MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ



MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYIN NO: 637
TEKNİK EĞİTİM FAKÜLTESİ YAYIN NO: 14

Tekstilde KİMYASAL TESTLER

Doç. Dr. Yusuf İnanıcı

İstanbul, 1998

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYIN NO : 637
TEKNİK EĞİTİM FAKÜLTESİ YAYIN NO : 14

Tekstilde
KİMYASAL TESTLER

Doç. Dr. YUSUF İNANICI

Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi
Tekstil Eğitimi Bölümü

İstanbul, 1998

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

ÖNSÖZ

Tekstil ve Kimya, birbiri ile içerdiği çok yakın ilişkiye sahip disiplindedir. Tekstil liflerinin incelenebilmesi için kimya bilgilerinin yanında, bunların tekstilde nasıl uygulaması gerektiğinin de öğrenilmesi önemlidir. Bu kitap, bu konuya yardımcı olmayı amaçlamıştır. İçerdiği bilgiler, 1990-1998 yılları arasında, Mamara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesinde öğrenim gören öğrencilere verdiğim *'Tekstilde Kimyasal Testler'* dersinin konularını kapsamaktadır.

Türkiye'de Tekstil Endüstrisi 80'li yıllardan sonra hızla gelişme göstermiştir. Bu konuda eğitim veren kurumların sayısı da hızla artmaya başlamıştır. Ancak, tekstil konusunda yayınlanan Türkçe kitap sayısı oldukça sınırlıdır Yabancı dilde tekstil konusunda birçok temel tekstil kitapları mevcuttur. Kitabın yazılmasında bu eserlerden yararlanılmış ve kısmen de olsa faydalı olmaya çalışılmıştır.

Çalışmalarımda desteklerini esirgemeyen aileme sonsuz teşekkürlerimi sunrım. Kitabın basılmasında yardımlarını esirgemeyen M.Ü Teknik Eğitim Fakültesi Dekanı Prof. Dr. İhsan Gök, Boya-Apre Anabilim Dalı Başkanı Prof. Dr. İnci Başer, Matbaa Eğitimi Bölüm Başkanı Yrd. Doç. Dr. Mehmet Oktav'a teşekkürü bir borç bilirim. Ayrıca kitabın basım işlerinde emeği geçen personele de teşekkülerimi sunarım. Kitabın amacına ulşabilmesini ümit ederken elde olmayan nedenlerle meydana gelmiş olan hatalardan dolayı hoş görülmeyi dilerim.

İstanbul Aralık 1998 Doç. Dr Yusuf İnanıcı

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

İÇİNDEKİLER

1. Laboratuvar nedir? 1
Laboratuvar ve İşlevleri 2
Laboratuvarda Çalışma Teknikleri 4
Laboratuvar Kazaları ve Alınacak Emniyet Önlemleri 5
Laboratuvar Araçları 10
2. Madde ve Sınıflandırılması 17
Kütle ve Hacim Ölçülmesi 22
Tartım Yöntemleri 23
3. Çözeltilerde Çözünürlük ve Konsantrasyon 26
Konsantrasyon 27
Yoğunluk 27
4. Asitler ve Bazlar 34
Kükürt İçeren Asidler 35
Halojen İçeren Asidler 42
5. pH 46
Suyun İyonlaşması 46
Asid ve Bazların pH sı Çözeltilerde pH Değişimleri 47
pH Değerini Ölçme Yöntemleri 52
6. Analiz Yöntemleri 55
Kalitatif Analiz 55
Kantitatif Analiz 55
7. Su Analizi 61
Berraklık 63
Suyun pH'sı 63
Süspansiyonlar 64
Toplam Kalıntı 64
Buharlaşma Kalıntısı 64
Kızdırma Kalıntısı 64
Organik Maddelerin $KMnO_4$ ile Saptanması 64
Suyun Sertliği ve Ölçülmesi 65
8. Tekstil Mamülleri Üzerindeki Boyarmaddelerin Tanınması 72

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Selüloz Lifler Üzerindeki Boyarmadde Sınıflarının Tesbit Edilmesi 74
Protein Lifler Üzerindeki Boyarmadde Sınıflarının Tesbit Edilmesi 80
Yapay Lifler Üzerindeki Boyarmadde Sınıflarının Tesbit Edilmesi .....
85
10. Lif Üzerinde Bulunan Yağ Miktarının Kantitatif Tesbit Edilmesi 90
11. Selüloz Liflerinin Polimerizasyon Derecesinin Saptanması .. 92
Viskozite 92
Cuoxam Yöntemi 94
Cuen Yöntemi 99
12. Bitkisel Liflerde Hasar Tesbiti 103
Asit ve Baz Artıklarının Saptanması 104
Yükseltgen Madde Artıklarının Saptanması 104
Oksiselüloz ve Hidroselüloz Saptanması 105
13. Tekstil Liflerinin Kalitatif Analizi 109
14. Tekstil Liflerinin Kantitatif Analizi 129
Kaynakça 154

MARMARA ÜNİVERSİTESİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

1. *Laboratuvar nedir?*

En genel anlamı ile "*analiz*" sözcüğü çözümlemedir. *Tekstilde kimyasal analiz,* inceleme konusu olarak seçilmiş maddeleri (örneğin elyaf, deterjan vb.) tanıma ve bileşimlerini belirleme bilgisidir. Bu bilgiler işletmede kaliteli bir ürün elde etmek için kullanılır.

Kalite nedir?

Kalite çok genel anlamda "*kullanım amacına uygunluk derecesi*" şeklinde tanımlanabilir. Ancak bu şekildeki bir kalite tanımı, kalitenin anlamını oldukça daraltır. Daha geniş anlamda kalite "*bir mamülün veya hizmetin kalitesi, tüketici gereksinimlerini mümkün olan en ekonomik düzeyde karşılamayı amaçlayan pazarlama, mühendislik, imalat ve kalitenin devam ettirilmesi özelliklerinin bileşimidir*" biçiminde, ifade edilebilir.

Yüksek kaliteli ürünler elde edilmesinde denetim altında tutulması gereken üç temel faktör vardır:

- Makina
- İnsan gücü
- Malzeme

Makina; işletmede bir yatırım konusudur. Bu yatırım, ancak amaca uygun makina seçimiyle ve makinaların çalıştırılmasının, bakımının iyi bir şekilde yapılmasıyla kendini amorti eder.

İnsan gücü; makinaları işleten, bakımlarını yapan, malzemeleri kullanan bir unsurdur. Buna göre makina ve malzemelerin verimli kullanılabilmesi için insan gücünün sağlıklı bir şekilde denetlenmesi ve eğitilmesi gerekir.

Malzemeler; üretim için en önemli tüketim unsurlarıdır. Bunların, üretim için en uygun özellikte olmaları, ucuza temin edilebilmeleri, yerinde ve yeterli miktarda kullanılmaları verimlilik için esastır.

Verimlilik, kontrol yapılarak sağlanır. Kontrol işlemi üretimin her basamağında istenen amaç doğrultusunda yapılarak yürütülür. Üretimin amaca uygun yürüyüp yürümediği fiziksel ve kimyasal analizlerle tespit edilir. İşletmede analiz, laboratuvarlarda fizik ve kimya yöntemle-

rini uygulayarak gerçekleştirilir.

Fabrikada analiz işlemlerinin uygulandığı yer laboratuvarlardır. Bilimsel araştırmaların, çeşitli analizlerin yapılması için gerekli araç ve gereçlerin bulunduğu yere *laboratuvar* denir.

Laboratuvar ve işlevleri

Laboratuvarın ana fonksiyonu kısaca araştırma–geliştirme (Forschung und Entwicklung (Alm.), Research and Development (İng.) ve kontrol şeklinde tanımlabilir. Ancak bu iki temel görevi birbirinden ayırmak gerekir.

"Tekstil terbiye işlemlerinin uygulandığı bir işletmede diğer bölümlerden bağımsız bir laboratuvara gerek var mıdır?" sorusu, çeşitli yayınlarda değişik görüş açılarından tartışılmıştır. Örneğin bu görüşler;

- laboratuvarların pahalı bir yatırım olması,
- kimyasal madde üretimi yapan işletmelerin maddeleri yeterince incelediği ve gerekli bilgileri sunduğu vb. (boya reçeteleri, haslıkları)

Ulaşılan sonuç; tekstil terbiyesi işletmelerinde iyi donatılmış bir laboratuvara gerek olduğu şeklindedir.

Bu sonuç, tekstil ürünü tüketicisinin değişen isteklerini karşılamak ve yeni yöntemlerin işletmelerde uygulanabilmesi için bağımsız bir laboratuvar bölümünün kurulmasını zorunlu kılmıştır.

A) Laboratuvarın Kontrol Görevi

1) Üretim Öncesi Kontroller

Bir işletmede birçok malzeme (kimyasal madde, boyarmadde, tekstil yardımcı maddesi vb.) kullanılmaktadır. Bu malzemelerin işletmeye satın alınması esnasında istenen özelliklerde olup olmadığı saptanır. Ayrıca işletmede bulunan esas bölüme yardımcı kısımlardaki girdilerin (yakıt, su vb.) kontrol edilmesi için gereken değerler tespit edilir.

2) Üretim Sırasında Kontroller

İşlem koşulları (sıcaklık, kimyasal madde konsantrasyonu, pH vb.) üretim sırasında takip edilmelidir. Ayrıca üretim akışı içinde veya önceden yapılan örnek boyama işlemleri ve reçetelerin çıkartılması çok önemlidir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

3) Üretim sonrası kontroller

Uygulanan işlemler sonucunda istenen terbiye özelliklerinin gerçekleşip gerçekleşmediğini belirlemek amacıyla yapılan haslık kontrolleri, görünüm ve kullanım özellikleriyle ilgili kontroller, hatalı üretim ve zarar görme durumlarında hata ve zararın nedenlerinin araştırılması vb. gibi çalışmalar son kontrol kapsamındadır.

B) Laboratuvarın Araştırma ve Geliştirme (AR-GE) Görevi

1- Yeni yöntemlerin geliştirilmesi,

2- Mevcut yöntemleri işletme emniyeti ve maliyet açısından düzeltme çalışmaları yapılması,

3- Teknik ve ekonomik yönden en uygun ürün için, mamüllerin seçiminin yapılması,

4- Ön terbiye, boya, baskı ve bitim işlemlerinin ön reçete hazırlıklarının yapılması,

5- Deney ve kontrol yöntemleri geliştirmesi,

6- İşletme tecrübelerinin, katalog ve yayınların sistematik bir şekilde toplanmasının ve korunmasının sağlanması gibi.

İşletmedeki laboratuvarın her iki görevi de aynı derecede önemlidir. Çok yönlü yetenekli elemanlara gereksinim vardır.

En önemli görevler şüphesiz ki mal girişindeki kontrollerdir. Her türlü önlem alınsa bile; liflerden, uygulanan işlem yöntemlerinden ve makinalardan kaynaklanan hatalar olabilir.

Türkiye'de tekstil test laboratuvarlarının durumu konusunda bir anket çalışması yapılmıştır. Bu araştırmadan aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- Araştırmaya katılan işletmelerin yaklaşık % 75'inde, diğer işletme bölümlerinden bağımsız bir test laboratuvarı vardır.

- Test laboratuvarlarında, standart iklim koşullarının sağlanması gerçekleştirildiği belirtilmesine rağmen, araştırıcıların gözlemlerine göre bu durumun biraz kuşku verici olduğu ifade edilmektedir.

İşletmelerin % 35'inde standart kavramının henüz yerleşmemiş olduğu tesbit edilmiştir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

- Mevcut alet ve cihazların büyük bir bölümü eskidir.

Sonuç olarak, Türkiye'deki test laboratuvarlarının henüz günümüz rekabet koşullarını gerektirdiği standart ve sürekli gelişen kaliteyi üretebilecek duruma ulaşmadığı; alet, cihaz, test ve değerlendirme yöntemleri ile yetişmiş teknik insan gücü açısından önemli eksikleri olduğu saptanmıştır.

Laboratuvar çalışmalarının verimli olabilmesi ve sonuçların doğru elde edilebilmesi için laboratuvar çalışma tekniğinin iyi bir şekilde uygulanması gerekir. .

Laboratuvarda çalışma teknikleri

1) Deneylere başlamadan önce deney talimatlarının iyice okunmalı, deneyle ilgili teorik bilgileri tam olarak bilinmelidir.

2) Deney yapılan araçların temiz, kurulacak düzeneklerin düzgün ve sağlam olması gerekir.

3) Çalışma yeri temiz olmalı, laboratuvar kıyafeti önceden giyilmeli ve laboratuvar gözlüğü bulundurulmalıdır.

5) Deney yapılırken tüp, beher, erlen vb. gibi araçlardan çıkan buhar ve gazlar buruna yaklaştırarak koklanmamalı, elle aracın üzerinden hafif rüzgar yaparak buhar ve gazları buruna getirmek suretiyle koklanmalıdır.

6) Deney tüplerinin ısıtılmasında tüpün ağzı, arkadaşınız ve kendi yönünüzde tutulmamalıdır.

7) Katı maddeler şişelerden yeterli miktarda spatül veya kaşıkla alınır. Ayrı maddeler için ayrı spatül kullanmalı veya spatül iyice yıkanıp kurutulduktan sonra tekrar kullanılmalıdır.

8) Sıvı maddeler alınırken, şişenin kapağı sağ elin parmakların arasına alınır. Sol elle tutularak kapak sağa döndürülerek açılır. Kapak masanın üzerinde temiz bir yere ters olarak konur. Ağzı açık şişe sağ elle gövdesinden tutulur tüpe şişe içindeki maddeden istenilen miktarda boşaltılır. Boşaltma işlemi bitince şişenin ağzı hemen kapağı ile kapatılır.

9) Sıvı maddeleri pipetle alırken şişe kapağı usulüne uygun olarak açıldıktan sonra pipetin temiz ucu şişenin dibine kadar batırılır. Şişedeki

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

sıvı yüksekliği kadar sıvı pipete dolar. İşaret parmağı ile pipetin ucu kapatılır. Şişeden çıkarılan pipet, deney tüpünün içine konur. İşaret parmağı az veya çok kaldırılmak suretiyle pipetin sıfır çizgisine kadar sıvı akıtılır.

Eğer lastik puar varsa, bu işlem lastik puarla yapılmalıdır. Bilhassa asit buharlarının çıkması durumunda ağız ile emme yapılmamalıdır.

10) Şişeden alınan kimyasal madde fazla miktarda alınırsa tekrar şişeye geri dökülmemelidir.

11) Derişik baz ve asit artıklarının lavaboya dökülmeden önce veya dökülme sırasında seyreltilmesi gerekir.

12) Laboratuvarda etiketsiz şişe olmamalıdır.

13) Sıvı madde içeren şişeler açıldığında, etiketin avuç içine gelecek şekilde tutulması gerekir.

14) Derişik H_2SO_4 üzerine hiçbir zaman su eklenmez. Eğer seyreltik isteniyorsa önce su alınır. Buna dikkatli bir şekilde kabın kenarından derişik asidi sızdırarak eklemelidir.

Laboratuvar Kazaları Ve Alınacak Emniyet Önlemleri

Laboratuvarlarda her zaman zararlı kimyasal maddeler bulunmaktadır. Deneyleri yaparken bazı küçük ihmaller büyük kazalara ve telafisi imkansız sorunlara yol açabilir.

Laboratuvar kazalarının çoğu dikkatsizlik ve acelecilikten kaynaklanmaktadır. Bu nedenle öncelikle yeni çalışanların, laboratuvarda emniyet önlemleri konusunda eğitilmeleri ve bilgilerini uygulamaları için de zorlanmaları gerekir.

Laboratuvarda çalışma esnasında aşağıdaki kazalardan bazıları meydana gelebilir.

1- Kesikler 2- Yanıklar 3- Zehirlenmeler 4- Patlamalar 5- Yangın

1) Kesikler

Genellikle deney yapılırken kırılan cam eşyaların sebep olduğu kazalardır. Deneye başlamadan önce cam eşyaların kırık veya çatlak olup olmadığı kontrol edilmelidir. Kırık cam eşyalar çöp sepetine atılmayıp,

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

ayrı bir yere konmalı ve itinalı bir şekilde atılmalıdır. Alınacak önlemler:

- fazla kan geliyorsa kanın geldiği taraf, ince bir lastik boru ile bağlanır.

- kesilen yer bol temiz su ile yıkanır ve sonra alkollü pamuk ile temizlenir. Sonra yaranın etrafı seyreltik oksijenli su (H_2O_2) ile yıkanır.

- kesik yerinde kırık cam parçaları kalmışsa doktora gidilmelidir.

2) Yanıklar

Laboratuvarda yanıklar alev veya sıcak su ile temas sonucu veya kimyasal maddelerin vücudun tahrişi ve vücuda dökülmesi sonucu meydana gelir. Alınacak önlemler:

- *ateş ve sıcak suyun neden olduğu yanıklarda;* yanan yerler su ile temas ettirilmez. Yanık merhemi sürülür veya sodyumbikarbonat (%1) ile ıslatılmış bir sargı bezi ile yanık yer sarılır. Yanık yer su topladığı takdirde kabarcıkları patlatmayınız.

- *asit yanıklarında* (aynı zamanda klor ve brom yanıklarında); hemen bol su ile arasında % 5 lik sodyumbikarbonat çözeltisi ile çabuk yıkanmalı rivanollu suya batırılmış gazlı bezle pansuman yapılıp üzerine yanık merhemi sürülmelidir.

- *fenol yanığında;* yanık yer bol sabunlu su ile yıkanıp, gliserin veya alkol ile fenolün deriye nüfus etmesi önlenmeli sonra yanık merhemi sürülmelidir.

- *göz yanıklarında;* göz bol su ile yıkanmalı, eğer göze asit veya alkali sıçramışsa doymuş borik asit çözeltisi ile yıkanarak hasta hemen göz doktoruna götürülmelidir. En iyi önlem deney sırasında gözlük kullanılmasıdır.

3) Zehirlenmeler

Sindirim, solunum veya deri yoluyla olur.

Sindirim yoluyla bir baz alınmışsa, % 1 lik asetik asit veya %1 lik limon asidi içirilir. Eğer asit alınmışa bol su ile ağız çalkalanır, sonra % 5 lik sodyumbikarbonat ile yıkanır. Hastaya bol su veya süt içilir. Herhangi bir maddenin sindirim yoluyla alındığı durumlarda hastaya % 5lik bakırsülfat içirilerek kusması sağlanır, zaman kaybetmeden de hastaneye götürülür.

Solunum yolu ile meydana gelen zehirlenmelerde (amonyak, hid-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

roklorik asit buharları, formaldehit, klor vb.) en iyi önlem hastayı temiz havaya çıkarmalı ve suni solunum yaptırılmalıdır.

Deri üzerine dökülen katı haldeki maddeler yanıklara ve tahrişlere yol açabilir. Ancak deriye nüfuz etmeden kolaylıkla temizlenebilir. Eğer hemen yıkanıp uzaklaştırılmazsa ciddi tehlikelere yol açarlar. Bu maddelerin deri ile ilk temasında ağrı ve acı olmaz. Hemen yıkanmazsa ağrı başlar. En iyi önlem eldiven kullanarak çalışmaktır. Ayrıca zararsız olduğu bilinen bir katı madde ile çalışılsa bile maddeyi elle tutmamalı spatül ucu ile almalıdır.

4) Patlama

Laboratuvarda bulunan sıkıştırılmış gazları içeren tüpler (bütan gazı, hidrojen gazı, klor gazı vb.) tehlike yaratır. Tüpler serin yerlerde saklanmalı, ateşe yakın yerlerde bulunmamalı ve boşalır boşalmaz depoya götürülmelidir. Hidrojen gazı küçük çatlaklardan kolaylıkla sızarak, hava ile patlayıcı karışımlar meydana getirir.

5) Yangın

Laboratuvarda ateş kullanmadan önce civarda alev alabilecek maddelerin mevcut olup olmadığı kontrol edilmelidir. Ayrıca havagazı ve diğer gaz hortumları incelenmelidir, çatlaklar görüldüğü takdirde hortum hemen değiştirilmelidir. Yanıcı maddelerle deneyler yapılırken, mutlaka çeker ocakta çalışmak gerekmektedir. Yanıcı sıvıların bulunduğu şişe ve pisetler direkt güneşe karşı bırakılmamalıdır. Bilhassa hafta sonu ve yaz aylarında daha dikkatli olmak gerekir.

Yangın çıktığında mümkünse pencere ve kapılar hemen kapatılmalı hava akımı kesilmelidir. Yangın söndürme cihazları laboratuvar ve koridorlarda bulunmalı ve hava cereyanı kesildikten sonra kullanılmalıdır. Laboratuvar personeli, yangın söndürme cihazlarının yerini ve hangi tipinin hangi yangında kullanacağını bilmesi gerekir.

- Soda / Asit tipi yangın söndürücüler:

Kağıt, odun ve bunun gibi maddelerden çıkan yangınlarda, su ile karışabilen sıvı karışımlarından (alkol, aseton vb.) çıkan yangınlarda kullanılır. Elektrik kontaklarının sebep olduğu yangınlarda, su ile karışmayan sıvı karışımlarından meydana gelen yangınlarda kullanılmaz.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

- Köpüklü yangın söndürücüler:

Petrol, benzin vb. sudan hafif ve su ile karışmayan çözeltilerin yangınlarında kullanılır. Elektrik devrelerinin kontaklarından meydana gelen yangınlarda kullanılmaz.

Tehlikeli Maddeleri Tanıtmak İçin Kullanılan Sembol Ve Uyarılar

Tehlikenin Sembolü	Tehlikenin Tanımı	Tehlikenin Açıklanması	Uyarı
 E	PATLAYICI **E**	Bu sembol belli koşullar altında patlayabilecek maddelere göre düzenlenmiştir.	Darbe, sürtünme kıvılcım, ısıdan koruyunuz.
 O	OKSİTLEYİCİ **O**	Oksitleyici maddeler, yanıcı maddelerin tutuşmasına veya mevcut ateşin artmasına sebep olur. Böylece yangınla mücadele güçleşir.	Yanıcı maddelerden uzak tutunuz.
 F+	ÇOK KOLAY ALEV ALABİLEN **F +**	Tutuşma noktası 0°Cnin altında, başlangıç kaynama noktası 35°C olan sıvılar.	Yakıcı kaynakların tümünden uzak tutunuz.
 F	KOLAY ALEV ALABİLEN **F**	1. Doğal tutuşucu maddeler. Havada tutuşan kimyasallar.	Havayla temastan kaçınınız.
		2. Gazlar, normal basınçta hava ile yanma bölgesinde olan gaz karışımları (veya sıvılaştırılmış gazlar)	Tutuşucu gaz-hava karışımından sakının ve yakıcı kaynaklardan uzak tutunuz.
		3. Rutubete hassas maddeler, su ile temasında tutuşabilen gaz formundaki kimyasallar.	Rutubet veya su ile temastan kaçınınız.
		4. Yanma noktası 21°C nin altındaki sıvılar.	Açık ateşten, ısı kaynağından ve kıvılcımdan kaçınınız.
		5. Yakıcı kaynağın kısa süreli etkisinden sonra kolayca yanabilen katı maddeler.	Her türlü yakıcı kaynaklar, her türlü temastan sakınınız.

 T+ T	ÇOK ZEHİRLİ ZEHİRLİ T + T	Bu maddeler solunduğunda, yutulduğunda veya deriyle temasında sağlık açısından çok tehlikelidir ve hatta ölüme sebep olabilir. Bu maddelerle uzun süreli temaslar sonucunda geri dönüşlü olmayan zararlar meydana gelebilir.	Vücut temasından uzak durunuz ve beklenmeyen bir etki durumunda zaman geçirmeden doktora başvurunuz.
 Xn	ZARARLI X_n	Solunumu ve yutulması veya deri temasında insan sağlığı için tehlikelidir. Bu maddelere uzun süreli temaslar sonucunda geri dönüşü olmayan zararlar meydana gelebilir.	Vücut temasında uzak durunuz ve beklenmeyen bir etki durumunda zaman geçirmeden doktora başvurunuz.
 C	AŞINDIRICI C	Canlılar kadar diğer maddeler bu kimyasallar tarafından tahrip edilir.	Buharlarını solumaktan ve deri,göz ve giysi temasından sakınınız
 Xi	TAHRİŞ EDİCİ X_i	Bu sembol deri, göz ve solunum organlarını tahriş edebilen maddeler için uyarlanmıştır.	Buharını solumaktan ve deri, göz temasından kaçınınız.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Laboratuvar Araçları

Tüp: Uzun ince kenarlı camdan yapılmış silindir şeklinde kaplardır. Gerekli hacime uygun dar ve geniş çaplı, uzun tipleri vardır. 2-20 ml arasında hacimleri değişir. Tüpler çıplak bek alevinde ısıtılabilir. Tüp içinde ısıtma yapıldığında, tüp hiçbir zaman dörtte birinden fazla doldurulmamalıdır. Isıtma sırasında tüpün dibi aleve tutulmamalı, ısıtma tüpün içindeki sıvının üst düzeyine yakın bir yerden ve sürekli çalkalayarak yapılmalıdır. Ayrıca, ısıtma sırasında tüpler tahtadan yapılmış tüp maşası ile tutulur.

Beher Kabı: Geniş silindir şeklinde dibi düz cam kaptır. 10 ml den 2 litreye kadar değişik hacimlerde yapılır. Özellikle buharlaştırma yavaş yavaş karıştırma işlemlerine elverişlidir. Isıtmaya karşı dayanıklıdır. Beherler daima amyantlı tel kafes üzerinde ısıtılmalıdır.

Erlenmeyer Kabı: Konik şeklinde cam kaplardır. Hacimleri 25 ml ile 2 litre arasında değişir. Çözeltilerin çalkalama, titrasyon gibi işlemler için uygundur. Bu kapların içinde, maddelerin iyice karıştırılması olanağı vardır. Erlenmeyer kapları da daima amyantlı tel kafes üzerinde ısıtılmalıdır.

Balonlar: Altı düz ve dibi yuvarlak olan tipler vardır. Cam malzemeden yapılmıştır. Kaynatma işlemi için uygundurlar. 25 ml'den 2 litreye kadar olan tipleri vardır. Dibi yuvarlak olanlar yüksek ısıtma hızı ve sıcaklıklara dayanıklıdır.

Balon Joje: (Ölçü Balonları): Dar ve uzun boyunlarında hacimlerini sınırlayan çizgiler bulunur. Alt kısmı şişkinçe camdan kaplardır. Belli sıcaklıkta üzerlerinde belli hacimde sıvı alacak şekilde ayarlıdırlar. Üzerlerinde 20 °Cda kaç ml olduğunu gösteren sayılar yazılır. 10 ml'den 2 litreye kadar hacme sahip olanları vardır. Ayarlı çözeltilerin hazırlanmasında kullanılır.

Ölçü Kabı: (Mezür = Dereceli Silindirik Kapı) Ölçü balonları gibi duyarlı olarak ayarlanmış değildir. Sıvı maddelerin hacimlerini ölçmek için kullanılırlar. Cam malzemeden yapılmışlardır. Üzerlerinde ölçülebilecek hacimleri bölmelenmiş olarak yazılır.

Pipet: Sıvıların küçük miktarda ve duyarlı olarak hacimlerini ölç-

meye yarayan camdan yapılmış ölçüm araçlarıdır. Sıvılardan belirli hacimler pipet ile alınır. Bölmelenmiş olan pipetin, ucu, alınacak sıvıya batırılıp havası emilerek sıvı, pipet çizgisinin biraz üstüne yükselince, pipetin üstü işaret parmağı ile kapatılır. İşaret parmağı hareket ettirilerek sıvının serbest akması sağlanır. İstenen hacme gelince kapatılır.

Zehirli sıvılar pipetin üstüne lastik puar geçirilerek emilir ya da büretten akıtılarak alınır.

Büret: Alt kısmında musluk bulunan dereceli pipetlerdir. Bir spora (tutucuya) düşey olarak bağlanarak kullanılır. Büretin sağda bulunan musluğu sol el ile idare edilir. Sağ el ile erlendeki çözelti düzgün olarak çalkalanır. İç bükey olan sıvı düzeyinin saptanmasında çözelti renkli ise üst, renksiz ise alt düzey göz önüne alınır. Çözelti büretten belirli hızla (genellikle 5 ml/30 saniye) akıtılır. Büret musluğu kapatıldıktan 30 saniye sonra okuma işlemi yapılmalıdır. 2,5,10,50 ml hacimli olanları vardır. 50 ml'lik olanların bölmeleri 0,1 ml'dir.

Pisetler: Laboratuvarda çözme, seyreltme ve çökeltileri yıkamak için destile su kullanılır. Saf su gereksinimi için ağzında biri üfleme ve biri boşaltmaya yarayan ucu kapiler şekle sokulmuş iki boru içeren balonlardan (piset) yararlanılır. Aynı amaçla plastik malzemeden yapılmış olanları da vardır.

Cam Çubuklar (Bagetler): Uçları yuvarlaştılmış çeşitli çaplarda yapılan çubuklardır. Karıştırma işlemlerinde, bir kabdan diğerine çözeltiyi sıçratmadan aktarmada ve çökeltilerin yıkanmasında kullanılırlar.

Huni: Dar ağızlı kaplara sıvı veya solid maddelerin konulmasında, ayrıca süzme işlemlerinde kullanılan cam veya plastikden yapılmış araçlardır.

Saat Camı: Nem çekmeyen ve buhar baskıları yüksek olmayan katı maddelerin tartıldığı kaplardır.

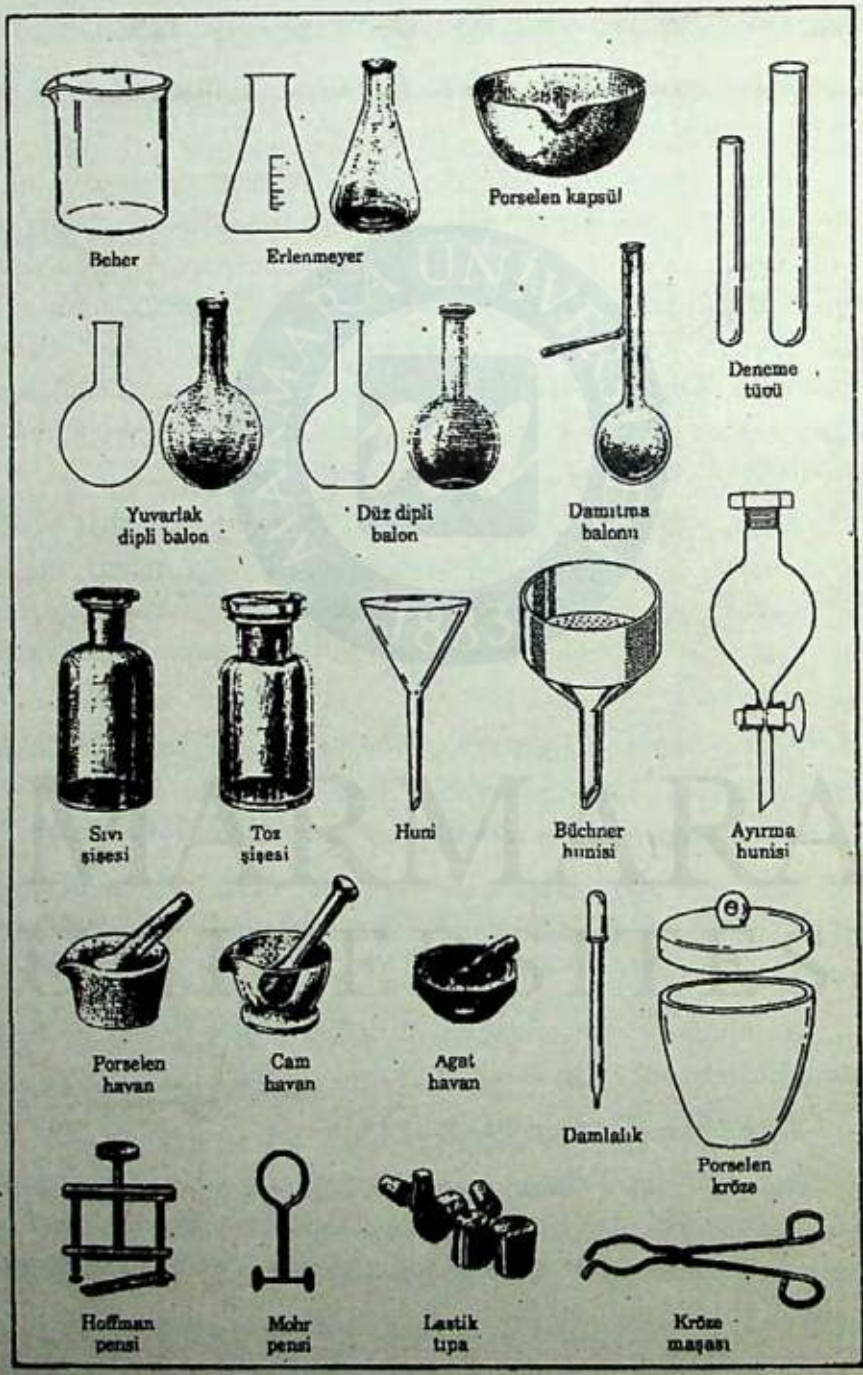
Tartı Kabı: Cam kapaklı kaplardır.

Ayırma Hunisi: Birbiri içinde karışmayan sıvıların ayrı ayrı elde edilmesinde kullanılan gövdesi geniş camdan yapılmış araçlardır. Alt kısmında musluk vardır. Önce yoğunluğu fazla olan sıvı alt musluktan alınır.

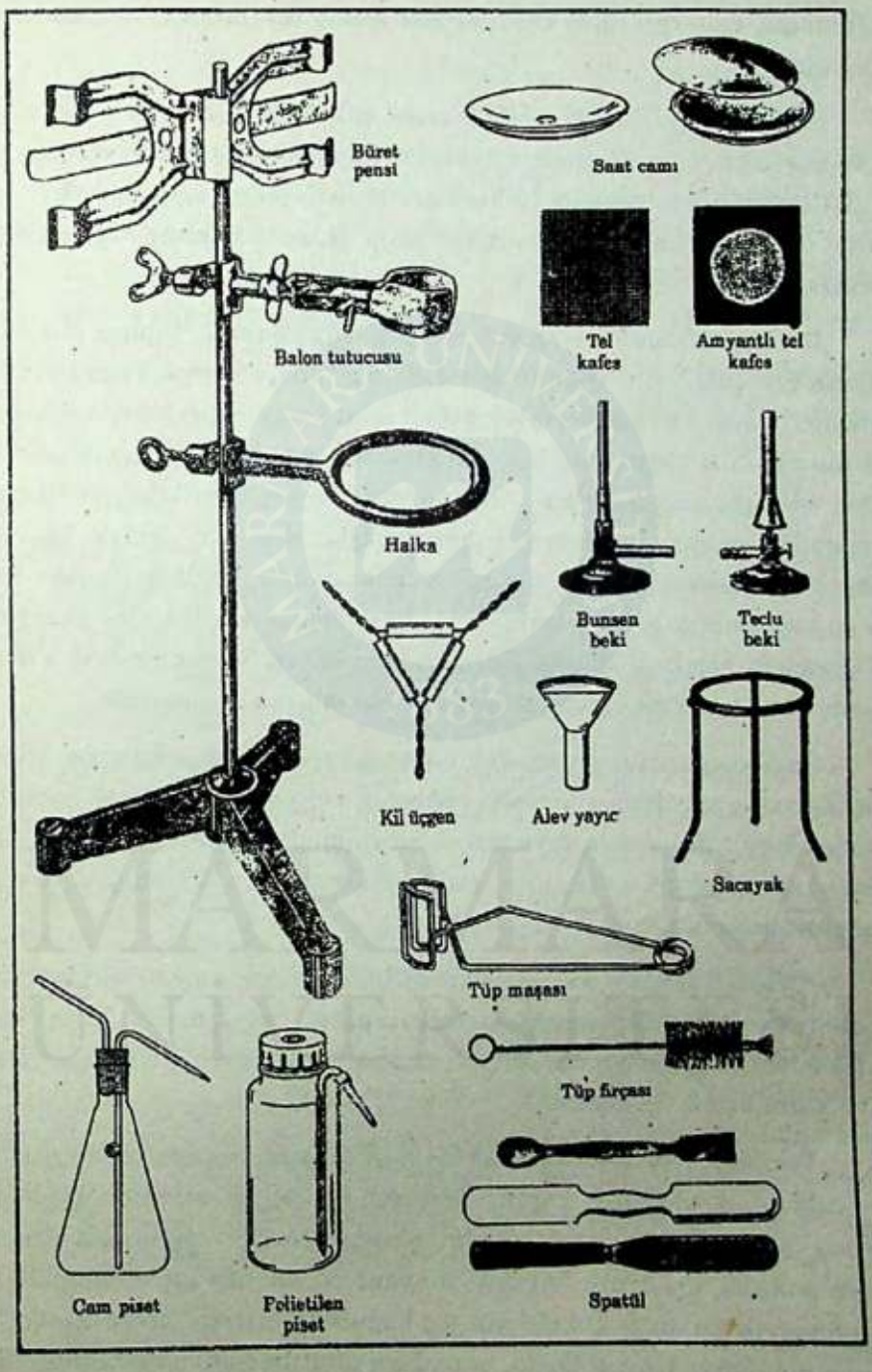
Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Laboratuvar araçları



MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ



Yıkama Şişesi: Sıvıların içinden gaz geçirilmesini sağlayan özel cam şişelerdir. Gazların temizlenmesi, gazlarla sıvıların reaksiyonunun sağlanması, belli bir gazın belli bir sıvı içinde tutulması gibi işlemlerde kullanılır.

