 1.5:15 ve 2:20 g/l SBH:SBS etkisinin aynı olduęu tespit edilmiřtir. Ayrıca 2.5:25 g/l SBH:SBS konsantrasyonunun farklı bir etki g6sterdięi tespit edilmiřtir. Boyarmaddelerin etkisinin incelemeleri sonucunda ise Red 167/1, Blue 56 ve Yellow 64 boyarmaddelerinin PES'i kirlenme derecelerinin aynı etkiye sahip olduęu g6r6lmektedir. Benzer řekilde Black PRL ve Red 60 boyarmaddeleri de aynı etkiyi g6stermektedir. Bu sonular deęerlendirildięinde SBH ile ard iřlemlerde PES'in kirlenme derecesi iin boyarmaddenin kimyasal yapısı veya molek6l b6y6kl6ę6n6n deęil iřlem s6resinin etkin olduęu sonucuna varılabilir.

Multifibre test kumařında PA 6.6'nın kirlenme derecesinde t6m fakt6rlerin etkili olduęu varyans analizi sonularından g6r6lmektedir. Ancak s6renin etkisi dięer fakt6rlere g6re nispeten daha d6ř6kt6r. 3 fakt6r6n kesiřimi ile konsantrasyon-s6re kesiřimleri bu 6nem d6zeyinde anlamlı deęildir. PA 6.6 kirlenme derecesinde Black PRL, Blue 79/1 ve Red 167/1 boyarmaddelerinin benzer etkinlięe sahip olduęu saptanmıřtır. Buna g6re azo yapılı boyarmaddelerle alıřıldıęında ortalama deęerler g6z 6n6ne alındıęında PA kirlenmesi 6zerinde SBH indirgen yıkamalarının etkin olduęu sonucuna varılabilir. Konsantrasyonların etkisinin incelenmesi sonucunda PES ile aynı sonular elde edilmiřtir. 0.05 6nem d6zeyinde 0.5:5 ve 1:10 g/l SBH:SBS ile 1.5:15 ve 2:20 g/l konsantrasyonda SBH:SBS kullanılmasının anlamlılık d6zeyi aynıdır. İřlem s6relerindeki en 6nemli fark ise 5 dakika ve 25 dakika arasında g6r6lmektedir.

Asetatın kirlenmesine hangi fakt6rlerin etkili olduęunu tespit etmek amacıyla yapılan varyans analizine g6re $\alpha=0.05$ 6nem seviyesinde boyarmadde, konsantrasyon ve kısmen

sürenin etkili olduğu bulunmuştur. SNK testi sonucunda boyarmaddelerin haslık değerleri ortalaması arasında farklılıklar görülmektedir. Buna göre Dispers Yellow 64 ve Orange 30'un asetati kirletme etkisi aynıdır. Black PRL ve Red 60 benzer etkileri gösterirken, Blue 56, Blue 79/1 ve Red 167/1 boyarmaddelerinin etkileri aynıdır. Diğer liflerin kirlenmesinden farklı olarak asetatta 0.5:5 ve 1:10 g/l konsantrasyonlarda SBH:SBS etkisi aynı olurken diğer konsantrasyonların etkileri birbirinden farklı olmaktadır. Süre etkisi ise belirgin olarak 5 ve 25 dakikalarda farklılık göstermektedir.

5.4.1.2. Kimyasal oksijen ihtiyacı

Farklı dispers boyarmaddelerle boyanmış polyester mamullere SBH ve hidrosülfite ile uygulanan indirgen yıkamalarda ortaya çıkan atık banyoların KOİ değerleri incelendiğinde kirlilik düzeylerinde çok büyük farklılıkların olmadığı anlaşılmaktadır. Red 167/1 ve Yellow 64'te SBH'ün hidrosülfite göre biraz daha yüksek; diğerlerinde ise SBH'in daha düşük KOİ değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Dolayısıyla bu sonuçlara göre SBH'ün çevresel açıdan hidrosülfite göre belirgin bir dezavantajının veya avantajının olmadığını söylemek mümkündür.

5.4.1.3. Hidrosülfite ve SBH'ün atık indirgen yıkama banyolarının dekolorizasyonu üzerine etkisi

Çevresel olarak tekstil atık sularının toksitesinin yanı sıra daha çok görsel kaygılarla başlayan ancak günümüzde önemli bir atık su kriteri durumunda olan renklilik önemli bir kirlilik parametresidir. Bu nedenle atık suyun renginin giderilmesi için birçok tedbir alınmaktadır. Bunlardan bir tanesi de –indirgen yıkamada olduğu gibi- atık suda bulunan boyarmaddelerin indirgenerek renklerinin ortadan kaldırılmasıdır.

Deneysel çalışmalar sırasında SBH ile yapılan indirgen yıkamalarda ortaya çıkan atık su banyolarının hidrosülfite banyolarına göre belirgin şekilde daha renksiz (açık) olduğu gözlemlendiğinden söz konusu banyoların renklilik durumları da gerek geçirgenlik (transmisyon) değerlerinin ölçümü ve gerekse atık banyolardan tüplere alınan banyoların resimlenmesi ile değerlendirilmiştir.

Geçirgenlik değerlerini gösteren grafikler, SBH ile yapılan indirgen yıkamalara ait atık banyoların tümünde geçirgenlik değerlerinin hidrosülfitle yapılanlara göre daha yüksek olduğunu açıkça göstermektedir. Bu durum, SBH ile yapılan indirgen yıkamalarda hidrosülfite göre çok iyi bir renk giderimi olduğunu da göstermektedir.

Atık indirgen yıkama banyolarına ait resimler Ek 4.1-7 arasında görülmektedir. Resimlerde solda H ile gösterilen tüplerdeki numuneler hidrosülfitle atık işlem banyolarını, S ile sağda gösterilenler ise SBH'lü işlem banyolarını göstermektedir.

Atık banyolara ait fotoğraflardan açıkça görüldüğü üzere SBH (S) ile ard işlem sonucunda banyoların rengi büyük oranda giderilmiştir. Özellikle hidrosülfitin (H) azo boyarmaddelerinde atık sularındaki renk giderimi konusunda SBH'e göre zayıf kaldığı açıkça görülmektedir. SBH ile, Blue 79/1 ve Blue 56 dışındaki atık banyolarda SBH ile gözle görülür derecede renk giderimi sağlanmıştır. Geçirgenlik değerlerini teyit eden bu sonuçlar, SBH'ün aynı zamanda renk giderimi açısından da hidrosülfite göre çok etkili olduğunu ortaya koymaktadır. Nitekim konu ile ilgili yapılan çalışmalarda da paralel sonuçlar elde edildiği görülmüştür (Ghoreishi ve Haghighi 2003).

5.4.1.4. Polyester/mikrolif mamullerin indirgen yıkanması ile ilgili genel değerlendirme

Sodyum borhidrür ile bisülfite katalizörlüğünde nötral pH'da gerçekleştirilen indirgen yıkama işlemleri sonucunda mamulde konsantrasyon artışına bağlı olarak yüksek haslıklar elde edilmiştir. Özellikle azo kimyasal sınıfına dahil Blue 79/1 ve Red 167/1 dispers boyarmaddeleri ile 20 dakikada 2:20 g/l SBH:SBS kullanılarak en yüksek (5) haslık değerlerine ulaşılmıştır. Hidrosülfite gibi klasik indirgen yıkama maddelerinin genellikle başarılı olamadığı antrakinin yapıları dispers boyarmaddelerden örneğin Blue 56 için bile SBH ile maksimum değerlerin elde edilebildiği görülmektedir. Özellikle deneylerde kullanılan antrakinin yapıları boyarmaddelerin küçük moleküllü olması ve dolayısı ile yaş haslıklarının düşük olma eğiliminde olması dikkate alındığında SBH ile uygulanan indirgen yıkama işleminin başarılı olduğu söylenebilir.

Haslık değerlendirmelerinde özellikle naylonun kirlenme derecesi incelendiğinde hidrosülfitle yapılan yıkama işlemlerinde azo yapıları boyarmaddelerde ancak 1'er puanlık artış sağlanırken antrakinin ve metin yapıları boyarmaddelerde (Blue 56, Red 60) en fazla yarım

derecelik bir artış gözlenmiştir. Ayrıca hidrosülfitin kararsız bir bileşik olması nedeniyle etkinliğinin az olduğu, konsantrasyon artışına bağlı olarak haslıklarda belirgin bir artışın meydana gelmediği dikkat çekmektedir.

Ekolojik olarak, indirgen yıkamaların nötral pH'da yapılması sodyum borhidrür için çok önemli bir avantaj sağlamaktadır. Böylece hidrosülfite ile işlem sonucunda gerçekleştirilen ek bir nötralizasyon adımına gerek kalmamaktadır. Kimyasal oksijen ihtiyacı sonuçları incelendiğinde ise konvansiyonel metotla arasında büyük bir fark bulunmamıştır. Bazı boyarmaddelerde hidrosülfite, diğer bazılarında da SBH ile daha düşük KOİ değerleri elde edilmiştir.

Diğer taraftan, atık indirgen yıkama banyolarından alınan numuneler üzerinde yapılan geçirgenlik ölçümleri ve görsel değerlendirmeler SBH'ün hidrosülfite göre çok iyi bir renk giderim etkisine sahip olduğunu da ortaya koymuştur.

Haslık ve çevresel etki değerlendirmeleri sonucunda genel olarak sodyum borhidrür ile indirgen bir ard işlem için aşağıdaki reçete önerilebilir.

Reçete

- 2.5 g/l SBH (%12)
 - 25 g/l SBS (%39)
 - 1 g/l noniyonik yıkama maddesi
- pH 7'de 80 °C'de 5 dakika

5.4.2. Dispers boyalı PES/Elastan mamullerin indirgen yıkamaları

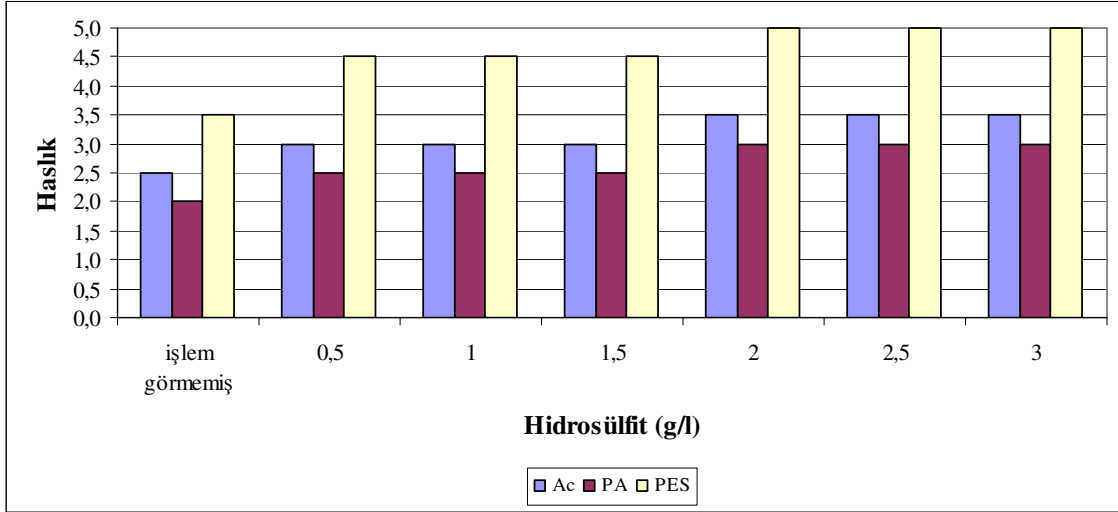
5.4.2.1. Hidrosülfite ve SBH indirgen yıkama sonuçlarının renk değerleri ve haslıklar üzerine etkisi

Hidrosülfite ve SBH ile ard işlem uygulamış elastanlı mamulün renk değerleri Çizelge 4.39, 4.42, 4.45 ve 4.48'de görülmektedir. Buna göre her iki işlem sonunda DE renk farkı ve renk verimi değerlerinde belirgin farklar görülmemiştir. SBH ard işlemi sonrası K/S ve DE incelemelerinde ise belirgin farklar olmadığı görülmektedir. DE' nin genelde 1'in altında olduğu sadece konsantrasyon artışına bağlı olarak bir miktar renk farkı bulunmuş ancak

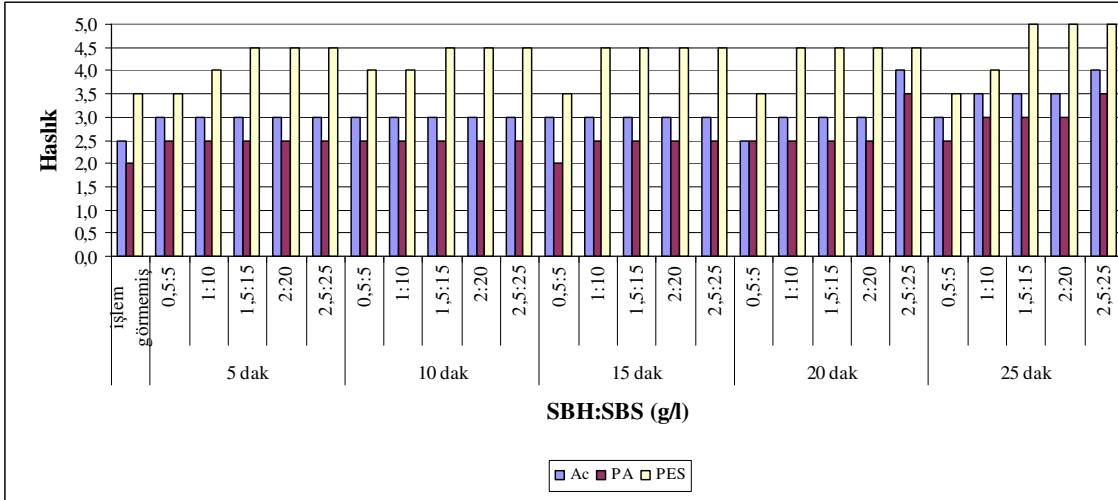
bunun sonuçları etkileyecek düzeyde olmadığı düşünülmüştür. Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulün hidrosülfite ile yapılan ard işlemleri sonucu tüm DE değerlerinin 1'den yüksek çıkması dikkat çekicidir. Haslıklarda yüksek değerler elde edilmemesi hidrosülfite bu alanda kullanımın güvenli olmadığını göstermektedir. SBH ile çalışma sonucunda DE değerlerinin oldukça düşük kalması (< 0.5) hem renk verimi hem haslıklar açısından kullanımının önemli avantajlar sağladığını göstermektedir. Hidrosülfite ile yapılan ard işlemlere ait DE değerleri de çok yüksek değildir, ancak haslıkların istenen seviyelere ulaşmaması bu madde ile çalışmanın yeterli olmadığını göstermektedir.

Dispers boyarmaddelerin multifibre test kumaşındaki PES, PA ve Asetat liflerine karşı afinitesinin olması nedeniyle diğer polyester boyamalarının haslık değerlendirmelerinde olduğu gibi elastan ile çalışma sonuçlarının değerlendirilmesinde de sadece bu liflerin kirlenme dereceleri göz önünde bulundurulmuştur. Hidrosülfite ile ard işleme tabi tutulmuş düşük enerji seviyeli Dispers Blue 56 ile boyama sonucunda elde edilen haslık değerleri incelendiğinde (şekil 5.32) polyester lifinin kirlenme derecesinde belirli bir iyileşme gözlenirken asetat ve poliamidte bu durum söz konusu olmamıştır. SBH muamelesi sonucunda ise maksimum süre (25 dakika) ve maksimum konsantrasyon oranlarında (2.5:25 g/l SBH:SBS) çalışılmasına rağmen belirgin bir iyileşme sadece PES kirlenme derecelerinde görülmüştür. Bunun en önemli nedeni boyarmaddenin molekül büyüklüğü ve kimyasal yapısıdır. Molekül ağırlığı düşük dispers boyarmaddeler polyester liflerinin boyama mekanizması göz önüne alındığında düşük haslık değerleri vermesi mümkündür. Elastan liflerinde ise düşük camlaşma sıcaklığı nedeniyle dispers boyarmaddeler bu life kolayca absorbe olur ancak lif ile kenetlenmez. Bu nedenle genel olarak haslıklar düşük olmakta küçük molekülü dispers boyarmaddeler ile boyanma sonucunda bu durum daha belirgin bir şekilde ortaya çıkmaktadır (Hawkyard 2004). Polyester mikrolif mamullerin ard işlemleri ile ilgili yapılan çalışmalardan SBH'ün özellikle azo yapıları boyarmaddelerde daha etkin olduğu görülmüştür. Aynı durum elastan mamullerle çalışırken de geçerlidir. Bu nedenle Dispers Blue 56'nın hem antrakinon yapıları olması ve hem de küçük molekülü olması ve elastan gibi hassas bir mamulle çalışıldığı göz önünde bulundurulduğunda düşük haslıkların elde edilmesi kaçınılmazdır. Elastan liflerinin polyester ile karışımlarında üretici firmalar özellikle orta enerji sınıfından dispers boyarmaddelerin kullanılmasını önermektedirler. SBH ile ard işlemlerde daha yüksek konsantrasyon ve uzun işlem sürelerinde çalışılarak haslıkların

iyileştirilebileceği düşünülebilir. Ancak her ne kadar nötral bir ortamda çalışılsa da elastan mamulde elastikiyet kaybı ile sonuçlanabilecek bazı hasarların meydana gelme ihtimali bulunduğundan çalışma şartları daha fazla ağırlaştırılmamıştır.

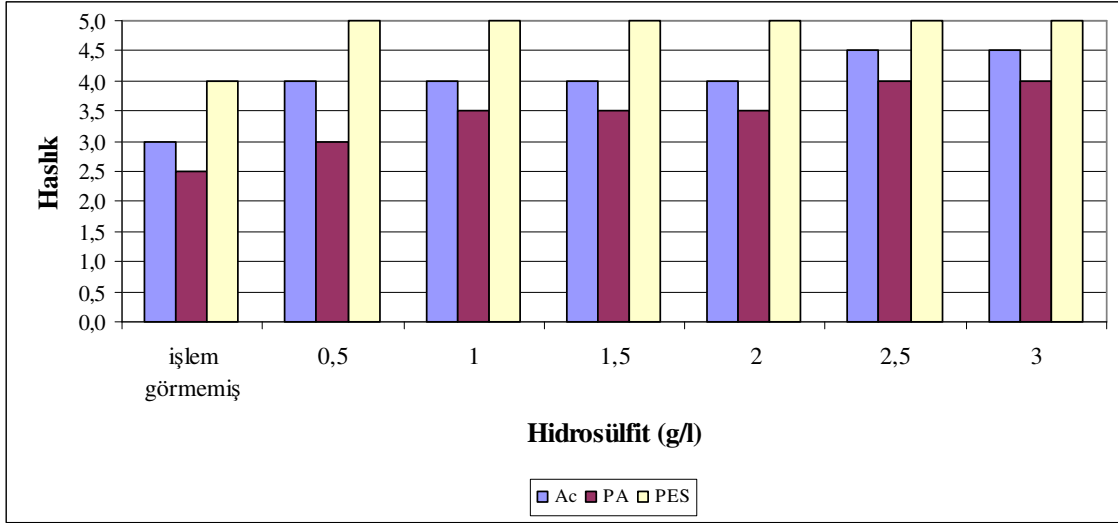


Şekil 5.32. Dispers Blue 66 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

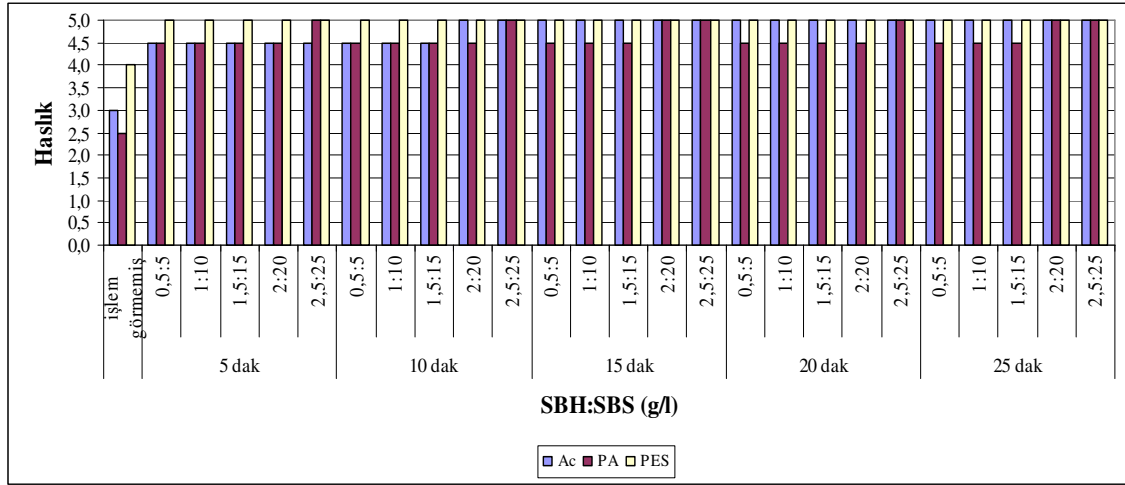


Şekil 5.33. Dispers Blue 66 ile boyanmış mamulde SBH ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulün indirgen yıkama işlemleri sonucunda hidrosülfitin 2.5 g/l kullanılması ile maksimum değerlere ulaşıldığı görülmektedir. Elde edilen değer naylon için 4 ve asetat için 4.5 olmuştur (Şekil 5.34). Ham mamule göre ise belirgin bir artış gözlenmiştir. Ancak SBH ile ard işlem sonrasında 25 dakikada 2:20 g/l SBH:SBS konsantrasyonlarında 5 maksimum haslık değerleri elde edilmiştir. Bu durum SBH'ün orta enerji seviyeli dispers boyarmaddelerle kullanımının avantajlı olduğunu göstermektedir. Ayrıca antrakinon esaslı bir boyarmadde olmasına rağmen konvansiyonel C sınıfı dispers boyarmaddelerle elastanlı mamullerin boyama sonrası ard işlemlerinde SBH'ün hidrosülfite göre daha başarılı bir kullanım alanına sahip olduğu görülmektedir.