Gooch (Guç) Krözesi: Çökeltilerin vakumda süzülmesinde kullanılan porselen veya platinden yapılmış kaplardır. Delikli olan diplerine, HCl çözeltisine yatırılıp yıkanarak temizlenmiş, amyant lifleri döşenip üzerine delikli disk yerleştirilir. Bunun üzerine de amyant katmanı serilir.

Büchner Hunisi: Gözenekli porselen süzgeçlerdir. Diplerindeki deliklerin (gözeneklerin) çapı 6 veya 7,5 mikrondur. Süzgeç kağıdı delikli porselen yüzey üzerine yerleştirilir. Islatılarak parmakla bastırılır. Buchner Hunisi boyun kısmına takılan lastik bir tapa aracılığı ile emzikli bir erleninin (Nuçe Erleni) üzerine yerleştirilir. Emzikden su trompu yardımı ile vakum uygulanır. Bundan başka hem ayrı ayrı ve hem de süzgeçi birleştirilmiş Bucher hunileri de kullanılır. Bunların süzgeç kısmı sinterleşmiş camdan yapılmıştır. Buna benzer şekilde dibi sinterleşmiş camdan yapılmış süzgeç krözeleride bulunur. Süzme yapılan sinterleşmiş camdan kısmın gözenek çapları 5-40 mikron arasındadır.

Su Trompu: Havayı emerek (vakum yaparak) kapalı kaplar içinde düşük basınç meydana gelmesini sağlayan veya sıvıları emerek sabit bir kapdan boşaltabilen cam veya metalden yapılmış araçlardır. Tepede giriş kısmı çeşme suyuna, yatay giriş kısmı emilecek kaba bağlanır. Üstten giren musluk suyu alttan basınçla çıkar.

Porselen Kapsüller: Porselenden başka demir, nikel ve platinden olanları vardır. Çözeltilerin buharlaştırılması ve kuru artığın kızdırılması işlemlerinde porselen kapsüllerden yararlanılır. Isıtma işlemi amyantlı tel kafes üzerinde yapılır.

Porselen Krözeler: Solid maddelerin kızdırılmasında veya eritişlerde kullanılan silindirik kaptır. Krözeler kil üçgen üzerinde kızdırılır. Isıtma işlemi çıplak alevde yapılır. Kızgın krözeleri soğutmak için bir kröze maşası ile kröze tutulup amyant levha üzerine konulmalıdır. Gravimetrik analizde çökelti süzgeç kağıdı ile birlikte kröze içinde kül edilir. Solid maddelerin küçük parçalara ufaltılmasında kullanılır. Ağat

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

havanlarda ise daha ince bir öğütme sağlanır. İri taneli ve sert olanlar ise önce bronz ya da çelik havanlarda ufaltılır.

Desikatör: Laboratuvarda kurutulmuş veya kızdırılmış maddelerin tartılmadan önce soğutulmaları oda sıcaklığına kadar gelmeleri desikatör denilen camdan yapılmış kaplarda yapılır. Adi ve vakum desikatörleri vardır. Desikatörde nem çekici olarak susuz (anhidro) $CaCl_2$, derişik H_2SO_4 veya P_2O_5 kullanılır. Ucuz olduğundan en çok $CaCl_2$'den faydalanılır. Desikatörlerin kapakları vazelin yağı ile yağlanır, kapak yana doğru kaydırılarak açılır.

Bunzen Beki: Doğal gaz veya LPG tam yanmasının gerçekleştirildiği laboratuvarda ısıtma, buharlaştırma ve kızdırma işlemlerinde kullanılan araçdır.

Bir borudan havagazı tutuşturulunca, ışık verici, parlak ve uzun bir alevle yanar. Bu alev yanmanın tam olmaması nedeniyle meydana gelen elementel karbon taneciklerinin varlığından dolayı islidir. Eğer havagazı yanmadan önce hava ile karıştırılırsa donuk mavimsi ve issiz bir alevle yanar. Bunun nedeni karbon taneciklerininde yanarak tamamen karbondiokside dönüşmesidir. Buzen beki bu prensibe dayanır.

Bunzen beki borusunun alt kısmında hava girmesini sağlayan delikli, giren havanın miktarını ayarlayan delik bir bilezik vardır. Hava delikleri bu bilezik ile kapatılıp gaz musluğu tam açıldıktan sonra bek borusunun üstüne kibrit alevi yaklaştırınca çıkan gaz uzun ve parlak bir alevle yanmaya başlar. Isıtma değeri az ve islendirici olduğundan böyle bir alev ısıtma işleminde kullanılmaz. Hava delikleri yavaş yavaş açıldıkça alevin boyu kısaldığı gibi rengi de donuklaşır. Gelen gaz miktarı sabit tutulup giren hava artılır ya da giren hava miktarı sabit tutulup gelen gaz azaltılırsa, yukarıdan aşağıya doğru inen zayıf bir patlama olur. Gaz, bekin altındaki ince boruda yanmaya devam eder. Buna bekin içten yanması denir. Bekin içten yandığı; borunun ısınması, alevin ince ve uzun hale dönüşmesi ya da borusu pirinçten yapılmış ise alevin yeşile boyanması ile anlaşılır. Isınması eli yakacak dereceyi aştığı için tehlikelidir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Bek alevinin yapısı:

a) İç koni: Yaklaşık % 60 oranda hava ihtiva eder. Burada yanma olmadığından soğuktur.

b) İndirgeme alanı: İç koninin ucu CO ve H_2 bakımından alevin en zengin ve aynı zamanda en soğuk kısmıdır. İndirgeme işlemleri alevin bu bölgesinde yapılır.

c) Alev mantosu: Havagazı ve hava karışımının yandığı alandır. Alevin en sıcak bölgesidir.

d) Yükseltgenme alanı: Alevin oksijen bakımından en zengin bölgesidir. Bu nedenle yükseltgenme işlemleri alevin bu bölgesinde olur.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

2. MADDE VE SINIFLANDIRILMASI

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Madde, belli koşullarda fiziksel özellikleri sabit, belli bir kütlesi ve hacmi olan varlık olarak tanımlanır. Her maddenin diğer maddelerden ayrılan kendine özgü bazı özellikleri vardır.

Maddeyi adlandırmak suretiyle belirtir, genel anlamından ayırırsak, ona artık madde değil, malzeme (materyal, gereç) denir. Örneğin gerekli olan, ihtiyaç duyulan her şey örneğin taş, su, hava, oksijen birer malzemedir. Madde belirsiz, malzeme ise belirli bir varlığı gösterir. Bir şey taş maddesinden yapılmıştır denmez, taş malzemesinden yapılmış denir.

Şekil almış malzemeye ***cisim*** denir. Örneğin hava bir malzemedir. Hava kabarcığı ise cisimdir. (Bakır/bakır çubuk, su/su damlası gibi)

Maddeleri, birbirlerinden kendilerine özgü özelliklerine bakarak beş duyumuzdan biri veya birkaçı ile ayırabiliriz. Örneğin şekeri tuzdan tatlılığı ile; taşı toprakdan sert olması ile ayırabildiğimiz gibi. Ancak birçok maddeler o kadar birbirine benzerler ki, bunları duyu organlarımızla ayıramayız. Bu durumda analiz yapılır. Örneğin kaynama noktaları, erime noktaları çözünürlük v.b. gibi özellikleri tesbit edilir..

Bir maddenin katı, sıvı ve gaz olmak üzere üç değişik hali vardır. Buna maddenin agregat halleri denir.

Katı maddelerin, kendiliğinden değişmiyen belli bir şekli ve sabit sıcaklıkta belli bir hacmi vardır. Örneğin buz parçası gibi.

Sıvı maddelerin belli bir şekli yok ancak sabit sıcaklıkta belli bir hacmi vardır. Örneğin su gibi. Sıvılar döküldüğü kabın şeklini alır. Şekli değişebilir fakat hacmi değişmez.

Gaz maddelerin, ne belli bir şekli ne de belli bir hacmi vardır. Bulunduğu hacmi tamamen kaplar. Örneğin hava gibi.

Maddenin sistemde belli sınır yüzeyleri ile ayrılmış şekillerine ***faz*** adı verilir. Örneğin, bir bardak suyu incelediğimizde su ile, camdan yapılmış katı bir cisim olan bardak arasında kesin sınır yüzeyleri vardır ve bu sistemde iki faz görülmektedir. Bu iki faz yanında suyun üst kısmında gözle görülmeyen hava vardır ki, bu da üçüncü faz olan gaz fazını oluşturur.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

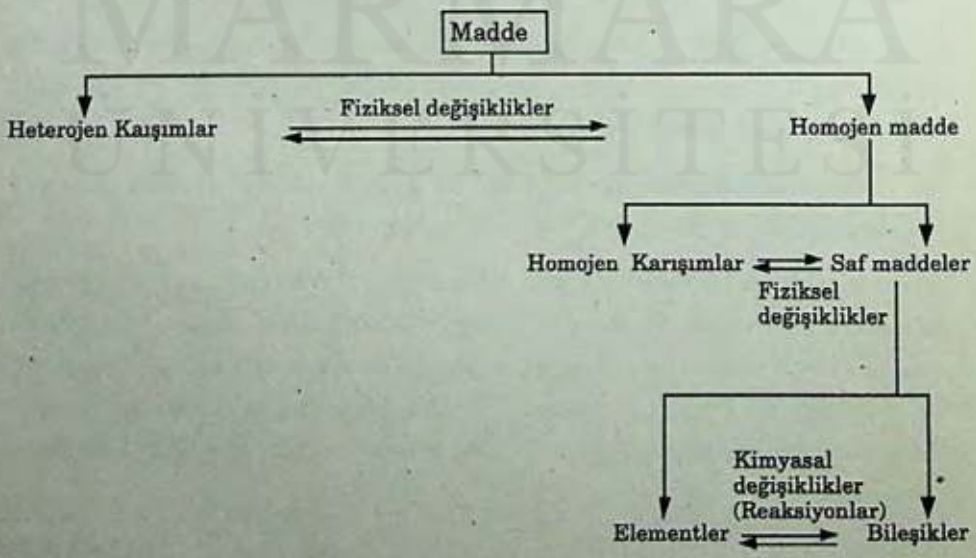
MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

İçinde su olan bardağa bir miktar sıvı yağ katıldığında, birbirinden kesin sınır yüzeyleri ile ayrılmış bir dördüncü faz daha sisteme eklenmiş olur. Bu dört ayrı fazın her biri kendine ait özelliklere sahip birer maddedir.

Gerekli koşullar sağlandığında, bir madde bir fiziksel durumdan bir başka fiziksel duruma geçebilir. Örneğin, katı haldeki buz, gerekli miktarda ısı verildiğinde sıvı hale geçebilir; yani eriyerek su olur. Bu olay, bir maddenin katı halden sıvı hale geçmesine bir örnektir ve "***erime***" olayı olarak adlandırılır. Erime olayının meydana geldiği sıcaklık derecesine "***erime noktası***" denir. Sıvı haldeki bir maddeden ısı alındığında, yani soğutulduğunda, madde katı hale geçer. Bu olaya "***donma***", olayın meydana geldiği sıcaklık derecesine de "***donma noktası***" denir. Sıvı haldeki bir maddeye ısı verilmeye devam edilirse, içinden gaz kabarcıkları çıkmaya başlar. "***Kaynama***" denilen bu olay, sıvı maddenin gaz haline geçmesidir. Kaynama anında sisteme ne kadar ısı verilirse verilsin, sistemin sıcaklığı değişmez. Bu sıcaklık derecesine "***kaynama noktası***" denir. Buhar veya gaz halindeki bir madde kaynama noktasının altındaki bir derecede bulunan soğuk bir alana rastladığında ise tekrar sıvı duruma geçer. Buna "***yoğunlaşma***" denir.

Maddeleri sınıflandırabilmek için, bileşimleri ve yapıları hakkında bilgi sahibi olunmalıdır.

Maddeleri aşağıdaki şemaya göre sınıflandırmak mümkündür:



MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Saf Madde: Nerede ve nasıl olursa olsun ve ne durumda bulunursa bulunsun kimyasal özelliğe sahip ve kendisinden başka yabancı madde içermeyen maddelere "**saf madde**" denir. Ancak bugün için dünyamızda saf olarak tanımlayabileceğimiz, hiçbir şekilde yabancı madde içermeyen çok az sayıda madde vardır. Yukarıda tanımı verilen erime, donma ve kaynama noktaları saf maddeler için karakteristik ve kesin rakamlardır. Örneğin, saf suyun kaynaması 100°C ve donması 0°C. Pratikte tam anlamı ile saf madde elde etmek oldukça zordur.

Karışım: Kimyasal olarak saf olan maddelerin aralarında kimyasal bir olay olmaksızın, fiziksel olarak gelişi güzel karışması ile meydana gelen madde topluluğudur. Doğada daha çok karışımlara rastlanır. Kaya parçası, odun, ırmak, deniz suları ile toprak doğal karışımlardır. Karışımları oluşturan bileşenlerin özelliklerinde herhangi bir değişiklik söz konusu değildir.

Saf maddeler ve karışımlar da alt sınıflara ayrılırlar

Saf maddeleri elementler ve bileşikler olmak üzere iki sınıfa ayırmak mümkündür:

Elementler: Evrendeki her madde, element denilen basit ve saf maddelerden oluşmuştur. Elementlerin kendi özelliklerini taşıyan en küçük parçasına "***atom***" denir. Her elementin atomları aynıdır. Bugün 109 elementten yalnız 92'si doğada bulunur. Diğerleri yapay olarak elde edilmiştir. Bu 92 elementin yalnız 9 tanesi dünyanın % 98'ini oluşturur. Bu dokuz element: *oksijen, silisyum, aluminyum, demir, kalsiyum, sodyum, potasyum, magnezyum ve hidrojendir.* Elementler simge denilen özel işaretlerle gösterilirler O, Si, Al, Fe, Ca, H gibi.

Elementler, metaller, ametaller ve yarımetaller olmak üzere üç sınıfa ayrılırlar.

Bileşik: Elementlerin kimyasal reaksiyonlar sonucunda birbirleri ile birleşmesinden oluşan maddelere "**bileşik**" denir. Bileşikler, yapısındaki elementlere bağlı olarak birbirinden farklı türde atomlardan yapılmıştır. Bir bileşik kendisini meydana getiren elementlerin özelliklerini taşımaz. Gerek fiziksel, gerekse kimyasal bakımdan kendini meydana getiren elementlerinden tamamiyle farklıdır. Bileşik, yapısına iştirak eden atomların sembolleri ve bu atomların birbirlerine karşı oranlarını

belirten formülle gösterilir. NaCl ve K_2SO_4 gibi. Bir bileşikteki atomların cinsini ve sayısal oranlarını gösteren formüle ***"bileşim formülü"*** denir. Bir bileşiğin bileşimindeki atomların sayısı ve oranlarını gösteren formülünden o bileşiğin formül veya molekül ağırlığı, formülde bulunan atomların atom ağırlıklarını toplamakla hesap edilebilir.

Karışımlar

Karışımlar, "heterogen" ve "homogen" karışımlar şeklinde ikiye ayrılır.

Heterogen Karışımlar: Görünüşleri ve özellikleri her yerinde aynı olmayan maddelere denir. Örneğin tuz-şeker veya kömür tozu-kükürt tozu gibi. Heterogen karışımlarda çeşitli yapıda parçacıklar gelişi güzel yan yana gelir ve düzensiz yani heterogen bir yapı oluşur. Heterogen karışımlar mekanik yöntemler kullanarak, karışımı oluşturan bileşenlere ayrılabilir. Bu karışımlarda, birden fazla faz bulunmaktadır. Kaba heterogen karışımlarda taneciklerin büyüklüğü göz ile görülebilme büyüklüğü olan 0.01 cm'den büyüktür. Bundan daha küçük boyuttaki taneciklerden yapılmış karışımlar da heterogen karışımlar sınıfına girer. Tanecik büyüklüğü ancak mikroskopla görülebilecek büyüklük olan 0.0001-0.01 cm bu karışımlarda iki fazdan biri sıvı diğeri katı ise ***"süspansiyon"***, her ikisi de sıvı ise ***"emülsiyon"*** adını alır. Bu karışımları bu kadar küçük boyutlarda muhafaza edebilmek için belli koşullar yoksa, bir süre sonra bileşenler birbirinden ayrılarak karışım sistemi bozulur. Örneğin: su-un karışımının bekletilmesi veya iyice çalkalanmış yağ-su karışımının bekletilmesi gibi. Dispergatör veya emülgatör adı verilen maddeler bu karışımlara eklendiğinde bileşenler, birbiri içinde ince dağılmış halini uzun zaman muhafaza eder.

Homogen Karışımlar: Görünüşleri ve özellikleri her yerde aynı olan, fakat birden fazla maddenin aralarında bir kimyasal reaksiyon olmaksızın düzenli şekilde karışması ile meydana gelen madde topluluğudur. Katı bir madde olan tuzun sıvı bir madde olan su ile karıştırılması sonucunda bir tuz çözeltisinin elde edilmesi, homogen karışıma bir örnektir. Bunlar tek bir fazdan meydana gelmiştir. Homogen karışımı oluşturan taneciklerin büyüklüğü 10^{-8} cm (atom ve moleküllerin büyüklüğü) mertebesi civarında ise bu tür karışımlar ***"çözeltiler"*** adını alır. Bunlar

gerçek çözeltilerdir. Tane büyüklüğü 10^{-8} cm den daha büyük sistemler ise ***dispers*** sistemlerdir. Dispers sistemlerde kendi arasında tane büyüklüğüne göre ***kolloidal sistemler*** (10^{-8}-10^{-5} cm), dispersiyonlar (10^{-5}-10^{-4} cm) gibi adlandırılır. Çözeltiler, karışımı oluşturan bileşenlerden farklı özellik gösterirlerse de, belirli bazı fiziksel işlemlerle birbirlerinden ayrılarak eski durumlarına dönüştürülebilir. Yukarıda verilen tuzlu su örneğinde, çözelti kaynatılıp, kaynayan su yoğunlaştırılmakla geri kazanılabilir.Su tamamen buharlaştırıldıktan sonra ise tuz eski şekli ile geriye kalır.

Çözeltilerde miktar olarak çok olan bileşene "***çözücü***", az olana ise "***çözünen madde***" adı verilir. Bu iki bileşen üç fiziksel halde olabilir. Doğada genellikle çözücüsü su olan çözeltilere rastlanır. Deniz suyu, ırmak suları, kan plazması, bitki öz suları gibi.

Çözeltileri, çözünen maddenin özelliğine bağlı olarak, "***elektrolit çözeltileri***" ve ***elektrolit olmayan çözeltiler***" olmak üzere ikiye ayırmak mümkündür. Elektrolit çözeltiler, içinden elektrik akımı geçebilen çözeltilerdir. Tuzlu su, asid ve baz çözeltileri v.b. gibi, çözeltileri elektrik akımını ileten maddelere "***elektrolit***" adı verilir. Şeker, alkol gibi maddeler ise suda çözündüklerinde meydana gelen çözelti elektrik akımını iletmez. Bu maddeler de "***non-elektrolit***" veya elektrolit madde olmayan adını alır. Maddelerin elektrolit olup olmaması, bileşiminde elektrikle yüklü parçacıkların bulunup bulunmamasına bağlıdır. "***iyon***" denilen elektrikle yüklü atom veya atom gruplarından yapılmış bileşikler, elektrolit özelliğine sahiptir.

Bir karışımın çözelti olup olmadığı saydamlığı ile anlaşılır. Çözelti homogen karışım olduğundan tek fazlı, yani saydam olmalıdır. Ancak bir çözelti saydamlığı yanında renkli veya renksiz olabilir. Örneğin, bakırsülfat çözeltisi mavi, potasyumdikromat çözeltisi ise turuncu renklidir.

Kütle ve Hacim Ölçülmesi

Analiz işlemlerinde inceleme konusu maddedir. Kütlesi ve hacmi olan varlığa madde; maddenin biçim almış şekline de cisim denildiği daha önce belirtilmişdi.

Tüm maddelerin ortak olan özelliği, kütle ve hacimleridir. Bu özel-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

likler maddenin temel ve ortak özellikleri olarak tanımlanır. Maddelerin ayrıca, kaynama noktası veya erime noktası gibi ayırdedici özellikleri de vardır. Maddelerin miktarlarını karşılaştırmak için kütle ve hacim gibi temel özelliklerden; birbirlerinden farklandırmak için de ayırdedici özelliklerden (erime noktası, kaynama noktası v.b. gibi) yararlanılır.

Maddelerin Hacimlerinin Ölçülmesi

Bir maddenin uzayda kapladığı yere, o maddenin ***hacmi*** denir. Katı ve sıvıların belirli hacimleri vardır. Gazların ise belirli bir hacmi yoktur. Madde miktarı arttıkça, hacim de artar.

Katıların hacimlerinin ölçülmesi belirli biçimleri olduğundan oldukça kolaydır. Katı cisimlerin hacimleri, biçimlerine bağlı olarak iki farklı yöntemle ölçülür.

Geometrik şekli olan katılar, boyutları ölçülerek hesaplanır. Düzgün geometrik şekli olmayan veya gözenekli yapıya sahip olan katılar ise, ölçü kapları (dereceli kaplar) ve sıvı cisim kullanılarak ölçülebilir. Bu yöntemde, içine batırılan katı maddenin taşırdığı sıvı hacmi, katının hacmine eşittir. Burada sıvı ile katı arasında etkileşim olmaması koşulu vardır.

Maddenin sıvı olması halinde, hacim ölçümesi kolaylıkla yapılır. Çünkü sıvının şekli bulunduğu kabın şeklini aldığından, hacmi bilinen kaplar kullanarak ölçüm kolayca gerçekleştirilir. Analiz yapılan laboratuvarlarda, sıvı cisimlerin hacimlerinin ölçülmesinde, dereceli ölçü kapları, pipet, büret ve balon joje gibi çeşitli cam eşyalar kullanılır.

Hacim birimi, Uluslarası Birim Sisteminde (SI = System International) m^3 dür. Bunun dışında litre (L), mililitre (ml) ve cm^3 de kullanılır.

Maddelerin Kütlelerinin Ölçülmesi

Bir cismin içerdiği madde miktarına o ***cismin kütlesi*** denir. Kütle ile ağırlık aynı anlama gelmez. Bir cisme etkiyen yerçekimi kuvvetine o ***cismin ağırlığı*** denir. Cisimlerin yerçekimi tarafından çekilebilmesi, onların kütlesinden ileri gelir. Bu nedenle kütle ve ağırlık doğru orantılıdır. Yeryüzünde aynı yerde bulunan ve kütleleri eşit olan iki cismin ağır-

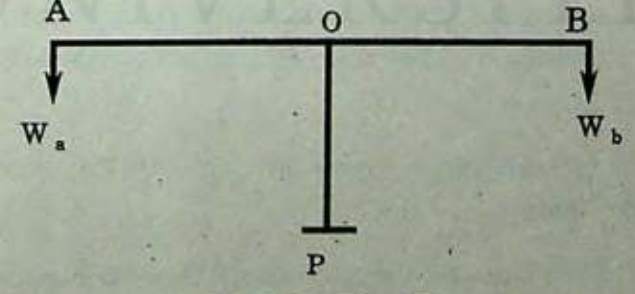
lıkları da eşittir. Buna karşılık, bu iki cisim, yeryüzünün çekim kuvvetinin farklı olduğu yerlerde, farklı ağırlık değerlerine sahiptir. Yani bir cisim kütlesi değişmediği halde yeryüzünün farklı yerlerinde farklı ağırlıkta olabilir. Yeryüzünde aynı yerde, kütleleri aynı olan cisimlerin etkilendikleri yerçekimi kuvveti aynı olduğundan, ağırlıkları da eşittir. Buna göre kefeli bir terazi ile iki cismin ağırlıklarını karşılaştırmakla bunların kütlelerini de karşılaştırmış oluruz.

Kütle ölçü birimi, Uluslararası Birim Sistemine göre kilogramdır. 1 kg, Fransa'nın Seves şehrinde tartılar ve ölçüler bürosunda saklanan, özel bir alaşımdan yapılmış uluslararası prototipin kütlesine eşit olarak tanımlanmıştır.

Tartım Yöntemleri

Cisimlerin kütlelerini, birbirlerine karşı karşılaştırma yoluyla belirlenmesi işlemine *tartım* veya *tartma* denir. Tartma işlemi terazi adı verilen aygıtlarla gerçekleştirilir.

Bir analiz terazisi, kaldıraç prensibine göre çalışır. "O" noktasında destekli bir iki kolu birbirine eşit bir kaldıraç gibidir. Terazi kolunun destek noktasına bir gösterge bağlanmıştır. Böylece terazi kolunun tam yatay durup durmadığı kontrol edilebilir. Kolun "A" noktasına bir kuvvet uygulandığında, terazi kolu destek noktasından itibaren aşağıya doğru iner; gösterge de sola doğru kayar. Terazinin bozulan dengesini düzeltmek üzere, kolun aksi tarafındaki "B" noktasına bir kuvvet uygulanmalıdır. Terazide AO = OB olduğundan, "B" noktasına uygulanan kuvvetle terazi dengeye eriştirildiğinde, uygulanan kuvvetler, dolayısıyla ağırlıklar birbirine eşittir.



$$W_a \cdot AO = W_b \cdot OB$$

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Terazinin en önemli kısmı terazi koludur. Bu kol destek noktasında bir prizma yardımıyla dengede durur. Kolun iki ucundaki kefeler de keskin yüzeyleri yukarı gelecek şekilde benzer yapıdaki iki prizma ile asılmıştır.

Terazileri tartım yapabildiği miktara ve duyarlığına bağlı olarak üçe ayırabiliriz.

Kaba teraziler: Gram mertebesinde ölçüm yaparlar.

Yarı mikro teraziler: mg mertebesinde tartım yapabilirler.

Mikro teraziler: 0,1 mg hassasiyetle tartım yapabilirler.

Teraziler ayrıca düzeneklerine göre de sınıflandırılırlar: Buna göre;

- iki kefeli teraziler
- tek kefeli teraziler

olmak üzere ikiye ayrılırlar.

Tek kefeli terazilerin elektrikle çalışanları olduğu gibi, elektronik ve digital göstergeli olanları da vardır. Hassas teraziler mutlaka cam kapaklı bir muhafaza içinde bulundurulmalıdır. Ayrıca bu terazilerin iki ayağı vidalı bir sisteme bağlıdır. Bu ayaklarla terazi, üzerinde bulunan vidalı bir sisteme bağlıdır. Bu ayakların yardımı ile terazi, üzerinde bulunan bir su terazisi sayesinde yatay hale getirilir.

Hassas terazide tartım yapılmasında dikkat edilmesi gereken durumlar:

1- Terazi, sallantıdan etkilenmeyecek sabit bir masa üzerine yerleştirilmelidir. Etrafında asid buharları gibi aşındırıcı maddeler bulunmamalıdır.

2- Tartıma başlamadan önce terazi kefelerinin üstleri yumuşak bir fırça ile temizlenmelidir.

3- Terazi kapalı iken gösterge sıfır noktası üzerinde olmalıdır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

4- Tartımı alınacak örnek eğer sıvı halde ise kapalı bir cam kap içinde tartılmalıdır. Katı maddeler de bir tartım kabında veya saat camı üzerinde tartılır. Bütün bu kapların tartımdan önce yani boşken ağırlıkları belirlenmelidir.

5- Sıcak maddeler ancak soğutulduktan sonra tartılır.

6- Tartımı alınacak örnek önceden darası alınmış bir kap içinde terazi kapalı iken sol kefeye yerleştirilir.

7- Cismin ağırlığını yaklaşık olarak dengeleyecek kadar ağırlık (dara) pensle tartım kutusundan alınarak terazinin sağ kefesine yerleştirilir. Ağır olan ağırlıklar, kefenin fazla salınım yapmasını önlemek üzere tam ortaya konur.

8- Terazinin düğmesi yavaşça açılarak göstergenin sapma yönünde konulan darasının kafi gelip gelmediği kontrol edilir. Dara ağır ise kefeden gereken miktarı çıkarılır; hafifse yeni dara eklenir.

9- Terazi dengeye eriştiğinde düğme tamamen açılır ve göstergenin eşit salınım yaptığı saptanır.

10- Tartım sonunda terazi durdurulur. Cisim kefeden alınır. Sağ kefedeki daraların toplamı deftere kaydedilir. Pensle tartım kutusundaki yerlerine yerleştirilir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

3. ÇÖZELTİLERDE ÇÖZÜNÜRLÜK VE KONSANTRASYON

Çözeltiler, fiziksel özellikleri her yerde aynı olan homogen karışımlardır. Bir homogen karışımın çözelti olarak nitelenebilmesi için, tanecik büyüklüğü gözönüne alınmalıdır. Gerçek çözeltilerde çözücü içinde çözünen madde 10^{-8} cm çapındaki büyüklüklerde dağılır. Bu boyut, bilindiği gibi, atom ve molekül çapı mertebesindedir. Demek ki çözeltilerde maddeler, birbiri içinde atom veya moleküller halinde dağılmıştır. Bu değerden daha büyük boyutlardaki (10^{-7}-10^{-4} cm) taneciklerin bir başka faz içinde dağılması ile oluşan karışımlara ise kolloid adı verilir. Tanecik boyutu daha da büyürse, dispersiyonlar meydana gelir. Dispersiyonlarda tanecikler 10^{-3}-10^{-2} cm arasındadır. Bunlardan sıvı içinde sıvının dağıldığı sistemlere emülsiyon; sıvı içinde katının dağıldığı sistemlere de süspansiyon denir. Dispersiyon sistemlerinin tanecikleri sıvı içinde asıllı kalır; zamanla çökmez.

Bir çözelti, biri çözücü (çözgen), diğeri çözünen madde olmak üzere iki bileşenden oluşur. Çözeltiyi oluşturan bileşenlerden miktar olarak fazla olanına genellikle çözücü denir. Şekerli su örneğinde şeker çözünen madde su ise çözücüdür.

Çözücü ve çözünen madde; katı, sıvı veya gaz halinde olabilir. En çok görülen çözelti örnekleri, çözücünün sıvı olduğu tiplerdir. Çünkü doğadaki su, iyi ve mükemmel bir çözücüdür. Çözücüsü sıvı olup; çözünen maddeleri farklı fiziksel durumlarda olan çözeltilere örnekler aşağıda verilmişitir.

Çözücü	*Çözücü Madde*	*Örnek*
Sıvı	Gaz	Suda çözünmüş hava, gazoz
Sıvı	Sıvı	Su-alkol karışımı
Sıvı	Katı	Tuzlu su, şekerli su

Tekstilde sıvı-sıvı ve sıvı-katı karışımlarından oluşan çözeltiler önemlidir. Örneğin, boya banyosu, tekstil yardımcı maddelerinin sudaki çözeltileri vb. gibi.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Bir maddenin çözücü içinde az veya çok çözünmesi, hem çözgenin hem de çözünenin yapısına bağlıdır. Ayrıca, ortamın sıcaklığına göre de değişir. Sıvı-sıvı çözeltilerinde her iki madde de birbirleri ile her oranda karışır. Bazı hallerde kısmen çözünme görülür. Sıvı içinde katının çözündüğü çözeltilerde de maddelerin yapısı çözünürlük için önem kazanır:

NaCl, polar bir çözücü olan suda ..... 311 g/L

polar bir çözücü olan alkolde ..... 0,51 g/L

apolar bir çözücü olan benzende..... 0 g/L

kadar çözünür.

Maddenin çözünme miktarına, sıcaklık da etki eder. Örneğin, 100 ml su içinde tuz ve şekerin çözünme miktarları:

Sıcaklık / *Madde*	*0°C*	*20°C*	*60°C*	*100°C*
Tuz g/L	35,7	36,0	37,3	39,8
Şeker g/L	179,2	203,9	287,3	487,2

Belli koşullarda çözücü ve çözünen madde arasında bir denge oluşur. Bu koşullarda, dengeye erişen çözeltide artık daha fazla madde çözünemez. Belli koşullar altında, içinde artık daha fazla madde çözünemeyen çözeltilere ***doymuş çözelti*** denir. Doymuş çözeltilerde, belirli sıcaklık ve belirli miktar çözücü içinde çözünebilen madde miktarı sabittir; değişmez. Bu miktara, maddenin çözünürlüğü veya doygunluk konsantrasyonu denir. Genellikle çözünürlük, 100 gram veya 100 mililitre çözeltide çözünebilen maddenin gram miktarı olarak verilir.

Konsantrasyon

Çözeltilerdeki çözünmüş madde miktarı konsantrasyon veya derişim terimleri ile ifade edilir. Çözeltilerin konsantrasyonu, ya çözeltinin hacim birimi başına çözünen madde kütlesi veya çözeltinin hacim birimi başına çözünen madde kütlesi veya çözeltinin kütle birimi başına çözü-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

nen madde kütlesi olarak verilir. Bu temel iki prensibe göre çeşitli konsantrasyon tanımları yapılabilir.

a) Hacim birimi başına çözünen madde kütlesi temel alınarak verilen konsantrasyon birimleri:

1- % Konsantrasyon: 100 ml çözeltide çözünmüş gram olarak çözünen madde miktarı, % konsantrasyon olarak ifade edilir.

$$\% \text{ kons.} = c = \frac{\text{Çözünen Kütlesi (g)}}{\text{Çözeltinin Hacmi (ml)}} \times 100 \qquad \left(\frac{w}{v}\right)$$

Örnek: % Konsantrasyonu 2 olan bir NaCl çözeltisi hazırlayınız.

2 gram NaCl tartılır. Bu madde, uzun ve dar boyunlu olup bu dar boynunda hacmini belirleyen bir çizgisi olan ölçü balonuna (balon joje) içine konur. Konstrasyon tanımına göre bu balon jojenin hacmi 100 ml olmalıdır. İçine madde konmuş balon jojenin yarısına kadar su eklenir ve alt kısmından tutarak çalkalanır. Tuz iyice çözündükten sonra, balon jojenin boynundaki çizgi seviyesine kadar su konur. Böylece 20°C de tam 100 ml hacminde ve içinde 2 g tuz bulanan (% konsantrasyonu 2 olan) bir çözelti hazırlanmış olur.

2- Molarite: Bir litre çözelti içinde çözünen maddenin mol sayısı, çözeltinin molaritesi olarak verilir. Bir çözeltinin 1 litresinde 3 molgram madde çözünmüşse, bu çözeltinin molaritesi 3 dür.

$$\text{Molarite} = M = \frac{\text{Çözünen maddenin mol sayısı}}{\text{Çözeltinin hacmi (litre)}}$$

Örnek: 1 litre 3M H_2SO_4 çözeltisi hazırlayınız.

H = 1 S = 32 O = 16

$H_2SO_4 = 2 . 1 + 32 + 4 . 16 = 98$

Molar konsantrasyonu 3 olan sülfürik asid çözeltisi demek, litresinde 3x98=294 gram asid bulanan çözelti demektir. Bu çözeltide yukarıda tarif edildiği gibi balon joje ile hazırlanır. 294 gram asid, 1000 ml oluncaya kadar su ile tamamlanır. Dikkat! asidin üzerine su dökmeyiniz. Asid su ile karışırken ısı açığa çıkacağından aşırı kaynama ve sıçramala-

ra sebep olur. Bu nedenle balon joje içine bir miktar su koyup, su altında balonu soğutarak yavaş yavaş asid eklenmelidir. Asid ilavesinden sonra balon çizgiye kadar su ile doldurulur. Böylece, bir litre çözeltide 3 mol asid çözündürülmüş olur.

Ticari asidlerin çoğu, % 100 lük değildir. Sülfürük asid genellikle % 96 lık şeklinde piyasada bulunur. Bu asitten çözelti hazırlamak için etiketinde yazılı olan yoğunluk değerinden yararlanılır. Bu şişeden 294 gram tartıldığında % 96 lık olduğundan saf sülfürikasit gerçekte 294 gram değil daha azdır. Tartımla hazırlamak gerektiğinde, 294 gramın % 96 lık asidin kaç gramında bulunacağı orantı kurarak hesaplanır. Ancak, çoklukla bu tür çözeltiler sıvı haldeki asiden hacim olarak almak şeklinde hazırlanır.

Hesaplama şekli:

Bu çözeltinin 1 ml sı 1,841 gramdır. Şişeden 1 ml alındığında 1,841 gram gelir. Ancak bunun hepsi değil, % 96 sı asittir. O halde 1 ml asid 1,841 x 0,96 = 1,767 gramdır. Buradan orantı kurarak 294 gramın kaç ml olduğu hesaplanır.

1,767 gram asid 1 ml ise,

294 gram asid ? ml dir. **? = 166,4 ml**

Balon joje içine bir miktar su alındıktan sonra, 166,4 ml % 96 lık asid eklenir. Daha sonra destile su ile 1 litreye tamamlanır.

3- Normalite: 1 litre çözelti içinde çözünen maddenin eşdeğer-gram sayısıdır. 1 litre çözeltide 2 eşdeğer-gram madde çözünmüşse, normalitesi 2 dir.

$$\text{Normalite} = N = \frac{\text{Çözünen maddenin eşdeğer-gram sayısı}}{\text{Çözeltinin hacmi (litre)}}$$

Eşdeğer-gram (ekivalent-gram), maddenin molekül ağırlığının etkime değerine bölünmesi ile elde edilir.

$$\text{Eşdeğer-gram} = \frac{\text{Molekül ağırlığı}}{\text{Etkime değerliği}}$$

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

a) Bir asidin etkime değerliği, tepkimede o asidin yer değiştiren hidrojen iyonların sayısıdır. HCl için 1, H_2SO_4 için 2, CH_3COOH için ise 1 değerini alır.

b) Bazın etkime değerliği, tepkime esnasında yer değiştirebilen hidroksit iyonları sayıdır. NaOH için 1, $Ba(OH)_2$ için 2, $Al(OH)_3$ içinde 3 gibi.

c) Yükseltgen veya indirgen olmayan basit bir tuzun etkime değeri, bu tuzun katyon veya anyonunun yer değiştirebildiği hidrojen veya hidroksit iyonu sayısıdır. NaCl için 1, $CaCl_2$ için 2, $Al_2(SO_4)_3$ için de 6 dır.

d) Yükseltgen veya indirgen bir maddenin etkime değeri, o maddenin tepkimede aldığı veya verdiği elektron sayısıdır. Örneğin $KMnO_4$ ün asidli ortamda 5, bazik ortamda 3 dür.

Bazı maddelerin eşdeğer-gram sayıları:

HCl	= 36,5/1 36,5	$CaCl_2$	= 111 / 2 = 55,5
H_2SO_4	= 98 / 2 = 49	$Na_3PO_4 . 12H_2O$	= 380 / 3 = 126,67
NaOH	= 40 / 1 = 40	$KMnO_4$	= 158 / 5 = 31,6
NaCl	= 58,5/1 = 58,5	$Na_2S_2O_3 . 5H_2O$	= 248 / 1 = 248

Bir maddenin etkime değeri 1 ise, normalitesi ve molaritesi birbirine eşittir. Yani normal ve molar çözeltileri aynıdır. Etkime değeri birden farklı ise,

N = M. etkime değeri

formülü ile birbirine dönüştürülebilir.

Örnek: 1/5 N H_2SO_4 çözeltisi hazırlayınız.

Sülfürük asidin molekül ağırlığı 98, etkime değeri 2 olduğundan, eşdeğer-gramı 98/2 = 49 dur. 1/5 eşdeğer-gram için 0,2x49 = 9,8 gram alıp, içinde bir miktar su bulunan 1 litrelik bir balon içine konur; daha sonra su ile hacmi 1 litreye tamamlanır.

b) Kütle birimi başına çözünen madde kütlesi temel alınarak verilen konsantrasyon terimleri:

1- Ağırlık Yüzde: 100 gram çözelti içinde çözünmüş maddenin

gram miktarı, çözeltinin ağırlık yüzdesi olarak verilir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

$$\% = \frac{\text{Çözünen kütlesi (g)}}{\text{Çözeltinin kütlesi (g)}} \times 100 \qquad \left(\frac{w}{w}\right)$$

Örnek: % 15 lik bir NaCl çözeltisi hazırlayınız.

% 15 lik bir çözeltinin 100 gramında 15 g çözünmüş madde bulunur: Yani 15 g çözünen madde, 85 gram su (çözücü) içerir. Bu çözelti için 15 g tuz tartılır. Üzerine 85 g (= 85 ml) su ilave edilir.

Not: Yoğunluğu sudan farklı olan çözücüler için ağırlık hacme eşit değildir. Laboratuvarda kullanılan çözeltilerde % miktarı daima % konsantrasyon olarak verilir.

Yoğunluk:

Çözeltilerde konsantrasyon, yoğunluk kavramı kullanılarak da ifade edilebilir. Bir maddenin yoğunluğu, o maddenin birim hacminin kütlesidir.

$$d = \frac{\text{Birim hacimdeki maddenin kütlesi (m)}}{\text{Maddenin hacmi (V)}} \qquad \frac{(g)}{(ml)}$$

Sıvı ve katılarda yoğunluk, g/cm^3 veya g/ml; gazlarda ise, g/L olarak birimlendirilir. 1 ml, +4 °C deki 1 gram suyun hacmidir. 1ml = 1,000027 cm^3 dür. Bunlar çok yakın değerler olduklarından genellikle $1cm^3$ = 1 ml olarak alınabilir.

Bir maddenin bağıl yoğunluğu ise, maddenin kütlesi veya tartısının, standard olarak alınan diğer bir maddenin aynı hacminin kütlesine veya tartısına orandır. Katı ve sıvı maddeler için bu standard madde olarak su; gazlar içinse hava alınır.

Sıvıların yoğunluğu, genellikle belli bir hacimdeki sıvıyı tartmak (piknometre ile) veya Archimedes ilkesine göre sıvının içine daldırılan bir dalgıcın kaldırma kuvvetinden (Westphal terazisi) yararlanarak tesbit edilir. İşletmelerde çok daha pratik olan areometrelerle ölçüm yapılır.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Areometre Prensibi:

Areometre, Archimedes prensibine dayanan ve bir çözeltinin (asit, baz v.b) yoğunluğunu ölçerek o çözeltinin konsantrasyonunun belirlemeye yarayan alettir. Bu alet camdan yapılmış olup genişlemiş ucunda, sıvı içinde dikey durması için kurşun saçmaları veya civa doldurulur. Böylece ağırlık merkezinin mümkün olduğu kadar aşağıda bulunmasını sağlanır. Üst kısmı ince cam silindir şeklindeki ucu kapalı boru olup üzerinde yoğunluk değerlerini gösteren derecelenmiş bir cetvel (skala) vardır. Alet özgül ağırlığı ölçmek istenen çözelti içine batırılınca Archimedes prensibine göre kendi ağırlığına eşit ağırlıkta bir sıvının yerini değiştirir. Areometre ne kadar derine batarsa sıvının özgül ağırlığında o kadar küçüktür. Bundan dolayı ölçüm sayıları yukarıdan aşağıya doğru artar. Çözeltilerin çoğunda özgül ağırlık konsantrasyonla büyür (amonyakta aksi). Areometrelerde genellikle skala ya özgül ağırlığına veya Baumé (°Bé) derecesine göre ayarlanır. Baume' areometresinde sıfır çizgisi saf su ile, 10 çizgisi ise % 10 luk tuz çözeltisi ile ayarlanır. Sudan hafif sıvılar için sıfır ve 10 çizgilerinin yerleri değiştirilir. Derecelendirmeleri daha başka esaslara göre yapılan areometrelerde vardır. Bunlarda ölçülen derecelerinden özgül ağırlık değerleri aşağıdaki formüllere göre hesaplanır.

Sudan daha hafif sıvıların Baumé derecesi için:

$$d = 144{,}3 / 144{,}3 + n$$ *(d = spesifik ağırlık n = diğer dereceler)*

Sudan daha ağır sıvıların Baumé derecesi için:

$$d = 144{,}3 / 144{,}3 - n$$

Twaddle derecesi $d = 200 + n / 200$

Brix derecesi $d = 400 / 400 - n$

Balling derecesi $d = 200 / 200 - n$

Formüller 15 °C daki Be' derecelerinin dönüştürülmesi için geçerlidir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Sudan ağır sıvılar için

Baumé derecesi	Özgül ağırlık	Baumé derecesi	Özgül ağırlık	Baumé derecesi	Özgül ağırlık	Baumé derecesi	Özgül ağırlık
0	1,000	17	1,134	34	1,308	51	1,540
1	1,007	18	1,142	35	1,320	52	1,563
2	1,014	19	1,152	36	1,332	53	1,580
3	1,022	20	1,162	37	1,345	54	1,597
4	1,029	21	1,171	38	1,357	55	1,615
5	1,037	22	1,180	39	1,370	56	1,634
6	1,045	23	1,190	40	1,383	57	1,652
7	1,052	24	1,200	41	1,397	58	1,672
8	1,060	25	1,210	42	1,410	59	1,691
9	1,067	26	1,220	43	1,424	60	1,711
10	1,075	27	1,231	44	1,438	61	1,732
11	1,083	28	1,241	45	1,453	62	1,753
12	1,091	29	1,252	46	1,468	63	1,774
13	1,100	30	1,263	47	1,483	64	1,796
14	1,108	31	1,274	48	1,498	65	1,819
15	1,116	32	1,285	49	1,514	66	1,842
16	1,125	33	1,297	50	1,530		

Baumé derecesi	Özgül ağırlık	Baumé derecesi	Özgül ağırlık	Baumé derecesi	Özgül ağırlık
10	1,000	27	0,896	44	0,811
11	0,993	28	0,890	45	0,807
12	0,987	29	0,885	46	0,802
13	0,980	30	0,880	47	0,798
14	0,973	31	0,874	48	0,794
15	0,967	32	0,869	49	0,789
16	0,961	33	0,864	50	0,785
17	0,954	34	0,859	51	0,781
18	0,948	35	0,854	52	0,777
19	0,942	36	0,849	53	0,773
20	0,936	37	0,844	54	0,768
21	0,930	38	0,839	55	0,764
22	0,924	39	0,834	56	0,760
23	0,918	40	0,830	57	0,757
24	0,913	41	0,825	58	0,753
25	0,907	42	0,820	59	0,749
26	0,901	43	0,816	60	0,745

Sudan hafif sıvılar için

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

4. ASİT VE BAZLAR

Günümüzde asid ve baz tanımı çeşitli şekillerde yapılabilir.

Klasik Tanım

Sulu çözeltilerinde H^+ iyonu (proton) veren bileşiklere asid, sulu çözeltilerinde OH^- iyonu (hidroksid) veren bileşiklere baz denir.

Örneğin: $HCl \rightleftarrows H^+ + Cl^-$ $\qquad$ $NaOH \rightleftarrows Na^+ + OH^-$

Brönsted - Lowry Tanımı

Proton (H^+ iyonu) verebilen maddelere asid, proton alabilen maddelere baz adı verilir.

$$HA \rightleftarrows A^- + H^+$$

(asid) (baz) (proton)

A^- ya (anyona) HA'nın konjuge bazı, HA ya ise A^- nın konjuge asidi denir. Bir asid ve buna karşılık olan baz, asid-baz çiftleri (HA/A^-) olarak tanımlanır.

$$Asid_1 + H_2O \rightleftarrows Baz_1 + H_3O^+$$

(baz_2) $\qquad$ $(asid_2)$

Bu reaksiyona protoliz denir. Su bir baz, hidroksonyum (H_3O^+) iyonu ise bunun konjuge asididir. Asit-baz çifti H_2O/OH^+_3 gibi

Lewis Tanımı

Bir elektron çifti alabilen maddelere (elektron akseptör) Lewis asidi, bir elektron çifti verebilen maddelere (elektron dönor) Lewis bazı denir.

Asidler anorganik veya organik yapıya sahip olabilirler Anorganik yapıda olan asidlere mineral asidler de denir.

Anorganik Asitler

Örneğin: Sülfat asidi, (H_2SO_4) Hidroklorikasid (HCl) vb. gibi.

Organik Asidler:

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Formik asid (karınca asidi)	$HCOOH$
Asetik asid (Sirke asidi)	$CH_3\text{-}COOH$
Hidroksi propiyonikasid (Süt asidi)	$H_3C-\underset{\displaystyle OH}{\underset{\vert}{CH}}-COOH$
Oksalik asid	$\begin{matrix} COOH \\ \vert \\ COOH \end{matrix}$
Şarap asidi (Tartarik asid)	$HOOC-\underset{\displaystyle OH}{\underset{\vert}{\overset{\displaystyle H}{\overset{\vert}{C}}}}-\underset{\displaystyle OH}{\underset{\vert}{\overset{\displaystyle H}{\overset{\vert}{C}}}}-COOH$
Limon asidi (Sitrik asid)	$HOOC-CH_2-\underset{\displaystyle COOH}{\underset{\vert}{\overset{\displaystyle OH}{\overset{\vert}{C}}}}-CH_2-COOH$

Kükürt İçeren Asidler

Kükürt, doğada element (S) ve metal sülfürleri ($Fe\,S_2$, ZnS) halinde bulunur. Kükürdün yakılmasıyla kükürtdioksit (SO_2) oluşur. Teknikte büyük önemi olan bu oksitten sülfat asidi sentez edilir. Bileşiklerinde kükürt -2, +4 ve +6 oksidasyon basamağında bulunur. Tablo da kükürdün önemli asitleri gösterilmiştir.

Kükürt içeren önemli asidler

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Kükürdün oksidasyon basamağı	Asidin			
	Formülü	Adı	Aynonu	Tuzu
S^{2-}	H_2S	Sülfür asidi (Hidrojensülfür)	S^{2-}	sülfür
S^{2+}	H_2SO_2	Sülfoksilat asidi (dayanıksız)	SO_2^{2-}	sülfatsilat
S^{4+}	H_2SO_3	Sülfit asidi (dayanıksız)	SO_3^{2-}	Sülfit
S^{6+}	H_2SO_4	Sülfat asidi (Sülfürik asid)	SO_4^{2-}	Sülfat
S^{6+}	H_2SO_5	Peroksimonosülfat asidi (Caro asidi)	SO_5^{2-}	bilinmiyor
S^{6+}, S^{2-}	$H_2S_2O_3$	Tiyosülfat asidi (dayanıksız)	$S_2O_3^{2-}$	Tiyosülfat
S^{2+}	$H_2S_2O_4$	Ditiyonit asidi (dayanıksız)	$S_2O_3^{2-}$	ditiyonit
S^{4+}	$H_2S_2O_5$	Metadisülfit asidi (dayanıksız) (Pirosülfit asidi)	$S_2O_5^{2-}$	Disülfit (pirosülfit)
S^{5+}	$H_2S_2O_6$	Dition asidi (dayanıksız)	$S_2O_6^{2-}$	ditiyonat
S^{6+}	$H_2S_2O_7$	Disülfat asidi (Pirosülfat asidi)	$S_2O_7^{2-}$	disülfat (pirosülfat)
S^{6+}, S^{2-}	$H_2S_3O_6$		$S_3O_6^{2-}$	Tritiyonat
	$H_2S_4O_6$		$S_4O_6^{2-}$	tetratiyonat
	$H_2S_5O_6$		$S_5O_6^{2-}$	pentatiyonat
S^{6+}	$H_2S_2O_8$	Peroksidisülfat asidi x1 (persülfat asidi)	$S_2O_8^{2-}$	Persülfat

x1 Peroksi asitler bir tane peroksit grubu içerir ($O2^{2-}$)

* (dayanıksız)

Sülfat asidi (Sülfürik asid) (H_2SO_4) (Mol. ağırlığı 98,08)

İki protonlu kuvvetli bir asiddir. Saf derişik asid, yağ kıvamında, berrak, renksiz, viskoz bir sıvıdır. Özellikle organik maddelere karşı yükseltgen olarak etki yapar. Derişik sülfat asidinin suya karşı ilgisi büyüktür. Su ile her oranda karıştırılabilir. Karıştırma esnasında önemli miktarda ısı serbest hale geçer. Bundan dolayı su ile karıştırma daima dikkatli yapılmalı ve derişik asid ince bir sicim gibi musluk altında karıştırarak dışdan soğutulan kaptaki suyun içine dökülmelidir. Bunun aksini yapmaktan kesinlikle kaçınılmalıdır. Aksi takdirde etrafa sıçramalar yaparak tehlikeli olur.

Ticarette bulunan derişik sülfat asidinin konsantrasyonu % 96-98 (66 °Bé), özağırlığı 1,84 değerindedir. Daha yüksek konsantrasyonlardaki aside *dumanlı sülfatasidi (oleum)* denir. Bu bileşik SO_3 fazlasını (% 20-30 kadar) içerir.

Genel olarak tekstil mamüllerinin terbiyesinde, çözeltilerin asidlendirilmesinde, yün, ipek, liflerinin asidik ve kromlamalı boyarmaddelerle boyanmasında, yünün karbonizasyonunda, löykarküp esteri boyamalarda inkişaf ettirmede v.b. kullanılır.

Sülfat Asidi Üretimi:

– Kurşun odalar yöntemi; (seyreltik asid 50-60 Be' arasında)
– Kontakt prosesi ; (%98-100 luk ve oleum)

Kükürtlü bazı asidlerin kalitatif analizi

Sülfürik asid (H_2SO_4)'ün tanınması

Sülfat iyonu (SO_4^{2-}) aranacak çözeltinin 5 damlası, 1 damla derişik HCl ile asidlendirilir. Bu çözelti üzerine 2 damla $BaCl_2$ çözeltisinden eklenir. Oluşan beyaz renkli ve asidde çözünmeyen çökelti sülfat iyonlarının varlığını gösterir.

$$SO_4^{2-} + Ba^{2+} \rightarrow Ba\,SO_4 \downarrow$$

Çökeleğin gerçekten Baryum sülfat olup olmadığını anlamak için, çökelek süzülüp kurutulur. Bir miktar susuz katı haldeki sodyumkarbo-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

nat ile karıştırılıp bir kömür parçası üzerinde şiddetlice ısıtılır. Karışım bir miktar suyla, bir tüpe alınır. Bu çözeltiden bir gümüş para veya gümüş levha üzerine birkaç damla çözelti konur. Meydana gelen çökelti, baryumsülfat ise gümüş levha kararır. Bu reaksiyona Hepar reaksiyonu denir.

Gümüş levha yoksa birkaç damla sodyumnitroza-purissiyat çözeltiye konursa mor bir renk oluşur.

Sülfit asidi (H_2SO_3)

Sülfit iyonu (SO_3^{2-}) aranacak çözelti 2N HCl ile tam olarak nötralize edilir. Çözeltiden 2 damla alınır üzerine % 0,1 lik Fuksin çözeltisinden damlatılır. Fuksinin renginin kaybolması sülfit iyonu varlığını gösterir. Bu reaksiyonun hassasiyetini, ortamda bulunabilecek fazla miktarda sülfat ve tiyosülfat azaltır. Sülfür iyonu reaksiyonu bozar. Ancak kadmiyum sülfür halinde önceden uzaklaştırılır. Deneyin hassasiyeti milyonda 20 kısımdır.

Tiyosülfat asidi ($H_2S_2O_3$)

Az miktarda gümüşnitrat üzerine tiyosülfat iyonu ($S_2O_3^{2-}$) bulunan çözeltiden ilave edilirse, rengi önce beyaz sonra yavaş yavaş sarı, turuncu, kahverengi ve nihayet siyah olan bir çökelti oluşur.

$$2\ Ag^+ + S_2O_3^{2-} \rightarrow Ag_2S_2O_3 \downarrow \text{(beyaz)}$$

$$Ag_2S_2O_3 + H_2O \rightarrow 2H^+ + SO_4^{2-} + Ag_2S \downarrow \text{(siyah)}$$

Deney ters olarak yani tiyosülfat çözeltisi üzerine bir damla gümüş nitrat çözeltisi konacak şekilde yapılırsa, önce oluşan gümüştiyosülfat çökeltisi derhal kompleks iyonu vererek çözünür.

$$Ag_2S_2O_3 + S_2O_3^{2-} \rightarrow 2\,[Ag(S_2O_3)_2]^{3-}$$

Tiyosülfat iyonu iyod çözeltisinin rengini giderir. (bak iyodometri deneyi)

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Sülfür asidi (H_2S)

Sülfür asidi, sülfür bileşiklerinin yükseltgen olmayan seyreltik bir asit (HCl, CH_3 COOH) ile muamele edilmesinden oluşur. (Dikkat: çok zehirli)

$$Fe\,S + 2HCl \longrightarrow Fe\,Cl_2 + H_2S\uparrow$$

Oluşan gaz kötü kokusundan veya kurşun asetatlı kağıdı siyaha (PbS) boyamasından anlaşılır.

Çok az miktarda sülfür iyonları bulanan örnek sodumnitrozaprussiyad ile mor renk verir. Hassasiyet sınırı 1: 50.000 dir.

Sülfürik asidin kantitatif analiz

a) Alkalimetri Yöntemi

Çalışma şekli

Derişik sülfürikasid örneğinden bir tartım kabı içine 10-15 ml'lik bir miktar kesin olarak tartılır. Tartılan miktar, önceden yarısına kadar destile su bulunan 1000 ml'lik balonjojeye konur. Tartım kabı içinde asit kalmayıncaya kadar balonjoye içine iyice yıkanır. Çözelti soğuduktan sonra balon jojenin işaret çizgisine kadar destile su eklenir. Sonra bu çözeltiden 50 ml pipet ile alınarak erlanmeyere konur. Çözeltiye 2-3 damla fenolftalein veya metiloranj indikatörü damlatılır. Daha sonra 1N NaOH ile titre edilir. Fenolflalein ilave edildiğinde başlangıçda renksiz olan çözelti reaksiyon bitiminde hafif pembe renk, metil oranjda ise başlangıçda kırmızı renkli olan çözelti reaksiyon bitiminde sarı renge dönüşür.

1 ml 1N NaOH = 49,04 mg H_2SO_4

Hesaplamak için örnek;

Verilen : Başlangıç tartım miktarı: 25;102 g derişik sülfat asidi

50 ml. N NaOH den örnek için sarf edilen miktar : 24,9 ml.

Hesaplama :

1000 ml.N Na OH den örnek için sarf edilen miktar : $\frac{24,9 \cdot 1000}{50}$ = 498 ml. N NaOH

Buradan sülfat asid miktarı

498 . 0,04904 = 24,42 g veya $\frac{24,42 \cdot 100}{25,102}$ = % 97,2 ağırlık yüzdesi

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Hesaplamadaki ağırlık yüzdesi aşağıdaki eşitlik veya tablodan yararlanarak birbirine kolayca dönüştürülebilir.

$$\% \text{ ağırlık} = \frac{\% \text{ hacim}}{\text{özgül ağırlık}}$$

b) Gravimetri

Sülfat asidi baryumsülfat halinde çöktürülür ve tartılır. Bu yöntemin hata olanakları oldukça büyüktür. Çünkü baryumsülfat çözeltiden yabancı maddeleri de adsorplıyarak çökebilir. Aynı zamanda ince taneli çökebileceğinden süzgeç kağıdından da geçebilir. Analiz sırasında verilen çalışma şartlarına mümkün olduğunca titizlikle uyulmalıdır.

Çalışma şekli

Yukarıda tanımlanan alkalimetri yöntemine (a) göre hazırlanan seyreltik sülfat asidinin 50 ml'sı geniş ber beher (400-500 ml) içerisine pipetle alınır. Bu çözeltiye 200 ml. destile su ve 5 ml % 5 lik HCl ilave edilir. Çözelti kaynatılır. Kaynayan çözeltiye derhal % 10 luk baryum klorür çözeltisinden damla damla, karıştılarak eklenir. Baryum klorür damlatması en iyisi bir büretten faydalanılır. Ara sıra çökeltinin dibe çökmesi beklenerek ve birkaç damla baryum klorür daha ilavesiyle çökmenin sonu kontrol edilir. Çözeltiyi birkaç saat su banyosu üzerinde bekletmek veya en iyisi bir gece kendi haline birakmak sonucun doğruluğunda büyük rol oynar. Soğutulan üst kısmı berrak çözelti önce mavi bantlı filtre kağıdı ile süzülür. Kabın dibinde kalabilecek çökelti sıcak su yardımı ile alınır. Bu işlem birkaç kez tekrarlanabilir. Suzgeç kağıdı üzerindeki çökelti de sıcak su ile iyice yıkanır.

Alt kısma geçen süzüntü sülfat asidi ile kontrol edilir. Çözelti bulanıklık vermemelidir. Süzgeç kağıdı üzerindeki ıslak çökeltinin, ağırlığı bilinen porselen kröze içine konarak, önce suyu uçurulur. Sonra Bunzenbeki alevinde kızdırılır. Kül haline getirilir. Çok yüksek sıcaklıktan kaçınılmalıdır. Çünkü aksi halde baryum sülfatın kükürttrioksit kaybetme olasılığı vardır. Porselen kröze desikatörde soğutulduktan sonra tartılır.

$$1\,g\,BaSO_4 = 0{,}4115\,g\;\; SO_4^{2-} = 0{,}4202\,g\;\; H_2SO_4$$

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

c) Areometre ile

Ölçülen Baume' değerine karşı gelen konsantrasyon tablodan tesbit edilir.

Sülfat asidin özgül ağırlığı, % 97-98 konsantrasyonda 1,8415 değerinde, % 100 lük konsantrasyonda ise takriben 1,838 olduğundan, çok yüksek konsantrasyonlarda areometre kullanışlı değildir.

Sülfat asidinin özgül ağırlık ve konsantrasyonu

Özgül ağırlık 15°C	°Bé	Ağırlık % si H_2SO_4	Hacim % si H_2SO_4	Özgül ağırlık 15°C	°Bé	Ağırlık % si H_2SO_4	Hacim % si H_2SO_4	Özgül ağırlık 15°C	°Bé	Ağırlık % si H_2SO_4	Hacim % si H_2SO_4
1,000	0,0	0,09	0,1	1,380	39,8	48,00	66,2	1,760	62,3	82,44	145,1
1,010	1,4	1,57	1,6	1,390	40,5	49,06	68,2	1,770	62,8	83,51	147,8
1,020	2,7	3,03	3,1	1,400	41,2	50,11	70,2	1,780	63,2	84,50	150,4
1,030	4,1	4,49	4,6	1,410	42,0	51,15	72,1	1,790	63,7	85,70	153,4
1,040	5,4	5,96	6,2	1,420	42,7	52,15	74,0	1,800	64,2	86,92	156,5
1,050	6,7	7,37	7,7	1,430	43,4	53,11	75,9	1,805	64,4	87,60	158,1
1,060	8,0	8,77	9,3	1,440	44,1	54,07	77,9	1,810	64,6	88,30	159,8
1,070	9,4	10,19	10,9	1,450	44,8	55,03	79,8	1,815	64,8	89,16	161,8
1,080	10,6	11,60	12,5	1,460	45,4	55,97	81,7	1,820	65,0	90,05	163,9
1,090	11,9	12,99	14,2	1,470	46,1	56,90	83,7	1,821	—	90,20	164,3
1,100	13,0	14,35	15,8	1,480	46,8	57,83	85,6	1,822	65,1	90,40	164,7
1,110	14,2	15,71	17,5	1,490	47,4	58,74	87,6	1,823	—	90,60	165,1
1,120	15,4	17,01	19,1	1,500	48,1	59,70	89,6	1,824	65,2	90,80	165,6
1,130	16,5	18,31	20,7	1,510	48,7	60,65	91,6	1,825	—	91,00	166,1
1,140	17,7	19,61	22,3	1,520	49,4	61,59	93,6	1,826	65,3	91,25	166,6
1,150	18,8	20,91	23,9	1,530	50,0	62,53	95,7	1,827	—	91,50	167,1
1,160	19,8	22,19	25,7	1,540	50,6	63,43	97,7	1,828	65,4	91,70	167,6
1,170	20,9	23,47	27,5	1,550	51,2	64,26	99,6	1,829	—	91,90	168,1
1,180	22,0	24,76	29,2	1,560	51,8	65,20	101,7	1,830	—	92,10	168,5
1,190	23,0	26,04	31,0	1,570	52,4	66,09	103,8	1,831	65,5	92,43	169,2
1,200	24,0	27,32	32,8	1,580	53,0	66,95	105,8	1,832	—	92,70	169,8
1,210	25,0	28,58	34,6	1,590	53,6	67,83	107,8	1,833	65,6	92,97	170,4
1,220	26,0	29,84	36,4	1,600	54,1	68,70	109,9	1,834	—	93,25	171,0
1,230	26,9	31,11	38,2	1,610	54,7	69,56	112,0	1,835	65,7	93,56	171,7
1,240	27,9	32,28	40,0	1,620	55,2	70,42	114,1	1,836	—	93,90	172,2
1,250	28,8	33,43	41,8	1,630	55,8	71,27	116,2	1,837	—	94,25	173,0
1,260	29,7	34,57	43,5	1,640	56,3	72,12	118,2	1,838	65,8	94,60	173,9
1,270	30,6	35,71	45,4	1,650	56,9	72,96	120,4	1,839	—	95,00	174,8
1,280	31,5	36,87	47,2	1,660	57,4	73,81	122,5	1,840	65,9	95,60	175,9
1,290	32,4	38,03	49,0	1,670	57,9	74,66	124,6	1,8405	—	95,95	176,5
1,300	33,3	39,19	51,6	1,680	58,4	75,50	126,8	1,8410	—	96,38	177,4
1,310	34,2	40,35	52,9	1,690	58,9	76,38	128,9	1,8415	—	97,35	179,2
1,320	35,0	41,50	54,8	1,700	59,5	77,17	131,2	1,8410	—	98,20	180,8
1,330	35,8	42,66	56,7	1,710	60,0	78,04	133,4	1,8405	—	98,52	181,4
1,340	36,6	43,74	58,6	1,720	60,4	78,92	135,7	1,8400	—	98,72	181,6
1,350	37,4	44,82	60,5	1,730	60,9	79,80	138,1	1,8395	—	98,77	181,7
1,360	38,2	45,88	62,4	1,740	61,4	80,68	140,4	1,8390	—	99,12	182,3
1,370	39,0	46,94	64,3	1,750	61,8	81,56	142,7	1,8385	—	99,31	182,6

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Halojen içeren asidler

Halogenler periyodik sistemin 7A grubunu meydana getiren elementlerdir. [Fluor (F), klor (Cl), brom (Br), Iyod (I) ve Astatin (At)]

Halojenler doğada Astatin hariç bileşikleri veya bazıları serbest halde bulunur. At, radyoaktif bir element olup doğal radyoaktif bozunma sıralarında stabil olmıyan ara ürün olarak ortaya çıkar. Halogenler hidrojen ve oksijen ile asid veya oksiasidleri meydana geritirler.

Tablo da halojen içeren önemli asidler gösterilmiştir.

Klorür asidi (hidroklorik asidi) (HCl) Mol ağırlığı 36,465

Kuvvetli bir asid olan klorür asidi, normal basınç ve sıcaklıkta gaz halindedir. Klorür asidi, bu gazın sudaki çözeltisidir. Çok saf asid ağırlıkça yaklaşık % 37 HCl içerir. Son derece berrak bir çözetlidir. Ticari dumanlı derişik klorür asidi özgül ağırlığı takriben 1,19 olup % 36,5-38 lik olarak satılır. Ticari asidler genellikle çözünmüş demir gibi safsızlık içerdiğinden hafif sarı renklidir. Diğer safsızlıklar As, H_2SO_4 v.b. gibi maddelerdir. Su ile karışım meydana getirir. 760 mm Hg basınçda 110°C kaynayan % 20,24 bileşimde yoğunluğu 1,10 olan bir azeotrop karışım teşkil eder. Genel olarak tekstil mamüllerin terbiyesinde, alkali işlemlerden (pişirme, kaynatma), sonra asidlendirme işleminde kullanılır Merserizasyon işleminden sonrada uygulanır.

Hidroklorik asit üretimi:

- Aromatik ve alifatik hidrokarbonların klorlandırılması esnasında
- Hidrojen ve klor gazının reaksiyonundan
- Sodyumklorür ve sülfürik asidin reaksiyonundan elde edilir.

Halojen içeren önemli asidler

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Halojenin oksidasyon basamağı	Asidin				
	Formülü		Adı	Anyonu	Tuzu
F^{1-}	-	H_2F_2	Florür Asidi	F^-	Florür
Cl^{1-}	-	HCl	Klorür Asidi (Hidroklorik Asid)	Cl^-	klorür
Cl^{1+}	ClO_2	HOCl	Hipoklorit asit	OCl^-	hipoklorit
Cl^{3+}		$HClO_2$	Klorit asidi	ClO_2^-	klorit
	ClO_2	-	-	-	-
Cl^{5+}		$HClO_3$	Klorat asidi	ClO_3^-	klorat
Cl^{6+}	Cl_2O_6	-	-	-	-
Cl^{7+}	Cl_2O_7	$HClO_4$	Perklorat asidi	ClO_4^-	perklorat
Br^{1-}	-	HBr	Bromür asidi	Br^-	bromür
Br^+	Br_2O	HOBr	Hipobromit asidi	OBr^-	hipobromür
Br^{5+}	-	$HBrO_3$	Bromat asidi	BrO_3^-	bromat
I^{1-}	-	HI	İyodür asidi	I^-	iyodür
I^{1+}	-	HOI	Hipoiyodit asidi	OI^-	hipodiyot
I^{5+}	I_2O_5	HIO_3	İyodat asidi	IO_3^-	hipoiyodür
I^{7+}	-	HIO_4	Periyodat asidi	IO_4^-	iyodat

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Halojen içeren bazı asitlerin kalitatif analizi

Hidroklorik asit (HCl)'ün tanınması

1) Klorür iyonlarının varlığı $AgNO_3$ çözeltisi ile isbatlanır. Klorür çözeltisi üzerine gümüşnitrat çözeltisinden katılır. Beyaz peynirimsi görünümde çok zor çözünen gümüşklorür bileşiği oluşur. HNO_3 de çözünmeyen bu çökelti, amonyakda çözünür. Hipoklorit iyonları da aynı reaksiyonu verir.

2) Tüpde bulunan 1 ml derişik aside, spatül ucunda az miktar PbO_2 katılır. Kapalı bir ocakta ısıtılır. Yeşilimtrak sarı renkli ve fena kokulu klor gazı çıkar. Bu gaz suda oldukça iyi çözünür ve su ile sarımtrak bir renk alır. % 0,7 ye kadar klor içeren bu çözeltiye "*klorlu su*" denir.

Hipoklorit asidi (HOCl)'in tanınması

1) Alkali hipoklorit çözeltisine seyreltik indigo damlatılırsa indigo renksizleşir veya renk tonu maviden kırmızıya doğru değişir (klorat iyonlarıda ClO^-_3 yalnız asidik çözeltilerde ısıtılırsa indigonun rengini giderirken ClO^-_3 de asidik ortamda soğukda giderir).

2) Hipoklorit çözeltisine, KI çözeltisi damlatılırsa alkali ortamda çok yavaş elementel I_2 ayrışır Nötral ortamda kuvvetli, asidik ortamda çok daha kuvvetli I_2 ayrılması izlenir. Az miktarda ayrışan iyod, eter veya karbonsülfür ile ayırma hunisinde çalkalanırsa eter fazı menekşe renge boyanır.

3) Hipoklorit H_2O_2 ile reaksiyona girerek şiddetli oksien gazı çıkar. Seyreltik H_2O_2 çözeltisine damla damla H_2O_2 ilave edilir. Açığa çıkan oksijen gazı ucunda kıvılcım olan tahta parçasını alevlendirir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

Hidroklorik asidin kantitatif analizi

a) Alkalimetri yöntemi

Çalışma şekli

Bir tartım kabına 30-50 ml destile su konur. Su ve kap birlikte hassas olarak tartılır. Daha sonra kabın içine takriben 5 g derişik hidroklorik asid katılır ve kapağı hemen kapatılır. Kap bir kez daha tartılır. Her iki tartımın farkı, alınan asidin miktarını verir. Tartım kabındaki çözelti 1000 ml lik balon jojeye konur. Tartım kabı çok iyi yıkanır ve yıkama çözeltisi balonjoje içine konur. Destile su ile 1000 ml'ye tamamlanır. Bu çözeltiden 50 ml pipet ile alınarak erlenmayere konur. Çözeltiye 2-3 damla fenolftalein veya metiloranj indikatörü ilave edilir. 1N NaOH ile titre edilir. Fenolftalein indikatörü kullanılmışsa reaksiyon bitiminde renk pembe olur; metiloranj kullanıldı ise başlangıçdaki sarı renk kırmızıya dönüşür.

b) Areometre ile

Ölçülen Baumé değerine karşı gelen konsantrasyon yukarıda verilen tablodan tesbit edilir.

Yoğunluk 15°C	°Bé	Ağırlık %'si	Yoğunluk 15°	°Bé	Ağırlık %'si	Yoğunluk 15°	Bé	Ağırlık %'si
1,000	0,0	0,16	1,075	10,0	15,16	1,145	18,3	28,61
1,005	0,7	1,15	1,080	10,6	16,15	1,150	18,8	29,57
1,010	1,4	2,14	1,085	11,2	17,13	1,152	19,0	29,95
1,015	2,1	3,12	1,090	11,9	18,11	1,155	19,4	30,55
1,020	2,7	4,13	1,095	12,4	19,06	1,160	19,8	31,52
1,025	3,4	5,15	1,100	13,0	20,01	1,163	20,0	32,10
1,030	4,1	6,15	1,105	13,6	20,97	1,165	20,3	32,49
1,035	4,7	7,15	1,110	14,2	21,92	1,170	20,9	33,46
1,040	5,4	8,16	1,115	14,9	22,86	1,171	21,0	33,65
1,050	6,7	10,17	1,125	16,0	24,78	1,180	22,0	35,39
1,055	7,4	11,18	1,130	16,5	25,75	1,185	22,5	36,31
1,060	8,0	12,19	1,135	17,1	26,70	1,190	23,0	37,23
1,065	8,7	13,19	1,140	17,7	27,66	1,195	23,5	38,16
1,070	9,4	14,17	1,1425	18,0	28,14	1,200	24,0	39,11

Klorür asidin konsantrasyonu ve yoğunluğu

5. pH

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

İlk olarak pH kavramı, takriben 1930'lu yıllarda Tekstil Kimya kitaplarına ve makelelerine girmiştir.

pH (pe he okunur) latince karşılığı olan "pondus hydrogenii" nin baş harflerinin kısaltmasıdır. Bu sözcük sonradan tekstil terbiyesine iyice yerleşmiştir. Tekstil terbiyesinde birçok işlemlerde (oksidatif ağartma, haşıl sökme, boyama vb) çözeltilerin pH'sı çok önemli bir rol oynar. Ayrıca pH, liflerin maruz kaldığı zararların değerlendirilmesinde de önemlidir. Birçok tekstil kimyası analizinde ve araştırmalarında, pH değerinin belli bir büyüklük olarak belirtilmesi gerekir. pH kavramının teorik bilgilerini ayrıntılı olarak incelemek bu kitabın konusu değildir. Ancak pH değerlerinin ölçülmesinde kullanılan çeşitli yöntemlerin iyi bir şekilde anlaşılması için önceden kısa bir giriş yapılması yararlı olacaktır.