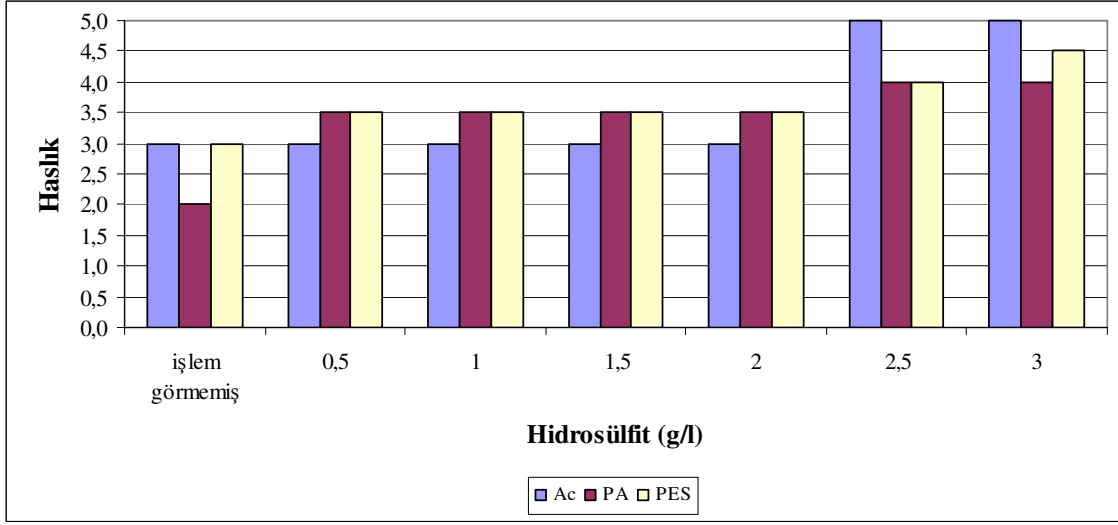


Şekil 5.34. Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulde hidrosülfite ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

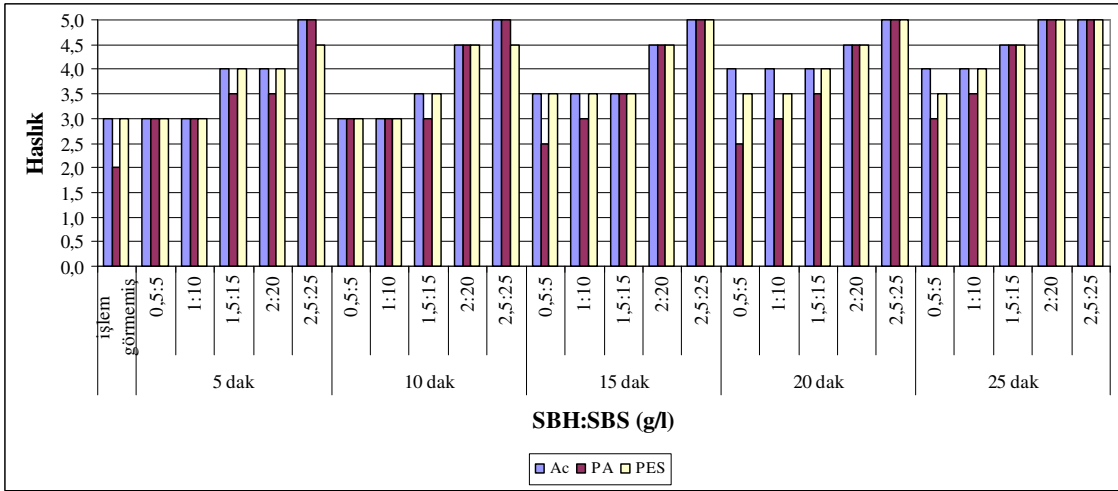


Şekil 5.35. Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulde SBH ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

Azo esaslı ve yüksek enerji sınıfından Dispers Blue 79/1 ile boyanmış PES/elastan mamulün hidrosülfite ile yapılan ard işlemleri sonrası yıkama haslık değerlerinin PES ve PA kirlenme derecelerinde 3 g/l hidrosülfite dahi maksimum 5 değerine ulaşamadığını göstermektedir. Esasen yüksek haslıklar beklenen yüksek molekül büyüklüğüne sahip bu tür boyarmaddelerde hidrosülfitin yeterli derecede etkin olmadığı bu sonuçlarla ortaya çıkmaktadır. SBH ile ard işlemlere ait yıkama haslıkları ise Şekil 5.42'den görüldüğü üzere 15 dakika ve 2.5:25 g/l SBH:SBS ile maksimum 5 değerine ulaşmaktadır. Çok kısa sürelerde dahi çok etkin olması diğer sınıf boyarmaddelere göre Dispers Blue 79/1'in azo kimyasal yapısına sahip olması ile ilişkilendirilebilir.



Şekil 5.36. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde hidrosülfit ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi



Şekil 5.37. Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulde SBH ile yapılan indirgen yıkamalar sonucunda meydana gelen haslık değişimi

SBH'ün PES/elastan mamullerin ard işlemlerinde kullanılabilirliğini etkileyen faktörlerin istatistiksel incelemesi Ek 5'de yer almaktadır. Faktör olarak boyarmadde, süre ve konsantrasyon seçilerek analizler gerçekleştirilmiştir. Boyarmadde, süre ve konsantrasyonun DE, haslık (PES, PA ve asetat lekeleme dereceleri) ve kalıcı uzama değerleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Varyans analizi sonuçlarına göre boyarmadde türü ve konsantrasyonu DE

değeri üzerine etkilidir. Ancak sürenin bir etkisi bulunmamaktadır. Konsantrasyonlardan 0.5:5 ve 1:10 g/l SBH:SBS konsantrasyonlarının ise etkisi aynıdır. Asetat, naylon ve polyesterin lekelenme dereceleri üzerine boyarmadde, süre ve konsantrasyonun etkisi vardır. Asetat için boyarmadde türü, süre ve boyarmadde konsantrasyonunun birlikte etkisi bulunurken, poliamid lekelenmesinde boyarmadde ve konsantrasyonun etkisi görülmemiştir. Polyester lekelenme derecesinde ise boyarmadde ve sürenin beraber etkisinin olmadığı varyans analizi ile bulunmuştur. SNK analiz sonuçları incelendiğinde haslıklar üzerinde boyarmadde türlerinin tümünün etkisinin birbirinden farklı olduğu görülmektedir. Polyester lifinin lekelenmesinde tüm konsantrasyonların etkisi farklı iken diğer liflerde en düşük iki konsantrasyonun etkisi aynıdır. Mamulün elastikiyet derecesinin belirlenmesine yardımcı olmak amacıyla gerçekleştirilen uzama testlerinin sonucunda uygulanan varyans analizleri kalıcı uzama değerlerine boyarmadde ve sürenin etkili olduğunu gösterirken konsantrasyonun bir etkisinin olmadığını göstermektedir. Dispers Blue 79/1'in kalıcı uzamaya etkisi diğerlerinden farklıdır.

5.4.2.2. Polyester/elastan mamullerin indirgen yıkanması ile ilgili genel değerlendirme

SBH ile çalışmalar sonucu genel olarak en uzun çalışma süresi olan 25 dakikanın haslıklarda etkin olduğu bulunmuştur. Küçük molekül büyüklüğüne sahip antrakinin yapıları Dispers Blue 56 ile boyanmış PES/elastan karışımlarına uygulanan hidrosülfite ve SBH ağartmalarının her ikisi için de yüksek performans elde edilememesine rağmen hidrosülfite göre yarım derecelik artış sözkonusudur. Çok yüksek haslıklara ulaşamamasının en önemli nedeni boyarmaddenin molekül büyüklüğüdür. Düşük enerji sınıfına ait dispers boyarmaddelerin güçlü migrasyon yeteneklerine karşın ısıyla yaş haslıkları düşüktür. Diğer bir unsur ise antrakinin yapıları boyarmaddeler için genellikle indirgen ard işlemlerin etkin olmamasıdır (Nunn 1979, Hawkyard 2004).

Dispers Blue 60 ile boyanmış mamulde ise haslıklarda ciddi bir artış görülmektedir. Bu çalışmada SBH'ün hidrosülfite göre ne derece etkin olduğu ortaya konmaktadır. C sınıfı bir boyarmadde olan Dispers Blue 60 her ne kadar elastanlı mamuller için uygun bir seçim gibi görünse de antrakinin yapısı ve koyu renkli olmasına rağmen SBH ile 20 dakikada maksimum haslıklara ulaşmak mümkün olmuştur. Renk farkı değerlendirmelerinde ise

hidrosülfitin DE 1'in üzerinde değerler vermesi ve beraberinde haslıkların düşük olması maddenin güvenli olmadığını göstermektedir.

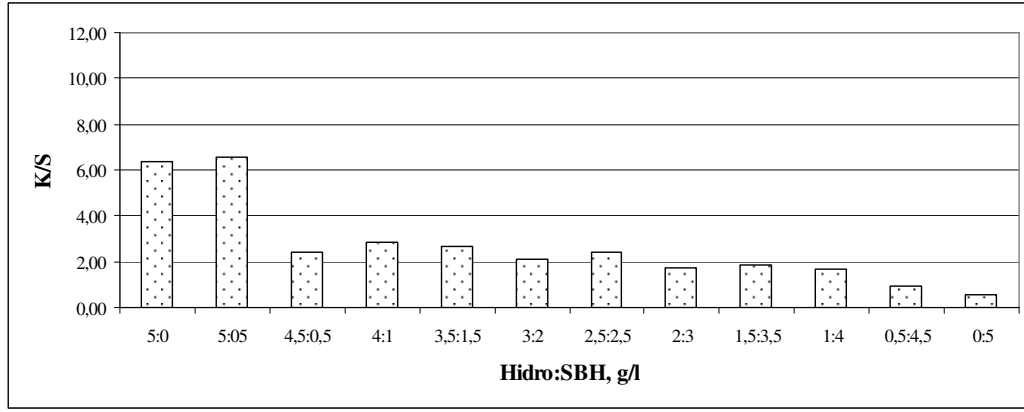
Yüksek enerji sınıfından Dispers Blue 79/1 ile boyanmış mamulün ard işlemlerinde mamulün azo esaslı olması ve büyük molekül yapısı nedeniyle yüksek haslıklar beklenmektedir. Ancak hidrosülfite ile bu haslıklara ulaşılamamıştır. SBH ile yapılan ard işlemlerde ise 15 dakikada en yüksek haslıklar elde edilmiştir. Sonuç olarak yüksek konsantrasyonun SBH ile indirgen yıkamalarda belirleyici olduğu görülmektedir. Boyarmaddeler için ise hepsini kapsayacak türde bir genelleme yapmak mümkün olmamıştır.

Hidrosülfite ve SBH ile ard işlem sonucu Ek 6'da görülen ve elastan lifinin temizlenme düzeyini belirleyen optik mikroskop ile görüntülenmiş liflerde net bir şekilde SBH'ün etkinliği görülmektedir. SBH ile işlem görmüş elastan liferi daha açık renkli bir görüntüye sahiptir. Bu durum bağlanmamış dispers boyarmaddenin yıkama sonucu uzaklaştırılabildiğine işaret etmektedir.

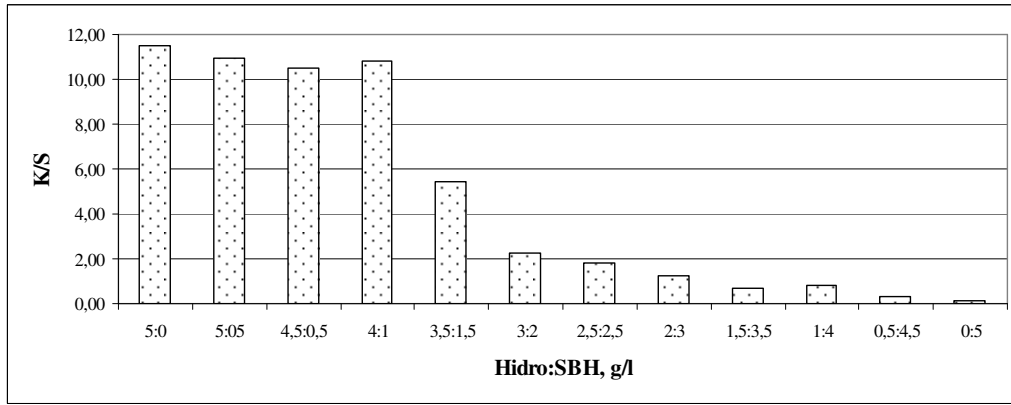
Mamulün elastikiyet (kalıcı uzama) araştırmalarında istatistiksel olarak sürenin ve boyarmadde türünün etkisi olduğu tespit edilmişse de pratik olarak araştırma sonuçları incelendiğinde önemli bir fark olmadığı düşünülmektedir. Bielastik yapıda bir kumaşın kullanılmış olmasından dolayı elastikiyet kayıpları belirgin düzeyde olmamıştır.