Suyun İyonlaşması

Son derece saf hale getirilmiş su elektriği iletir mi? Diğer bir deyişle su kendiliğinden iyonlarına ayrılmaz mı? Kohlrausch ve Heydweiller 1894 yılında ölçü aletleri yardımıyla yapılan deneyler sonucunda suyun elektriği çok az ilettiğini göstermişler. Elektrik akımını iletmesi, su moleküllerinin hidrojen ve hidroksid iyonlarını ayrışmış olduğunu gösterir. Fakat su son derece zayıf iletkendir. Saf suyun elektrik iletkenliği bir molar hidroklorik asid çözeltisinden 10 milyon defa daha azdır.

$$H_2O \rightleftarrows H^+ + OH^- \quad \text{veya} \quad 2\,H_2O \rightleftarrows OH_3^+ + OH^-$$

Sulu çözeltide hidrojen iyonu basit olarak (H^+) şeklinde yazılır. Gerçekde tüm sulu çözeltilerde su molekülleri ile birleşerek yani hidratize olarak OH^+_3 (hidronyum, hidroksonyum) şeklinde bulunur.

Proton aktarılmasına protoliz denildiğinden, yukarıdaki denklemde suyun oto (kendiliğinden) protoliz denklemidir.

Suyun iyonlaşma sabitini bulmak için iyonlaşma denklemi

$$K_i = \frac{[H^+]\,[OH^-]}{[H_2O]}$$ şeklinde yazılır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Çeşitli yöntemlerle yapılan ölçümlerden saf suyun 25°C da iyonlaşma sabitinin değeri $K = 1{,}8.10^{-6}$ dır.

Bir litre su, 25°C sıcaklıkda 997 gramdır. Bu sıcaklıkda suyun molar konsantrasyonu aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\frac{997}{18} \cong 55{,}4 \text{ mol / L}$$

25°C sıcaklıkta bir litre su 55,4 mol'dür.

Bu sayı, iyonizasyon denkleminde $[H_2O]$ yerine konursa

$K_i = \dfrac{[H^+]\,[OH^-]}{55{,}4} = 1{,}8 \cdot 10^{-16}$ yazılır. Buradan;

$[H^+]\,[OH^-] = 55{,}4 \cdot 1{,}8 \cdot 10^{-16} = K$ yazılır veya eşitlik

$[H^+]\,[OH^-] = 55{,}4 \cdot 1{,}8 \cdot 10^{-2} \cdot 10^{-14} = K$ şeklinde de gösterilebilir.

$[H^+]\,[OH^-] = 1.10^{-14} = K$ veya

$55{,}4 \cdot 1{,}8 \cdot 10^{-2} = \dfrac{99{,}72}{100} = 0{,}99$ dur.

0,99 yaklaşık 1 olduğundan eşitlik aşağıdaki gibi yazılır.

$$\boxed{[H^+]\,[OH^-] = 10^{-14}}$$

İyonlaşan su molekülü, bir H^+ ve bir de OH^- iyonunu meydana getirdiğinden ve saf suda hidrojen ve hidroksid iyonlarının molar derişimi eşit olduğundan, hidrojen ve hidroksid iyonlarının miktarı 10^{-7} mol/L olur.

Demek ki, 1 litre suda 10^{-7} mol/L hidrojen, 10^{-7} mol/L hidroksid iyonu olduğu anlaşılır. Diğer bir deyimle 1 litre suda, 1 mol hidrojen sayısının ancak $1/10^7$ kadarı iyon haline dönüşmüştür. O halde 1 mol hidrojen iyonu ancak onmilyon (10^7) litre suda bulunur.

Asid ve Bazların pH sı

Saf suda iyonların konsantrasyonları eşit olduğundan su nötürdür. $[H^+] \cdot [OH^-] = 1.10^{-14} = K$ eşitliği yalnız saf su için değil asidik ve bazik tüm sulu çözeltiler için de geçerlidir. Ölçüm aletleri ile H^+ iyonunun konsantrasyonu ölçülebilir. Bu nedenle çözeltilerin asidik veya bazik özellik-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

lerini değerlendirilmesinde hidrojen iyonlarının konsantrasyonu temel alınmıştır.

H^+ iyonu konsantrasyonu 10^{-7} mol/L den büyük (10^{-6}, $10^{-6,2}$ gibi) ise çözelti asid, 10^{-7} mol/L den küçük ise (10^{-9}, $10^{-9,37}$ gibi) çözelti bazikdir. $10^{-6,2}$, $10^{-9,37}$ sayılarında olduğu gibi daima bir tam rakamdan küçüktür. Böyle küçük rakamlı değerlerin anlaşılması, özellikle karşılaştırılması oldukça güçtür. İlk defa Danimarkalı kimyacı Sörensan 1909 yılında uygun olmayan üslü rakamların kullanılmasından kaçınmak için pH tanımı ortaya koymuştur.

Bunu göre ***pH, hidrojen iyonları molar konsantrasyonun (mol/litre) on tabana göre logaritmasının eksi işaretli değerine denir.***

$$pH = -\log [H^+]$$

Benzer ifade hidroksid iyonları içinde yazılabilir.

$$pOH = -\log [OH^-]$$

$[H^+] \cdot [OH^-] = K_{su} = 10^{-14}$ eşitliğinden hesaplama yapılırsa:

$$\boxed{pH + pOH = K_{su} = 14}$$ bulunur.

Saf suyun veya nötral sulu çözeltilerin 25°C da pH sını hesaplayalım. Bu çözeltilerin H^+ iyonları molar konsantrasyonun 10^{-7} olduğunu biliyoruz. Formülde bu değeri yerine koyarsak.

$pH = -\log [H^+]$ $pH = -\log [10^{-7}]$ $pH = 7$ bulunur. O halde saf su veya nötral sulu çözeltilerde $pH = 7$ dir.

Bir litre saf su içine bir miktar asid (örneğin HCl) damlatılırsa su içinde;

$$HCl \rightarrow H^+ + Cl^-$$

Denklemde görüldüğü gibi iyonlar ayrışacağından H^+ iyonları miktarı hemen artar. Fakat $[H^+]$ $[OH^-]$ iyonlarının konsantrasyonu çarpımı daima sabit bir k_i iyonizasyon değerine yani 10^{-14} e eşit olduğundan; yani,

$K_i = 10^{-14} = [H^+]\,[OH^-]$ değeri değişmediğinden bu asitli çözeltide, eşitlikteki H^+ iyonları miktarı artmış olur. Ancak 10^{-14} bu değerinin sabit kalması için OH^- iyonlarının miktarı mecburen azalacaktır. Şu halde asit eklemeden önce çok az miktar iyonlaşmış su molekülleri içeren suyun içine asit katılınca, asidin bir kısım H^+ iyonları, suyun OH^- iyonları ile birleşerek, molekül halindeki su (H_2O) durumuna dönüşür. Geri kalan yani molekül haline geçmemiş olan pek az H^+ iyonları ile asitten gelen H^+ iyonları ortamda kalır. Böylece meydana gelen fazla miktardaki H^+ iyonlarının, suyun geri kalan çok az OH^- iyonlarının molar konsantrasyonları çarpımı sabit 10^{-14} değerini verir, Kısaca

$$([H^+] + [H^+]) \,.\, [OH^-] = 10^{-14}$$

HCl H_2O

Örneğin asid ilave edince çözeltideki hidrojen iyonları konsantrasyonu 10^{-5} mol/L olsun;

$[H^+] \,.\, [OH^-] = 10^{-14}$ denkleminde H^+ iyonları değeri yerine konursa $10^{-5}\,[OH^-] = 10^{-14}$ buradan $[OH^-] = 10^{-9}$ bulunur.

Demekki 1 litre suda hidrojen iyonları miktarı hidroksil iyonlarından

$$\frac{[H^+]}{[OH^-]} = \frac{10^{-5}}{10^{-9}} = \frac{10^9}{10^5} = 10^4$$

10000 kat daha fazladır. Bu durumda çözeltilerin pH'si de konsantrasyonu 10^{-5} mol/l olduğundan

$pH = -\log [H^+]$ eşitliğinde $[H^+] = 10^{-5}$ değeri yerine konarak hesaplanır. pH = 5

Ayni çözeltiye daha fazla miktarda hidroklorik asid ekleyelim. Örneğin sonuçda çözeltinin hidrojen iyonları molar konsantrasyon 10^{-1} olursa pH = 1, daha fazla miktarda hidroklorik asid katıldığında örneğin molar konsantrasyonu 1 olursa $1 = 10^0$ pH = 0 çıkar.

Eğer çözeltide 1 molden daha fazla hidroklorik asit bulunursa, yani çözeltideki asit konsantrasyon 1 molardan yüksek ise, o zaman or-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

tamda artık OH^- iyonları bulunamaz sadece H^+ bulunurdu. Bu gibi derişik asitli çözeltilerde $[H^+]\ [OH^-] = 10^{-14}$ iyonlaşma denklemi dolayısı ile pH artık söz konusu değildir. Çözelti sadece asidiktir denir.

	Asit Çözeltilerinde				Saf Su	Baz çözeltilerinde			
M (mol/l)	1	10^{-1}	10^{-3}	10^{-6}	10^{-7}	10^{-6}	10^{-3}	10^{-1}	1
pH,	0	1	3	6	7	8	11	13	14

Söz konusu asidler zayıf organik asidler ise, asit çok az oranda iyonlaştığından asidin 1 molar konsantrasyondan yüksek konsantrasyonları de bile yine pH söz konusudur.

Özetlersek; pH değeri 7 den aşağıya düştükçe; ortam asitli pH değeri 7 den yukarı çıktıkça ortam bazik olur. pH = 7 noktasında ise ortam ne asidik ne de bazik yani nötrdür.

Bazı maddelerin pH değerleri aşağıdaki tabloda görülmektedir.

Madde	pH
Mide salgısı (sıvısı)	0,9 (takriben)
Portakal suyu	2,6 - 4,4
Sirke	3.0
Olgun domates suyu	4,3
Su (havada kalarak CO_2 absorbe eden)	5,5 (takriben)
Tükrük	6,35-6,85
Süt	6,6 - 6,9
Saf su (25°C)	7,0
Gözyaşı	7,4
Kan	7,35 - 7,45
Deniz suyu	8,0
Taze yumurta akı	8,0

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Çözeltilerde pH değişimleri

Saf suyun sıcaklığı artırıldığında, molekülar konsantrasyon doğal olarak azaldığı gibi, aynı zamanda da iyonlaşma derecesi artar. Suyun değişik sıcaklık derecelerinde K ve pH'sı

Ortamın sıcaklığı	K_{su}	*pH*
0°C	$0{,}113 \cdot 10^{-14}$	7,07
25	$1{,}008\ 10^{-14}$	7,00
37	$5{,}474\ 10^{-14}$	6,63

H^+ ve OH^- iyon konsantrasyon ortamın sıcaklığına bağlı olarak değişen değerler gösterir. Bu değerlere bakarak, suyun sıcaklığı arttıkça hidrojen iyonu konsantrasyonunda suyun kendiliğinden asitik olacağı zannedilir. Fakat su her sıcaklık derecesinde nötrdür. Diğer bir deyimle, suyun hem 25°C sıcaklıkta nötr noktası pH = 7, hem de 50°C deki nötr noktası pH = 6,53 dür. Örneğin vücut sıcaklığında yani 37°C da suyun nötr noktası 6,78 dir. Onun için pH ölçmelerinde 25°C'a göre hesaplanır. Alet ile ölçmelerde aleti 25°C'ta ayarlamalıdır.

Asid ve bazlar değişik miktarlarda iyonlaştıklarından ve iyonlaşma derecesi bunların seyreltilmesiyle değiştiğinden aynı normalitede asid ve bazların pH larında değişik değerler görülür.

Asidler	H^+ *mol/L*	*pH*
HCl	$9{,}0\ 10^{-2}$	1,07
HNO_3	$8{,}0\ 10^{-2}$	1,10
H_2SO_4	$1{,}98\ 10^{-2}$	1,71
H_3PO_4	$1{,}58\ 10^{-2}$	1,81
CH_3COOH	$1{,}32\ 10^{-2}$	2,87

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Yukarıda görüldüğü gibi HCl, HNO_3 gibi asitler tamamen iyonlaştıklarından H^+ iyonu değerleri yüksek, dolayısı ile pH'ları düşüktür. Yani küçük rakamdır, kuvvetli asitlerdir. CH_3COOH gibi organik eşitler ise suda daha az miktarda iyonlaştıklarından H^+ iyonu konsantrasyonu daha düşük, dolayısı ile pH ları daha yüksektir. Zayıf asidik özelliğe sahiptirler.

Asit	*Normalite*	*$[H^+]$ mol/L*	*pH*
HCl	1,0	$795{,}00 \cdot 10^{-13}$	0,10
HCl	0,1	$90{,}00\ 10^{-13}$	1,071
HCl	0,01		2,02
CH_3COOH	1	$4{,}47\ 10^{-13}$	2,35
CH_3COH	0,1	$1{,}26\ 10^{-13}$	2,29
CH_3COH	0,01		3,4

Anorganik asitler suda tamamen iyonlaştıklarından, bu asitler seyreltilince başlangıçdaki hidrojen iyonu konsantrasyonu yeni çözelti hacmine göre azalacak pH değeri de yükselecektir. Halbuki organik asitler, özellikle çok zayıf organik asitler suda daha az iyonlaştıklarından çözelti seyreltildiği halde hidrojen konsantrasyonu çok azalmayacaktır. Görüldüğü gibi HCl on kez seyreltildiğinde hidrojen iyon konsantrasyonunda 9 kata yakın azalma olduğu halde $[H^+] = \frac{795 \cdot 10^{-13}}{90{,}00 \cdot 10^{-13}} = 8{,}8 \approx 9$

$[H^+] = \frac{4{,}47\ 10^{-13}}{1{,}26 \cdot 10^{-13}} = 3$ asetik asidde ise üç kata kadar bir azalma olmuştur.

pH değerini ölçme yöntemleri

Çözeltilerin pH değerinin ölçülmesi için iki yöntem vardır:

1) Kolorimetrik yöntem (renk ölçümü yöntemi)

2) Elektrometrik yöntem (potansiyometrik yöntem)

Bu yöntemlerden hangisinin uygun olduğu, yöntemin uygulanışın-

daki rahatlık, incelenecek çözeltinin tipine bağlıdır. İşletmelerde basit yöntem olan kolorimetrik yöntem uygulanır.

Sonucun çok kesin olması isteniyorsa, bazı kural dışı durumlar hariç elektrometrik yöntem tercih edilir.

1) Kolorimetrik Yöntem

Yöntemin prensibi: Bir çözeltiye indikator damlatıldığında çözeltideki serbest hidrojen iyonlarının azlığı ve çokluğuna göre (çözeltinin pH'sine göre) renk değişikliği meydana gelir. Çözeltide oluşan renk değişikliğine bakarak o indikatörün o renk değişikliği için bildirilen pH değeri, incelenen çözeltinin pH sini gösterir.

İndikatörler ve çeşitleri

Indikatör; belli pH aralıklarında renk değiştiren organik zayıf asit veya bazlardır. Bu bileşikler renkli veya renksiz olup, su, alkol gibi çözücülerde çözündüklerinde genellikle renkli iyonlara ayrışır. Örneğin β- dinitrofenol sulp halde renksiz, sulu çözeltisi ise sarı renklidir.

İndikatörler belli pH sınırları içerisinde renk değiştirirler Bunlar:

- *Tek renk indikatörler* sadece bir renk değişmesi gösterirler, (örneğin fenolftein asidik ortamda renksiz bazik ortamda pembe renkli)

- *İki renk indikatörler* iki renk değişmesi gösterirler, (örneğin fenol kırmızısı asidik ortamda sarı bazik ortamda kırmızı renklidir.)

- *Karışık indikatörler* (bazı indikatörlerde renk değişmesini gözle kolayca fark edemeyiz.) Bu tip indikatörlere genellikle diğer bir renkli madde (çoğu kez mavi) karıştırılarak gözle kolayca görülmesi sağlanır. Alkolde yapılmış % 0,2 lik metil kırmızısı indikatörüne yine alkolde yapılmış % 0,1 lik metilen mavisi karıştırmak suretiyle yapılan indikatör karışımını karışık indikatöre örnek olarak verebiliriz.

- *Çeşitli renkli indikatörler* iki ayrı pH bölgesinde kullanılan ve ayrı renk veren indikatörlerdir. (Örneğin timol mavisi, pH 1,2-2,4 arasında sarı-kırmızı pH 8-9,6 sarı-mavi renk verir.)

- *Universal indikatörler* (birçok indikatörün karıştılması ile oluşan indikatör karışımı)

Kolorimetrik yöntem ile pH ölçümü yapılışı:

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

İndikatör kağıtları ile pH ölçümü:

Piyasada çeşitli pH değerlerinde kullanılan şerit şeklinde indikatör kağıtları vardır. Bu şerit şeklinde kağıtlar önceden indikatör çözeltisine batırılıp kurutularak hazırlanmıştır. Üniversal indikatörler kağıtların ölçüm aralığı 1-14 arasında değişir. Bu kağıt şeritlerde okuma hassasiyeti 0,5 pH birimdir. Özel indikatör kağıtlarında ise 1,5-2,5 arasında değişir. Okuma hassasiyeti 0,2 pH birimidir.

Ölçümün yapılması çok basittir. Önce pH sı araştırılan çözeltinin örneğin turnosol kağıdı ile asidik mi yoksa bazik mi olduğu tesbit edilir. En iyisi o seri kağıt şerit takımında bulunan ve pH sınır değerleri (1-14) içinde değişen kağıtlar ile ölçülür. Bu işlem için, bir parça kağıt şerit bir pens ile tutulup yırtıldıktan sonra yine pens ile pH sı ölçülecek çözelti içerisine sokularak kağıdın çözeltiyi biraz emmesi beklenir ve sonra çıkarılır. (İndikator kağıdını hiçbir zaman elle tutulmamalıdır. İndikatör kağıdının hassasiyeti terli parmaklar arasında bozulur) Renkli hale dönüşen kağıd, indikatör kağıdı kutusunun üzerindeki kapakda bulunan renk skalasi ile karşılaştırılır. Renk hangisine benziyorsa, çözeltinin pH sı yaklaşık olarak tesbit edilir. Tesbit edilen pH değeri 1-2 pH birimi yaklaşık kaba bir değerdir. Bundan sonra, kaba olarak bulunan bu pH değeri hassas indikatör kağıdları yardımıyla aynı çözeltiden kullanılarak kesin tesbit edilir. Bazı indikator kağıdı kutularında kağıtlar plastik şerit üzerine yapıştırılmış hazır durumdadır. Bir tanesi alınarak çözelti içine daldırılıp renk değişimi gerçekleştirilir.

2) Potansiyometrik usul ile pH ölçümü:

Elektrik veya pil ile çalışan özel aletlerdir. Hepsinin çalışma prensibi aynı temellere dayanmakta ise de, aletlere göre kullanım şekillerinde değişiklikler bulunur. pH değeri ölçülecek çözeltiyle hazırlanan elektrot ve kıyaslama elektrodu arasında bir kimyasal pil oluşturulur. Kıyaslama elektrodunun elektrot potansiyeli sabit olduğundan, pilin ölçülen elektromotor kuvveti yalnızca diğer elektrodun elektrot potansiyeline bağlıdır. Buna göre pilin E elektromotor kuvveti ölçülerek çözeltinin pH değeri hesaplanır. Bu hesaplama, pH-metrelerde otomatik yoldan yapıldığından E elektromotor kuvveti yerine pH değeri doğrudan okunur. Kıyaslama elektrodu olarak; cam elektrot, standart hidrojen elektrodu, kalomel elektrot, gümüş-gümüş klorür elektrodu gibi elektrotlar kullanılır.

6. ANALİZ YÖNTEMLERİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Analiz nedir?

En genel anlamı ile analiz çözümlemedir. Yani, bir sorunun, belli bir yönünün belli bir düzeyde açıklanması olarak tanımlanabilir. Tekstil maddeleri ve kimyasal maddeler, çeşitli analiz yöntemleri ile incelenir. Kimyada analiz, inceleme konusu olarak seçilmiş maddeleri, tanıma ve bileşimlerini belirleme bilgisidir. Bir madde veya karışımda bulunan element, atom grubu veya bileşiklerin belirlenmesi ve bunların o karışım içinde hangi oranlarda bulunduğunun saptanması için yapılan işleme *kimyasal analiz* denir. Kimyasal analiz kalitatif ve kantitatif olmak üzere ikiye ayrılır.

Kalitatif Analiz:

Bir maddenin hangi bileşenlerden oluştuğunu saptamak amacıyla yapılan analiz, *kalitatif (nitel) analiz* adını alır. Bileşenleri tanımak için, bileşimleri bilinen ve bazı maddelerin etkisi ile kendine özgü, duyu organlarımızla gözlemleyebileceğimiz reaksiyonlar veren maddeler kullanılır. Bu maddelere, *reaktif* veya *belirteç* denir. Bu reaksiyon, renkli bir bileşik oluşturma, gaz çıkışı veya çözelti oluşturma şeklinde görülebilir.

Kantitatif Analiz:

Bileşinleri kalitatif analiz yoluyla belirlenmiş olan bir maddenin, hangi oranlarda bu bileşenleri içerdiğini bulmak için yapılan analiz işlemlerine *kantitatif (nitel) analiz* denir. Kantitatif analiz yöntemleri, gravimetri, volumetri ve instrümental analiz olmak üzere üçe ayrılır. Bunlar, maddelerin fiziksel özelliklerini ölçmek suretiyle çeşitli analiz yöntemleri olarak geliştirilmiştir. Bu yöntemlerde maddenin bir fiziksel özelliği tesbit edilir. Yöntem, maddenin hangi fiziksel özelliği için geliştirilmişse; o fiziksel özelliğin adı ile anılır. Örneğin, maddenin hacminin ölçülmesi ile analiz yapılıyorsa, volumetri (volum=hacim), ışın absorblanmasının ölçülmesi ile yapılıyorsa absorbsiyometri (spektrometri) denir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Maddelerin Fiziksel Özelliklerinin Ölçülmesi İle Yapılan Analiz Yöntemleri

Ölçülen fiziksel özellik	Analiz Yöntemi
Kütle	Gravimetri
Hacim	Volumetri
Işın absorblaması	Spektrofotometri (UV, IR)
Işığın dağılması	Türbidimetri, nefelometri
Işığın yayılması	Alev fotometrisi,
Elektrik iletkenliği	Kondüktometri
Elektrik akımı	Polarografi
Elektrik miktarı	Kulometri
Absorpsiyon hızı	Kromatografi

1920 li yıllara kadar yukarıda belirtilen yöntemlerden yalnızca volumetri ve gravimetri kullanılıyordu. Bu iki yöntem, klasik yöntemler olarak bilinir. Yeni yöntemler ise, instrumental (aletli) yöntemler adını alır.

Gravimetri

Gravimetrik analizde, miktarı belirlenecek maddenin suda veya bulunduğu ortamda çözünmeyen bir bileşiği elde edilir. Bu bileşik süzülerek ortamdan ayrılır; yıkanır, kurutulur ve tartılır. Oldukça uzun zaman alan bir yöntem olduğundan, günümüzde önemini yitirmiştir.

Volumetri

Volumetrik analizde prensip, miktarı tesbit edilecek maddenin belli hacimdeki çözeltisinin, ayarlı (standart) bir çözelti ile titre edilerek tepkimeye sokulmasıyla, sarf edilen ayarlı çözeltinin hacmi aracılığıyla miktarının hesaplanmasıdır.

Bir kimyasal tepikimeden volumetride yararlanabilmek için o kimyasal tepkimenin bazı şartları sağlamalıdır:

- Kimyasal tepkime stokiometrik olmalıdır. Tepkime kesin bir şekilde ve tek bir kimyasal denklemle tanımlanabilmelidir.

- Tepkime hızlı olmalıdır.

- Tepkime tam olmalıdır.

- Tepkimenin sona erdiği görsel olarak izlenebilmelidir. Bunun için gerekiyorsa uygun bir indikatör kullanılabilmelidir.

Titrasyon:

Miktarı tesbit edilecek maddenin, derişimi bilinen bir çözeltinin belirli hacmi ile tam olarak tepkimeye sokulup, miktarının bulunması olayının tamamına *titrasyon* denir. Bu işlemde ayarlı çözeltinin, miktarı tesbit edilecek örneğin üzerine numuneyi çalkalayarak damla damla ilave edilmesi kısmına ise *titre etmek* denir.

Ayarlı (Standard) Çözelti:

Volumetrik analizde kullanılan konsantrasyonu kesin olarak önceden saptanmış çözeltiye *ayarlı çözelti* veya *standard çözelti* denir. Bütün volumetrik analizler için ayarlı çözelti gerekir. Ayarlı çözeltideki herhangi bir yanlışlık, analiz sonucunu etkiler. Ayarlı çözeltileri hazırlama işlemi analizin en önemli bölümüdür. Ayarlı çözeltiler 1N, 1/10N, 1/100N v.b. konsantrasyonlarda hazırlanabilir. Belirli konsantrasyonda hazırlanan bu çözeltilerin volumetride kullanılabilmesi için ayarlanması gerekir. Ayarlamak için kullanılan çok saf maddeye, *primer (birincil) standard* denir. Örneğin $KMnO_4$ çözeltilerinin ayarlanmasında saf ve kuru sodyum oksalat kullanılır. Ancak bazı durumlarda, çözelti ve ayarlanmasında çok saf madde yerine ayarı belli, başka bir çözelti kullanılabilir. Kullanılan ayarı belli bu çözeltiye, sekonder (ikincil) standard denir. Örneğin, bir baz çözeltisinin ayarlı bir asid çözeltisi ile ayarlanmasında, asid çözeltisine *sekonder standard* denir.

Bir titrasyonda, ayarlı çözeltinin titre edilen maddeyi tam olarak tükettiği noktaya *eşdeğerlik noktası* adı verilir. Örneğin, kuvvetli bir asid ile kuvvetli bir bazın titrasyonunda pH'nın 7 olduğu nokta, eşdeğerlik noktasıdır.

Titrasyonda eşdeğerlik noktasının bulunmasında kullanılan ve bu noktada çözeltinin görünümü değiştiren maddeye *indikatör* denir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Titrasyonda eşdeğerlik noktasını belirlemek için kullanılan indikatörün renginin değiştiği bölgeye, *dönüm noktası* denir. Örneğin, fenolftalenin dönüm aralığının pH'sı 8,2-10,0 dır. Dönüm rengi, asidik ortamda renksiz, bazik ortamda açık pembedir.

Eşdeğerlik noktası ve dönüm noktası aynı nokta gibi görünmekle birlikte farklı noktalar da olabilir.

Volumetrik analizleri dört grupta toplayabiliriz:

1- Nötralleşme (asidimetri-alkalimetri)

2- Yükseltgeme - indirgeme

3- Kompleksleşme

4- Çökme reaksiyonları

Volumetrik Analizde İşlem Basamakları

1- Madde Miktarı Tayin Edilecek Numunenin Hazırlanması: Bazı numuneler volumetrik analiz için hazırlanır: Örnekler volumetrik analiz yapılabilecek çözelti haline getirilmelidir.

2- Titrasyon Işleminin Yapılışı: Önce ayarlı çözeltiden büret doldurulur. Büretin musluğu, çabuk açıp kapatılarak musluk ucunda kalabilecek olan hava atılır. Sonra sıvı düzeyi en üst "0" sıfır çizgisine getirilir. Musluk ucunda asılı kalan damla, bir cam kaba dokundurmak suretiyle alınıp uzaklaştırılır. Büret, bir tutucuya yerleştirilerek kullanılmaya hazır hale getirilir. Titre edilecek çözeltiden belli hacim pipetle alınır. Pipetle çözelti almak için, sıvının dibine yakın bir yere kadar pipet ucu daldırılır. Sonra üst ucundan içindeki hava emilerek, işaret çizgisinin biraz üstüne kadar dikkatle sıvı alınır ve hemen pipeti tutan elin işaret parmağı ile kapatılır. Uçtan sıvının akmayacağı şekilde parmak bastırmalıdır. Pipeti kapatan parmak hafifçe oynatılmak suretiyle sıvı düzeyi işaret çizgisine gelene kadar çözeltiden akıtılır. Sonra bu çözelti erlene bırakılır.

Erlen büretin altına getirilerek büretten damla damla ayarlı çözelti akıtılır. Bu esnada büretin çalkalanması gerekir. Titrasyon sonunun tesbiti, indikatörün renk değiştirmesi veya çözeltinin birinin renginin ortaya çıkışı şeklinde olur.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

3- Madde Miktarının Hesaplanması: Hesaplamalar, aşağıdaki formüle göre yapılır.

$N_A \cdot V_A = N_B \cdot V_B$

N_A ayarlı çözeltinin normalitesi, V_A ayarlı çözeltiden sarfedilen hacim

N_B örneğin hesaplanacak normalitesi, V_B örnek çözeltiden alınan hacim

4. Titrasyon tekniğinde dikkat edilmesi gereken hususlar:

1) Bir çözelti hazırlandıktan sonra, şişenin ağzı hemen kapatılmalı üzerine çözeltiyi belirten etiket yapıştırmalı ve fazla sıcakta bırakmamalıdır.

2) Gün ışığında bozulabilen çözeltiler (örneğin $AgNO_3$) karanlıkta saklanmalıdır.

3) Çözeltiler kullanılmadan önce mutlaka çalkalanmalıdır.

4) Çözeltinin kullanılmak üzere içine konacağı kap, kuru değilse hazırlanmış çözeltiden az miktarlarda konarak 3-4 defa çalkalanıp bu çözeltiler dökülmelidir.

5) Çözelti şişelerinden alınan çözeltiler, her ne sebeble olursa olsun bir daha tekrar eski kabına konulmamalıdır.

6) Titrasyon yavaş devamlı ve titre edilen çözelti devamlı çalkalanarak yapılmalıdır.

7) Büretin doldurulması esnasında büret ucuda çözelti ile doldurulmalıdır.

8) Her seviye okumada, çözeltinin son damlasının alınmasından sonra, biraz beklenmelidir.

9) Seviye okuma, renksiz çözeltilerde çukurun altından (menisk) renkli çözeltilerde ise üstünden ve tam göz seviyesinde yapılmalıdır.

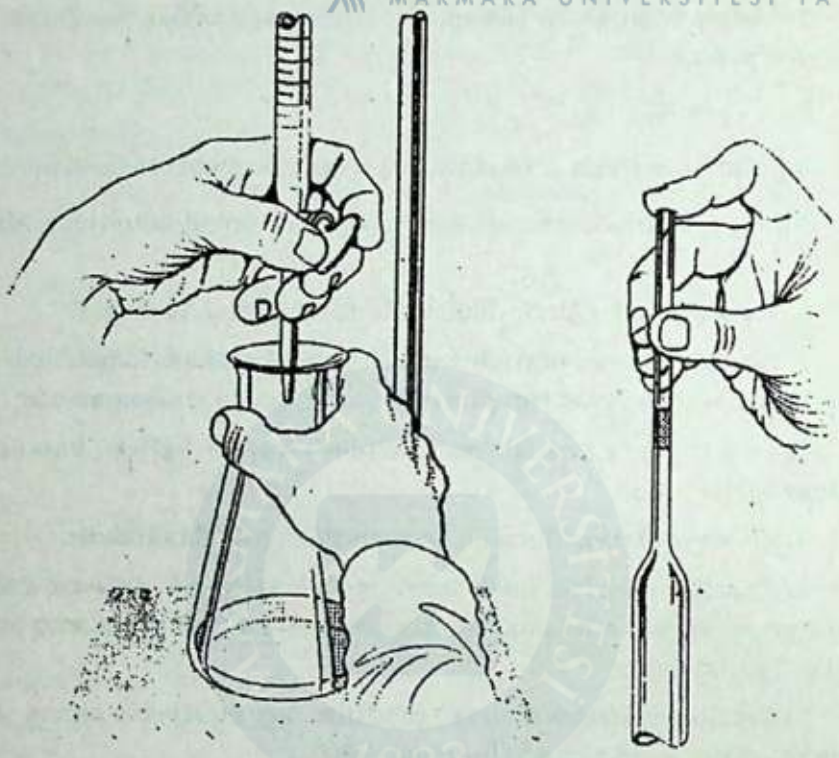
10) Normalde sağ elini kullanan bir insan, büreti sol elinin içine alarak musluğu sağa, sola rahatlıkla döndürebilmeli ve bu esnada büretin açılmaması için, gene sol eliyle musluğun iç tarafına doğru çok hafif bastırmalıdır.

11) Titrasyon sonunda titrasyon kabının iç kısmı bir pisetle iyice yıkanmalıdır.

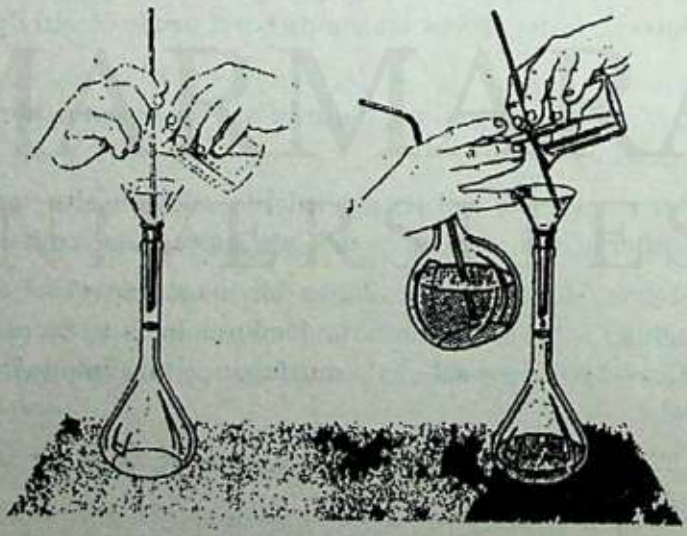
12) Titrasyon beyaz bir zemin üzerinde yapılmalıdır. Bu kabın altına beyaz bir kağıt sermekle de elde edilir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ



Titrasyonda büretin kullanılması ve pipetin tutulması



Bir çözeltinin ölçü balonuna aktarılması

7. SU ANALİZİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Kimya bakımından saf olan suya doğada rastlanamaz. Suların içersinde daima çözünmüş veya süspansiyon halinde yabancı maddeler bulunur. Bu maddeler, anorganik veya organik yapıda katı veya sıvı maddeler ile çözünmüş gazlar olabilir.

Kullanılan veya içilen sulara doğada üç şekilde rastlanır.

1. Meteor suları (Yağmur, kar)

2. Yeraltı suları (artezyen, kuyu, kaynak)

3. Yeryüzü suları (nehir, göl)

Endüstrinin her dalında suya ihtiyaç vardır. Bir tekstil fabrikasında, özellikle terbiye işlemlerinde suyun önemi büyüktür.Tekstil işlemlerinden tatlı su (yumuşak su) şarttır. Fabrikaların kullandığı suda aranan özellikler, suyun kullanılacağı yere, işleme göre değişiklik gösterir. Örneğin bir tekstil fabrikasının yumuşak suya, şeker fabrikasının; alkali sülfatları, karbonatı ve nitratı az olan suya, gereksinimi vardır.

Fabrikalarda kullanılan suyu iki kısma ayırabiliriz:

1) Kazan suyu **2) İşletme suyu**

1) Kazan suyu: Fabrikanın enerji kaynağı olarak veya ısıtma işleminde kullanılacak su buharının elde edilmesinde (kazan beslenmesinde) ihtiyaç duyulan suya *kazan suyu* adı verilir. Kazan suyu, suya sertlik veren ve demirin korrozyonuna sebep olan maddeleri kesinlikle ihtiva etmemelidir. İşlem görmemiş bir suyun, kazan suyu olarak kullanılabilmesi için ilk işlem olarak yabancı maddelerden (Ca ve Mg tuzları, serbest karbonik asit, bikarbonat, hava oksijeni, demir tuzları, yağlı maddeler ile bulanıklık veren maddeler) giderilmesi gerekir. Sert sular kazan taşı yapar. Bu da ısı kaybı ve kazan patlamalarına yol açar.

2) İşletme Suyu: İşletmede kullanılan suyun özellikle berrak olması ve süspansiyon halinde yabancı maddeleri ihtiva etmemesi gerekir. Aksi takdirde bu maddeler, örneğin tekstil fabrikasında işlem gören malzemenin üzerinde toplanıp boyama, beyazlatma gibi işlemlerde kötü etki yapabilir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

İşletme suyunda çözünmüş olarak bulunan kalsiyum ve magnezyum tuzları büyük öneme sahiptir. Bu maddeler suyun sertliğini meydana getirir. Genellikle işletme suyu yumuşak su olmalıdır. Sert su, yıkama işlemlerinde fazla sabun tüketimine sebep olur. Bu esnada oluşan sert sabun (yağ asidi kalsiyum veya magnezyum tuzları) tekstil malzeme üzerine çökebilir. Ancak H_2O_2 ağartması yapılırken kullanılan suyun az da olsa Mg iyonları içermesi istenir. Çünkü banyo içine konan su camı, sudaki magnezyum iyonları ile birleşerek magnezyum silikata dönüşür. Bu madde de stabilizatör etkisi gösterir. İşletme suyundaki mangan ve demir iyonları ağartma işlemlerinde katalizatör olarak davranır liflerin zarar görmesine, tekstil yüzeyinde lekeler oluşmasına sebep olur.

Tekstil terbiyesinde kullanılacak suyun özellikleri:

Boyahanede kullanılan suda istenen parametreler

Renk	⇒	Renksiz
pH	⇒	6,5-8.0
Kızdırma artığı	⇒	takriben 500 mg / L
Buharlaşmadan sonraki kalıntı	⇒	takriben 1000 mg / L
Cu^+	⇒	0,1 "
Cu^{2+}	⇒	0,2 "
Mn^{2+}	⇒	0,05 "
Al^{3+}	⇒	0,2 "
Cl^-	⇒	takriben 300 "
$SO_4^{2-}{}_4$	⇒	takriben 350 "
NO_2^-	⇒	–
Toplam sertlik	⇒	5 °dH = 9 °dF
Karbonat sertliği	⇒	2 °dH = 3,5 °dF
Mg sertliği	⇒	2 °dH = 3,5 °dF

Suyun içerdiği yabancı maddelerin niteliği ve niceliği analiz yapı-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

larak anlaşılır. Su, fiziksel, kimyasal ve biyolojik yöntemlerle analiz edilir. Biz, aşağıda kısaca tekstil işletmelerinde gerekli olan fiziksel ve kimyasal yöntemlerden bazılarını açıklayacağız.

I. BERRAKLIK: Süspansiyon halindeki yabancı maddeler suyun berraklığını bozar. Aynı şekilde çözünmüş bikarbonatlar ve demir tuzları da bulanıklığa tesir eder. Bu sular başlangıçta berrak olmakla beraber, zamanla bulanık duruma dönüşür.

Suların berraklığı:

1) Berrak 2) Çok hafif bulanık 3) Hafif bulanık 4) Bulanık olmak üzere dört derece ile belirlenir.

Çeşitli yöntemlerle berraklık ve bulanıklık tayin edilebilir. Analiz için çok basit olarak yapılan aşağıdaki yöntem uygulanabilir:

Temiz bir deney tübüne 10 ml. su konur. Deney tüpü beyaz bir fona karşı tutulup incelenir. Değerlendirmeyi görsel olarak berrak, hafif bulanık, bulanık veya kahverengi renkli olarak değerlendirebiliriz.

II. SUYUN pH'sı :

a) Suyun asit veya alkali miktarının tayini için yapılır. Bir seri deney tübüne, kontrolü yapılacak sudan 10'ar ml. konur. Herbirine aşağıdaki indikatörlerden 0,1 ml. ilave edilir. Hafifçe çalkalanır. Meydana gelen renk incelenir. Sonuç, birbirlerini takip eden iki indikatöre göre takribi olarak değerlendirilir.

İndikatör	pH	Asid	Kalevi
Metil orange	3,1 - 4,4	Sarı	Kırmızı
Turnusol	4,4 - 6,6	Kırmızı	Mavi
Fenolftalein	8 - 10	Renksiz	Kırmızı

Buna göre normal bir su, metil orange karşı kalevi, turnusola (Lackmus) karşı nötral ve fenolftaleine karşı asidik reaksiyon gösteriyorsa, bu suyun pH' sı 6-8 arasında olması gerekir.

b) pH ayrıca üniversal indikatör kağıtları veya pH-metre cihazları

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

ile kesin ölçülebilir.

III. SÜSPANSİYONLAR: Suda çözünmeyen kolloidal (10^{-4} - 10^{-2} cm büyüklük mertebesinde) halde asılı duran yabancı maddeler, süspansiyonları teşkil eder. İyice çalkalınmış sudan 1 litre alınır. Ağırlığı önceden bilinen filtreli krözeden geçilir. Kröze, 105°C de kurutulur. Desikatör içinde oda sıcaklığına gelene kadar soğutulur. Kröze tekrar tartılır. Fark mg / L cinsinden süspansiyonların miktarını verir.

IV. TOPLAM KALINTI: Çözünmüş ve çözünmemiş madde miktarı tesbit edilir. Genellikle 250 ml. veya bazı durumlarda 250-100 ml. arasında süzülmemiş çok iyi çalkalanmış sudan örnek alınır. 105°C da sabit tartıma getirilmiş porselen veya bir platin kapsül içersinde su banyosundan buharlaştırılır. Geri kalan kısım etüvde 105°C da kurutulur. Desikatörde soğutulup tartılır. Tartımlar arasında fark, toplam kalıntıdır.

V. BUHARLAŞTIRMA KALINTISI: (Çözülen madde miktarı) Toplam kalıntı deneyinide olduğu gibi çalışılır. Ancak su örneği buharlaştırmadan önce süzülür. Sonra, yukarıdaki işlemler benzer şekilde yapılır.

VI. KIZDIRMA KALINTISI : Buharlaştırma kalıntısının bulunduğu kapsül, homojen bir ısıtma ile (bek üzerinde veya fırından) 600-700 °C ye kadar kızdırılır. Gerekirse % 10 luk NH_4NO_3 çözeltisi ile ıslatılıp kurutulduktan sonra kızdırılır. Kızdırmaya başlayınca, bir koku duyulursa raporda ayrıca belirtilir. Kızdırma tamamlandıktan sonra desikatörde soğutulur ve derhal tartılır. Bu kısım demirin belirlenmesi için saklanır.

VII. ORGANİK MADDELERİN $KMNO_4$ İLE SAPTANMASI:

Önceden sülfürikasitli permanganat çözeltisi ile kaynatılarak temizlenmiş olan bir erlanmeyer kabına 100 ml analizi yapılacak su ve 5 ml % 25 lik sülfürikasit konur, kaynayıncaya kadar ısıtılır ve 15 ml 0.01N permanganat çözeltisi konduktan sonra tam 10 dak. kaynatılır. Kaynamanın sonunda çözeltinin renginin kırmızı olması gerekir. (Kırmızı değilse bir miktar daha permanganat katılır.)

Çözeltiye 15 ml 0.01 N lik asid konulur ve sıcakta 0.01 N permanganat çözeltisi ile kırmızı renk kalıncaya kadar titre edilir.

1 ml 0.01 N $KMnO_4$ çözeltisi 0,316 mg. $KMnO_4$ veya 0,8 mg oksijen

Suda bulunabilecek Fe (II) - tuzları nitroz asidi ve hidrojensülfür de permangenatı indirgeyeceklerinden bunlar bulunuyorsa, bunlar için harcanın KMO_4 miktarını, harcanan tüm $KMnO_4$ miktarından çıkarmak gerekir.

1 mg FeO için 0,75 mg $KMnO_4$

1 mg N_2O_3 için 1,66 mg $KMnO_4$

1 mg H_2S için 1,86 mg $KMnO_4$ harcanmaktadır.

VII. SUYUN SERTLİĞİ VE ÖLÇÜLMESİ

Sertlik: Bir suyun sertliği o suyun sabun çözeltisinden sabun çöktürme özelliği olarak tanımlanabilir. Suda çözünmüş olarak bulunan toprak alkali metallerin tuzları, suyun sertlik özelliğini meydana getirir. Sertlik oluşturan başlıca katyonlar Ca^{2+} ve Mg^{2+} dır. Bunların dışında Ba^{2+}, Sr^{2+}, Fe^{2+}, Mn^{2+} v.b gibi katyonlarda daha düşük düzeyde sertliğe katkıda bulunurlur. Kalsiyum ve Magnezyum suda çok defa silikatlar şeklinde bulunur.

Bir suyun sertliği çeşitli şekillerde ifade edilebilir.

1) Toplam sertlik (Tüm toprak alkali bileşiklerin meydana getirdiği sertlik)

2) Geçici sertlik (Karbonat sertliği (Suda çözünmüş Ca ve Mg bikarbonat tuzlarının meydana getirdiği sertlik, ısıtılırsa geçer.)

3) Kalıcı sertlik = (Alçı sertliği) (Bikarbonat tuzları dışında Ca ve Mg bileşiklerinin meydana getirdiği sertlik, ısıtılırsa geçmez.)

Ayrıca, suda çözünmüş olarak bulunan Kalsiyum tuzlarının oluşturduğu sertlik kalsiyum sertliği, magnezyum bileşiklerinin oluşturduğu sertlik ise magnezyum sertliği olarak ifade edilir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

SERTLİK DERECELERİ DÖNÜŞÜM TABLOSU

Alman	Fransız	İngiliz	Amerikan	m val/1
°dH	°dF	°dE	E ppm	toprak alkalı iyonları
1,00	1,78	1,25	17,8	0,356
0,56	1,00	0,70	10,0	0,20
0,80	1,43	1,00	14,3	0,285
0,056	0,10	0,07	1,00	0,02

SUYUN SERTLİK DERECESİNE GÖRE SINIFLANDIRILMASI

Sertlik bütünü		Suyun Cinsi
°dF	m val / L	
0-7,2	0-1,4	Çok yumuşak - çok tatlı
7,2 - 14,5	1,4 - 3,0	Yumuşak - tatlı
14,5 - 21,5	3,0 - 4,4	Orta sert - orta tatlı
21,5 - 32,5	4,4 - 6,4	Sert acı
32,5 - 42	6,4 - 8,4	Çok sert - çok acı
42 <	8,4 <	Aşırı sert - aşırı acı

SERTLİK DERECELERİ

1. Fransız Sertlik derecesi (1 °dF) = 1,0 Litre suda 10 mg $CaCO_3$ içerirse
1. Alman " " (1 °dH) = 1,0 Litre suda 10 mg CaO içerirse
1 İngiliz " " (1 E) = 0,7 Litre suda 10 mg $CaCO_3$ içerirse
1 Amerikan " " (1 ppm) = 1,0 Litre suda 1 mg $CaCO_3$ içerirse

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

Memleketimizde daha ziyade Fransız sertlik derecesi kullanılır.

İçilecek iyi suların sertlik bütünü derecesi (dF) 5 den (tüzüğe göre 10 dan) yukarı olmamalıdır. Ancak 30 kadar olanlar da içilebilir. Tüzüğümüze göre içme ve kullanma suları en fazla 50 dF olabilir.

Suyun toplam ve diğer sertlik derecelerinin tesbitinde çeşitli yöntemler uygulanır. Biz burada iki yöntemi açıklayacağız.

A) Sabun Çözeltisi Metodu İle Tayin Yöntemi, (Boutron-boudet)

Metodun ilkesi: Suda çözünmüş bulunan toprak alkali metal tuzları katyonlarının (Ca^{2+} ve Mg^{2+} gibi) sabun çözelti ile çöktürülmesinden sonra suyun köpürmesi temeline dayanır.



Bu metod, uygulaması kolay olduğundan, özellikle çabuk sonuç alınması istenilen günlük analizlerde kullanılır. Çok hassas sonuçlar elde edilmez. Sürekli (rutin) kontrollerde en çok kullanılan yöntemdir.

Gereçler:

a) Hidrometri şişesi: Ağzı şilif kapaklı ve taksimatlı olan bir şişedir. Her çizgi 10 ml. yi gösterir.

b) Hidrometri Büreti: Özel şekilde yapılmış ve taksimatı bulunan bir tüptür. Büretin üzerinde iki türlü taksimat vardır. Taksimatın biri ml leri gösterir. 2,4 - 3 - 4 - 5 ve 6 ml. yerleri yazılmıştır. İkinci taksimat ise 40 ml. su analiz edildiğine göre doğrudan doğruya Fransız sertlik derecesini gösterir. Bu taksimatın sıfır noktası diğer taksimatın sıfır noktasının biraz altına düşer. 0-60 arasında beşer beşer bölünmüştür. 22 sertlik derecesi diğer taksimatın 2,4 ml' sine 57 sertlik derecesi ise 6 ml ye

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

tekabül etmektedir. Başlangıçta sabun çözeltisi en üstte bulunan sıfır noktasına (yani hacimi gösteren sıfır noktasına) kadar doldurulur. 0 ml çizgisi ile 0 sertlik derecesi arasındaki hacim 40 ml. damıtık suyu köpürtmek için gereken sabun çözeltisinin hacmidir.

Kullanılacak çözeltiler (ayraçlar) ve hazırlanmaları

a) Sabun Çözeltisi:

Temiz bir sabun çözeltisi ya zeytinyağından sabun elde ederek veya daha önce hazır iyi cins bir sabundan (Stearin asidi ihtiva etmeyen sert (çekirdek sabunu), hazırlanır.

İyi cins hazır kuru sabunun dış kısmı atıldıktan sonra ince rendelenir. 20 g. tartılır. Litrelik bir balona konur. Balon içine 300 ml alkol (%95) ilave edilir. Bir geri soğutucu altında su banyosunda sabun çözününceye kadar ısıtılır. Bundan sonra damıtık su ile hacmi 500 ml. ye tamamlanır. 12 saat durulmağa bırakılır ve sonra süzülür.

b) Kontrol çözeltisi :

0,55 g. $BaCl_2 . 2H_2O$ (mol = 244.31) tartılır. Damıtık suda çözülür. Litreye tamamlanır. Bu çözeltinin 40 ml'si tamamıyla 22 sertlik derecesi veya 2,4 ml'ye tekabül etmelidir.

Sabun çözeltisinin ayarlanması:

Hidrometri şişesine yukarıda hazırlanması açıklanan kontrol çözeltisinden 40 ml. konur. Hidrometri büretine de en üst sıfır çizgisine kadar sabun çözeltisinden doldurulur sonra, şişedeki kontrol çözeltisi üzerine dikkatle damla damla sabun çözeltisi ilave edilir. Şişenin kapağı kapatılır. Şiddetle çalkalanır. Bu işleme hidrometri şişesindeki çözeltinin üzerinde beş dakika kalabilen bir köpük oluşuncaya kadar devam edilir. Eğer sabun çözeltisi tam ayarlı ise, bu kalıcı köpük için büretten harcanan sabun çözeltisi 2,4 ml. veya 22 sertlik derecesini tekabül etmelidir. Fakat genellikle hazırlanan sabun çözeltisi, biraz derişiktir. Bu takdirde sabun çözeltisi için % 60 lık alkol konur. Eğer sabun çözeltisi seyreltik ise, derişik sabun çözeltisinden katmak gerekir.

Sabun çözeltisi derişik ise, örneğin büretten 22 yerine 18 sarfedilmişse bu takfirde sabun çözeltisinin tümü tartılır. Her bir fazla hidrometri derecesi için ağırlığın 23 de biri kadar % 60 lık alkolden konur.

Bunu bir örnek ile açıklayalım: Bir ayarlamada sabun çözeltisinden 22 yerine 18 harcandığını tesbit edmiş olalım. Fark 4 derecedir. Sabun çözeltisinin ağırlığı 490 g olarak tartılmışsa 23 te biri 490/23 = 21,5 g dır. 4 lik bir fark için 21,5 . 4 = 82,97 % 60 lik alkol koymak gerekir.

Deneyin yapılışı: Hidrometri şişesine sertlik derecesi belirlenecek su örneğinden 40 ml. alınır en üst 0 noktasına kadar sabun çözeltisiyle doldurulmuş hidrometri büretinden yukarıda anlatıldığı şekilde 10 dakika dayanan 0,5 cm. veya 5 dakika dayanan 1 cm. kalınlığında köpük elde edilinceye kadar sabun çözeltisi damlatılır. Büret üzerinden okunan rakam, sertlik bütünü derecesini Fransız sertlik derecesi cinsinden verir. Bu yöntemle yaklaşık fakat çabuk sonuç alınır. Bu metod ile 30 un üstünde bir rakam bulunursa sabun oluşumu güçleştiğinden incelenen örnek damıtık su ile karıştırılarak deneyi tekrarlamak gerekir. En iyisi örnek su üzerinde analiz başlangıcında ön bir deney yapılmalıdır. Bir behere 25 ml. su konur. Üzerine 1 ml. sabun çözeltisi ilave edildikten sonra karıştırılır. Bulanıklık hafif olursa, bu örnek üzerinden doğrudan doğruya sertlik tayini yapmak doğru olabilir. Eğer bulanıklık fazla olursa örnek su damıtık su ile seyreltilerek çalıştırılır. Bunun için şişeye, 10 20 veya 30 ml. analiz edilecek su alınır. Kaynatılmış soğuk damıtık su ile 40 ml ye tamamlanır. Sertlik belirlenmesinde hidrometri büretinden okunan sayı, 10 ml. analiz edilecek su alındı ise 4 ile, 20 ml alındı ise 2 ile, 30 ml. su alımışsa 4/3 ile çarpılarak sertlik derecesi bulunur.

B) Kompleksometri Yöntemi

Metodun İlkesi: Suda çözünmüş bulunan toprak alkali metal tuzları katyonlarının (Ca^{2+} ve Mg^{2+} gibi) EDTA (Etilendiamintetraasetikasit) tuzları ile çelat bileşikler oluşturmasına dayanır. Dikkatli çalışıldığında sağlıklı sonuç elde edilen bir titrasyon yöntemdir. Değişik indikatörler kullanarak hem toplam hem de kalsiyum sertliği kolayca bulunabilir. Bu iki değerin farkı magnezyumdan ileri gelen sertliği verir. Titrasyonda dikkat edilmesi gereken noktalar:

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

- Analizi yapılacak suyun pH'sı 6-8 arasında olması gerekir.

Sertlik bu sınırlar dışında ise HCl veya NaOH ile ayarlanır.

- Analizi yapılacak suda bulunabilecek fosfat iyonları analizi engeller. Fosfat iyonları varsa önce bir anyon-iyon değiştiriciden geçirerek fosfat iyonlarının klorür iyonları ile yer değiştirmesi sağlanır.

- Analizi yapılacak suda bulunabilecek Fe, Mn, Cu iyonları analizi bozar. Analize başlamadan önce Fe iyonları bulunuyorsa trietanolamin Mn bulunuyorsa trietanolamin ve hidroksiamonyumklorür, Cu bulunuyorsa potasyumsiyanür ve 1-2 damla formaldehit damlatılarak titrasyona başlanmalıdır.

Gereçler:

Büret, pipet, erlenmayer kabı

Kullanılacak çözeltiler (ayraçlar) ve hazırlanmaları:

a) 0,1 M Komplekson III çözeltisi, (Titripleks III veya EDTA'da denir.) ($Na_2 C_{10} H_{14} O_8 N_2 \cdot 2H_2O$ molekül ağırlığı 372,2)

37,225 g Titripleks III, bir balon joje içerisinde bir miktar destile su ile çözüldükten sonra bir litreye tamamlanır. Bu çözeltiden 1 ml sarfedildiğinde 5,6 Alman veya 9,97 Fransız sertlik derecesi bulunur.

Eğer 1 litresinde 6,64 gram komplekson III bulunacak şekilde bir çözelti hazırlanırsa bunun 1 ml'si 1 Alman = 1,78 Fransız sertlik derecesini verir.

Eğer 1 litresinde 3,71 gram Komplekson III bulunacak şekilde bir çözelti hazırlanırsa bunun 1 ml'si 1 Fransız sertlik derecesine tekabül eder.

b) İndikatör:

İndikatörlerin sulu çözeltileri dayanıksız olduğundan çözelti yerine sulp karışımları kullanılır. Titrasyon esnasında takriben ber spatül ucu (0,1 - 0,2 g) kadar sulp karışımdan ilave edilir.

Erickromschwarz T den 1 g + 99g kristalize saf NaCl havanda iyice karıştılarak ezilir. Bu indikatör, toplam sertlik tayini için kullanılır.

Murekaidden 1 g + 99 g kristalize saf NaCl, havanda iyice karıştırılarak ezilir. Bu indikatör de kalsiyum sertliği için kullanılır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

c) Tampon çözelti:

54 g. NH_4Cl ve 350 ml. % 25 lik NH_3 destile su ile 1 litreye tamamlanır. Bu çözelti titrasyon esnasında pH değişmesini önler.

d) Sodyum Hidroksit çözeltisi (% 10'luk):

10 g. NaOH alınır 100 ml'ye tamamlanır.

Deneyin Yapılışı:

Analizi yapılacak sudan 10 ml. erlenmayere konur. İçerisine bir spatül ucu Eriokromschwarz T indikatöründen konur. Sonra, 50°C, ye kadar ısıtılır, (pH = 10 olmalıdır.) 5 ml. tampon çözeltiden konur. Titre edilen çözeltinin rengi şarap kırmızısından maviye dönünceye kadar Komplekson III ilave edilir. Sonuç toplam sertliği verir. (yani Ca ve Mg dan ileri gelen sertlik)

Yalnız kalsiyum sertliğini belirlemek için: Analizi yapılacak sudan yeniden 100 ml. erlenmayere konur. pH 12 olana kadar NaOH çözeltisinden konur. Müteakiben derhal bir spatül ucu müreksid indikatöründen katılır. Titripleks III çözeltisi ile (0,1 M) çözeltinin rengi kırmızı-menekşe renginden mavi-menekşe rengine dönünceye kadar titre edilir. Kalsiyum hidroksit ayrılmasını önlemek için titrasyon mümkün olduğu kadar çabuk yapılmalıdır.

1 ml Komplekson III (6,64 g/L) = 1 mg CaO = 1 dH Alman sertlik derecesi

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

8. TEKSTİL MAMÜL ÜZERİNDEKİ BOYAMADDELERİN TANINMASI

Boyanmış veya basılmış tekstil mamülü üzerindeki bir boyarmadde sınıfının bilinmesi bazı durumlarda (örneğin şikayet durumunda ortaya çıkan anlaşmazlık, seçilecek çalışma yönteminin belirlenmesi, haslık özellikleri v.b. gibi.) gerekebilir. Terbiyeci, kullanılan boyarmaddenin kimyasal yapısından (Azo-, tiyazol-, trifenilmetan boyarmaddesi) ziyade, boyama açısından sınıflandırmadaki (direkt, asit, kükürt ve bunun gibi.) hangi gruba ait olduğu bilmek ister. Çünkü bu grupların boyamada davranışları terbiyeci için önemlidir. Böylece bu bilgilerin yardımıyla her boyamada, eşit boyama tonlarının ve benzer haslıkların elde edilmesi sağlanabilir.

Mamül üzerinde bulunan boyarmadderin tanınması oldukça zordur. Bu zorluklar, mamül üzerindeki boyarmadde miktarının incelenmek için az olması veya birçok boyarmaddenin temel yapılarının birbirine benzerlik göstermesi gibi durumlardan kaynaklanmaktadır. Asıl güçlük, ise bir tekstil mamülün çeşitli boyarmaddelerin karışımları ile boyanmasında veya bir boyarmaddenin üzerine başka bir boyarmadde ile boyanma yapılması durumunda ortaya çıkmaktadır. Haslık geliştirmek amacıyla boyama sonunda yapılan işlemler de tanıma reaksiyonlarını güçleştirmektedir. Diğer bir zorluk da lif karışımlarının boyandığı grupların tesbitinde olur.

Mamüller, tek bir tür lif veya lif karışımlarından oluşabilir. Oluşan mamüllerin üzerindeki boyarmadde tanınmasında kromatografik analiz yöntemi oldukça etkindir. Aşağıda tek bir tür lif üzerinde bulunabilecek boyarmadde sınıfının sistematik analizi verilmiştir. Bu yöntem G.Dierkes ve H.Brechen tarafından hazırlanmıştır.

Bu analizin yapılabilmesi için önce lif cinsinin belirlenmesi gerekir. Lif cinslerinin kolay ve pratik olarak belirlenmesinde sırayla şu deneyler yapılır.

Yakma deneyi: Protein, selüloz ve yapay lifler birbirinden kolayca ayırdedebilir. Protein, lifleri kabarcıklı ve yavaş yavaş yanar. Geriye siyah renkli, kolayca ufalanabilir yanmış kül bırakır, çıkan dumanlar yanık saç kokusundadır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

Boyanmış veya baskı yapılmış SELÜLOZ LİFLERİ üzerindeki boyarmadde sınıflarının tespiti için ANALİZ ŞEMASI

1. Pigmentle renklendirilmiş malzemenin mikroskop ile incelenmesi (1)
2. Soğuk piridin ile muamele (2) : Piridin fazı renklenirse A şeması, boyanmazsa B şemasına göre çalışılır

ŞEMA A : Piridin fazı renklenmişse : Kükürt, Mordan, Asit, Direkt ve Kationik Boyarmaddeler olabilir Bu işlemi takiben : kükürt tespiti yapılır (3), (4)

Kükürt tespiti olumsuz: Kükürt Boyarmaddeleri

Kör kitap ve reoksidasyon (3), (4),(4)

soğuk NDO $_3$ (%65 lik) hafifçe ısıtılmış yerlerde mavi renkler mor tonlarına dönüşür

olumsuz ise, oksidasyon, mordan, asit, direkt ve katyonik boyarmaddeler olabilir Bu işlemi takiben : siyah renklerde kör kitap ile (5), (4)

siyah renk kaybolmuşsa olup-olmadığı hardan tahmin edilir siyahlaşma

Oksidasyon Boyarmaddeleri

Soğuk sülfat asitiyle (%96 lık) muamele ve ısıtılarak çözülebilir:

Çözülü yapılan:
Asitle Siyaha Kesin Tespit
Cr tespiti olumlu (7)

Çözülüde değişiklik olmuyorsa:
Difenil Siyahı

Fe tespiti olumlu (8)

siyahtan başka diğer renklerde (veyahut S tespiti olumsuz ise) asit, mordan, direkt ve katyonik boyarmaddeler olabilir Bu işlemi takiben
boyarmaddeyi sökütp PAC lifleri (örneğin Orlon) boyarsa (9)

PAC lifleri boyarsa
Katyonik Boyarmaddeler (Bazik)
Kesin tespit (10) :

a) Tannen/Potasyum antimon tartarat muamelesi (11)

b) Kükürtsüz renkler (12)

PAC lifleri boyanmamışsa : asit, mordan, direkt boyarmaddeler olabilir
amonyak (%25 lik) ile boyarmaddeyi sökütp yün ve pamuk lifi boyanmış olacaktır (13)

(A deney tüpü)
Yün lifi koyu renkli boyanmış asit veya mordan boyarmaddeler olabilir; bunu takiben; Cr (7) Fe (8), Al (14) aranır

Pamuk lifi koyu renkli boyanmışsa: (B deney tüpü direkt boyarmaddeler olabilir; bu işlemi takiben; Cu (15), Cr (7), katyonik ürünler (16) ve formaldehit (17) aranır

Elementlerin varlığı :

Olumlu
Mordan Boyarmaddeler

Olumsuz
Asit Boyarmaddeler

Olumlu :
Cu veya Cr tuzları veya katyonik tekstil yardımcı maddelerle son muamelesi
Direkt Boyarmaddeler

Olumsuz :
Direkt Boyarmaddeler
Diazolanmış Bazlar ve Kenetlenmiş Bazlar

Farklılıkların hafif tonları karşılaştırılmasıyla yapılır (18)

ŞEMA B : Piridin fazı renklenmemişse: Kükürt, Reaktif, (Flalosiyanin), Küp, Naphtol Boyarmaddeler olabilir Bu işlemi takiben : kükürt tespiti yapılır (3),(4)

Kükürt tespiti olumsuz
Kükürt Boyarmaddeleri

Kesin tespiti :
kör kitap ve reoksidasyon (3),(4),(4)

Kükürt tespiti olumsuz ise : Reaktif, (flalosiyanin), Küp, Naphtol Boyarmaddeler olabilir Bu işlemi takiben Dizotil florasenid ile kaynatılır

Test çözücüsü boyanmazsa :
Reaktif Boyarmaddeler

Kesin tespiti (19)

Test çözücüsü boyanırsa: (Flalosiyanin), Küp, Naphtol Boyarmaddeler olabilir Bu işlemi takiben buz sirkesinde 1 dakika kaynatılır

Test çözücüsü boyanırsa :
Flalosiyanin Boyarmaddeler

Kesin Tespit :
soğuk nitrat asidi (%65 lik) ile muamele

mor renk,

Cu veya Ni aranır (15),(20),(21)

Test çözücüsü boyanırsa: Küp, Naphtol boyarmaddeler olabilir Bu işlemi takiben
kör kitap ve reoksidasyon (3),(4),(4)

Olumlu ise :
Küp Boyarmaddeler

İndigo ve diğer mavi renkli küp boyarmaddeleri arasındaki farklılıklara nitrat asit ve kalay (II) klorür ile yapılır (22)

Olumsuz ise :
Naphtol Boyarmaddeler

Kesin tespit : fluorasens deneyi (23)
Yapı-naphtollere ait incelemeler (24)

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Selüloz lifleri hızlı yanar. Yanmış kütle sertdir. Külün rengi gri beyazdır. Çıkan duman yanık kağıt kokusundadır.

Yapay lifler yanma esnasında erirler. Kalıntı, sert boncuk şeklindedir.

Lif cinsi tesbit edildikten sonra analiz tablolarına (tablo A, B, C,) göre sistematik inceleme işlemine geçirilir.

Analiz şemasında parantez içindeki sayılar özel çalışma şartların ve tipik reaksiyonlarını gösterir.

Analiz şemaları ve özel çalışma şartlarının açıklanması:

a) Selülozik lifler üzerindeki boyarmadde sınıflarının tesbit edilmesi (Tablo a)

① Pigmentler mikroskop ile tanınabilir.

Pigmentler, pigment baskı ve pigment boyama işlemi esnasında bağlayıcı maddeler yardımıyla lif üzerinde fikse olurlar. Mikroskop altında pigmentle renklendirilmiş materyal incelendiğinde, pigmentin lif yüzeyinde düzensiz olarak dağıldığı görülür ve ipliklerin iç kısımlarında az, dış kısımlarında ise daha çok toplanır. Özellikle bu durum koyu tondaki boyamalarda kolayca fark edilir ve sık sık bazı yerlerde yumaklaşırlar.

②Kuru analiz örneği deney tüpünde 1 dakika soğuk piridin ile çalkalanır. Analiz örneği her durumda mutlaka önceden yıkanmalı veya en azından çalkalanmalıdır. Piridinin çok ağır kokusu nedeniyle, işlem mutlaka çeker ocakta yapılmalıdır. Piridin yerine Breviol DM (Henkel) kullanılabilir. Ancak yapılan işlemde doğru sonuç alabilmek için örnek kumaş iyice durulanıp yeniden iyice kurutulduktan sonra test yapılır. Çünkü bazı durumlarda boyama sonrası yıkamalar yetersiz yapıldığından yanıltıcı sonuçlar ortaya çıkabilir.

③Analiz örneğinin küçük bir parçası, deney tüpüne 6-7 cm *indirgen çözelti* ile birlikte (55 cm su + 10 g kalay-II-klorür ve 10 cm % 37lik hidroklorür asid) konur. Deney tüpü su banyonsunda ısıtılır. Reaksiyon tüpünün ağzına kurşun asetat emdirilmiş nemli test kağıdı tutulur. Açığa çıkacak H_2S buharlarının, kurşun asetat emdirilmiş test kağıdını kahverengi-siyaha dönüştürmesi kükürtün mevcut olduğunu gösterir.

Özel hazırlanmış kurşun asetatlı kağıt mevcut değilse kağıdın hazırlanması şöyle yapılabilir: % 10'luk kurşun asetat çözeltisi üzerine %10'luk sodyum hidroksit çözeltisi çökelti oluşana kadar katılır. Sonra bu çökelti tekrar çözününceya kadar sodyum hidroksit ilavesine devam edilir. Oluşan çözelti süzgeç kağıdının üstüne dökülerek kağıt ıslatılır. Deney sırasında çözeltinin süzgeç kağıdı üzerinda kurumasını önlemek için % 20-25'lik gliserin konur.

Kükürt boyarmaddeleri ile yapılacak diğer bir deney klor haslığı ile ilgilidir. Genelde kötü olan klor haslıkları nedeniyle boyalı örnek, 1:10 seyreltilmiş ticari hipoklorit çözeltisi ile ıslatılır. Boyamanın rengi 5 dakika sonra kesinlikle bozulmalıdır.

Kör küp deneyi ile ③⑤ ve ⑥ numaralı tespit yöntemleri daha kesin bir sonuç verir.

Kör küp çözeltisinde 15 g/l sodyum hidroksit ve 20 g/l sodyum ditiyonit (hidrosülfit) bulunur. Analiz örneği, birkaç ml kör küp çözeltisi ile birlikte deney tüpü içerisinde su banyosunda 60°C'ye kadar ısıtılır. Küp boyarmaddeleri genellikle analiz örneğinin rengi değişir. İnkişaf boyamalarda (Naphthol) 80°C civarına kadar ısıtıldıklarında kör küp çözeltisi az veya çok koyu sarı renk tonu olur. Bu esnada analiz örneğinin renk tonu da değişebilir.

Reoksidasyon (Yeniden Oksidasyon) Deneyi: Kör küp ile işlem gören analiz örneği, su ile yıkanır. Çok seyreltik hidrojen peroksit çözeltisiyle muamele edilir. Başlangıçtaki renk tonu daha sonra yeniden elde edilirse küp boyarmaddelerin, aksi takdirde inkişaf boyarmaddelerin varlığı söz konusudur. Hatta birçok durumlarda küp boyarmaddesinin renk tonu daha durulama sırasında değişir.

Mavi renk tonlarında, renk tonu dönüşümü çoğu zaman kötüdür. Burada, asetik asidin ekivalent miktarın konulmasıyla renk dönüşümü izlenebilir. Sonra yeniden kör küp konursa, mavi renk tonu tekrar oluşur.

Yapay liflerin boyanmasında yeniden oksidasyon işlemi 5 ml hidrojen peroksit %30luk 1ml buz sirkesi %100 CH_3COOH ve 0,5g Hostapon T ile bir litreye tamamlanarak hazırlanan çözeleti yardımıyla 80°C da yapılır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

Renk dönüşmesi ara renk tonları üzerinden yavaş yavaş birbirine geçiyorsa, bu durum diğer boyarmadde gruplarının mevcudiyetinin işaretidir.

⑦Cr Aranması:

Boyalı örnekten bir parça porselen bir kröze içinde bek alevinde yakılarak kül edilir. Beyaz renkli kül alınır, 4-5 katı kadar soda / potasyum veya sodyum nitrit (1:2) karışımı ilave edilerek krözede eritiş yapılır. Yani, katı haldeki bu karışım önce hafif alevde sonra kuvvetli bek alevinde eritilir. Erimiş kütle soğuduktan sonra sarı renk oluşması krom varlığını gösterir. Ayrıca erimiş kütleden küçük bir kısım alınıp 2-3 ml % 30'luk asetik asit ile asitlendirilip kurşun asetat çözeltisi ilave edildiğinde sarı çökelti ($PbCrO_4$) oluşmu da kromun mevcut olduğunun isbatıdır.

⑧Fe-aranması:

Analiz örneğinin yakılarak elde edilen külü, az miktar saf hidroklorik asidi (%30'lık) ve birkaç damla potasyum heksasiyano ferrat (II) çözeltisi ile muamele edilirse mavi renk veya mavi çökelti oluşumu demiri gösterir.

Diğer bir arama yöntemi şöyle yapılır: Örnek kumaşın külü porselen kapsülde saf nitrik asitle çözülür. Soğuk çözelti üzerine birkaç damla potasyum rodanür çözeltisi ilave edilir. Koyu kırmızı renk oluşumu demir varlığını gösterir.

⑨Boyalı örnek ve asetik asit (%100'lük) deney tüpüne konur. Yeterli boyarmadde sökülene kadar kaynatmaya devam edilir. Bir defa yapılan işlem yeterli değilse taze asetik asit ile birkaç kez boyarmadde sökme işlemi tekrarlanır. Bu çözeltiler birleştirilir. Asetik asit buharlaştırılır. Sonra bunun üzerine su ilave edilir. Bu çözelti ile kaynar ortamda akrilik elyaf (PAN) boyanırsa, katyonik (bazik) boyarmadde mevcuttur.

⑩Katyonik bazik boyarmaddelerin kesin tesbiti (9)

(9)'daki boyarmadde sökme işlemi ile elde edilen çözeltiden bir kısım alınır ve %10'luk sodyum hidroksit (5-7 cm^3) çözeltisi ile karıştırılır. Kaynatılır. Renk değişimi olur. Soğutulur. Bu çözeltiye 3-5 ml eter ilave edilir. Deney tüpünün ağzı kapatılıp çalkalanır. Boyarmadde eter fazına

göç eder. Eter fazı bir pipet ile alınır. Başka bir tüpe konur. Bu tüp içine % 10'luk asetik asidden 2-5 damla konur ve iyice çalkalanır. Bazik boyarmadde eter fazından tekrar eski rengini alarak asetik asitli faza geçer.

Bazik boyarmaddelerin önemli bir özelliği, asidik çözeltisi bazik yapıldığında rengin değişimi veya rengin açılması; sonra asit ilavasiyle tekrar başlangıç rengini almalarıdır.

⑪ ve ⑫ deneylere katyonik boyarmaddeslerinin kesin tesbit edilmesi istenirse uygulanır. Deneylerin ayrıntısı anlatılmamıştır.

⑬ Boyalı örnek, derişik amonyak ile kaynatılarak, boyarmaddesi sökülür. Gerekirse yeterli boyarmadde sökülene kadar işlem birkaç kez tekrarlanır. Sonra amonyak kuruluğu kadar buharlaştırılır. Boyarmadde su ile çözülür. Bu çözelti iki kasmı ayrılır. Birinci deney tüpü (A) asetik asit ile asitlendirilir. Diğer deney tüpü (B) nötr veya hafif yapılarak 5 g/ L sodyum sülfat çözeltisinden ilave edilir.

Her iki deney tüpüne hem pamuk hem de yün lifleri konarak kaynatılır. Sonra liflerin boyama koyulukları incelenir. A deney tüpünde yün pamuktan daha koyu renge boyandı ise bu boyarmadde sınıfı asid veya mordan boyarmadde olabilir.

Metal araması ⑮ ve ⑭ nolu deneyler uygulanır. Olumlu sonuç verirse mordan, olumsuz sonuç verirse asid boyarmaddesidir.

B deney tüpünde pamuk yünden daha koyu renge boyandıysa, substantif (direkt) boyarmadde sınıfındandır.

⑭ Al-Aranması:

Boyalı örnekten bir parça, kröze içinde bek alevinde yakılarak kül edilir. Beyaz renkli kül birkaç damla çok seyreltik kobalt nitrat çözeltisinden (100 mg / L) ilave edilir ve kor haline gelene kaar ısıtılır. Külün mavi renkli olması, alüminyumun varlığını gösterir.