5.5. Selülozik Mamullerin Küp Boyarmaddelerle Boyanmasında Sodyum Borhidrür Kullanımı

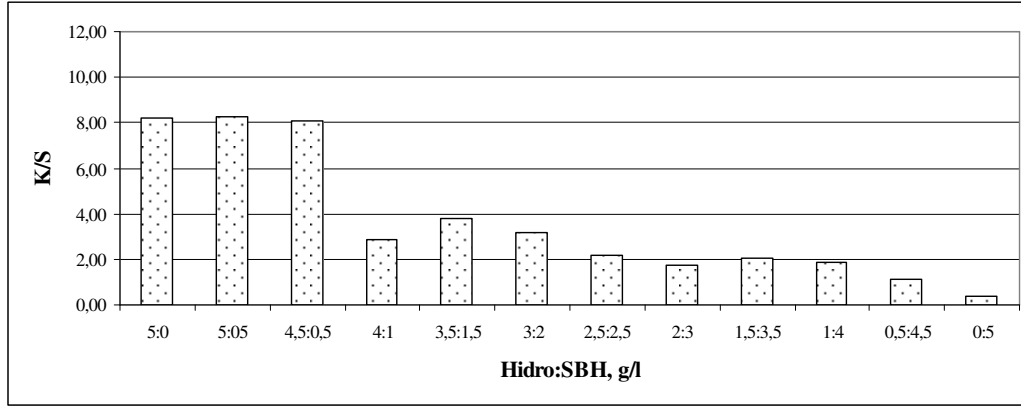
Sodyum Borhidrür'ün küp boyamada kullanılabilirliğinin incelenmesi amacıyla farklı oranlarda hidrosülfite ve SBH içeren boyama reçeteleri kullanılmıştır. Bu çalışmalar sonucu elde edilen renk değerlerine ait grafikler Şekil 5.38-40'da görülmektedir.



Şekil 5.38. Farklı konantrasyonlarda hidrosülfite ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen Vat Blue 66 ile boyanmış mamulün K/S değerlerinde meydana gelen değişim



Şekil 5.39. Farklı konantrasyonlarda hidrosülfite ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen Vat Red 14 ile boyanmış mamulün K/S değerlerinde meydana gelen değişim



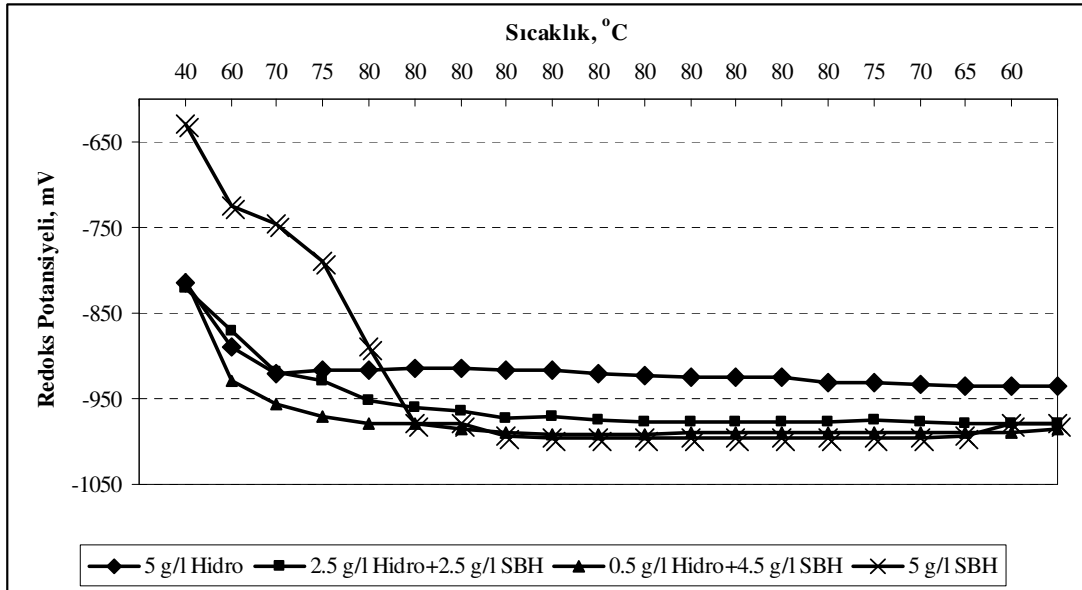
Şekil 5.40. Farklı konantrasyonlarda hidrosülfite ve SBH kullanılarak gerçekleştirilen Vat Orange 9 ile boyanmış mamulün K/S değerlerinde meydana gelen değişim

Şekil 5.38-40'dan görüldüğü üzere boyama çözeltilerindeki SBH miktarındaki artış ve hidrosülfite miktarındaki azalma sonucu renk veriminde hızlı bir düşme gözlenmektedir. K/S değerlerindeki bu belirgin farklar Vat Red 14'de 1.5 g/l ve üzeri SBH içeren boyamalar sonucu elde edilirken, Vat Blue 66 ve Vat Orange 9 ile boyamalar sonucu ise 0.5 g/l SBH içeren reçetelerden itibaren görülmektedir. SBH'nin küp boyamada renk verimine etkisinin ayrıntılı bir şekilde incelenebilmesi amacıyla konvansiyonel olarak uygulanan 5 g/l hidrosülfite içeren banyoya 0.5 g/l SBH eklenmiş ve bunun sonucu elde edilen K/S değerleri incelendiğinde konvansiyonel hidrosülfite ile gerçekleştirilen boyamalara yakın K/S değerleri elde edilmiştir. DE değerleri dikkate alındığında Çizelge 4.51-53'den görüldüğü üzere renk farkları 1'in üzerindedir. Hidrosülfite göre K/S değerlerinin düşmesinin SBH'nin hidrosülfite stabilize etme özelliğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. SBH konsantrasyonu artırıldıkça bu stabilizasyon etkisi artacaktır. Yapılan çalışmalarda renk koyuluklarında belirgin azalmalar görülmesine rağmen tekrarlanabilirlikteki artış dikkat çekmektedir. Bu amaçla boyama sonuçlarının standart sapmaları incelenmiştir. Hidrosülfite ile gerçekleştirilen boyamaların standart sapması SBH eşliğinde gerçekleştirilen boyamaların çok üzerindedir. Bu durum hidrosülfite ile çalışmanın güvenilirliğinin düşük olduğunun ispatıdır. K/S değerlerin düşmesini önlemek aynı zamanda da tekrarlanabilirlikleri artırmak amacıyla farklı konantrasyonlarda da çalışmalar yapılmıştır. Literatür çalışmaları ışığında gerçekleştirilen ve çizelge 4.54'de görülen çalışmalar sonucunda 5 g/l hidrosülfite ile yapılan boyamalar sonucu elde edilen K/S

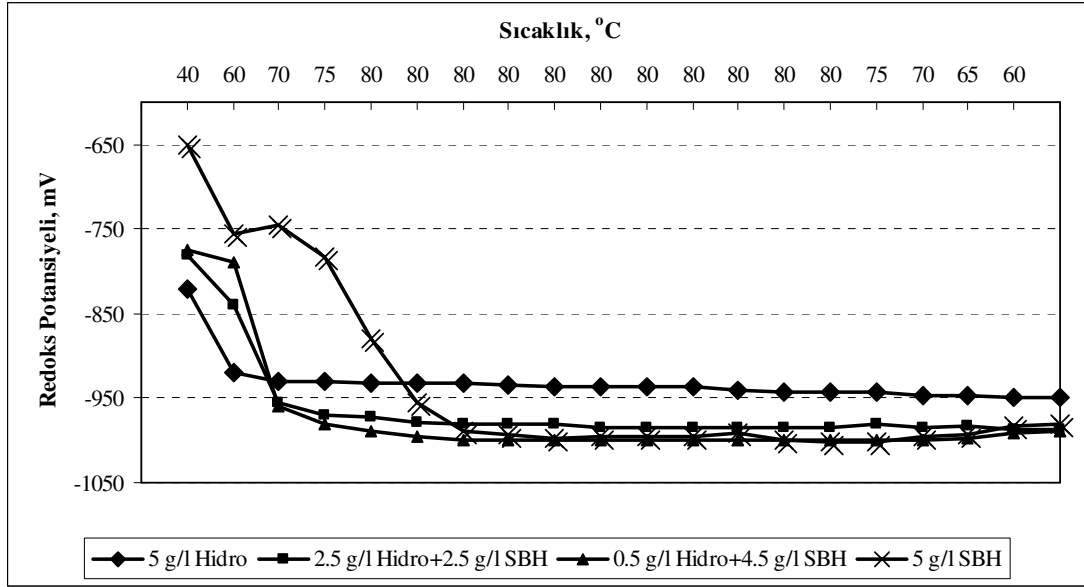
değerlerine yakın hatta daha yüksek değerler elde edilmiş ve tekrarlanabilirliklerin yüksek olduğu bulunmuştur.

Renk veriminin yanı sıra yıkama ve sürtme haslıkları SBH'ün küp boyama alanında kullanılabilirliği için incelenmesi gereken önemli parametrelerdir. Çizelge 4.57-59'dan görüldüğü üzere yıkama haslıkları sonucunda belirgin farklar görülmemiştir. Küp boyarmaddelerin yıkama haslıklarının yüksek olduğu göz önünde bulundurulduğunda beklenen değerler elde edilmiştir. Yıkama haslıklarının aksine karakteristik olarak küp boyarmaddelerin genellikle sürtme haslıklarının düşük olduğu bilinmektedir. Bu çalışmada da özellikle yaş sürtme haslık değerlerinin düşük olduğu gözlenmektedir (Lee 2005, Roessler 2003). Çalışmalar hidrosülfid yanında SBH kullanımının sürtme haslıklarında bir miktar artışa neden olduğunu göstermektedir. Bu etki özellikle yaş sürtme haslıklarında daha belirgindir. Boyamalar sonucunda K/S değerinin düşük olduğu kumaşlarda dahi sürtme haslıklarının düşük çıkması indirgeme veriminin düşük olduğuna işaret etmektedir.

İndirgeme potansiyeli küp boyamada indirgeme gücünü de belirlemektedir. Şekil 5.41 ve 5.42'de boyama prosesi esnasında farklı oranlarda SBH ve hidrosülfid kullanıldığında gerçekleşen potansiyel fark değerleri görülmektedir.



Şekil 5.41. Hidrosülfid ve SBH konsantrasyonlarının Vat Blue 66 boyama çözeltisinin redoks potansiyeli üzerine etkisi



Şekil 5.42. Hidrosülfid ve SBH konsantrasyonlarının Vat Red 14 boyama çözeltisinin redoks potansiyeli üzerine etkisi

5 dakika aralıklı olarak gerçekleştirilen potansiyel ölçümleri sonucunda hidrosülfid içeren boyama çözeltilerinin birbirine yakın redoks potansiyel farklarına sahipken başlangıçta sadece SBH içeren çözeltinin potansiyelinin düşük olduğu görülmektedir. Ancak 80 °C'ye ulaşıldıktan sonra sadece SBH içeren çözeltilere ait redoks potansiyeli maksimum değerine ulaşarak hidrosülfid içeren çözeltilere nazaran daha yüksek değerler almıştır. Grafikler dikkatle incelendiğinde SBH'ün tek başına kullanıldığı durumda 40-45. dakikalardan itibaren ulaşıldığı görülmektedir. Potansiyel değerleri göz önüne alındığında yalnız SBH'ün kullanıldığı durumda indirgeme ve renk veriminin yüksek olması beklenmektedir. Ancak sadece SBH ile yapılan küp boyama çalışmalarında kumaşın boyanması gerçekleştirilememiştir. Oysa ki SBH iyi bir indirgen maddedir ve ekuvalent ağırlığına göre az miktarda kullanılması yeterli olmaktadır. Alkali çözeltilerinde çok güçlü negatif elektrokimyasal potansiyele sahiptir. Ancak pH 11'in üzerinde küp boyarmaddeler için indirgeme etkisi yetersizdir. Bu gibi durumlarda sodyum nikel klorür gibi bazı katalizörlere ihtiyaç vardır. Ancak bunlar da pad steam prosesleri için önerilmektedir. Ayrıca potansiyel eğrilerinden de anlaşıldığı üzere küp boyama için sodyum borhidür hidrosülfite göre yavaştır (Shore 1995, Choundry 2006).