⑮ Cu-Aranması:

Boyalı örnekten bir parça bir kröze içinde bek alevinde yakılarak kül edilir. Beyaz renkli kül birkaç damla nitrik asid %65 ile çözülür. Su ile seyreltilir. Amonyak ile nötralize edildikten sonra bir miktar fazla amonyak katılır. Çözeltinin mavi rengi bakırın varlığını gösterir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

⑯ Direkt Boyarmaddelerde Katyonik Ürün Aranması:

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Direkt boyarmaddelere, haslık geliştirmek için son işlemler uygulanmış olabilir. Bu işlemler, bazı metal tuzları, katyonik maddeler veya formaldehidin boyama sonrası materyale uygulanması ile yapılır. Bu nedenle bakır ve krom aranır. Ayrıca katyonik maddeler veya formaldehit de aranmalıdır.

Boyalı örnek, % 10'luk fosforik asit çözeltisi ile takriben 5 dakika kaynayıncа kadar ısıtılır. Örnek, deney tüpünden dışarı alınır. Deney tüpündeki çözeltiye Siriusscharlach BN boyarmaddesinin çok seyreltik çözeltisinden (1: 500) birkaç damla damlatılır. Eğer yeterli katyonik madde mevcutsa biraz sonra çökme olur. Bu ise katyonik ürünle son işlem yapıldığını gösterir.

⑰ Formaldehit Arama:

Boyalı örnek çok seyreltik sülfürik asid (%5) ile kaynayıncaya kadar ısıtılır, soğumaya bırakılır. Çözeltiye damla damla taze hazırlanmış Carbazol çözeltisinden (0,1 g Carbazol + 100 ml. derişik sülfürik asid) damlatılır. Yeşil-mavi renkli bir çökelti oluşumu formaldehit bulunduğunu gösterir.

⑱ Boyalı örnek su ile bir dakika kaynatılır. Sonradan diazolanan veya inkişaf ettirilen direkt boyarmaddelerde renk akması az, bu şekilde bir son işlem görmemişlerde ise renk akması fazla olur.

⑲ Boyalı örnek 5 dakika 60-80°C kör küp çözeltisi ile muamele edilir. (⑤ ④) Reaktif boyarmadde varsa renk tonu değişir veya tamamen kaybolur. Örnek yıkanır. Soğuk % 0,1 sodyum nitrat çözeltisi ve 3 ml / L % 36 Hidroklorik asid içeren çözelti ile 20 dakika diazolandırılır. Bu işlemi takiben örnek yıkanır ve Entwicker DNL çözeltisine konur. Başlangıçtaki renk nüansından farklı olabilen yeni bir oluşursa Reaktif boyarmadde bulunur. (Life bağlı amin redüktif yarıldıktan sonra) Ancak bu şekilde bir ispatlama başarı ile sonuçlanır.

Boyalı örnek dimetil formamid ile kaynatılır. Boya akmması reaktif boyarmaddenin olduğunu gösterir. ancak bazı durumlarda ard işlemleri, özellikle kaynar sabunla yıkamaları iyi yapılmamış reaktif boyamalar yanıltıcı sonuçlar verebilmektedir. O nedenle örnek önce bir kaynar sabun-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

lama işlemine tabi tutulup sonra kaynar dimetil formamidle işleme tabi tutulmalıdır.

⑳ Ni Aranması:

Boyalı örnekten bir parça içinde bek alevinde yakılarak kül edilir. Kül, birkaç defa % 36 HCl ile çözülür, su ile seyreltilir. Amonyak ile ortam bazik yapılır. Çözeltiye birkaç damla % 1 lik dimetilglioksim ilave edilir. Oluşan gül kırmızısı çökelti nikelin varlığını gösterir.

㉑ Bazı sarı renkli naftol boyarmaddelerinde % 100 lük CH_3COOH çözeltisi içinde hemen hemen hissedilebilecek bir renk değişimi olmaz. Genel olarak açık tonlardaki naftol boyamaları kaynar % 100 lük CH_3COOH ile yapılan işleme son derece dayanıklılık gösterdiği söylenebilir. Özellikle mavi, yeşil ve turkuaz renklerde olan ftalosiyaninin boyarmaddelerinin tanınmasında boyalı örnek üzerinde soğuk derişik % 65 lik nitrik asit damlatıldığında veya emdirildiğinde mor renkte lekeler oluşur. Tam tespit için Ni, Cu gibi metal iyonlarının varlığı aranır.

㉒ Naftol boyarmaddesi 80°C civarında kör küp deneyi ile az çok sarı renk verir. Boyarmadde parçalanarak zamanla renk değiştirir ve reoksidasyon sonucu eski rengine dönmez.

Mavi renklerde oluşan renk değişimini indigo boyarmaddesi ile ayırd edebilmek için, boyalı örnek üzerine, derişik nitrik asit (d= 1.4 g/cm) damlatılır ve örnek süzgeç kağıdı arasında sıkıştırılır. Her iki boyamada sarı, yeşil beyazımsı bir görünüm alır. Süzgeç kağıdı üzerindeki bulunan lekeye $SnCl_2$/HCl [hazırlanışı bak ③] karışımı çözeltisinden ilave edilir. Küp boyarmaddesi ile boyamalarda tekrar mavi renk oluşur. İndigo ile boyamalarda mavi renk yeniden oluşmaz.

İndigo boyarmaddesini tanınmasında yapılabilecek diğer deneyler:

- Boyalı örnek tutuşturulur. Bir kısmı yakılır. Sonra yanan kısım beyaz bir kağıda bastırılır veya soğuk bir porselen kaba değdirilir. Boyarmadde kağıt veya porselen kapta süblime olarak mavi renkli bir iz bırakır.

- Boyalı örnek derişik nitrik asit damlatıldığında beyaz bir leke ve çevresinde yeşil bir halka oluşur.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

- Boyalı örnek dimetil formamid ile birkaç kez ekstrakte edildiğinde gerçek indigo boyarmaddesi tümüyle akar; kumaş beyaz renkli olur.

㉓ Fluoresans Deneyi :

Boyalı örnekten büyük bir parça alınır. 1:2 oranında karıştırılmış 2 N NaOH çözeltisi + etanol ile kaynatılır. Sıcak çözeltiye bir miktar hidrosülfit ilave edilerek yeniden kaynatılır. Bu çözelti ultraviyole(UV) ışığı altına konur. Naftol boyarmaddeleri ışık altında yeşilimsi sarı renkte görülür.

㉔ Yeşil renkli Naftol AS-FGGR boyar maddelerinde fluoresans etki oldukça zayıftır. Ayrıca yeşil renkler kör küp deneyinde olumlu sonuçlar verir. Bu nedenle yeşil ve mavi renklerin fluoresans deneylerinde daha dikkatli olunmalıdır. Mavimsi fluoresans etki optik ağartıcıdan da gelmiş olabilir.

Protein liflerin üzerindeki boyarmadde sınıflarının tesbit edilmesi (Tablo b)

Protein lifleri üzerindeki boyarmaddelerin işlemine parafin testi ve metal aranması ile başlanır.

㉕ Parafin Testi :

Porselen kap içinde bir miktar parafin hafif buhar çıkana kadar ısıtılır.Boyalı örnekten alınan birkaçtane iplik sıcak parafin içinde 1 dakika tutulur. Sonra çıkarılır. Boyarmaddenin elyaftan çözünüp çözünmediği incelenir. Elyaftan çözülen boyarmadde beyaz renkli porselen kabın zemininde çok iyi şekilde görülebilir.

㉖ Co-Aranması :

Boyalı örnekten bir parça kroze içinde bek alevinde yakılarak kül edilir. Oluşan beyaz renkli kül asetik asitle çözülür. Elde edilen çözeltinin 0.5 ml'si, 0.5 ml doymuş amonyum rodanür çözeltisi üzerine dökülür. Mavi renk, kobalt iyonlarının varlığını gösterir.

Diğer arama şekli; Boyalı örnek, magnezyum oksit çubuğuna sarılıp; sodyum hidrojen amonyum fosfat [$Na_2H(NH_4)PO_4$] çözeltisi içinde tutulduğunda oluşan mavi renk kobalt iyonlarını gösterir.

㉗ Boyalı örnek bir reaksiyon tüpüne konur. Derişik amonyak ilave edilir. Yeterli boyarmadde çözünmemiş ise işlem birkaç kez tekrarlanır. Elde edilen amonyaklı çözeltiler birleştirilerek amonyak uçurulur.

PROTEİN LİFLER üzerindeki boyarmadde sınıflarının tespiti için ANALİZ ŞEMASI (Tablo b)

Parafin Testi (25)

Parafin boyanmış ise :
Küp ve inkişaf boyarmaddeleri olabilir
Kör küp ve reoksidasyon (5), (6), (4)

Parafin boyanmamış ise :
Katyonik, 1:1- , 1:2- Metal-Kompleks, Kromlamalı, Asit, Direkt ve Reaktif Boyarmaddeler olabilir
Metal aranması (7), (26)

Renk tonu değişip tekrar meydana geliyor

Küp Boyarmaddeler

Test çözeltisi sarı oluyor :
örnek rengi değişmiyor, değişse bile reoksidasyon ile başlangıç, renk tonuna tekrar dönmüyor

İnkişaf Boyarmaddeler

Krom veya kobalt mevcutsa :
1:1-, 1:2- Metal-Kompleks ve kromlamalı boyarmaddeler
Boyarmadde örnek üzerinden amonyak ile çözülür, çözelti klorür asidi ile asitlendirilir ve eter ile çalkalanır (27)

Krom veya kobalt mevcut değilse:
Katyonik, Asitlik, Direkt ve Reaktif Boyarmaddeler olabilir
Soğuk buz sirkesi ile muamele edilir (3)

Eter fazı renklendiyse

1:2 Metal-Kompleks Boyarmaddeler

Eter fazı hiç renklenmedi veya çok az renklendiyse:

1:1 Metal-Kompleks Boyarmaddeler

sülfo grubu içeren

1:2 Metal-Kompleks Boyarmaddeler

Kromlamalı Boyarmaddeler

Buz sirkesi renklendi ise:

Katyonik Boyarmaddeler

Kesin tespiti : (10)

Buz sirkesi renklenmedi ise :
Asit, direkt ve reaktif boyarmaddeler olabilir

soğuk piridin ile muamele (28)

Piridin çözeltisi boyanmadıysa :

Reaktif Boyarmaddeler

Piridin çözeltisi boyandıysa :
Asit ve Direkt Boyarmaddeler Boyama Reaksiyonu (13) :

Yün koyu renge boyanırsa

Asit Bnz.ler

Pamuk koyu renge boyanırsa

Direkt Bnz.ler

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Boyarmadde kalıntısı suda çözülür. HCl ilave edilerek asitlendirilir. Eter ilave edilerek çalkalanır. Eterli faz ayrılana kadar beklenir. Eğer su fazı renklenirse sülfo gruplu 1:1 metal kompleks veya kromlamalı boyarmadde, eter fazı renklenirse reaktif grup içeren veya normal (sülfo grupsuz) 1:2 metal kompleks boyarmadde olduğu anlaşılır.

1:2 metal kompleks boyarmaddesinin normal veya reaktif gruplu olduğunu ayırt etmek için boyalı örnek 3 dakika kadar soğuk derişik amonyak ve etil alkol (1:1) karışımda işlem yapılır. Normal 1:2 metal kompleks boyarmaddesi bu çözeltiyi kuvvetle renklendirir. Reaktif grup içeren 1:2 metal kompleks ise renklendirmez.

㉘ Boyalı örnek soğukta piridin ile 1 dakika kadar işleme tabi tutulur. Boyarmaddenin fazla miktarda sökülmesi, asit veya direkt boyarmaddenin varlığını gösterir. Piridin fazı renklenmemişse reaktif boyarmaddenin varlığını gösterir. Ancak yine reaktif boyarmaddenin varlığı, selüloz lifinde olduğu gibi kaynar dimetil formamid ile kesinleştirilmelidir.

Asit veya direkt boyarmadde cinsini belirlemek için derişik amonyakla[⑮ nolu deney] boyarmadde sökülür. sonra bu çözelti ile hem yün hem de pamuklu kumaş boyanır. Selüloz kısmında anlatıldığı gibi değerlendirilir.

Yapay liflerin Üzerindeki Boyarmadde Sınıflarının Tesbit edilmesi (Tablo c)

㉙ Bir miktar boyalı örnek, porselen bir kabın içinde takriben 3 g kadar kaprolaktam ile birlikte lifler de eriyene kadar cam baget ile karıştırılarak ısıtılır. Isıtma kesildikten sonra cam baget ile şiddetle karıştırmaya devam edilir. Eriyik donmaya başlamadan kısa bir zaman önce bir miktar eter ilave edilir. Bu esnada kolayca ufalanabilen bir kütle oluşur. Tekrar bir miktar eter konulup süzülür. Süzüntünün renkli olup olmadığına bakılır. Çökelti küpe boyarmaddelerinin analizi için gereklidir. Bu renkli çökeltiye kör küp etki ettirerek ve sonra tekrar oksitleyerek küp boyarmaddesi olup olmadığı araştırılır.

㉚ PAN liflerinin kaprolaktam eriyiği ile boyarmaddelerini çözmek zordur. Bu nedenle %100'lük asetik asit ile işlem yapılır. Bunun için boyalı örnek 5 dakika %100'lük asetik asit ile kaynatılır. Sonra örnek deney tüpünden alınır. Çözelti soğuduktan sonra eter ilave edilerk çalkala-

YAPAY LİFLER üzerindeki boyarmadde sınıflarının tespiti için ANALİZ ŞEMASI (Tablo c)

Poliester (PES) ve Poliamid lifleri : Kaprolaktam Eriyik

Polialrilik (PAC) lif; buz sirkesi çözeltisine B (30)

A veya B eter içine konur

Eter Renklendi

Disperş, düzenlenmiş disperş, inkişaf, küp boyarmaddeler :

Eter çözeltiyle Fluorescans deneyi (23)

Eter Renklenmedi

Metal-Kompleks, Kromlanmış, Bazik, Asit ve Küp Boyarmaddeler

Metal aranması (7) ve (26)

Disperş, Metal-Kompleks ve kromlanmış Boyarmaddeler

Metal aranması (7) ve (26)

Olumlu :

İnkişaf ve düzenlenmiş disperş boyarmaddeler piridin/su 1:1 kaynatılır (31)

Olumsuz :

PA disperş veya reaktif

PES disperş

kaynar buz sirkesi + eter + su (32)

Olumsuz :

Disperş Boyarmadde

Olumlu :

Metal-Kompleks, Kromlanmış Boyarmaddeler

Piridin + Eter (27) :

Olumsuz :

Katyonik ve asit boyarmaddeler

Boyarmadde çöker ve çözelti koyu renge boyanır.

Düzenlenmiş Disperş Boyarmadde

Boyarmadde çökmez ve çözelti çok açık renkli olursa :

İnkişaf Boyarmaddeler

Çökelti

Boyut

Disperş Boyarmadde

Renkli

Reaktif Boyarmadde

Eter Renklendi .

Sulfone grupsuz

1:1 **Metal-Kompleks Boyarmadde**

Eter Renklenmedi

Sulfone gruplu

Metal-Kompleks ve Kromlanmış Boyarmaddeler

PA lifi ise :

Asit Boyarmaddeler

PAC lifi ise :

Boyarmadde kaynar buz sirkesi ile sökülür PAC lifler boyanır (9)

Lif renklendi

Katyonik Boyarmadde

Lif Renklenmedi

Asit Boyarmadde

Küp boyarmaddelerin ispatı : Kaprolaktam eriyiğinin (29) eter destilasyonu sırasındaki artık kısa küp deneyi yapılır sonra indirgenir (5), (6), (4)

Renk tonunda değişiklik olursa Küp Boyarmaddesi varlığını gösterir

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

nır. Kısa bir süre sonra iki faz oluşur. Eterli fazın boyanıp boyanmadığına bakılır.

(31) Poliamid lifi üzerinde bululnan inkişaf boyarmaddeleri ile lif üzerinde inkişaf ettirilmiş dispers boyarmaddelerin farklandırılması:

Boyalı örnek piridin-su (1:1) karışımında hafifçe ısıtılır. Çözelti bu sırada bulanır. Sonra çözelti berrak oluncaya kadar ısıtmaya devam edilir. Bu arada çözelti bir kaç kez daha kısa süreli ısıtılır. İnkişaf ettirilmiş dispers boyarmaddeler çözeltiyi boyarken inkişaf boyarmaddeleri boyamaz.

(32) Poliamid üzerindeki dispers ve Procinyl tipi reaktif boyarmaddelerini farklandırmak için boyalı örnekler kaynar % 100'lük asedikasid çözülür. Soğuduktan sonra önce eter sonra su ile 1:1:1 oranında karıştırılır. Gerekirse eterin fazlası sonradan ilave edilir. Dispers boyarmaddelerde beyaz çökelti oluşur, eter fazı renklidir.

Reaktif boyarmaddelerde eter fazı da boyalı olur, ancak çökelti renkli değildir. Çünkü boyarmadde lif ile kimyasal olarak bağlıdır.

Bir boyamada birbirini takip eden incelemeler için aksi belirtilmişse daima yeni örnek kullanılır.

Kül içinde incelenen metaller (Cr, Cu, Co, Ni, Fe) belli boyarmadde sınıfları için önemli bir delildir.

Bu sistematik yöntem herşeyden önce selüloz ve protein lifler için uygundur

Özel grupların ayrıntılı analizi için literatüre bakılmalıdır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

9. LİF ÜZERİNDE HAŞILMADDELERİNİN KALİTATİF ANALİZİ

Haşıl maddesinin analizini, direkt haşıllanmış tekstil malzeme üzerinde veya haşılı ekstrakte ederek sulu çözeltisinde yapılır. Haşıl yardımcı maddeleri (Parafin, katıyağlar, mumlar gibi) haşıl maddesinin lif üzerinden sulu çözeltiye ekstrakte edilmesine güçlük çıkarır. Aynı zamanda direkt analiz yöntemini zorlaştırır. Bu nedenle tekstil malzeme önce 10 dakika kadar eter veya petrol eter içinde bırakılması uygundur

Sulu ekstraktin eldesi:

Eter veya petrol eteri ile yağı uzaklaştırılan numune 15 dakika 50 ml destile su ile kaynatılır. Ekstarkt takriben yarısına kadar buharlaştırılır.

a) Nişasta haşılının tesbiti

Nişasta ile haşılanmış life iyod/potasyum iyodür çözeltisi damlatılırsa lif, koyu lacivert bir renk alır. Buna karşın Dekstrin ise sadece kırmızı-menekşeden kahverengiye kadar değiştiren renk verir. Nişasta eter haşıl maddesi de aynı şeklinde mavi renk verir. Polivinilalkol haşıllarıda mavi renge boyanır. Genellikle burada mavi renk yeşilimsidir. Diğer bir farkda polivinil alkol yalnız derişik iyod/potasyumiyodür çözeltisi ile, nişasta ise çok seyreltik çözelti (örneğin 1 g iyod + 15 g KI de çözülür litreye tamamlanır) ile reaksiyon verir.

Sulu iyod/potasyumiyodür çözeltisi yerine alkollü iyod çözeltisi kullanılırsa kahveringi renk meydana gelir, nemlendirilirse mavi renge dönüşür. Burada polivinil alkol, nişasta ve nişasta eter üzerindeki gibi tamamen benzer mavi renk gösterir.

Nişasta eterinin tesbiti

Nişasta eteri, nişasta gibi iyod/potasyum iyodür çözeltisi ile ham kumaş üzerinde hem de sulu ekstraktı ile benzer renk derinliğinde ve mavi renk verir. Her iki haşıl maddesinin bu yöntemle bir birinden ayırt

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

edilmesi pek kolay değildir. Nişasta, nişasta eterinin aksine suda çözünmez. Ancak nişastanın sulu ekstratın elde edilmesinde oldukça fazla nişasta çözeltiye geçer. Bu durum da iyot testi olumlu olarak tesbit edilir. Fakat buna rağmen farklı enzimlerle nişastanın parçalanması hızlı şekilde olurken, nişasta eter çok daha yavaş parçanır.

Nişasta / Nişta eterinin farklandırılması

Numune, 1: 50 flotte oranında 15 dakika destile su içinde kaynatılarak sulu ekstrat elde edilir. 65 - 75°C de bakteri amilazı (Biolase N extra, Bactolose v.b.) içinde 10°C muamele edilir. Bu çözeltiden birkaç ml alınarak 1-2 damla I_2/KI çözeltisi damlatılır. Çözeltinin mavi renginin koyuluğu enzim ile işleme tabi tutulmadan önce ortaya çıkan mavi renge benziyorsa nişasta eteri, eğer renk kırmızı menekşeden kahverengine doğru değişen bir durumdaysa nişasta maddesi haşıllama işleminde kullanılmıştır.

Doğrudan kumaş üzerinde veya sulu ekstrakt ile yapılan I_2/KI deneyi sonucu koyu mavi veya kırmızı-menekşe, kahverengi bir renk meydana gelmiyorsa, nişasta ve nişasta benzeri maddeler haşıllama da kullanılmamıştır. Bu durumda diğer haşıl maddeler aramaya kumaş üzerinde veya sulu ekstrakt ile devam edilir. Olumlu sonuç alınsa bile analize devam edilmelidir. Çünkü birçok durumda ipliklerin haşıllanmasında tek bir haşılmaddesi değil en az iki haşıl maddesi kullanılabilir.

b) Polivinilalkol tesbiti

Polivinil alkol en iyi şekilde, 1N I_2/KI çözeltisi ile tesbit edilir. (seyreltik çözeltide çok yavaş reaksiyon meydana geldiği için)

Numuneden elde edilen sulu ekstrakt çözeltisine sırasıyla soğuk doymuş sodyumklorür çözeltisi, soğukta doymuş borik asit çözeltisi ve 1N iyod çözeltilerinin herbirinden birkaç damla damlatılır. Polivinilalkol varsa çözeltide yeşil renk oluşur. Diğer haşıl maddeleri bu rengi vermez.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

I_2 / KI (1 Normal) çözeltinin hazırlanması: Takriben 115 g KI 'e 100 ml destile su içinde çözülür. Sonra 12,7 g iyod ilave edilir.

Polivinilalkol haşıl maddesinin tesbiti için başka reaksiyonlar da vardır. Bunlardan biri de kumaş üzerinde analizin yapılabildiği kromik asidle (H_2CrO_4) yapılan deneydir.

Deneyin Yapılışı : Su ile nemlendirilmiş gerekiyorsa fazla su içermemesi için süzgeç kağıdı ile de kurutulabilir, numune bir cam levha üzerine konur. 1 damla kromik asit damlatılır. 1 - 2 dakika bekletildikten sonra aynı yere 3 damla % 50 lik sodyumhidroksit çözeltisi damlatılır. Damlatılan bölge cam baget sürtülür. Damlatılan bölgede polivinil alkol yoksa sarı veya yeşil, varsa kahverengi renk meydana gelir. Deneyin olumlu sonuç verebilmesi için kumaş üzerinde kuru kumaş ağırlığının % 0,1 den fazla polivinilalkol bulunmalıdır.

Kromikasit çözeltisinin hazırlanması : 11,8 g potasyumbikromat ($K_2Cr_2O_7$) 50 ml destile sıcak su içinde karıştırarak çözülür. Çözelti soğutulduktan sonra içine yavaş yavaş karıştırarak 25 ml derişik sülfürikasit ilave edilir. Hazırlanan kromikasit çözeltisi soğutulup, kahverengi şişelerde saklanır.

c) Poliakrilat, selülozglikolat ve karbolisimetilselüloz (CMC) tesbiti :

Haşıl içeren ekstrakta % 10 luk hidroklorük asit damlatılırsa poliakrilat mevcudiyetinde beyaz çözelti oluşur. Benzer reaksiyonu selüloz vermez.

Haşıl içeren ekstrakta % 10 luk bakırsülfat damlatılırsa (poliakrilat mevcudiyetinde) beyaz çökelti meydana gelir. Bu çökelti, poliakrilatların aksine asetik asit ile kısmen, selülozgilikolat ile oluşan çökelti ise asetik asidde tamamen çözünür.

Karboksimetil selüloz (CMC), selüloz eteri, metil selüloz substantif boyarmadde ile kolayca tesbit edilebilir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

Haşıl içeren iplikden küçük bir örnek lam üstüne konur. 1 damla seyreltik Siriuslichblau G veya Benzobrillantblau 6BS (% 0,05 lik) damlatılır. CMC birkaç saniye en fazla yarım dakikada hemen hemen tüm boyarmaddeyi bağlayarak koyu renk oluşur. Selüloz glikolatlar sadece kirlenir.

d) Tutkal, jelatin haşıl maddesinin tesbiti :

En kolay yöntem biüre reaksiyonudur.

İncelenecek örnek çok az su ile 15 dakika kaynatılır. Bu ekstrakdan birkaç ml alınıp deney tüpüne konur. Bu çözeltiye % 10 lik bakır sülfattan birkaç damla damlatılır. 1-2 damla seyreltik sodyum hidroksit ile çözelti kalevilendirilir. Tutkal veya jelatin mevcudiyetinde başlangıçda mavi renk meydana gelir. Daha sonra mor bir renge dönüşür. Bazen mavi renk hafif ısıtmayla hemen mor renk oluşur.

Tekstil malzeme (kumaş, iplik) üzerindeki proteinli haşıl maddesinin (tutkal, jelatin) tesbit edilmesi için, malzemeye önce seyreltik sodyumhidroksit çözeltisi emdirilir. Üzerine % 10 luk bakırsülfat çözeltisinden birkaç damla damlatılır. Tekstli malzeme 100°Cda kurutma dolabında 1-2 dakika bırakılır. Mor renk meydana gelişi, protein maddesinin varlığını gösterir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Reaktif	Nişasta, eter	Selüloz eter	Selüloz glikolat	Tutkal, Jelatin	Polivinilalkol	Poliakrilat Polimetilakrilat
1N I_2/KI Çözeltisi	Koyu mavi renk	-	-	-	nişasta gibi fakat yeşilimsi	-
Seyreltik I_2/KI çözeltisi	Koyu mavi	-	-	-	-	-
Biüre reaksiyonu	-	-	mor renk	-	-	-
Hidroklorikasit % 10 luk	-	-	Beyaz çökelti asetik asidde çözünür	-	-	Beyaz çökelti asetik asidde kısmen çözünür
Demir-III sülfat çözeltisi+derişik H_2SO_4	açık kahverengi renk	açık kahverengi renk	açık kahverengi renk	-	yeşil renk	yeşil renk

Bazı reaktiflerle haşıl maddelerinin meydana getirdiği renkler

10. LİF ÜZERİNDE BULUNAN YAĞ MİKTARININ KANTİTATİF TESBİT EDİLMESİ

İVERSİTESİ YAYINEVİ

Lif üzerinde bulunan maddeleri ikiye ayırabiliriz. Bu maddeler ya lifin doğal yapısında önceden mevcut veya sonradan yapılan işlemler sonucu kalıntı olarak bulunur. Örneğin, pamuk lifinin yapısında bulunan su, yağ, vaks, protein v.b. Biz burada öncelikle doğal yapısında mevcut maddeleri inceleyeğiz.

Metodun esası:

Metod, incelenen örneğin, organik bir çözücü ile ekstraksiyonuna dayanır. Mum, sıvı ve katı yağlar, organik çözücüyle çözeltiye geçer. Çözelti süzüldükten sonra çözücü buharlaştırılır. Kalıntı tartılar. Tartımların miktarından hesaplama yapılır.

Amaç ve kullanım alanı:

Katı ve sıvı yağların yapıları birbirinden farklıdır. Bu sebeble değişik organik çözücülere karşı davranışları da değişiktir. Çözücü olarak yağları çözebilen bütün organik çözücüler kullanılabilir. Genellikle ekstraksiyonda aşağıdaki iki çözücü tercih edilir.

Diklormetan (metilenklorür)	kn. 39 - 41 °C
Petrol eter	kn. 38 - 42 °C

Her iki çözücüde buharlaştırıldıktan sonra kalıntı olarak ≤ 1 mg / 100 ml artık bırakır.

Ancak Diklormetan, PVC ve triasetat gibi bazı lifleri de çözdüğünden her zaman uygun değildir. Bu liflerin mevcut olduğu durumlarda, çözücüyü kullanmamalıdır.

Organik çözücüler ekstraksiyon işleminde yalnız lifin doğal yapısında bulunan yağları çözmez, aynı zamanda sonradan aktarılmış olan harman yağı, avivaj maddeleri, tensid artıklarını da çözer. Bu sebeble analiz sonucunu değerlendirmeden önce bu durum göz önüne alınmalıdır.

Örneğin hazırlanması:

Örnek, numunenin tümünü temsil edecek miktarda alınmalıdır. İplik, dokuma, trikotaj işleme başlanmadan önce yaklaşık 1 cm uzunluğunda keçe ve dokusuz yüzeyler mümkün olduğu kadar küçük parçalara ufalanır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Deneyin Uygulanışı:

Kuru örnek en az 24 saat normal şartlarda (20 °C ve % 65 relatif nem) bekletilerek kondisayonlanır.

Kondisyonlanan örnekden takriben 20 gram (tartım miktarı T) 0,05 g duyarlıkta tartılır. Örnek Soxhlet cihazının orta balonuna yerleştirilir. Cihazın orta balonunun hacmi yaklaşık 200-300 ml, alt balon hacmi 250 ml olmalıdır. Örnek, su banyosunda organik çözücü ile ekstrakte edilir. Su banyosunun ısıtma sıcaklığı saatte 5-6 devir (sifon) yapacak şekilde ayarlanmalıdır.

Ekstraksiyon işleminden sonra balondaki çözücünun hacmi takriben 25 ml kalacak şekilde buharlaştırılır. Balon soğuduktan sonra çözelti duyarlı bir şekilde tartılmış 100 ml lik bir erlenme aktarılır. Balon, 10 ml lik taze çözücü ile üç kez çalkalanıp, çözücüler erlene katılır. Gerekirse G2-nordan krozesinden süzme işlemi yapılır. Bu durumda taze çözücü ile nordan krozesi durulanır.

Bu işlemlerden sonra erlendeki çözeltinin çözücüsü su banyosu üzerinde iyice buharlaştırılır. Erlendeki kalıntı kurutma dolabında 105±3 °C da 30 dakika ısıtılır. Ağzı kapatılan erlen, desikatörde 30 dakika soğutmaya bırakır. Soğuduktan sonra tartılır. Bu tartımdan erlenin darası çıkarılırsa erlen içindeki kalıntı miktarı (K) bulunur.

Dikkat! Kurutma sıcaklığı 105±3 °C da uçucu olan yağlar için sıcaklık takriben 70°C'a indirilir.

Hesaplama İşlemi:

a) Yağın miktarı normal kuru örnekdeki yağ % si olarak saptanmak istenirse;

$$\% \text{ yağ} = \frac{K.100}{T - K}$$

b) Yağın miktarı mutlak kuru örnekteki yağ miktarı olarak saptanmak istenirse;

$$\% \text{ yağ} = \frac{K.100}{M}$$

M = yağı uzaklaştırılmış mutlak kuru örneğin ağırlığı (g)

M değeri, ekstraksiyonun işleminden sonra örneğin Soxhlet'in orta balonundan alınıp 4 saat kurutma dolabında 105±3 °C da kurutulduktan sonra desikatörde soğutulduktan sonra duyarlı olarak tartılan değerdir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

11. SELÜLOZ LİFLERİNİN POLİMERİZASYON DERECESİNİN SAPTANMASI

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Polimerizasyon, birbirinden farklı veya benzer birçok küçük molekülün "POLİMER" adı verilen büyük moleküller (makromoleküller) biçiminde birleşmesine denir. (Poli → Çok)

Bir polimeri (makromolekülü) meydana getiren monomer sayısı genel olarak "polimerizasyon derecesi" olarak tanımlanır. Örneğin: Selüloz makromolekülleri β-D-Glikoz yapı taşlarının birbirine asetal bağlarıyla bağlanması sonucu oluşmuş uzun zincirlerdir. Selüloz bileşiği, 300 glikoz monomerine sahipse polimerizasyon derecesi 300'dür. Makromolekül zincirlerinin her biri aynı uzunluğa sahip değildir. O halde bütün makromoleküller aynı polimerizasyon derecesine sahip olamazlar. Bir makromolekülün polimerizasyon derecesi tanımlanırken "Ortalama Polimerizasyon Derecesi" (OP) göz önünü alınır. Yani makromoleküldeki ortalama monomer sayısı söz konusudur. STAUDINGER'e göre OP, doğal selülozlarda (pamuk, keten vb.) 2000-3000 iken, rejenere selülozlarda (Viskos, Bakır İpeği, Rayon) 300-600 arasında oldukça düşük bir değere sahiptir. Polimerizasyon derecesini tesbit etmek için çok çeşitli yöntemler vardır.

- Osmotik Basınç
- Ultrasontrufüj
- Diffüzyon
- Viskozite (Akmazlık) ölçülmesi gibi.

Selüloz liflerinin polimerizasyon derecesi çeşitli yöntemlere göre ölçülebilmekteyse de burada sadece "Viskozite Ölçümü" ile yapılan birkaç yöntemden bahsedeceğiz.

VİSKOZİTE

Akışkanların (sıvı, gaz) akmaya karşı gösterdiği direnç viskozite denir. Genellikle η "eta" ile simgelenir. Örneğin balın viskozitesi suyun viskozitesinden çok yüksektir. Sıvıların viskoziteleri molekül yapıları ve moleküller arası etkileşmelerle yakından ilgilidir. Bir sıvının viskozitesi iç sürtünme kuvvetlerinin akmaya karşı gösterdiği bir dirençtir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

η viskozite katsayısının birimi SI sisteminde $Nsm^{-2} = kg\ s^{-1}\ m^{-1}$, CGS sisteminde ise dyn $cm^2 = gs^{-1}\ cm^{-1}$ CGS birimi poise adını alır ve P ile simgelenir. Poise'nin yüzde birine santipoise denir. cP olarak simgelenir.

Zincir şeklinde makromoleküllerden oluşan maddelerin, seyreltik çözeltilerinin akışkanlıkları makromolekülün molekül ağırlığıyla orantılı olarak değişir. Uzun zincirli moleküller kısa zincirlilerden daha büyük viskoziteye sahiptir. Polimerizasyon derecesi, viskosite ölçülmesiyle Staudinger'e göre;

$$\frac{\eta_{sp}}{c} = K_m OP$$

$$\eta_{sp} = \frac{\eta - \eta_\circ}{\eta_\circ}$$

$$OP = \frac{\eta - \eta_\circ}{\eta_\circ} \cdot \frac{1}{c} \cdot \frac{1}{K_m}$$

η_{sp} → Çözeltinin özgül viskozitesi
c → Çözeltinin konsantrasyonu g/L
K_m → Çözücüye ait sabit
OP → Ortalama polimerizasyon derecesi
η → Çözücü viskozimetreden geçiş süresi (saniye)
$\eta_\circ$ → Çözeltinin viskozimetreden geçiş süresi (saniye)

$\eta_{sp} = 0.1 - 0.2$ bir değer bulunur.

Staundinger formülü ancak çok seyreltik çözeltiler için geçerli olduğundan, biraz daha derişik çözeltilerler çalışmayı da mümkün kılan Schulz-Blaschke formülü kullanılabilir.

$$OP = \frac{1}{K_m} \cdot \frac{\eta_{sp}}{c} \cdot \frac{1}{1 + K_\eta \cdot \eta_{sp}}$$

K_η = Çözünen maddeye ait bir sabit.

Bu formül $\eta_{sp} = 2$ değerine kadar geçerlidir. Bu tartılacak selülozun miktarının fazla olması avantajının yanında, deneyin kesinliğini arttırır.

Viskozitenin, sıcaklığa çok bağımlı olması nedeniyle tüm ölçümler sabit sıcaklıkta (Termostatlı) 20 ± 0,1°C yapılır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

ÖLÇME YÖNTEMLERİ

Selüloz lifinin polimerizasyon derecesinin viskozimetrik tayini temelde dört yöntemle yapılabilir.

- Cuoxam yöntemi (Kuaksam)
- Cuen yöntemi (Kuen)
- EWNN (Eisen - Weinsäure - Natrium - Komplex) yöntemi
- Nitrat yöntemi

Bütün yöntemlerde belirli miktar elyaf, belirli hacimde uygun çözücüde çözülür. Elde edilen çözelti, iki noktası işaretlenmiş bir kılcal borudan oluşan viskozimetreden aktılır. Çözeltinin bu iki nokta arasındaki mesafeyi geçmesi için gerekli süre kronometreyle ölçülür. Aynı işlem saf çözücü ile de tekrarlanır. Ölçülen bu zamanlar formüllerde yerine konur ve ortalama polimerizasyon (OP) hesaplanır.

CUOXAM YÖNTEMİ

Bu yöntemde selüloz lifini çözmek için çözücü olarak Cuoxam (bakırhidroksit / amonyak) kullanılır. Cuoxam, gerek doğal gerekse rejenere lifler için en fazla kullanılan çözücüdür. Bu yöntemin sakıncası, selülozun Cuoxamdaki çözeltisini oksidasyon karşı çok hassas olmasıdır. Az miktardaki hava oksijeni bile, çözülmüş selüloz makromoleküllerinin parçalanmasına neden olur. Bu nedenle OP değeri düşük bulunur. Bu yöntemin tüm uygulama basamaklarında (selülozun çözülmesi, süzülmesi, viskozite ölçülmesi gibi işlemlerde) hava oksijeni ortamdan uzaklaştırılmalı ve azot atmosferinde çalışılmalıdır. Işık da selüloz makromoleküllerini parçaladığından, kullanılan cam malzemenin kahverengi camdan yapılmış olması gerekir.