Küp boyamada tek başına etkin olmayan SBH'nın hidrosülfite ile beraber kullanıldığı takdirde elde edilen renk değerleri dikkate alınarak hidrosülfite stabilize ettiği anlaşılmıştır. Hidrosülfitin hava oksijeninden ve nemden kolaylıkla etkilenmesi (O_2S-SO_2)²⁻ (ditiyonit) iyonundaki -S-S- bağının stabil olmamasından kaynaklanmakta ve bu nedenle konvansiyonel uygulamalarda tekrarlanabilirlik ve ekuvalent miktardan fazla kullanılma zorunluluğu gibi önemli sorunlara neden olmaktadır. Sulu ve bazik ortamda hidrosülfite eşitlik 2.22 uyarınca hidrolitik dekompozisyona uğramaktadır.

Oluşan dekompozisyon ürünleri kükürt bazlı bazı reaktif türleri içermektedir:

- Sülfür dioksit radikal iyonu $SO_2^{\cdot-}$
- Sülfüt dioksit SO_2
- Sülfür dioksit dianyonu (sülfoksilat) SO_2^{2-}

(Shore 1995, <http://www.cfr.washington.edu/classes/pse.476/Powerpoint/Powerpoint-Renata/pse%20476-3%20mechanical%20pulp%20bleaching.ppt#289,5>, Mechanical Pulp Bleaching Reducing Bleaching Chemistry)

Yapılan deneysel çalışmalar hidrosülfite içeren konvansiyonel indirgeme prosesleri sonucu elde edilen tekrarlanabilirliklerin düşük olduğunu göstermektedir. Ancak renk veriminin düşmesine rağmen SBH içeren denemelerde tekrarlanabilirliklerin çok iyi olduğu bulunmuştur. Bunun nedeninin SBH'ün hidrosülfite stabilize etmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Hidrosülfitin aerobik alkali ve sulu ortamdaki parçalanma ürünlerinden olan sülfür dioksit SO_2 sodyum hidroksit ile bisülfite oluşturacak şekilde aşağıdaki reaksiyonu vererek tekrar hidrosülfite oluşumunu sağlamaktadır. Bu şekilde bozulan hidrosülfitin SBH tarafından tolere edildiği düşünülmektedir. Ancak burada sulu ortamda sodyum borhidrürün hidroliz olabileceğinden verimin düşük olduğu göz önünde bulundurulmalıdır (US patent 5094833 1992).



5.6. Genel Değerlendirme

Yapılan çalışmalar ışığında klasik indirgen maddelere göre SBH'ün tekstil sektöründe önemli avantajlara sahip olduğu bulunmuştur. Elde edilen bulguları aşağıdaki şekilde özetlemek mümkündür:

- Yünlü mamullerin ağartılmasında SBH ile bisülfid katalizörlüğünde düşük lif hasarı ve yüksek beyazlık değerleri elde edilmiştir.
- Poliamid mamullerin ağartılmasında SBH'ün katalizör eşliğinde kullanılması sonucunda yeterli beyazlık değerleri elde edilmiş ve yapılan testlerde lif hasarına rastlanmamıştır. Bu durum SBH'ün bu alanda emniyetli ve etkin bir bileşik olarak kullanılabileceğini göstermektedir.
- Polyester mamullerin indirgen ard işlemlerinde SBH'ün, gerek atıksu dekolizasyonu ve gerekse yaş haslıklar üzerinde olumlu etkilerinin olduğu ispatlanmıştır.
- Yaş haslık problemi olan PES/elastan mamullerin ard işlemlerinde hidrosülfite göre çok yüksek yaş haslık değerlerine ulaşılmıştır.
- Küp boyama alanında SBH'ün tek başına yeterli olmadığı ancak hidrosülfid eşliğinde az miktar SBH eklenmesiyle stabilite ve dolayısı ile tekrarlanabilirlikler üzerine olumlu etkisi bulunmaktadır.

SBH'ün tekstil sanayinde kullanımı ile ilgili olarak gelecekte araştırılması gereken başlıca konular aşağıdaki şekilde sıralanabilir,

- Tekstil atıksularının SBH ile dekolizasyonu
- Aşındırma baskıda klasik indirgen maddelere alternatif olarak SBH kullanımı
- Hatalı boyama ve baskıların soldurulmasında SBH kullanımı
- Rejenere selüloz liflerinden kükürt artıklarının giderilmesi

KAYNAKLAR

AMENDOLA, S. C., SHARP-GOLDMAN, S. L., JANJUA, M. S., SPENCER, N. C., KELLY, M. T., PETILLO, P. J., BİNDE, M. 2000. A Safe, Portable, Hydrogen Gas Generator Using Aqueous Borohydride Solution and Ru Catalyst. *International Journal of Hydrogen Energy*, 25: 969-975.

ANONİM DUPONT, Teknik Basım Sifaş A.Ş. Kütüphanesi.

ANONİM GOLDMANN, Sodium Borohydride Digest, Morton International.

ANONİM KATALOG, ROHM & HAAS, Colour Clear.

BECHTHOLD, T., BURTSCHER, E., TURCANU., A., 2001. Cathodic Reduction of CI Acid Red 27 and CI Reactive Black 5--Basic Investigation of Decoloration of Textile Waste Water, *Textile Research Journal*, 71, 10, 870-875.

BERKES, D., KOLAROVIC, A., POVAZANEC, F., 2000. Stereoselective Sodium Borohydride Reduction, Catalyzed By Manganese(II) Chloride, of γ -Oxo- α -Amino Acids. A Practical Approach To Syn- γ -Hydroxy- α -Amino Acids, *Tetrahedron Letters* 41, 5257

BOECHAT, N., COSTA, C., S., MENDONÇA, J., S., OLIVEIRA, P., S., M., SOUZA, M., V., N., 2004. A Simple Reduction of Methyl Aromatic Esters to Alcohols Using Sodium Borohydride–Methanol System *Tetrahedron Letters*, 45, 6021.

BOEHME 2004. *Teksnik Bülten Innovative Reducing Agent for the Textile Industry*, Redutex BOR, BTR-TC/BS; 02/04

BOWER, D.I. and MADDAMS, W.F. 1989. *The Vibrational Spectroscopy of Polymers*, Cambridge University Pres, USA, 257p.

BURKINSHAW, S.M. 1995. *Chemical Principles of Synthetic Fibre Dyeing*, Chapman & Hall, England, 77-151,

BURKINSHAW, S.M. and Kumar, N. 2008. The reduction clearing of dyed polyester. Part 1: Colour strength. *Dyes and Pigments* 76:799-809.

CHOUNDRY, A.K.R. 2006. *Textile Preperation and Dyeing*. Science Publishers, U.S.A. 834 p.

CHRISTIEN, H., R., Vögtle, F. 1989. *Grundlagen der Organischen Chemie*, Otto Salle Verlag, Frankfurt, 567p.

COOK, G.J. 1984. *Handbook of Textile Fibres*, Merrow Publishing, England, 210-260.

ÇELİKKAN, H., ŞAHİN, M., AKSU, M., L., VEZİROĞLU, T., N. 2007. The Investigation of the Electrooxidation of Sodium Borohydride on Various Metal Electrodes in Aqueous Basic Solutions. *International Journal of Hydrogen Energy* 32: 588-593.

DE 1041462, 1958.

DE 1091981, 1960.

DE 1099506, 1961.

DO, C.H., PERACE, E.M., BULKIN, B.J. 1987. FT-IR Spectroscopic Study on the Thermal and Thermal Oxidative Degradation of Nylons. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 25:2409-2424.

DPT (Devlet Planlama Teşkilatı), VI. Beş Yıllık Kalkınma Planı ÖİK Raporu, Bor Tuzları, Ankara, 1991, 12.

EP 1443141 A1, 2004.

EP 1199398 B1, 2004.

EP 885852, 1957

EP 93737273, 1961.

FAN, Q. 2005. *Chemical Testing of Textiles*, Woodhead Publishing, England, 336p.

FESSENDEN R., J. FESSENDEN J., S., 2001. *Organik Kimya*, Editör Tahsin Uyar, 6. baskı. Güneş Kitapevi, Ankara, 625p.

GACEN, J. ve CAYUELA, D. 2000. Comparison of Wool Bleaching with Hydrogen Peroxide in Alkaline and Acidic Media *J. S. D. C*, 116:13-15.

GHOREISHI, S. M. , HAGHIGHI, R. 2003. Chemical Catalytic Reduction and Biological Oxidation for Treatment of Non-Biodegradable Textile Effluent, *Chem. Eng. Journal*, 95:163-169.

GOERRIG D., 1969. *Kataboran, Reduktionmittel für Farbstoffe*, Teknik Yayınlar, No:1, GMBH, Köln.

GONÇALVES, S.E., POLUSEN, R., OGILBY, P.R. 2007. Mechanism of The Temperature Dependent Degradation of Polyamide 66 Films Exposed to Water. *Polymer Degradation and Stability*, 92:1977-1985.

HAWKYARD, C. 2004. *Synthetic Fiber Dyeing*. Society of Dyers and Colourists, Manchester, United Kingdom 275p.

HÖHN, W., 2005. Neuartiges Reduktionsmittel für die Textilveredlung, Melliand Textileberichte, 4, 264-266.

http://www.eere.energy.gov/hydrogenandfuelcells/storage/chem_storage.html, Erişim tarihi 2006. Konu: Hydrogen storage

<http://www.cfr.washington.edu/classes.pse.476/Powerpoint/Powerpoint-Renata/pse%20476-3%20mechanical%20pulp%20bleaching.ppt#289,5>, Mechanical Pulp Bleaching Reducing Bleaching Chemistry, Erişim tarihi 2009. Konu: Kağıt ağartılması

<http://www.finnishchemicals.com/images/finnchem/pdf/esitteet/FChydrifin.pdf>, Erişim tarihi 2005. Konu: Hydrifin

<http://www.hydridesolutions.com/pdf/Reductive%20amination.pdf>, Erişim tarihi: 2006. Konu: Reductive amination

<http://www.hydridesolutions.com/sodiumborohydride.html>. Erişim Tarihi 2004. Konu: Sodyum borhidrür

http://www.rohmhaas.com/bleaching/textile_dye.html, Erişim Tarihi 2003. Konu: Redüktif Yıkama

<http://www.rudolf.de/go/textilchemikalien/faerben/maschinenreiniger.html>, Erişim Tarihi: 2006. Konu: Makine Temizliği

<http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=16061097>, Erişim Tarihi: 2007. Konu Yün

HUNGER, K. 2003. Industrial Dyes, Chemistry, Properties, Applications. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. Weinheim, 660p.

IQBAL, M. 2008. Textile Dyes, Rahber Publishers Karachi, 181 p.

KARL, U. 1998. PES-Redüktif Yıkamalarda Yenilikler, VIII: Uluslararası İzmir Tekstil ve Hazır Giyim Sempozyumu, İzmir, 443.

KIM, J., LEE, H., HAN, S., KIM, H., SONG, M., LEE, J. 2004. Production of Hydrogen from Sodium Borohydride in Alkaline Solution: Development of Catalyst with High Performance. International Journal of Hydrogen Energy 29 :263 – 267.

KULANDAINATHAN, M.A., MUTHUKUMARAN, A., PATIL, K., CHAVAN, R.B. 2007. Potentiostatic Studies on Indirect Electrochemical Reduction of Vat Dyes. Dyes and Pigments, 73: 47-54.

LEE, J.J., SHIM, W.S., KIM, I.S., KIM, J.P. 2005. Dyeing and Fastness Properties of Vat Dyes on a Novel Regenerated Cellulosic Fiber. Fibers and Polymers, 6(3):244-249.

- LEWIS, D., M., 1992. Wool Dyeing, Society of Dyers and Colourists, England. 372 p.
- LIU, X., HURREN, C.J., WANG, X. 2003. Comparative Analysis of Two Selective Bleaching Methods on Alpaca Fibers. *Fibers Polymers*, 4:124-128.
- LURGI ZIMMER AG, 1996. Amino End Groups in Polyamide 6 and 6.6. *Teknik Doküman*, WN- B10-7117.
- MEISEI CHEMICAL Works LTD 1999. *Teknik Basım*.
- MEKSI, N., KECHIDA, M. and MHENNI, F. 2008. New Process of Dyeing Cotton Textile by Indigo with Borohydride: Effect of the Concentration of the Reducing Agent. *Int. J. Appl. Chem.*, 14:1-14.
- MEKSI, N., KECHIDA, M. and MHENNI, F., 2007. Cotton Dyeing by Indigo with the Borohydride Process: Effect of Some Experimental Conditions on Indigo Reduction and Dyeing Quality. *Chem. Eng. J.*,131:187-193.
- MILES, L., W., C. 1994. *Textile Printing, Second Edition*, Society of Dyers and Colourists, England, 300p.
- MILLINGTON, K., R., 2006. The Photoyellowing of Wool. Part I. Factors Affecting Photoyellowing and Experimental Techniques, *Coloration Technology* 122 (4):169–186.
- NAIR, G.P. and SHAH, R.C. 1970. Sodium Borohydride in Vat Dyeing. *Text. Res. Journal*, 40:303-312.
- NUNN, D.M.1979. *The Dyeing of Synthetic Polymer and Acetate Fibres*, Dyers Company Publication Trust, England, 501p.
- OUCHI, A., OBATA T., SAKAI, H., SAKURAGI, M., 2001. Laser Bleaching Of Cellulosic Fabrics By Sodium Borohydride Aqueous Solution; A Total Chlorine Free Process, *Green Chemistry*, 3:221-.223.
- PANFILOV, A. V., MARKOVICH, YU. D., ZHIROV, A. A., IVASHEV, I. P., KIRSANOV, A. T., KONDRATEV, V. B. , 2000. Reactions of Sodium Borohydride In Acetic Acid:Reductive Amination of Carbonyl Compounds *Pharmaceutical Chemistry Journal* Vol. 34, No. 7, 34.
- PRESTON, C., 1986. *Dyeing of Cellulosic Fibres*, Society of Dyers and Colourists, London, 408p.
- RIVLIN, J. 1992. *The Dyeing of Textile Fibres, Theory and Practice*. Philadelphia, 220p.
- ROESSLER, A. Ve JIN, X. 2003. State of the Art Technologies and New Electrochemical Methods for the Reduction of Vat Dyes. *Dyes and Pigments*, 59:223-235.

RUDOLF DURANER 2002. Teknik Basım, Rugorit RGI.

SCHINDLER, W. 2003a. Textile Qualiteats-, Schadensfall-und Fremdmusteranalyse mit einfachen IR-Methoden Teil 1: Transmission, Melliand Textilberichte, 9: 764-767

SCHINDLER, W. 2003b. Textile Qualiteats-, Schadensfall-und Fremdmusteranalyse mit einfachen IR-Methoden Teil 2: Gerichtete und Diffuse Reflexion sowie ATR. Melliand Textilberichte, 11-12: 990-993.

SCHLESSINGER, H. I., BROWN, H. C., FINHOLT, A. E., GILBREATH, J. R., HOEKSTRA, H. R., HYDE, E.K. 1953. Sodium Borohydride, Its Hydrolysis and its Use as a Reducing Agent and in the Generation of Hydrogen. American Chem. Soc. Journal, 75: 215-219.

SHORE, J. 1995. Cellulosics Dyeing. Society of Dyers and Colourists, England, 396 p.

SIMPSON, W.S., CRAWSHAW, G.H. 2002. Wool: Science and Technology, CRC Pres, England. 368 p.

SOLEIMANI-GORGANI, A. and TAYLOR, J.A. 2006. Dyeing of Nylon with Reactive Dyes. Part 2. The Effect of Changes in Level of Dye Sulphonation on the Dyeing of Nylon with Reactive Dyes. Dyes and Pigments, 68:119-127.

TARAKÇIOĞLU, I., 1983. Tekstil Terbiyesi ve Makineleri Cilt II, Ege Ü. Basımevi, İzmir. 473p.

THANKI, P.N. and SINGH, R.P. 1998. Photo-oxidative Degradation of Nylon 66 under Accelerated Weathering, Polymer, 39:6363-6367.

THANKI, P.N. ve SINGH, R.P. 2001. Effect of Dye bath pH on Photostability of Dyed Nylon 66. Macromol. Mater. Eng., 286:756-760.

TIEDEMANN, W. 1998. Polyester Boyamada Redüktif Yıkamanın Ekolojik ve Ekonomik Bakımdan Önemi, VIII: Uluslararası İzmir Tekstil ve Hazır Giyim Sempozyumu, İzmir, 408.

US Patent 2909404, 1959.

US Patent 6663677 2003.

US Patent 6866689 2005

VASANTHAN, N. ve SALEM, D.R. 2001. Structure Characterization of Heat Set and Drawn Polyamide 66 Fibres by FTIR Spectroscopy. Mat Res Innovat, 4:155-160.

VIGO, T., L., 2002. Textile Processing and Properties, Elsevier, USA. 479p.

WINDEY, G., SEPER, K., YAMAMOTO, J., H., 2002. Chemoselective and Stereoselective Reductions with Modified Borohydride Reagents *Pharmachem*, 15.

YAKABE, S., HIRANO, M., MORIMOTO, T., 2000. Hydrogenation of Alkenes with Sodium Borohydride and Moist Alumina Catalyzed by Nickel Chloride, *Tetrahedron Letters* 41, 6795.

EKLER

EK 1. YÜNLÜ MAMULLERİN SBH İLE AĞARTMA İŞLEMLERİNE AİT VARYANS ANALİZİ VE SNK TESTİ SONUÇLARI

Ek 1.1. SBH ile ağartılmış yünlü mamullerin beyazlıkları üzerine sıcaklığın etkisini gösteren varyans analizi ve snk test sonuçları

İncelenen Özellik: Beyazlık

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktör					
Sıcaklık, T	108.8	6	18.14	32.8	.000
Hata	7.73	14	0.55		
Toplam	62339.33	21			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Sıcaklık

EMS= 0.55

df= 6

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	40 °C	51.0	3	a
2	100 °C	51.5	3	a
3	50 °C	53.5	3	b
4	90 °C	55.3	3	c
5	80 °C	56.5	3	c
6	60 °C	56.6	3	c
7	70 °C	56.6	3	c

Ek 1.2. SBH ile ağartılmış yünlü mamullerin alkali çözünürlükleri üzerine sıcaklığın etkisini gösteren varyans analizi ve snk test sonuçları

İncelenen Özellik: Alkali Çözünürlük

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktör					
Sıcaklık, T	19.9	6	3.3	9.7	.000
Hata	4.8	14	0.34		
Toplam	2678.74	21			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Sıcaklık

EMS= 0.34

df= 6

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	60 °C	9,4	3	a
2	70 °C	10,6	3	b
3	40 °C	11,1	3	bc
4	50 °C	11,3	3	bc
5	90 °C	11,5	3	bc
6	80 °C	12,2	3	cd
7	100 °C	12,6	3	d

Ek 1.3. SBH ile ağartılmış yünlü mamullerin beyazlıkları üzerine pH'nın etkisini gösteren varyans analizi ve snk test sonuçları

İncelenen Özellik: Beyazlık

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktör					
pH, p	55.21	6	9.2	336840.3	.000
Hata	2.5	14	0.179		
Toplam	60207.8	21			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: pH

EMS= 0.24

df= 6

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	10	51.7	3	a
2	9	52.1	3	a
3	4	52.6	3	a
4	8	52.7	3	a
5	5	54.0	3	b
6	6	54.8	3	c
7	7	56.6	3	d

Ek 1.4. SBH ile ađartılmıř yünlü mamullerin alkali çözünlükleri üzerine pH'nın etkisini gösteren varyans analizi ve snk test sonuçları

İncelenen Özellik: Alkali Çözünlük

Varyans Kaynađı	SS	DF	MS	F	P
Faktör					
pH, p	18.5	6	3.08	12.8	.000
Hata	3.3	14	0.41		
Toplam	2625.09	21			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: pH

EMS= 0.34

df= 6

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	7	9.4	3	a
2	5	10.6	3	b
3	4	11.8	3	bc
4	8	11.0	3	bc
5	6	11.4	3	bc
6	9	11.9	3	cd
7	10	12.4	3	d

Ek 1.5. SBH ile ağırtılmış yünlü mamullerin beyazlıkları üzerine sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve snk test sonuçları

İncelenen Özellik: Beyazlık

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktör					
Süre, S	57.9	4	14.5	46.5	.000
Hata	3.1	10	0.31		
Toplam	42691.5	15			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Süre

EMS= 0.31 df= 4 SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	15 dakika	51.2	3	a
2	30 dakika	51.7	3	ab
3	90 dakika	52.6	3	b
4	60 dakika	54.3	3	c
5	45 dakika	56.6	3	d

Ek 1.6. SBH ile ağartılmış yünlü mamullerin alkali çözünürlükleri üzerine sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve snk test sonuçları

İncelenen Özellik: Alkali Çözünürlük

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktör					
Süre, S	49.6	4	12.4	14.2	.000
Hata	8.7	1	.87		
Toplam	2005.9	21			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Süre

EMS= 0.87

df= 4

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	45 dakika	9.4	3	a
2	15 dakika	10.6	3	a
3	30 dakika	10.9	3	a
4	60 dakika	11.2	3	a
5	90 dakika	14.8	3	b

EK 2. POLİAMİD MAMULLERİN SBH İLE AĞARTMA İŞLEMLERİNE AİT VARYANS ANALİZİ VE SNK TESTİ SONUÇLARI

Ek 2.1. SBH ile ağartılmış poliamid mamullerin beyazlıkları üzerine pH'nın etkisini gösteren varyans analizi ve snk test sonuçları

İncelenen Özellik: Beyazlık

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktör					
pH, p	188.02	6	31.3	96.9	.000
Hata	6.8	21	0.32		
Toplam	171812.8				

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: pH

EMS= 0.32

df= 6

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	9	74.8	4	a
2	10	75.2	4	ab
3	8	75.9	4	b
4	5	79.2	4	c
5	6	80.4	4	cd
6	7	80.9	4	d
7	4	81	4	d

Ek 2.2. SBH ile ağartılmış poliamid mamullerin beyazlıkları üzerine sıcaklığın etkisini gösteren varyans analizi ve snk test sonuçları

İncelenen Özellik: Beyazlık

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktör					
Sıcaklık, T	87.2	6	14.5	250.1	
Hata	1.2	21	0.58		
Toplam	183764.0				

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Sıcaklık

EMS= 0.58

df= 6

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	40 °C	77.8	4	a
2	50 °C	79.6	4	b
3	60 °C	79.9	4	b
4	70 °C	82.3	4	c
5	80 °C	82.4	4	c
6	90 °C	82.5	4	c
7	100 °C	82.6	4	c

Ek 2.3. SBH ile ađartılmıř poliamid mamullerin beyazlıkları üzerine sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve snk test sonuçları

İncelenen Özellik: Beyazlık

Varyans Kaynađı	SS	DF	MS	F	P
Faktör					
Süre, S	4.3	5	0.85	14.8	.000
Hata	1.03	18	0.58		
Toplam	162827.7				