Bu yöntem tüm doğal ve rejenere selüloz elyafa uygulanabilir. Reçine ve silikon ile terbiye işleme uygulanan selüloz elyafa uygulanmaz. Rekatif boyarmaddelerle boyanmış malzemede farklı değerler ortaya çıkar. Örneğin monofonksiyonel veya bifonksiyonel boyarmaddelerle boyanmış elyafı Cuoxam çözer. Ancak bazı istisnalar vardır.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

YÖNTEMİN YAPILIŞI

ANALİZ ÖRNEĞİNİN ÖN HAZIRLIĞI

Önce elyaf üstünde bulunabilecek yabancı maddeler ve elyaf olmayan maddeler (vaks, haşıl maddeleri, yağlayıcılar, avivaj, apre vb.) uzaklaştırılmalıdır. Doymuş ve doymamış yağlar, vakslar Metilalkol / Benzen 1:1 karışımında 30 dakika bırakılır veya Sokslette (6 kez) ekstrakte edilir.

NİŞASTALI HAŞIL VE APRE MADDELERİN UZAKLAŞTIRILMASI

Bilinen yöntemle yapılır. Kurutma havada yapılır. Fön veya kurutma dolabında yapılırsa 80°C üstüne çıkılmamalıdır.

SELÜLOZUN ÇÖZÜLMESİ VE TARTILMASI

Spesifik viskozite 0,1-0,2 arasında olduğu (η_{sp} <1) yani bir'den küçük olması halinde Staudınger formülü geçerlidir. Polimerizasyon derecesi ne kadar düşerse tartım o kadar artar. OD hesaplanması Schulz / Blanschke formülüne göre yapılacaksa tartım oldukça yüksek tutulabilir (η_{sp} = 2).

Aşağıdaki tabloda, yaklaşık olarak verilen değerlerden alınbilecek tartımlar bulunabilir.

Polimerizasyon Derecesi	100 ml. çözelti için tartılacak numune miktarı [mg]
500	50 - 60
1000	25 - 30
1500	20 - 25
2000	15 - 17
2500	10 - 12
3000	8 - 10

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Örneğin OP'sinin takriben kaç civarında olacağı tahmin edilerek örneklerden, tartım yapılacak miktar tabloya bakılarak bulunur. Havada kurutulmuş tartılacak örnek (su miktarı ikinci bir örnek ile 105 °C tayin edilir) 0,4 - 1 g bakırhidroksit 50 veya 100 mL'lik balon jojeye konur. Oksidatif parçalanmayı önlemek için 50 veya 100 mg CuCl eklenir. Balon joje, derişik amonyak ile işaretli çizgiye kadar doldurulur. Çözeltinin üzerindeki hava, azot gazı gönderilerek uzaklaştırılır. Şilifli kapak hemen kapatılır ve uygun bir çalkalama cihazında selülozun tamamı çözününceye kadar çalkalanır. Çalkalama işlemi normal olarak 5-10 saat (ortalama polimerizasyon derecesine bağlı) devam eder.

Staudınger hızlı çözme cihazı ile çözme işlemi 15-30 dakikaya kadar düşer.

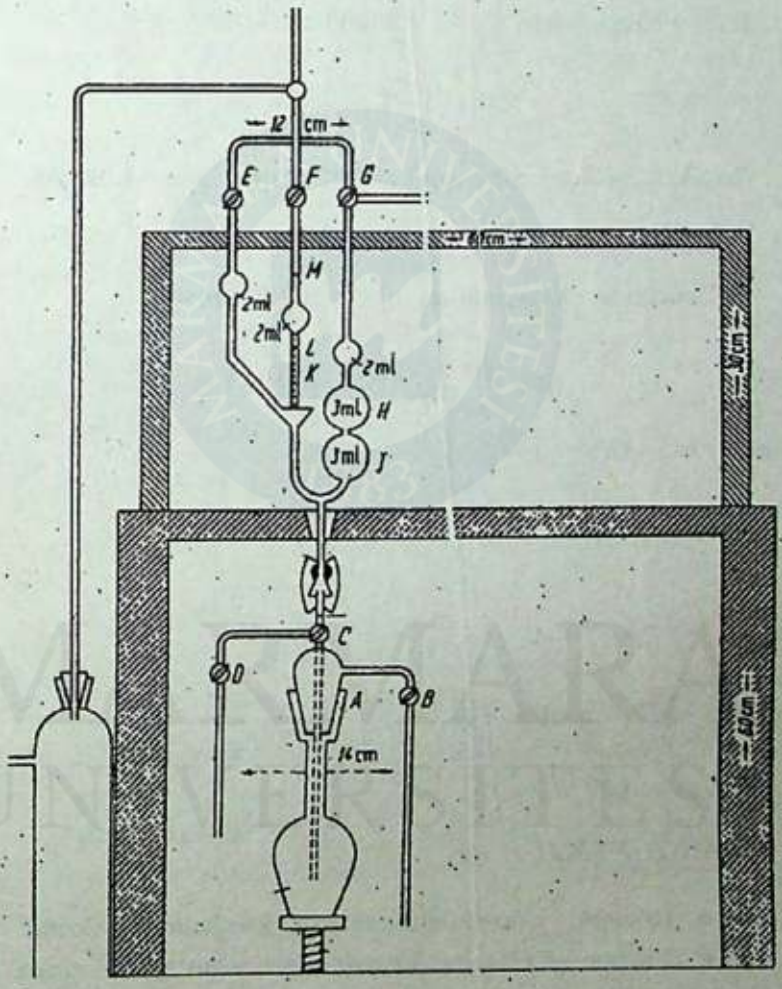
a) Bakır-II-hidroksidin hazırlanması

100 g saf bakırsülfat ($CuSO_4.5H_2O$) 500 ml destile suda çözülür. Çözelti kaynayıncaya kadar ısıtılır ve karıştırmaya devam ederek damla derişik amonyak damlatılır. Meydana gelen çökeltinin üzerine çözelti kısmı morumsu bir renk alıncaya kadar amonyakdan damlatmaya devam edilir. Çökelti süzülerek ayrılır. Su ile durulanır. Sonra 30°C lik su ile (sıcak değil) pasta haline getirilir ve 200 - 250 mL 30°C sıcaklıktaki % 10'luk sodyumhidroksit çözeltisiyle karıştırılır. 5-10 dakika karıştırılır, süzülür. Çökelti destile su ile durulanır. (Süzüntü alkali olmayana kadar) sonra aseton ile yıkanır ve etüvde 40-50°C da kurutulur. Elde edilen mavi renkli bakır (II) hidroksit, kahverengi şişede saklanır.

VİSKOZİTENİN ÖLÇÜLMESİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Kullanılan cihaz aşağıda görülmektedir.



Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

POLİMERİZASYON DERECESİNİN HESAPLANMASI:

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

a) Staundingere göre (η_{sp} = 0,1 - 0.2)

$$OP = \eta_{sp} \cdot \frac{1}{c} \cdot \frac{1}{K_m} \qquad \frac{\eta - \eta_\circ}{\eta_\circ} = \eta_{sp}$$

Bu formül çok seyreltik çözeltiler (η_{sp} = 0,1 - 0,2) için geçerlidir.

K_m -> cuoxam için 5.10^{-4} olduğu için;

$$OP = \frac{\eta - \eta_\circ}{\eta_\circ} \cdot \frac{2000}{c}$$

Örnek; Selülozdan tartım : 0,132 g (öyle ise c = 1,32 g/l)

Çözelti akma zamanı (η) : 238,5 saniye

Çözücünün akma zamanı (η_0) : 197,2 saniye

$$OP = \frac{238,5 - 197,2}{197,2} \cdot \frac{2000}{1,32} = 320$$

b) Schulz / Blaschke'e göre

Cuoxam için $K_m = 5.10^{-4}$ ve $K_\eta = 0,28$

$$OP = \frac{1}{K_m} \cdot \frac{\eta_{sp}}{c} \cdot \frac{1}{1 + K_\eta \cdot \eta_{sp}}$$

$$OP = \frac{2000}{c} \cdot \eta_{sp} \cdot \frac{1}{1 + 0,28 \cdot \eta_{sp}}$$

CUEN YÖNTEMİ

Cuen sözcüğü, bakıretilendiamin'in kısaltılmış şeklidir. Cuen yönteminin Cuoxam yöntemine kıyasla bazı avantajları vardır. Cuen çözeltisi ışık ve oksijene karşı duyarlı değildir. Selülozun çözülmesi esnasında hem balon jojedeki oksijenin uzaklaştırılması hem de çözeltinin akma zamanının ölçülmesinde azot atmosferinde çalışmaya gerek yoktur. Cuen'in lifleri şişirme ve çözme yeteneği daha fazladır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

ANALİZ ÖRNEĞİNİN ÖN HAZIRLIĞI:

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Elyaf üstündeki yabancı maddelerin ve elyaf olmayan maddelerin uzaklaştırılması Cuoxam yönteminde olduğu gibi uygulanır.

SELÜLOZUN TARTILMASI

Ortalama polimerizasyon derecesi hesaplanmasında kullanılacak formül ancak spesifik viskozetinin 1'den küçük olması halinde ($\eta_{sp} < 1$) geçerli olduğundan, alınacak numune miktarı selülozun ortalama polimerizasyonuna göre değişir. Numunenin ortalama polimerizasyon derecesinin ne kadar olabileceği tahmin edilerek, tartılacak numune miktarı tablodan bulunur.

Polimerizasyon Derecesi	100 ml. Çözelti için tartılacak numune miktarı [g]
300 kadar	0,25-3,30
300-700	0,10-0,25
700-1500	0,05-0,08
1500'den fazla	0,025-0,05

ÇÖZME İŞLEMİ:

Bir ön işlemden geçirilen numune tartılır. İçerdiği nem miktarı, ikinci bir numune parçasını 105°C de kurutarak tesbit edilir. Numune 100 ml'lik balon joje'ye konur. Balon jojenin işaretli çizgisi seviyesine kadar Cuen çözeltisi doldurulur. Şilifli kapağı iyice kapatılan balon joje çalkalama makinasında 3 saat çalkalanır. Daha sonra çözelti G_2 nordan krözesinden süzülür.

Cuen çözeltisi ile çözülmüş selüloz çözeltisi hava oksijenine karşı çok fazla hassas olmamasına rağmen, azot gazı ile çözelti üstündeki havayı uzaklaştırmakta yarar vardır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

ÇÖZÜCÜNÜN (CUEN) HAZIRLANMASI :

a) Bakır-I-hidroksit:

Cuoxam yöntemindeki gibi elde edilir.

b) Etilendiamin:

Piyasada satılan etilendiamin % 70, 80 veya 90'lıktır. Cuen çözeltisi bunların herhangi biri ile hazırlanabilir. Polimerizasyon derecesi ölçümü için destillenmiş % 70'li teknik ürün yeterlidir. Destillenmiş ürün renkli şişelerde ve mümkünse soğukta saklanır.

Etilendiaminin konsantrasyonu titrasyonla tesbit edilir. Takriben 2 gram etilendiamin 0,001 g duyarlılıkla tartılır. (T) Bu madde 50 ml destile su ile çözülür. Metilorange indikatoru ile *N* H_2SO_4 kullanarak titre edilir.

$$\text{Etilendiamin } \% = \frac{\alpha \cdot 0{,}0305}{T} \cdot 100$$

α = N H_2SO_4 den kullanılan miktar (ml)

T = Titre edilen etilendiaminin ağırlığı (g)

c) Cuen Çözeltisinin Elde Edilmesi:

1 mol Etilendiamine 0,5 mol bakır-II-hidroksit karşı geldiğinden;

Bakırhidroksit : 49 g

$$\text{Etilendiamin} : \frac{60{,}1 \times 100}{P} \text{ g}$$

(P = Kullanılan etilendiamin'in yüzdesi)

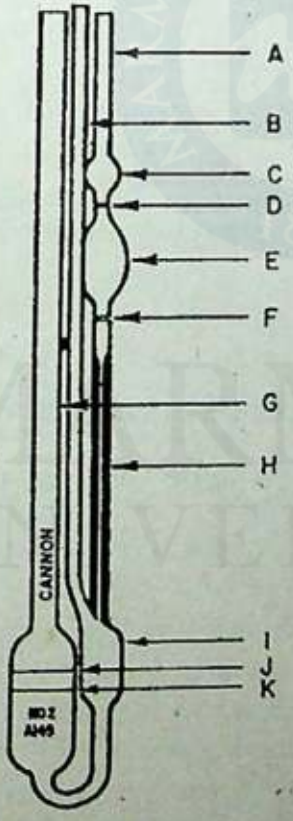
HAZIRLANMASI

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

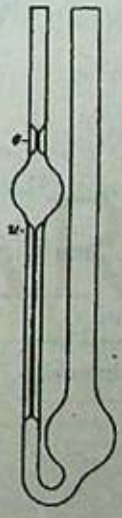
45 g bakır-II-hidroksit, 50 ml destile su ile karıştılır ve soğutulur. (Sıcaklık 10°C üstüne çıkmamalı) ve hesaplanan miktarda etilendiamin, yavaş yavaş ve karıştırarak damlatılır. 1 saat arada sırada karıştırarak bekletilir. 1 litrelik balon jojeye konur ve soğuk destile su ile 1 litreye tamamlanır. İyice çalkalandıktan sonra karanlık bir yerde 24 saat bekletilir. G_3 veya G_4 nordan krozesinden süzülür. Kahverengi şişelerde azot atmosferinde birkaç ay bozulmadan saklanabilir.

VİZKOZİTE ÖLÇÜLMESİ

Cuen yönteminde viskozite ölçülmesinde genellikle OSTWALD-Viskozimetresi kullanılır.



UBBELOHDE
Viskozimetresi



OSTWALD
Viskozimetresi

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Viskozimetrenin alt kısımdaki büyük balonumsu yerine 3 ml ölçüm yapılacak çözelti konur. Viskozimetre bir termostatın içine dik şekilde yerleştirilir. Sıcaklık 20 0,1°C ayarlanır ve 10-15 dakika sonra, viskozimetrenin ucuna takılan bir lastik balon yardımıyla, çözelti işaretli üst çizgiye kadar çıkartılır ve sonra akıtılır. Bu işlem her seferinde tekrarlanır 20 dakika sonra sıcaklık dengeye ulaşır. Lastik balon yardımıyla çözelti üst işaretli çizgiye kadar çıkartılır ve lastik balon çıkartılır. Çözeltinin üstü işaretli çizgiden alt işaretli çizgiye gelinceye kadar geçen zaman bir kronometre yardımı ile ölçülür (η). Benzer şekilde bir zaman ölçümü saf cuen çözücüsü için yapılır. (η_o)

VİSKOZİTE SAYISI VE POLİMERİZASYON DERECESİNİN HESAPLANMASI

a) Viskozite Sayısı:

Schulz / Blaschke'ye göre ($\eta_{sp} < 1$)

$$[\eta] = \frac{\eta_{sp}}{c(1 + 0{,}29\,\eta_{sp})}$$

$$\eta_{sp} = \frac{\eta - \eta_o}{\eta_o}$$

n = Viskozite Sayısı
c = Selülozun konsantrasyonu g/ml (mutlak kuru numuneye göre)

b) Polimerizasyon Derecesi :

Ortalama polimerizasyon derecesi 1000'den küçükse : $OP = 2{,}23\,[\eta]$

100'den büyükse; $\log OP = 1{,}32 . \log [\eta] - 0{,}51$

formülüne göre hesaplanır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

12. BİTKİSEL LİFLERDE HASAR TESBİTİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Bütün bitkisel lifler esas olarak aynı kimyasal yapıya sahiptir ve temel bileşenini selüloz molekülleri oluşturmaktadır. Bitkisel lifler kimyasal maddelerin, mekanik etkilerin ve diğer bazı etkenlerin etkisi ile zarar görebilir.

a) Kimyasal Maddeler
- Asidler
- Kuvvetli Bazlar (özellikle yüksek sıcaklıkta ve hava oksijeni mevcudiyetinde)
- Asidik etki gösteren tuzlar
- Yükseltgen ve indirgen maddeler

b) Mekanik Etkenler

c) Diğer Etkenler
- Yüksek Sıcaklık
- Kuvvetli Işınlar
- Bakteri ve Mantarlar

Kimyasal etkenler ile selüloz molekülleri, oksiselüloz veya hidroselüloze dönüşür. Asitlerin etkisiyle parçalanan yani hidroliz olan selüloz liflerine "Hidroselüloz", yükseltgen maddeler etkisiyle oluşan selülozu "Oksiselüloz" denir.

Zarar görmüş lifleri de; zincir uzunluğu kısaldığından mukavemetleri ve viskositeleri düşer. Lifin kopma dayanımının azaldığını en kolay şekilde; bir parça kumaşı alıp iki elin baş parmakları arasında tutarak elleri zıt yönde çekmek şeklinde test edebiliriz. Rejenere selüloz liflerinde bu deneyi, önceden ıslak hale getirilmiş kumaş ile yapılması tavsiye edilir. Tecrübeli bir şahıs %20 civarındaki mukavemet azalmasını yukarıda anlatılan basit deneyle tesbit edebilir. İpliğin koparılması sırasında meydana gelen sesten bile (bazı tecrübeli insanlar) lifin zarar görüp görmediğini tahmin edebilir. Zarar görmüş iplikler, koparken ince ses, normal iplikler ise daha boğuk ses çıkarır. Kopma dayanımını ölçen cihazlar yardımıyla iplik ve kumaşların

mukavemetleri ölçülerek %7-10 arasındaki zararlar tesbit edilebilir. Kimyasal analizler yardımı ile ise %2-3'e kadar olan zararlar kolaylıkla saptanabilir.

Liflerin zarar görmesinin sebeplerinden biri kimyasal maddelerdir. Zarar görmüş liflerde bazı durumlarda zarara neden bu kimyasal maddelerin artıkları kalmış olabilir. Bu nedenle önce tekstil liflerinde, bu kimyasal maddelerin kalıntılarının mevcut olup olmadığının saptanması ile hasar analizine başlanılması önerilir.

1) ASİT VE BAZ ARTIKLARININ SAPTANMASI

İncelenecek örnek ikiye kıvrılır. Hafif nemlendirmiş turnusol kağıdı veya pH- kağıdı, örneğin arasına yerleştirilir. Örnek üzerine bir ağırlık konarak 5 dakika beklenir. Sonra kağıdın renk değişimini kıyaslamak suretiyle artık asid veya baz olup olmadığına karar verilir. Çok az miktardaki asit veya bazların varlığının tesbiti liflerin üzerinden saf su ile bu maddelerin ekstrakte edilip, bu ekstraktın pH- metre ile ölçülmesi şeklinde duyarlı olarak yapılabilir. Özel değme elektrodlarına sahip pH- ölçüm cihazlarıyla yapılan deneylerle de iyi sonuçlar alınır.

Bazı durumlarda tekstil malzemenin üzerine asid veya baz artıkları sıçramış olabilir. Bu durumda yalnız sıçrayan bölgelerde bulunan lifler zarar görür. Liflerin zararının saptanması için mamul üzerine bir indikatör çözeltisinden püskürtülür veya emdirilir. İndikatör olarak %50'lik alkolde metil kırmızısı veya fenolftalenin % 0,02'lik çözeltisi veya universal indikatörleri kullanılır. Önceden asit veya bazın sıçramış olduğu bölgeler, diğer yerlere kıyasla farklı renge dönüşür.

2) YÜKSELTGEN MADDE ARTIKLARININ SAPTANMASI

Asid ve bazların saptanmasında uygulanan yöntemde olduğu gibi çalışılır. İncelenecek örnek arasına, nemlendirilmiş nişasta (I_2/KI) indikatör kağıdı konur. Yükseltgen maddeler mevcutsa indikatör kağıdının lacivert rengi kaybolur. Yükseltgen maddelerin kuvveti kesin olarak öğrenmek istenirse lifler 1/2 saat destile su içinde bırakılır. Bu suyun redoks potansiyeli ölçülür.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

Asit, baz ve yükseltgen maddelerin olmadığı saptanmışsa, kimyasal analize (Hidroselüloz, Oksiselüloz) başlamadan, önce fiziksel değişiklik (şişme, sararma) deneyleri yapılabilir.

3) ŞİŞME DENEYİ

Selüloz lifleri keskin bir jilet veya makasla 2-3 mm uzunluğunda kesilir. Bu parçalar lam üzerine konduktan sonra lamelle örtülür. Bir cam çubuk (baget) yardımı ile lamelin kenarından %10-15 sodyum hidroksit aktırılır. Liflerdeki değişiklik mikroskop altında izlenir. Zarar görmemiş lifler de lif uçları mantara benzer bir şişkinlik gösterdiği halde, kimyasal zarar görmüş liflerde her taraf aynı miktarda şişer.

4) SARARMA DENEYİ

İnceleme örnekden bir parça, birkaç saat kurutma dolabında 130-150°C'da beklenir. Karşılaştırma yapabilmek için, zarar görmediği bilinen lif parçasından da aynı şartlarda kurutma dolabına konarak bekletilmesinde fayda vardır. Liflerin zarar görme derecesi ne kadar fazla ise, örneğin sararması da o kadar fazla olur.

5) OKSİSELÜLOZ VE HİDROKSELÜLOZ SAPTANMASI

Kimyasal hasarın analizinde tekstil liflerinin kimyasal yapısının bilinmesinde yarar vardır. Selüloz makromolekülleri; β-D-Glikoz yapı taşlarının birbirine bağlanması sonucu oluşan uzun zincirli polimer bileşiklerdir. Zincirdeki moleküllerinin sayısı polimerizasyon derecesi ile tanımlanır. Pamuk ve keten de ortalama polimerizasyon derecesi 2000-3500 civarındadır; rejenere selüloz liflerinde 200-600 civarındadır.

Kimyasal zarar gören selüloz liflerinin makromolekülleri parçalanmakta ve ortalama polimerizasyon derecesi düşmektedir. Makromoleküllerin parçalanmasıyla zincir uzunluğu kısaldığından mukavemetinde de azalma meydana gelir. Liflerin uygun çözücülerle hazırlanan çözeltilerinin viskoziteleride düşer. Ayrıca lifin kimyasal özelliklerinde de değişmeler ortaya çıkar.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

ALDEHİT GRUPLARIN TESBİTİ

a) Fehling Çözeltisi

Pamuk lifi örneği Fehling çözeltisi ile kaynatılır. Hidro ve oksi selüloz Fehling çözeltisini indirgeyerek kırmızı renkli bakır bir oksit (Cu_2O) oluşur. Elyaf üzerinde aldehit (–CHO) gruplarını taşıyan kısımlar pembe veya kırmızı renkli olur. Mikroskop altında bu renkli bölgeler görülebilir.

Fehling Çözeltisinin Hazırlanışı :

Fehling çözeltisi iki ayrı çözelti halinde hazırlanıp saklanır. Analizde kullanılacak Fehling çözeltisini hazırlamak için her iki çözeltiden (a) ve (b) eşit hacimde alınarak birbiriyle karıştırılır. Karıştırılan çözelti miktarları kadar destile su ilave edilir.

Fehling A: 60 g saf kristralize bakırsülfat ($CuSO_4$, $5H_2O$) tartılır. Bir litrelik balon joje içine konur. Önce bir miktar destile su ile çözülür. Sonra balon joje destile su ile bir litreye tamamlanır.

Fehling B: 200g saf senyet tuzu (sodyum potasyum tartarak) ve 100g saf sodyum hidroksit balon jojede su içinde çözülür. Çözelti 1 litreye tamamlanır.

DENEYİN YAPILIŞI

Yağı alınmış, haşılı sökülmüş, apre ve diğer maddelerden temizlenmiş örnek 3-5 dakika Fehling çözeltisi ile kaynatılır. Sonra seyreltik asetikasid ile durulanır. Hidroselüloz oluşan bölgelerdeki aldehit grubu etkisi ile Fehling çözeltisinden bakır-I-oksit Cu_2O açığa çıkar. Örnek kırmızıdan, kahverengi kırmızıya kadar değişen renklere boyanır.

Bakır sayısı : Fehling ile yapılan işlemde oluşan bakır bir oksit miktarını tesbit ederek kantitatif olarak hidroselüloz miktarı saptanabilir. 100 gram mutlak kuru lifin açığa çıkardığı bakır miktarına "Bakır Sayısı" denir. Fehling çözeltisinin biraz değiştirilmesi ile tesbit yapılır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

b) Harrison's Gümüş Testi

Amonyaklı gümüşnitrat çözeltisinde 80°C'ye kadar ısıtılır. İncelenen örnek birkaç dakika bu çözeltinin içinde bekletilir. Seyreltik destile su, sonra seyreltik amonyak çözeltisi ile yıkanır. Hidroselüloz oluşan bölgelerde elementel gümüş açığa çıkar ve bu bölgeler sarı-kahverengi renge dönüşür. Bu analiz hasar tesbitinde hemen hemen en hassas yöntemdir.

AMONYAKLI GÜMÜŞNİTRAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANIŞI

10 g gümüş nitrat alınır. 100 ml destile su içinde çözülür. Bu çözeltiye %10'luk amonyak eklenir. Bu sırada önce beyaz çökelti meydana gelir. Beyaz çökelti çözülene kadar amonyaktan ilave edilmelidir.

KARBOKSİL GRUBUNUN TESBİTİ

a) Kurşun / Cochenille - Testi

Bu reaksiyon karboksil grubunun tesbiti dolayısı ile oksiselüloz için karakteristikdir. Yöntem, karboksil gruplarının kurşunasetatlı bir çözelti içinde kurşun tuzu oluşturması ve sonra Cochenille (özel bir mordan boyarmadde) ile boya lakı meydana getirmesi temeline dayanır. Bu işlemde kurşun asetat, mordan madde olarak davranmakta ve karboksil grupları üzerinden oksiselüloza bağlanmakta, daha sonra Cochenille boyarmaddesi de kurşuna bağlanmaktadır. Bu sebeble zarar gören yerlerdeki oksiselüloz, hasarın az veya çok olmasına göre değişik koyulukta mor kırmızı renge boyanırken, zarar görmeyen selüloz ve hidroselüloz renksiz kalır.

DENEYİN YAPILIŞI

Haşıl ve apre maddeleri uzaklaştırılan örnek, oda sıcaklığında arasıra karıştırarak 1/2 saat %1'lik kurşunasetat çözeltisi içinde bekletilir. Önce akar su ile iyice durulanır. Sonra ya dört kez 10 dakika soğuk destile su veya iki kez 5 dakika 80°C'lik sıcak destile su ile yıkanır. Daha sonra 5 dakika 50°C'lık %0,05'lik Cochenille karışımı ile boyanır.

b) Metilenmavisi Testi

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Oksiselülozda oluşan karbosil grubu asidik reaksiyon verdiği için bazik boyarmaddelerle (örneğin, metilenmavisi, kristalviyole vb.) kolayca boyanırken, hidroselüloz ve zarar görmemiş pamuk sadece kirlenir ve sıcak su ile yakınınca rengi gider. Oksiselüloz içine nüfuz eden boyarmaddeyi sıkıca tutar ve koyu renklere boyanır. Reaksiyonun modifiye edilmiş şekli aynı zamanda karboksil grubunun kantitatif tesbitinde kullanılır.

DENEYİN YAPILIŞI

Önce incelenecek örnekde bulunabilecek yağ, haşıl maddeleri, apremaddeleri vb. yabancı maddeler temizlenir. Sonra ya 20 dakika soğukda veya 5 dakika 60-100°C sıcaklıkda %0,1'lık sulu metilen mavisi çözeltisi ile boyanır. Sonra örnek boya akmayıncaya kadar iyi bir şekilde kaynar destile su ile durulanır. Zarar görmeyen pamuk pek boyanmadığı halde, oksi-selüloz mavi renge boyanır.

Bu işlemde, ham pamuk, keten, kenevir, jut, merserize pamuk ve rejenere pamuğunda benzer şekilde boyandığı dikkat edilmesi gereken önemli bir konudur. Deney sonucunun değerlendirilmesinde yanılmalardan sakınmalıdır.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ

13. TEKSTİL LİFLERİNİN KALİTATİF ANALİZİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Tekstil Endüstrisinin temel malzemesi liflerdir. Çeşitli lifler ya tek başlarına veya karışımları halinde kullanılarak tekstil ürünleri elde edilir. Bazı durumlarda lif ve lif karışımlarının türleri ve miktarlarının bilinmesine ihtiyaç duyulur. Bu durumda lif veya lif karışımlarının analizi gerekir. Lif analizi iki yöntem ile yapılır.

1) Kalitatif (nitel) analiz yöntemi:

Tekstil malzemenin hangi cins lif veya liflerden meydana geldiğinin tesbit edilmesi için uygulanan yönteme denir.

2) Kantitatif (nicel) analiz yöntemi

Lif karışımlarından yapılmış tekstil malzemesinin içerdiği liflerin miktarlarını- oranlarını - tesbit etmek için uygulanan yöntemdir.

Liflerin analiz yöntemlerini açıklamadan önce sınıflandırılmalarını kısaca gözden geçirelim. (Tablo 1) Lifler doğal ve yapay lifler şeklinde iki büyük başlık altında toplanır. Doğal lifler bitkisel, hayvansal ve anorganik kökenli olmak üzere üç gruba ayrılır. Kimyasal (yapay) lifler kökenlerine göre doğal ve sentetik polimerler ile polimer olmıyan lifler olmak üzere üç gruba ayrılır.

2. Kimyasal deneyler için deney numunelerinin hazırlanması

Laboratuvarda analize başlamadan önce tekstil malzemeleri lif, iplik, kumaş veya konfeksiyon mamülü biçiminde partiler halinde bulunur. *Parti,* bir seri deney sonuçlarına dayalı olarak hakkında karar verilen malzeme miktarıdır. Örneğin pamuk balyası, kumaş topları v.b. gibi

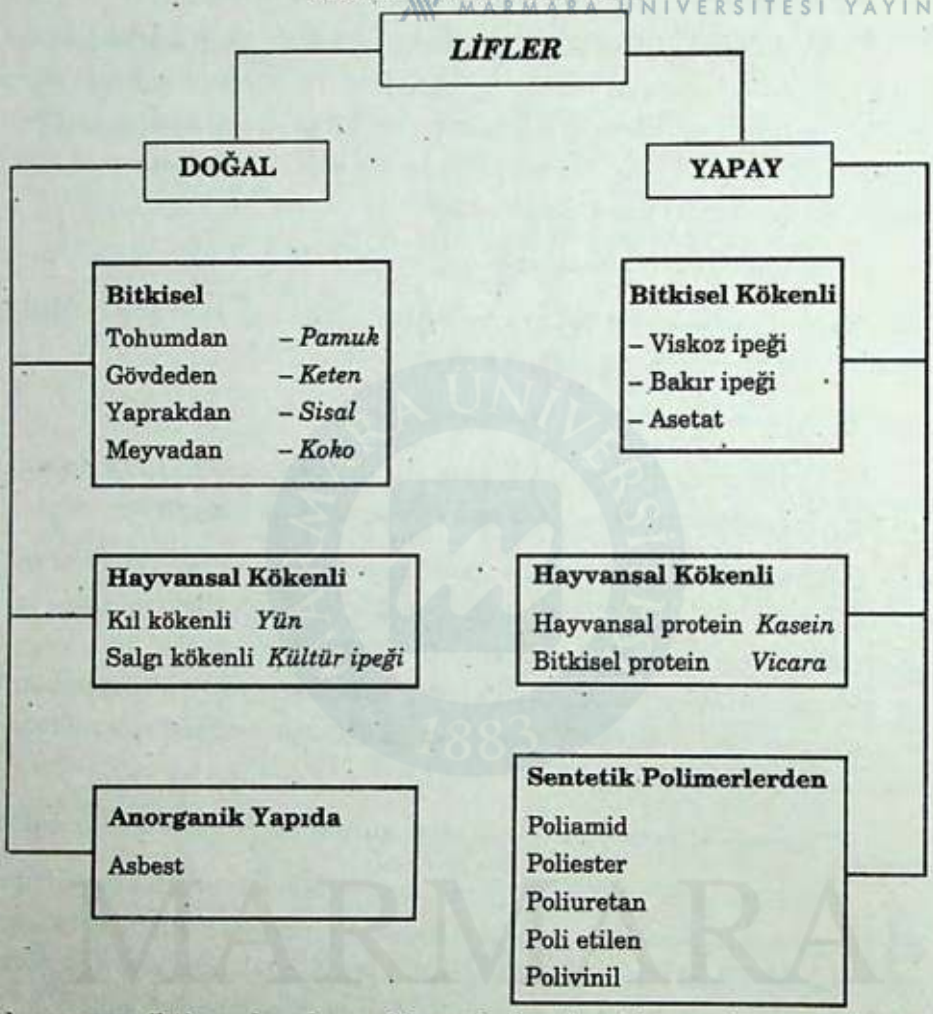
Tekstil maddelerinin kimyasal deneyleri için laboratuvar deney numunesi ve deney parçalarının hazırlanması metodları hakkında bilgiler TS 4685/ Ocak 1986 standardına bakılabilir.

Laboratuvarda analizi yapılacak deney numunesi bir tekstil malzemesi partisinden ve partiyi tam olarak temsil edecek şekilde ve yeterli miktarda alınmış olmalıdır.

3. Numunelerin analize hazırlanması

Kalitatif analiz için çoğu kez numunelerin, önceden analize hazır-

Tablo 1. Liflerin sınıflandırılması



lanmasına ihtiyaç duyulmaz. Bununla beraber bir yanılmaya neden olmaması için lif üzerindeki haşıl, apre maddeleri ve boyarmaddeler uzaklaştırılır. Ayrıca numunelerin analizi sırasında bir boyama deneyi uygulanacaksa ve numune boyalı ise lif üzerindeki boyarmaddelerin sökülmesi gerekir. Bu amaçla life değişik ön işlemler uygulanır.

3.1. Haşıl Maddeleri

3.1.1. Haşıl Maddelerin Tesibiti

Önce lif üzerinde haşıl maddesinin mevcut olup olmadığı ve varsa hangi tür olduğu tesbit edilir.

Nişasta ve polivinil alkol

Bu işlem için iyot/ potasyum iyodür (I_2/KI) çözeltisi hazırlanır. (1 gram iyot ve 5 gram KI 100 ml destile su içinde çözülür) Numune üzerine I_2/KI çözeltisinden damlatılır. Mavi renk meydana gelirse nişasta veya polivinil alkol mevcuttur.

Keten Tohumu yağı

Keten tohum yağı haşıl maddesi olarak uygulanmışsa numune % 10 luk sodyum sülfit çözeltisi ile muamele edilir. Örnek üzerinde kahverengi renk meydana gelir.

3.1.2. Haşıl Maddelerinin Giderilmesi

Suda çözünen haşıl maddeleri (jelatin, selüloz eterleri, suda çözünen reçineler veya rejenere selüloz liflerinde çok kullanılan yapıştırıcı maddeler v.b) su ile uzaklaştırılabilir. Numune 50° C deki destile su içerisinde arasıra karıştırarak 2 saat bekletilir. Önce ayni derecedeki destile su sonra soğuk destile su ile durulanır, daha sonra da kurutulur.

Nişasta, enzimlerle uzaklaştırılır. Enzimler, Nişastayı suda çözünebilen maltoza dönüştürürler. Numune, % 2-5 lik enzim (Diostafor, Fermosol v.b.) çözeltisine, 50-65°C da pH 4,6-5,2 yaklaşık 4-5 saat daldırılır. Daha sonra birkaç kez destile su ile durulanır ve sonra kurutulur. Yıkama işlemine başlamadan önce I_2/KI çözeltisi ile nişastanın tamamen uzaklaştırıldığı kontrol edilmelidir.

Keten tohumu yağı (Bezir yağı) selüloz asetat liflerinin haşıllanma işleminde kullanılır. Keten tohumu yağınının uzaklaştırılması için örnek, litresinde 5-10 gram Marsilya sabunu ve 2 gram sodyum perborat içeren banyoda 3 saat bekletilir. Daha sonra ayni bileşimdeki ikinci bir banyoda 70°C da iki saat tutulur. Örnek banyodan çıkarılır destile su ile yıkanır kurutulur. Bu yöntem ile haşıl maddesi tamamen uzaklaştırılamadığından çok iyi sonuçlar elde edilemez. Bu yüzden aşağıda anlatılacak yöntemin uygulanması tavsiye edilir.

Keten tohumu yağı, viskoz ve bakır ipeği liflerinin haşıllanmasında da uygulanır. Haşıl maddesinin uzaklaştırılabilmesi için numune soxhlet cihazında butil alkol / isopropilalkol (1:1) karışımı ile ekstrakte edilir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

3.2. Apre Maddeleri

Suda çözünen apre maddeleri destile su ile uzaklaştırılır. Numune 15 dakika 80°C deki su içinde bekletilir. Daha sonra sıcak su ile durulanır. Gerekirse deneme birkaç kez tekrarlanabilir.

Katı ve sıvı yağlar ile buna benzer apre maddeleri içeren numune Soxhlet cihazında dietileter / etil alkol (1:1) karışımı ile ekstrakte edilerek giderilir. Karışıma cihazda 20 kez sifon yaptırılır. Daha sonra numune 25 °C de kurutulur.

Buruşmazlık sağlayan apre maddeleri, değişik kimyasal yapıya sahiptir. Formaldehit esaslı yapıya sahip apre maddeleri içeren örneklerden apre maddesinin giderilmesi için örnek, 85°C da 30 dakika 20 : 1 flotre oranındaki potasyumbisülfat çözeltisi (40 g / L) ile işleme tabi tutulur. Yıkanır, seyreltik sodyum bikarbonat çözeltisi ile nötralize edilir. Daha sonra örnek sodyum hidroksit (14 ml 38 Bé NaOH bir litreye tamamlanır) çözeltisinde 1 : 20 flotte oranında 85-90 °C da 1 saat muamele edilir. Yıkanır, kurutulur.

Buruşmazlık sağlayan apre maddesi üre-formaldehit reçinesi içeriyorsa numune, üre-nitrat (% 5 lik) çözeltisi ile 20 : 1 flotte oranında 50-90 °C arasında 15 dakika muamele edilir. Yıkanır kurutulur.