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Süre

EMS= 0.31

df= 5

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	15 dakika	81.5	4	a
2	60 dakika	82.4	4	b
3	45 dakika	82.5	4	b
4	30 dakika	82.6	4	b
5	75 dakika	82.6	4	b
	90 dakika	82.7	4	b

EK 3. POLYESTER/MİKROLİF MAMULLERİN ARD İŞLEMLERİNE AİT VARYANS ANALİZİ VE SNK TESTİ SONUÇLARI

Ek 3.1. Dispers boyalı polyester/mikrolif mamullerin renk farkı üzerine boyarmadde, konsantrasyon ve sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve SNK test sonuçları

İncelenen Özellik: ΔE

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktörler					
Boyarmadde, B	5.56	6	0.93	6.88	.0000
Konsantrasyon, K	0.7	4	0.18	1.34	.258 ns
Süre, S	0.46	4	0.11	0.844	.049 ns
Kesişimler					
BxK	3.04	24	0.13	0.94	.54 ns
BxS	3.23	24	0.13	0.99	.47 ns
KxS	0.79	16	0.05	0.35	.99 ns
BxKxS	12.8	96	0.13	0.99	.51 ns
Hata	23.57	175	0.13		
Toplam	50.14	349			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Boyarmadde

EMS= 0.53

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	Dispers Yellow 64	0.78	50	a
2	Dispers Red 60	0.49	50	b
3	Dispers Blue 56	0.45	50	b
4	Dispers Black PRL	0.43	50	b
5	Dispers Orange 30	0.42	50	b
6	Dispers Red 167/1	0.42	50	b
7	Dispers Blue 79/1	0.37	50	b

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Konsantrasyon**

EMS= 0.53

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	2.5:25 g/l	0.56	70	a
2	1.5:15 g/l	0.49	70	a
3	0.5:5 g/l	0.49	70	a
4	1:10 g/l	0.45	70	a
5	2:20 g/l	0.43	70	a

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Süre**

EMS= 0.53

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	5 dakika	0.54	70	a
2	15 dakika	0.49	70	a
3	20 dakika	0.46	70	a
4	25 dakika	0.46	70	a
5	10 dakika	0.44	70	a

Ek 3.2. Dispers boyalı polyester/mikrolif mamullerin multifibre PES kirlenme derecesi üzerine boyarmadde, konsantrasyon ve sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve SNK test sonuçları

İncelenen Özellik: PES kirlenme derecesi

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktörler					
Boyarmadde, B	16.88	6	2.81	58.8	.0000
Konsantrasyon, K	8.96	4	2.24	46.8	.0000
Süre, S	0.052	4	0.013	0.27	.8931 ns
Kesişimler					
BxK	9.6	24	0.4	8.36	.0000
BxS	3.9	24	0.16	3.35	.0000
KxS	0.29	16	0.02	0.39	.98 ns
BxKxS	1.34	96	0.013	0.29	1 ns
Hata	8.37	175	0.047		
Toplam	49.36	349			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Boyarmadde

EMS= 0.071

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	Dispers Orange 30	5	50	a
2	Dispers Blue 56	4.83	50	b
3	Dispers Red 167/1	4.8	50	b
4	Dispers Yellow 64	4.56	50	b
5	Dispers Black PRL	4.48	50	c
6	Dispers Red 60	4.48	50	c
7	Dispers Blue 79/1	4.32	50	d

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Konsantrasyon**

EMS= 0.071

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	2.5:25 g/l	4.93	70	a
2	2:20 g/l	4.77	70	b
3	1.5:15 g/l	4.7	70	b
4	1:10 g/l	4.52	70	c
5	0.5:5 g/l	4.5	70	c

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Süre**

EMS= 0.071

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	5 dakika	4.7	70	a
2	20 dakika	4.7	70	a
3	25 dakika	4.7	70	a
4	15 dakika	4.7	70	a
5	10 dakika	4.7	70	a

Ek 3.3. Dispers boyalı polyester/mikrolif mamullerin multifibre poliamid kirlenme derecesi üzerine boyarmadde, konsantrasyon ve sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve SNK test sonuçları

İncelenen Özellik: PA kirlenme derecesi

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktörler					
Boyarmadde, B	65	6	10.83	131.9	.0000
Konsantrasyon, K	27.33	4	6.83	83.2	.0000
Süre, S	0.86	4	0.21	2.63	.0360
Kesişimler					
BxK	15.02	24	0.62	7.62	.0000
BxS	4.24	24	0.17	2.15	.0025
KxS	0.58	16	0.036	0.44	.967 ns
BxKxS	2.15	96	0.02	0.27	1 ns
Hata	14.3	175	0.08		
Toplam	129.6	349			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Boyarmadde

EMS= 0.033

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	Dispers Orange 30	4.98	50	a
2	Dispers Yellow 64	4.73	50	b
3	Dispers Black PRL	4.75	50	c
4	Dispers Red 167/1	4.36	50	cd
5	Dispers Blue 79/1	4.25	50	d
6	Dispers Red 60	3.75	50	e
7	Dispers Blue 56	3.73	50	e

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Konsantrasyon**

EMS= 0.033

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	2.5:25 g/l	4.78	70	a
2	2:20 g/l	4.42	70	b
3	1.5:15 g/l	4.33	70	b
4	1:10 g/l	4.06	70	c
5	0.5:5 g/l	4.01	70	c

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Süre**

EMS= 0.033

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	25 dakika	4.4	70	a
2	15 dakika	4.3	70	ab
3	10 dakika	4.3	70	ab
4	20 dakika	4.3	70	ab
5	5 dakika	4.26	70	b

Ek 3.4. Dispers boyalı polyester/mikrolif mamullerin multifibre asetat kirlenme derecesi üzerine boyarmadde, konsantrasyon ve sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve SNK test sonuçları

İncelenen Özellik: Asetat kirlenme derecesi

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktörler					
Boyarmadde, B	33.8	6	5.6	79.65	.0000
Konsantrasyon, K	16.4	4	4.09	57.96	.0000
Süre, S	0.81	4	0.2	2.86	.025
Kesişimler					
BxK	10.44	24	0.43	6.15	.0000
BxS	1.88	24	0.07	1.1	.339 ns
KxS	0.76	16	0.04	0.67	.982 ns
BxKxS	2.6	96	0.03	0.38	1 ns
Hata	12.37	175	0.07		
Toplam	79	349			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Boyarmadde

EMS= 0.056

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	Dispers Yellow 64	4.95	50	a
2	Dispers Orange 30	4.93	50	a
3	Dispers Blue 56	4.74	50	b
4	Dispers Blue 79/1	4.71	50	b
5	Dispers Red 167/1	4.68	50	b
6	Dispers Black PRL	4.19	50	c
7	Dispers Red 60	4.11	50	c

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Konsantrasyon**

EMS= 0.056

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	2.5:25 g/l	4.96	70	a
2	2:20 g/l	4.7	70	b
3	1.5:15 g/l	4.6	70	c
4	1:10 g/l	4.4	70	d
5	0.5:5 g/l	4.35	70	d

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Süre**

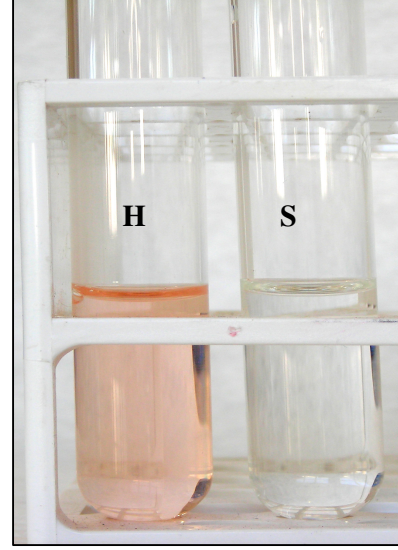
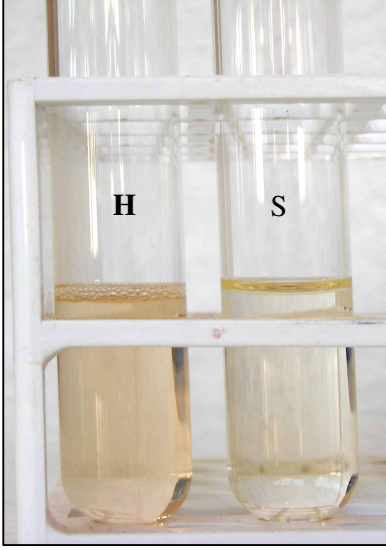
EMS= 0.056

df= 175

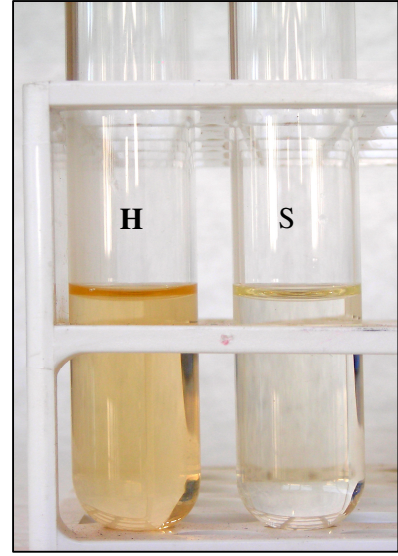
SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	25 dakika	4.7	70	a
2	20 dakika	4.6	70	ab
3	15 dakika	4.6	70	ab
4	10 dakika	4.6	70	ab
5	5 dakika	4.5	70	b

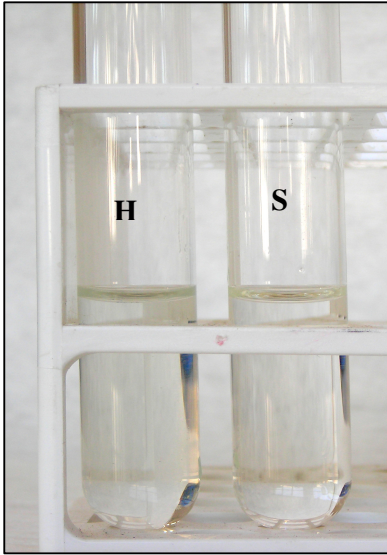
**EK 4. POLYESTER MİKROLİF MAMULLERİN İNDİRGEN YIKAMA SONRASI
ATIK BANYOLARINA AİT GÖRÜNTÜLER**



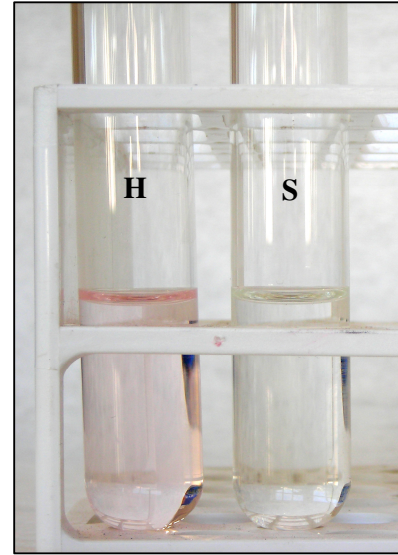
Ek 4.1. Dispers Blue 79/1'e ait atık banyolar **Ek 4.2.** Dispers Red 167/1'e ait atık banyolar



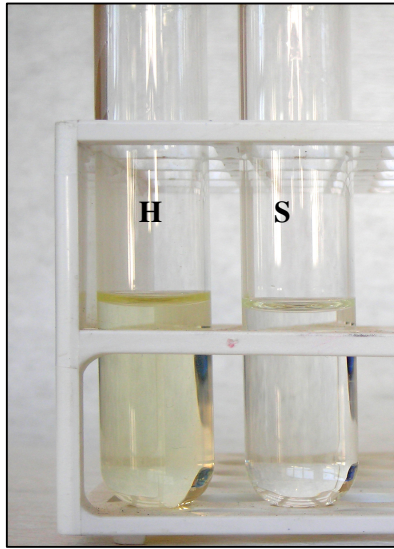
Ek 4.3. Dispers Orange 30'a ait atık banyolar **Ek 4.4.** Dispers Black PRL'e ait atık banyolar



Ek 4.5. Dispers Blue 56'a ait atık banyolar



Ek 4.6. Dispers Red 60'a ait atık banyolar



Ek 4.7. Dispers Yellow 64'e ait atık banyolar

EK 5. POLYESTER/ELASTAN MAMULLERİN ARD İŞLEMLERİNE AİT VARYANS ANALİZİ VE SNK TESTİ SONUÇLARI

Ek 5.1. Dispers boyalı polyester/elastan mamullerin renk farkı üzerine boyarmadde, konsantrasyon ve sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve SNK test sonuçları

İncelenen Özellik: ΔE

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktörler					
Boyarmadde, B	5.497	2	2.749	51.643	.000
Konsantrasyon, K	1.748	4	0.437	8.210	.000
Süre, S	0.434	4	0.109	2.039	.092 ns
Kesişimler					
BxK	1.29	8	0.162	3.035	.003 ns
BxS	0.92	8	0.115	2.168	.033 ns
KxS	0.54	16	0.034	0.635	.852 ns
BxKxS	2.58	32	0.081	1.519	.051 ns
Hata	7.9	150	0.53		
Toplam	78.2	225			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Boyarmadde

EMS= 0.053

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	Dispers Blue 56	0.33	75	a
2	Dispers Blue 79/1	0.48	75	b
3	Dispers Blue 60	0.71	75	c

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Konsantrasyon**

EMS= 0.053

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	0.5:5 g/l	0.36	45	a
2	1:10 g/l	0.44	45	a
3	1.5:15 g/l	0.55	45	b
4	2.5:25 g/l	0.57	45	b
5	2:20 g/l	0.59	45	b

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Süre**

EMS= 0.053

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	5 dakika	0.44	45	a
2	10 dakika	0.48	45	a
3	15 dakika	0.50	45	a
4	20 dakika	0.55	45	a
5	25 dakika	0.56	45	a

Ek 5.2. Dispers boyalı polyester/elastan mamullerin multifibre asetat kirlenme derecesi üzerine boyarmadde, konsantrasyon ve sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve SNK test sonuçları

İncelenen Özellik: Asetat kirlenme derecesi

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktörler					
Boyarmadde, B	118.302	2	59.151	1064.720	.000
Konsantrasyon, K	15.104	4	3.776	67.970	.000
Süre, S	4.104	4	1.026	18.470	.000
Kesişimler					
BxK	17.842	8	2.230	40.145	.000
BxS	2.609	8	0.326	5.870	.000
KxS	1.062	16	0.066	1.195	.278 ns
BxKxS	2.858	32	0.089	1.607	.031 ns
Hata	8.333	150	0.056		
Toplam	3706.500	225			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Boyarmadde

EMS= 0.056

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	Dispers Blue 56	3.12	75	a
2	Dispers Blue 79/1	3.91	75	b
3	Dispers Blue 60	4.9	75	c

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Konsantrasyon**

EMS= 0.056

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	0.5:5 g/l	3.68	45	a
2	1:10 g/l	3.71	45	a
3	1.5:15 g/l	3.96	45	b
4	2:20 g/l	4.10	45	c
5	2.5:25 g/l	4.34	45	d

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Süre**

EMS= 0.056

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	5 dakika	3.77	45	a
2	10 dakika	3.90	45	b
3	15 dakika	3.90	45	b
4	20 dakika	4.00	45	b
5	25 dakika	4.18	45	c

Ek 5.3. Dispers boyalı polyester/elastan mamullerin multifibre PES kirlenme derecesi üzerine boyarmadde, konsantrasyon ve sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve SNK test sonuçları

İncelenen Özellik: Polyester kirlenme derecesi

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktörler					
Boyarmadde, B	60.816	2	30.408	427.609	.000
Konsantrasyon, K	19.004	4	4.751	66.812	.000
Süre, S	1.838	4	.459	6.461	.000
Kesişimler					
BxK	22.529	8	2.816	39.602	.000
BxS	1.662	8	0.208	2.922	.005 ns
KxS	3.040	16	0.190	2.672	.001 ns
BxKxS	3.827	32	0.120	1.682	.020 ns
Hata	10.667	150	0.071		
Toplam	4418	225			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Boyarmadde

EMS= 0.071

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	Dispers Blue 79/1	3.73	75	a
2	Dispers Blue 56	4.38	75	b
3	Dispers Blue 60	5.00	75	c

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Konsantrasyon**

EMS= 0.071

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	0.5:5 g/l	4.00	45	a
2	1:10 g/l	4.13	45	b
3	1.5:15 g/l	4.33	45	c
4	2:20 g/l	4.58	45	d
5	2.5:25 g/l	4.8	45	e

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Süre**

EMS= 0.071

df= 150

SL=0.05

LSD 0.05=0.095

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	15 dakika	4.27	45	a
2	10 dakika	4.31	45	a
3	5 dakika	4.37	45	a
4	20 dakika	4.37	45	a
5	25 dakika	4.53	45	b

Ek 5.4. Dispers boyalı polyester/elastan mamullerin multifibre poliamid kirlenme derecesi üzerine boyarmadde, konsantrasyon ve sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve SNK test sonuçları

İncelenen Özellik: PA kirlenme derecesi

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktörler					
Boyarmadde, B	233.769	2	116.884	3506.533	.000
Konsantrasyon, K	4.516	4	1.129	33.867	.000
Süre, S	1.516	4	0.379	11.367	.000
Kesişimler					
BxK	0.798	8	0.100	2.992	.004 ns
BxS	1.531	8	0.191	5.742	.000
KxS	0.396	16	0.025	0.742	.748 ns
BxKxS	0.958	32	0.030	0.898	.628 ns
Hata	5.000	150	0.033		
Toplam	3864.500	225			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Boyarmadde

EMS= 0.033

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	Dispers Blue 56	2.57	75	a
2	Dispers Blue 79/1	4.61	75	b
3	Dispers Blue 60	4.84	75	c

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Konsantrasyon**

EMS= 0.033

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	0.5:5 g/l	3.86	45	a
2	1:10 g/l	3.88	45	a
3	1.5:15 g/l	3.98	45	b
4	2:20 g/l	4.10	45	c
5	2.5:25 g/l	4.23	45	d

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Süre**

EMS= 0.033

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	15 dakika	3.94	45	a
2	10 dakika	3.96	45	a
3	5 dakika	3.97	45	a
4	20 dakika	4.01	45	a
5	25 dakika	4.17	45	b

Ek 5.5. Dispers boyalı polyester/elastan mamullerin kalıcı uzama değerleri üzerine boyarmadde, konsantrasyon ve sürenin etkisini gösteren varyans analizi ve SNK test sonuçları

İncelenen Özellik: Kalıcı Uzama

Varyans Kaynağı	SS	DF	MS	F	P
Faktörler					
Boyarmadde, B	1.157	2	0.579	11.145	.000
Konsantrasyon, K	0.298	4	0.075	1.438	.224 ns
Süre, S	1.322	4	0.331	6.369	.000
Kesişimler					
BxK	0.863	8	0.108	2.079	.041 ns
BxS	1.135	8	0.142	2.734	.008 ns
KxS	1.124	16	0.070	1.353	.173 ns
BxKxS	1.606	32	0.050	0.967	.524 ns
Hata	547.980	225			
Toplam	15.294	224			

Student-Newman-Keuls Testi

Faktör: Boyarmadde

EMS= 0.52

df= 175

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	Dispers Blue 56	1.47	75	a
2	Dispers Blue 79/1	1.51	75	a
3	Dispers Blue 60	1.64	75	b

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Konsantrasyon**

EMS= 0.052

df= 150

SL=0.05

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	0.5:5 g/l	1.50	45	a
2	1:10 g/l	1.51	45	a
3	1.5:15 g/l	1.52	45	a
4	2:20 g/l	1.54	45	a
5	2.5:25 g/l	1.60	45	a

Student-Newman-Keuls Testi**Faktör: Süre**

EMS= 0.052

df= 150

SL=0.05

LSD 0.05=0.095

Sıralama	Faktör Seviyeleri	Ortalamalar	n	Farklılık Derecesi
1	25 dakika	1.42	45	a
2	10 dakika	1.50	45	ab
3	20 dakika	1.54	45	b
4	5 dakika	1.62	45	b
5	15 dakika	1.62	45	b

EK 6. POLYESTER/ELASTAN MAMULLERE AİT ELASTAN LİFLERİNİN İNDİRGEN YIKAMA SONRASI MİKROSKOP GÖRÜNTÜLERİ



Ek 6.1. Dispers Blue 56 ile boyama sonrası hidrosülfite (solda) ve SBH (sağda) ile indirgen yıkanmış elastan lifinin görüntüsü



Ek 6.2. Dispers Blue 60 ile boyama sonrası hidrosülfite (solda) ve SBH (sağda) ile indirgen yıkanmış elastan lifinin görüntüsü



Ek 6.3. Dispers Blue 79/1 ile boyama sonrası hidrosülfid (solda) ve SBH (sağda) ile indirgen yıkanmış elastan lifinin görüntüsü



Ek 6.4. Ham elastan lifinin görüntüsü

ÖZGEÇMİŞ

1976 yılında Ankara'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Adana'da tamamladı. 1995 yılında Hacettepe Üniversitesi Eğitim Fakültesi Kimya Bölümü'nde lisans eğitimine başladı. 1999 yılında Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı'nda yüksek lisans eğitimine başladı. 2000 yılında Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı'nda araştırma görevlisi olarak göreve başladı. 2002 yılında yüksek lisans eğitimini tamamlayarak 2002-2003 yılları arasında aynı üniversitede Mühendislik Mimarlık Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü'nde araştırma görevlisi olarak görevine devam etti. 2003 yılında Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı'nda doktora eğitimine ve araştırma görevliliğine başladı. Halen bu görevini sürdürmektedir. Evlidir.

TEŐEKKÜR

Doktora eđititmem boyunca alıőmalarımın her aőamasında bilgi, deneyim ve fikirleriyle bana yol gsteren, hibir zaman desteđini esirgemeyen deđerli danıőman hocam Sayın Do. Dr. Mehmet KANIK'a teőekkürlerimi sunarım.

Üzerimde büyük emekleri bulunan Uludađ Üniversitesi Tekstil Mühendisliđi Bölüm Başkanı Sayın Prof. Dr. Binnaz MERİ baőta olmak üzere tüm bölüm hocalarıma teőekkür ederim.

alıőmalarımın poliamid bölümü laboratuvar testlerini gerçekleştirmemde bilgi ve destek sađlayan iőletme müdürü Sayın Memiő KOYUNCU'ya, deneylerimin çevresel analizlerinde yardımda bulunan Arő. Gör. Aslıhan KATİP, Berna Kırıl MERT ve infrared analizlerini gerçekleştirmemde yardımcı olan Arő. Gör. Hasene MUTLU'ya teőekkür ederim.

Tez alıőmalarımın her aőamasında desteklerini esirgemeyen Arő. Gör. Dr. Serpil KORAL KO baőta olmak üzere Arő. Gör. őebnem DÜZYER, Arő. Gör. M.Ođuz KESİMCİ, Arő. Gör. Serkan TEZEL ve Arő. Gör. Fatih SÜVARİ'ye teőekkür ederim.

Eđitim hayatım boyunca gösterdikleri sevgi, ilgi ve sabır için annem, babam ve kardeőime çok teőekkür ederim.

Hayatımı kolaylaőtıran, doktora alıőmalarım boyunca beni güven ve sabırla destekleyen eőime sonsuz teőekkür ederim.