Melamin reçineleri içeren numuneler 4 ml derişik HCl ve litresinde 2 gram deterjan bulunan (Lavagent NA) 30 : 1 flotte oranındaki çözelti ile 70 °C da 20 dakika muamele edilir.

3.3. Boyarmaddelerin lif üzerinden uzaklaştırılması (sökülmesi)

Kalitatif Lif Analizinde boyalı numunelerin gerektiğinde yeniden boyanabilmesi için öncelikle boyarmaddelerin uzaklaştırılması gerekir.

Boyarmaddelerin uzaklaştırılması indirgen veya yükseltgen maddelerle yapılabildiği gibi uygun çözücülerde kullanarak yapılabilir. Ancak uzaklaştırma işlemi esnasında life zarar vermemek gerekir. Bu nedenle life zarar verecek şartlarda çalışmamalıdır.

3.3.1 Boyarmaddeleri indirgen maddeler ile uzaklaştırma yöntemleri

a) Hidrosülfit yöntemi

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

- Nötr ortamda çalışma:

Numune, 2 damla NH_3 ve 0.5 gram hidrosülfit (sodyumditiyonit) bulunan 10 ml sıcak destile su içersine konur. Renk tamamen kaybolunca kadar yavaş yavaş ısıtılır. Sonra sıcak su ile iyice durulanır ve kurutulur.

- Bazik ortamda çalışma yöntemi:

Numune, 10 g / L lik sodyumditiyonit içeren 80°C daki çözelti içine konur ve 15 ml sodyum hidroksit (38 Bé) ilave edilir, renk kaybolunca kadar işleme devam edilir. Örnek durulanır, kurutulur, Bu yöntem çok kullanılır. Daha çok selüloz esaslı liflerin üzerindeki boyaların sökülmesinde kullanılıp, hayvansal lifler ve selüloz asetat lifler için uygun değildir. Bazı selüloz liflerini boyayan boyarmaddelerin uzaklaştırılmasında zorluk çıkabilir. Bu durumda flotteye % 15 oranında butilkarbitol katılması iyi sonuçlar verir.

b) Çinko formaldehit-Sodyumsülfoksilat yöntemi

Protein liflerin üzerindeki boyarmaddelerin uzaklaştırılmasında sodyumditiyonit de kullanılabilir. Ancak işlem bazik ortamda değil asidik ortamda yapılmalıdır. Sodyumhipoklorit ise boyarmaddelerin sökülmesinde kullanılamaz.

Çinkoformaldehit - sülfoksilat (% 5 Decrolin) ve %3 formikasit veya asetikasit içeren banyoda, numunenin 60 dak. kaynatılması ile yapılan işlem ile en iyi sonuçlar elde edilir. Bu yöntem selüloz asetat liflerinin üzerindeki boyarmaddelerin uzaklaştırılmasında kullanılabilir. Poliamid liflerin üzerindeki boyarmaddelerin uzaklaştırılması ise, numunenin derişik Decrolin çözeltisi ve formik asit içeren banyoda kaynatılması ile yapılır.

3.3.2 Boyarmaddelerin yükseltgenmesi ile uzaklaştırma yöntemleri

a) Bazik Hipoklorit Yöntemi:

Bu yöntem, selüloz esaslı liflerin üzerinde bulunan boyarmaddelerin uzaklaştırılmasında kullanılır. Numune, sodyum karbonat ile pH'sı 10-11 ayarlanmış 0.1 N sodyumhipoklorit çözeltisi içine sokulur. İşlem dikkatli bir şekilde yapılmalıdır. Bu yöntemin kullanma alanı sınırlıdır. Bu yüzden yukarıda açıklanan bazik ortamda hidrosülfit ile çalışma yön-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

temi daha iyi sonuçlar verir.

b) Asidik Hipoklorit yöntemi

Numune, asetik asit veya sülfürik asit ile asitlendirilmiş 0.04 N sodyumhipoklorit çözeltisi ile oda sıcaklığında muamele edilir. Selüloz lifleri bu yöntemde çok zarar görebilmektedir.

c) Sodyumklorit yöntemi

Anilin siyahı, kükürt boyarmaddeleri ve diğer bazı boyarmaddeler seyreltik asetik asit ile pH'sı 5 ayarlanan % 2 lik sodyumklorit çözeltisinde kaynatılarak uzaklaştırılabilirler. Bu işlem liflere zarar vermez. Çözeltiye az miktarda H_2O_2 katılması klordioksit gazının çıkışını yavaşlatacağından daha iyi sonuçlar alınır.

3.3.3 Boyarmaddeleri organik çözücüler ile uzaklaştırma yöntemleri

a) %20 lik Piridin çözeltisi

Birçok direkt ve dispers boyarmaddeler Soxhlet cihazında % 20 lik piridin çözeltisi ile ekstrakte edilerek uzaklaştırılabilir. Ancak piridin çok fena kokulu bir maddedir.

b) Dimetilformamid

Selüloz lifleri üzerindeki boyarmaddeleri ile bir kısım küp boyarmaddeleri Soxhlet cihazında Dimetilformamid ile ekstrakte edilerek uzaklaştırılabilir.

c) Monoklorbenzen

Poliester lifler üzerindeki dispers boyarmaddeler Soxhlet çihazında monoklorbenzen ile 100°C geçmemek şartıyla uzaklaştırılabilirler. Bu yöntemle asetat lifleri üzerindeki dispers boyarmaddeler de sökülebilir.

d) o- klorfenol

Birçok küp ve azoboyarmaddeler o-klorfenol ile kaynatılarak uzaklaştırılabilirler. Organik çözücü ile kaynatma işlemine başlamadan önce selüloz lifleri % 10 luk üre çözeltisi ile 1 dakika kaynatılırsa lifler şişer ve boyarmaddeler daha kolayca uzaklaştırılabilir.

3.3.4. Boyarmaddeleri asid ve bazlar ile uzaklaştırma yöntemi

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

a) % 5 lik asetik asit

Yün ve ipek lifleri üzerindeki bazik boyarmaddeler, % 5 lik asetik asit çözeltisi ile kaynatılarak uzaklaştırılabilir.

b) % 1 lik amonyak çözeltisi

Yün ve ipek liflerin üzerindeki asid boyarmaddeler, % 1 lik amonyak çözeltisi ile kaynatılarak uzaklaştırılabilir.

4. Lif ve Lif Karışımlarının Analizi

Tekstil mamulleri (elyaf, iplik, kumaş v.b.) tek cins lif veya lif karışımlarından oluşmaktadır. Bazı durumlarda herhangi bir tekstil mamülünün hangi cins liflerden meydana geldiğinin bilinmesi gerekmektedir. Bu nedenle kalitatif analiz yapılması zorunludur. Elyaf cinsi bilinmeyen bir mamülün (kumaş, iplik veya lif karışımı halinde olabilir) kesin tesbit edilebilmesi için doğal ve kimyasal liflerin temel fiziksel ve kimyasal davranışlarının önceden bilinmesi gerekir. Lif ve lif karışımlarının kesin farklandırılmasında birçok deney sırasıyla yapılır. Deney sonuçları, lif cinsini kesin olarak kanıtlar. Ancak bazı durumlarda tek bir analiz ile bir lifin cinsini ispatlayabilmek mümkün olabilir. Genellikle birkaç deney yapılarak lif cinsinin saptanması daha güvenli bir işlemdir. Tekstil liflerinin hangi cins lif veya lif karışımlarından oluştuğunu tespit etmek için uygulanan işlemleri üç temel başlık altında toplayabiliriz:

1. *Ön Deneyler* [Görsel değerlendirme (Görünüş, biçim, yapı, tutum), ısıtma-yakma, kuru destilasyon, boyama]

2. *Mikroskopta İnceleme*

a. Enine ve boyuna kesitler b. Özel reaksiyonlar

3. *Çözündürme İşlemi*

1. Ön Deneyler

Ön deneyler, lif analizinde lifin cinsinin tanınmasını yönlendirmek için yararlı olur. Deney sonuçlarıyla hangi cins lif olduğu yaklaşık bir şekilde değerlendirilebilir. Ancak kesin bir sonuç ifade edilmez.

- *Görsel Değerlendirme:* İncelemenin başında önce her bir örnek görsel kriterlere (görünüş, biçim, yapı, tutum) göre değerlendirilmelidir.

Ancak burada bir elyafın tipik özelliklerinin terbiye yöntemleri ile bozulduğu veya kaybolduğuna da dikkat etmek gerekir. Örneğin:

Lifin Görünüşü	*Malzeme*
Donuk sarımsı, yumuşak serin, nem çeker	Yün olabilir
Düz, mat, serin, nem çeker	Pamuk olabilir
Düz, parlak nem çeker	İpek Viskon, Asetat olabilir
Düz, mat veya parlak, nem almaz	Sentetik lifler olabilir

- *Isıtma ve Yakma Yöntemleri:* Bu yöntemde lif örneğinin ısı ve alev karşısındaki davranışı gözlenir. Lifin ısıtma ile eriyip erimediği, yakma neticesinde yanma biçimi, yanma sonrasında çıkardığı koku ve yanma artığı incelenir. Bu işlem sonunda lif örneği sınıflandırılabilir.

Isıtma işleminin yapılması:

- Lif demeti, pens veya elle tutularak yavaşça, alevin içine sokulmadan aleve yaklaştırılır. Liflerin kıvrılıp kıvrılmadığı veya eriyip erimediği kontrol edilir.

- Lif demeti ısıtılabilen bir levha üzerine yerleştirilir ve levha alttan ısıtılmaya başlanır (337°C a kadar). Lif demetinin, eriyip erimediği, sararıp kömürleştiği veya kömürleşmediği gözlenir. (Tablo 2)

Bu ilk iki deney ile incelenen liflerin termoplastik veya non-termoplastik oldukları söylenebilir. Eğer lif belirtilen sıcaklığa kadar eriyorsa termoplastik, erimeyip kömürleşiyorsa non-termoplastiktir.

Not: Levhanın 337°Ca kadar ısındığını anlamak için levha üzerine lifle birlikte potasyum nitrat kristalleri de konulur. Kristaller erimeye başlayınca sıcaklık 337 °C olmuş demektir.

Yakma işleminin yapılması:

- Lif demeti, alev içine sokulur. Alev içinde yanıp yanmadığı, yanış şekli ve çıkan dumanın kokusu tanımlanır. (Tablo 3)

- Kuru Destilasyon Yöntemi: Liflerin ısıtılıp yakılmasıyla çıkan gazların pH'ları tespit edilir. (Tablo 4)

Eğer kuru bir deney tüpü içindeki lif demeti, ısıtılırken; deney tüpünün ağzına ıslatılmış bir pH kağıdı veya turnusol kağıdı yaklaştırılırsa, çıkan gazların pH değerleri tespit edilebilir. Eğer turnusol kağıdı kul-

Tablo 2: Isıtma ile Ön Ayırma Sonuçları

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Ön ısıtmada deney numunesinin davranışı			
Aleve Yaklaştırarak	Sıcak levha Üzerinde	Alev İçinde	Sınıflandırma
Aleve yaklaşınca çekmeyen veya erimeyen	337°C'ın altında kömürleşen, erimeyen	Etrafa saçılan bir alevle yanan siyah, patlamış gibi kolayca toz haline gelebilen bir kalıntı burakan, yanan kıl kokusuna benzeyen koku yanan *(1)*	Protein Esaslı Lifler
		Kolaylıkla yanan, yanan kağıt gibi bir koku çıkaran çok az miktarda kül burakan veya bazen belirgin balık kokusu yayan koyu renkli gözenekli bir kalıntı burakan *(2)*	Selülozik Esaslı Lifler
		Kolayca yanan, alevden çekilince derhal sönen parıldayan bir kalıntı burakan	Kalsiyum aljinat
	Kömürleşen veya erimeyen *(3)*	Berrak sert bir boncuk meydana getirerek eriyen	Cam lifleri
		Parıldayan fakat orjinal şeklini koruyun	Asbest *(4)*
Çeken veya boncuk meydana getiren	337°C'ın altında eriyen	Yanarak alevden düşen	Düşük sıcaklıkta termoplastik lifler
	337°C'a kadar erimeyen	Yanarak alevden düşen	Aramidler
		Yanmayan	Fluorokarbon lifleri, Teflon

(1) Kolayca ağırlaştırılmış ipek, gözenekli ve alevde parlayan bir kalıntı verir.
(2) Selüloz lifleri, alev almaz apre (güç tutuşur) işlemi görmüşse normal selüloz lifleri kadar kolay yanmaz ve alevden çekilince derhal söner. Kül büyük bir ihtimalle orjinal yapının kararmış bir iskeletidir.
(3) Cam lifi üzerindeki diğer maddeler nedeniyle duman çıkabilir ve renk bozulması olabilir.
(4) Genellikle asbestin pamukla veya bir başka tekstil lifi ile karıştırıldığı gözönüne alınmalıdır.

lanılmışsa çıkan gazlardan bazik özelliğe sahip olanlar kağıdı maviye, asidik özellikte olanlar ise kırmızıya dönüştürür. Tablo 4'te kuru destilasyon sonuçları gösterilmiştir.

Bu analizin yapılmasında, karışım lifler olduğu takdirde değerlendirmelerde dikkat etmek gerekir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Tablo 3 : Liflerin Yakma Testi Sonuçları

LİF SINIFI	Yanış Şekli	YAKMA TESTİ Koku	Kalıntı
BİTKİSEL LİFLER (Pamuk, Keten, Viskoz ve Bakır İpeği)	Hemen alev alır, çabuk yanar	Yanmış kağıt kokusu	Gri-sarımsı bir kül kalıntısı
HAYVANSAL LİFLER (Yün, ipek rejenere protein)	Hemen alev alır, yavaş yavaş yanar.	Yanmış saç kokusu	Önce kabarcıklı siyahımsı, gevşek sonra kül renkli kalıntı
Mineral Lifler (Cam, Asbest)	Değişikliğe uğramaz, eriyerek boncuk haline gelir.	Kokusuz	
KİMYASAL LİFLER Asetat Lifler (Sekonder Asetat, triasetat)	Hemen alev alır, eriyerek boncuk haline gelir.	Sirke kokusu	Önce kömürümsü boncuk, sonra gri beyaz kül kalıntısı
Polivinilklorür (Rhovyl vb)	Önce erir, sonra yanar. Alevden çıkarılınca söner. İsli yanar, söndükten sonra beyaz duman çıkarır.	HCl gibi kokar. Keskin, öksürtücüdür.	Gevrek, siyalı kalıntı
Poliamid Lifler (Nylon, Perlon, Rilsan)	Önce erir, sonra yanar. Alevden çıkarılınca yanmaya devam eder. İssiz yanar. Dumanı beyazdır.	Hafif yanık saç kokusu, pridin gibi kokar	Sarı-kahverengi camsı sert kalıntı
Poliüretan (Lycra, Vyrene)	Erir, yanar. Alevden çıkınca yanmaya devam eder. İssiz yanar	Hoş olmayan fare pisliği kokusu	Kahverengi sert kalıntı
Poliakrilonitril Lifler (Orlon, Dralon, Dolan PAN, Redon, Courtelle)	Önce erir, sonra yanar. Alevden çıkınca sönmez, hızlı ve isli olarak yanmaya devam eder.	Yanık et kokusu, tatlı aromatik bir kokudur.	Gevşek siyah kalıntı
Poliester Lifler (Trevira, Diolen)	Önce erir, sonra yanar. Alevden çıkınca yanmaz. Dumanı isli ve siyahtır.	Tatlı aromatik keskin kokulu	Sarı-kahverengi camsı sert kalıntı
Polietilen Lifler (Courlene)	Önce erir, sonra yanar. Alevden çıkınca yanmaya devam eder. Dumanı issizdir, beyaz yanar.	Yanan mum gibi kokar.	Gevşek kahverengi kalıntı
Polipropilen Lifler (Meraklon)	Erir, yanmaz. Beyaz dumanlar çıkarır.	Yanan mum gibi kokar.	Gevşek, kahverengi kalıntı
Polivinilalkol	Erir, sonra hızlı yanar. Alevden çıkınca yanmaya devam eder.	Yanık şeker kokusu	Açık kahverengi gevrek kalıntı

Tablo 4 : Kuru Destilasyon Sonuçları

LİF SINIFI	KURU DESTİLASYON SONUÇLARI	
	Turnusol Kağıdı	pH
Bitkisel Lifler	Asidik (kırmızılaşır)	5-6
Hayvansal Lifler (Yün, ipek, reje-nere protein lifleri)	Bazik (mavileşir)	9-10
Mineral Lifler (Cam, asbest)	-	-
Asetat Lifler (sekonder asetat, tri-asetat)	Asidik	2-3
Polivinilklorür (Rhovyl vb)	Asidik	1
Poliamid Lifler (Nylon, Perlon, Rilsan)	Bazik	10-11
Poliüretan Lifleri (Lycra, vyrene)	Bazik	10-11
Poliakrilonitril Lifler (Orlon, Dralon, Dolan PAN, Redon, Courtelle)	Bazik	10-11
Poliester Lifler (Trevira, Diolen)	Asidik	3-4
Polietilen Lifler (Courlene)	Zayıf Asidik	5-6
Polipropilen Lifler (Meraklon)	Zayıf Asidik	6-7
Polivinilalkol	Boyanmaz	4-5

- *Boyama Yöntemi:* Lifler, özel test boyarmadde çözeltileri ile değişik renk ve tonlarda boyanırlar. Çeşitli liflerden elde edilen bu renkler, karşılaştırılarak lifin cinsi hakkında bilgi edinilir. Uygulama basit olduğundan çok kullanılır. Ancak bazı sakıncaları vardır. Aynı cins lifler, yetiştirildikleri yere ve gördüğü terbiye işlemine göre değişik tonlarda boyanabilir. Sentetik liflerde, lif boyama şekline bağlı olarak değişik renk tonları gösterebilirler.

Lifler önceden boyalı ise, boyarmaddenin sökülmesi gerekir. Bundan başka lif üzerinde bulunabilecek tekstil yardımcı maddeleriin de giderilmesi lazımdır. Kumaş analizinde atkı ve çözgü ayırıldıktan sonra ayrı olarak boyama işlemini uygulamak daha iyi sonuç verir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Kullanılan özel test boyarmaddeleri şunlardır:

Neocarmin W, B ve MS	(Chem. Fabrik Fesego)
Detex	(CIBA)
Shirlastain	(ICI)
Karminazurol	(Merck)
Fibrotest N ve S	(Chem. Fabrik Tubingen)

Neocarmin W ile Lif Boyanması

Örnekler, eğer sert bükümlü iplik veya sık dokunmuş kumaş ise, önce liflere ayrılır. Az miktardaki örneğin üzerindeki yağı uzaklaştırmak için, alkolle muamele edilir. Sonra, örnek 3-5 dakika oda sıcaklığında Neocarmin W çözeltisine batırılır, çıkarılır. 2 dakika akar su altında yıkanır. İncelenecek örnek rengi, aşağıda verilen liste ile karşılaştırılır.

Bitkisel lifler:	
Pamuk (ham)	Kirli, açık mavi
Pamuk (tasarlanmış, merserize)	Koyu mavi
Keten	Kirli menekşe
Jüt	Zeytuni kahverengi
Rami	Kırmızı-menekşe
Hayvansal Lifler:	
Yün	Sarı
İpek	Yeşil
Yapay Lifler:	
Viskoz	Açık mor
Bakır İpeği	Koyu mavi
Asetat Lifleri	Hafif yeşilimsi sarı
Kazein Lifleri	Sarı-yeşil
Poliamid (nylon 6 ve 66)	Yeşilimsi sarı
Polivinilalkol Lifleri	Açık mavi-yeşil
Poliüretan Lifleri	Açık yeşil-sarı
Diğer sentetik lifler	Ya hiç boyanmazlar veya kirlenirler

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

Neocarmin W ile yapılan boyama testleri, ya yukarıda belirtildiği gibi bu çözelti ile 5 dakika soğukta bekletmek veya 30 saniye kaynatmak şeklinde yapılabilir. Kaynatma ile yapılan boyamaların renk ve tonları biraz farklı olur. Renk tablolarında bu durum gözönüne alınmıştır.

Neocarmin B bilhassa pamukla ketenin birbirinden ayırdedilmesinde kullanılır. Bu boyarmadde çözeltisiyle muameleden sonra, pamuk kırmızı-menekşeye keten ise maviye boyanır.

Neocarmin MS ve Fibrotest S daha ziyade sentetik liflerin tanınmasında faydalı olurlar. Lifler, 5 dakika soğuk ve kaynar Neocarmin MS çözeltisinde bırakılır, alınır ve iyice durulanır.

Poliamid (6 ve 66)	Kahverengi
Poliakrilonitril Lifleri	Yeşil-gri
Poliüretan Lifleri	Pas rengi
Polietilen Lifleri	Kırmızı-menekşe
Polipropilen Lifleri	Açık pembe

2. Mikroskopta inceleme

Bu kitabın kapsamında anlatılmamıştır.

3. Çözündürme İşlemi

Çözücülere ve kimyasal maddelere karşı liflerin davranışı hakkında bilgiler liflerin yalnız boyanmaları veya terbiyeleri için değil aynı zamanda onların tanınmaları ve birbirinden farklandırılmaları için de önemlidir.

Doğal ve doğal polimerlerden oluşan yapay lifler genellikle, ön incelemeler ve mikroskobik deneylerle kanıtlanır. Buna karşın genellikle sentetik lifler mikroskopta elde edilen görüntülerin benzerliği yüzünden kanıtlanamazlar. Yapay liflerin çözünürlükleri çözücülere karşı tipik davranış gösterir. Bu nedenle çözünürlüklerine dayanarak kanıtlanmaları uygundur.

Çözünürlük davranışılarının incelenmesi için kimyasal maddelerin uygulanması sırasıyla yapılmalıdır.

Analizin Uygulanması : Analizi yapılacak liften (az miktarda örnek) alınıp deney tüpünün içine konur. Sonra tüpe birkaç ml çözücüden

ilave edilir. Takriben 5 dakika oda sıcaklığında ve/veya kaynama noktasında deney tüpündeki değişim gözlenir. Bazı uygulamalarda lif ve çözücü yakın veya aynı kırılma indisine sahip olduğundan lifin çözünüp çözünmediğine karar vermek zordur. Yanılmalardan sıkınma çözücünün bir kaptan diğer kaba aktarılması ve bir cam baget yardımıyla lif materyalinin mevcut olup olmadığını incelemekle yapılabilir. Lifin çözünüp çözünmediğinin anlaşılmasında diğer bir yöntemde çözme deneyinden sonra

- su ile karışabilir çözücüleri yeterli su ile karıştırmaya.
- su ile karışamayanları ise yeterli metanol ile seyrelterek inceleme temeline dayanır. Çözünen veya kimyasal reaksiyonla bozunan lif, bir çökelti veya bulanıklık meydana getirerek ayrılır.

Örneğin: Viskoz rayon (viskoz filament) ve Poliamid lif karışımı 6 N HCl'de çözülürse önce hiçbir değişiklik tespit edilmezken sonra yeterli miktar su ile seyreltilirse topaklaşmanın (çökelti) meydana geldiği gözlenir. Liflerin değişik çözücülere karşı davranışları Tablo 5'da verilmiştir.

a. Tek Tür Örneklerde Kalitatif Analiz

Çözücüler Tablo 6'da görülen sırayla kullanılır. Her çözme işlemi elyaf çözüldü veya çözülmedi şeklinde değerlendirilir. Herbir inceleme için yeni yeterli lif örneği alınır. Eğer çözme işlemi esnasında çözünmeyi belirgin olarak söyleyemiyorsak lifin çözünürlüğü hakkında kesin karar verinceye kadar örneği hem çözünenler hem de çözünmeyenler grubunda köşeli parantez içinde belirtilmesi gerekir.

b. Karışımlarda Kalitatif Analiz

Lifler karışım halinde ise analiz işlemi mikroskobik yöntemle kombine edilmek zorundadır. Önce mikroskopta incelenir, sonra elyaf türlerinin çözeltiye geçip geçmediği çözücü ile muamele edildikten sonra mikroskopta incelenmek suretiyle yapılır. Eğer çözünme olayı çıplak gözle gerçekten görülemiyorsa bu inceleme çok mühimdir.

Dikkat: *Bir ortamda lifin çözünmesi, ya fiziksel bir olay (örneğin, dimetilformamidde poliakrilonitril çözülmesinde olduğu gibi) veya kimyasal bir reaksiyon (örneğin, %75 lik sülfurik asit içerisinde pamuğun reaksiyon vermesi) nedeniyle reaksiyon ürünleri meydana getirmesi şeklindedir*

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

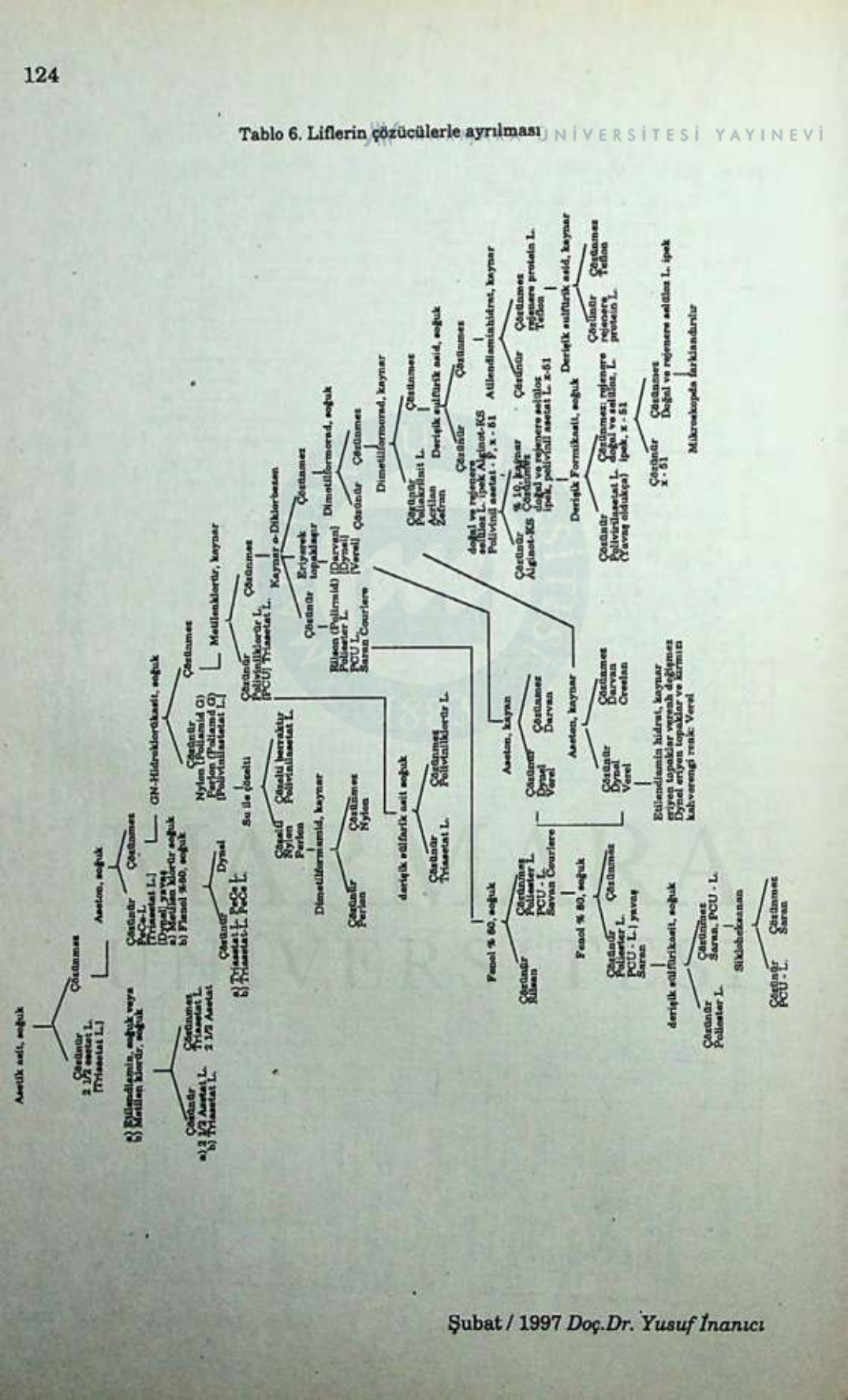
MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Tablo 5. Liflein çözücülere karşı davanışı

Lif Cinsi	Derişik Sülfürik Asit	Derişik Nitrik Asit	Derişik Hidroklorik Asit	Derişik Fosforik Asit	% 40 Pek.10 Sod. Hipoklorürlü Kar.	% 96 Formik Asit	%90-100 Formik Asit	Aseton	Metilen Klorür	Karbon tetra-klorür	Klorofom	Toluen	Ksilen	Metanol/su karışımı	Etanol/su karışımı	Dimetilformamid	Asetik Asit Kaları	% 80 Fenol	Bakırlı amonyak
Doğal Selüloz	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Rejenere Selüloz	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Yün	–	+	–	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
İpek (yabani ve kültür)	+	+	+	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Rejenere Protein	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Alginat - Viskoz - Bakır ip.	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
2,5 Asetat	+	+	+	+	+	+	+	+	–	–	–	+	–	–	–	–	–	–	–
Triasetat	+	+	+	+	+	+	+	+	–	–	–	+	–	–	–	–	–	+	+
Poliamid 6,6 Nylon	+	+	+	+	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	–
Poliamid 6 Perlon	+	+	+	+	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	–
Poliamid 11 Rilsan	+	+	–	+	–	+	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	–
Poliester	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+
Rhoryl, Thermoryl	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
PCU	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	+
PeCe	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	+
Polivinilidenklorür: Saran	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+
Poliakrilonitril: Orlon Dralon	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+
Akrilan	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Zefran	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
X-15	+	+	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Creslan	+	+	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Dynel	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Veryl	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Polivinilidenklorür: Darvan	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Polivinilasetat: PVA Vinylon (Kuralon)	+	+	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Polietilen: Courlene	–	+	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Politetrafluoretilen: Teflon	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–

Liflar görülebilir değişikliğe uğramaz.
+ Lifler tamamen çözünür.
o Lifler karakteristik değişikliğe uğrar (örneğin büzülür).
( ) ve (( )) değişiklik göz önüne alınmaz, uzun zaman veya bölük pörçük eriyan eder.
K = Topraklaşır, lif yapısını kaybeder.
V = Rengi değişir.
Z = Parçalanır.
So. = Soğuk.
Sı. = Sıcak.

Tablo 6. Liflerin çözücülerle ayrılması



Karışımlarda kalitatif analiz işlemini üç başlık halinde inceleyebiliriz.

1. Çözünürlük tablosu (Tablo 5)

2. M. Stratman'a göre analiz şeması

3. Belli bir lif grubu için hızlı analiz planı şeklinde.

Kimyasal lif analizinde özellikle kullanılan çözeltiler şunlardır:

a. Kuoxam çözeltisi (Bakır sülfat+amonyak)

veya Kuen çözeltisi (Bakır sülfat+etilen diamin)

b. Klor çinko-iyot çözeltisi

c. Fettrot-B Kresol Çözeltisi

Bu çözeltiler daima taze hazırlanmalıdır. Çünkü zamanla bozunurlar.

Çözeltilerin Elde Edilmeleri ve Kullanılmaları

Kuoxam Çözeltisi:

100 g saf $CuSO_4$ $5H_2O$, 500 ml destile suda çözülür. Çözelti kaynayana kadar ısıtılır ve üzerine damla damla derişik amonyak çözeltisinden ilave edilir. Bu esnada menekşe renkli çökelti oluşur. Çökelti 1G2 filtresinden süzülür, iyice yıkanır, 30°C lık (daha fazla değil) sıcak su ile pasta yapılır ve 200-250 ml lik %10 luk NaOH ile aynı sıcaklıkta muamele edilir. 5-10 dakika karıştırmadan sonra çökelti süzülür, destile su ile yıkanır (hiç alkali kalmayana kadar). Sonra aseton ile tekrar yıkanır ve etüvde 40-50°C da veya ton tabağı üzerinde kurutulur. Çökelti kahverengi renkli şişelerde saklanır. Kullanmadan önce çok az miktarda amonyak ile çözülür. Bu çözelti taze halde kullanılır.

Kuoxam çözeltisi ile elyaf muamele edildiğinde bir şişme veya çözünme gözlenirse (mikroskop altında çok belirgin olarak tespit edilebilir) bu elyaf ya selüloz ya da ipektir.

Klor Çinko-İyot Çözeltisi:

66 g susuz $ZnCl_2$, 34 ml destile suda çözülür. 6 g Kl ve sonra doygun hale gelinceye kadar (takriben 3 parça) iyot ilave edilir.

Çözelti ışığa karşı hasas olduğundan koyu rekli şişelerde saklanmalıdır.

Fettrot B-Kresol Çözeltisi:

0.5 g Fettrot B, metanol ile pasta yapılır ve sonra 50 ml Kresolde çözülür.

Lif	*Kuoxam*	*Klor Çinko-İyot*	*Fettrot B-Kresol*
Selüloz	şişer/çözünür	şişer/mavi renkli	–
Poliamid	–	turuncu renkli	çözünür
Poliester	–	–	kırmızı
Yün	mavi renkli	açık turuncu	–
Aseat	–	çözünür	çözünür
Poliakrilonitril	–	şişer/mavi-gri renkli	sümüksü
Polivinilasetat	–	dışı: turuncu içi: büzülmeyle mavi	
İpek	Çözünür	–	–

Hızlı Analiz Şekli (Dr. M. STRATMANN'a göre)

Birbirini takip eden çözme reaksiyonlarında daima önce bir mikroskobik inceleme yapılmalıdır. Bu durumda en azından bir karışımda kaç bileşen olduğu tespit edilir. Ayrıca ipek dışında tüm bitkisel ve hayvansal liflerin kesin varlığı tespit edilebilir.

Analiz şemasında aşağıdaki çözme işlemleri sırasıyla yapılır. İşlem sırası aynen uygulanmalıdır. Her bir reaksiyon için de yeterli miktarda yeni örnek alınmalıdır.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

1 Kuoxam	
Çözünür :	**Rejenere selüloz lifleri**
Çözünmez:	Asetat, poliester, poliamid, polivinilklorür, poliakrilonitril
2 Buz Sirkesi	
Soğukta Çözünür:	**Asetat**
Çözünmez:	Poliester, poliamid, polivenilklorür, poliakrilonitril
3 Hidroklorik asit (6N)	
Soğukta Çözünür:	**Poliamid 6.6** (su ile çözeltinin seyreltilmesiyle çökelti oluşur)
Çözünmez:	Poliamid 11 (Rilsan), poliester polivinil klorür poliakrilonitril
4 Der. Nitrat Asidi	
Soğukta Çözünür:	**Poliakrilonitril**
Çözünmez:	Poliamid 11 (Rilsan), poliester, polivinil klorür
5 Der. Sülfürik Asit	
Soğukta Çözünür:	**Poliamid 11** (Rilsan), poliester (her iki lifin birbirinden farklandırılması : Rilsan soğuk fenolde çözünür, poliester yalnız sıcak fenolde çözünür)
Çözünmez:	Polivinklorür

Bu şemaya göre materyalin grubu, en fazla yarım saat içerisinde tespit edilebilir. Gerçekten lifin çözünüp çözünmediğinin ortaya çıkarılması için her işlemden sonra kalıntının bir mikroskopda incelemesi tavsiye edilir. Bir grubun kesin tayini için diğer yöntemler de uygulanmalıdır. Bu şekilde analiz işlemi uygulandığında kalıntının mikroskop altında gözlenmesine şüpheli durumlarda başvurulur. Çünkü birçok reaktifler elyafla benzer kırılma indisine sahip olduklarından görülmezler. Mikroskop altında kesin incelemeler özel reaktiflerle mümkün olur. İplik ve kumaş örneklerinde preparasyon veya terbiye maddeleri çoğu kez mevcuttur. Bu durumda analize başlamadan önce hata kaynaklarının giderilmesi için bu tip maddelerin uzaklaştırılması tavsiye edilir. Bu işlem için genellikle örneği, 1 g/L Hostapal CV ile kısa bir zaman veya reçine-

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

lerle yapılan terbiye maddelerinde 0.1 N klorür asidi ile birlikte bir miktar Hostapon kullanarak kaynatmak gerekir. Daha sonra örnek sıcak su ve müteakiben alkol ile çalkalanır.

Hızlı analiz şekline göre lif gruplarındaki daha ileri bir farklandırma işlemi diğer ayırma yöntemleri ile koordine edilerek yapılır. Bunun için aşağıda iki örnek verilmiştir.

Triasetat ve 2.5 Asetat Birbirinden Ayrılması:
(2. gruptaki asetik asitte çözünen kısım)

	Soğuk Buz Sirkesi	Soğuk Aseton	Soğuk Aseton/Su 80:20
2.5 Asetat →	çözünür	çözünür	çözünür
Triasetat →	çözünür	çözünür	çözünmez

Bu incelemeler esnasında elyaf içinde polivinilalkol lifleri de (polivinilasetat, PVA) mevcut ise 2. gruba yani buz sirkesi ile çözünen gruba bu lif de dahil edilmelidir. Bu durum aşağıdaki şemaya göre inceleme yapılmalıdır.

Soğuk	Soğuk Buz Sirkesi	Soğuk Aseton	Soğuk Der. Nitrat Asit
2.5 asetat →	çözünür	çözünür	çözünür
Triasetat →	çözünür	çözünür	çözünür
Polivilalkol →	çözünmez	çözünmez	takriben 0.5 dak hızlı bir NO_2 yayılmasıyla çözünür

Poliamid 6 ve 6.6'nın Birbirinden Ayrılması:
(3. grupta 6 N soğuk hidroklorikasitte çözünen)

	Dimetilformamid (DMF)/ Formik Asit 75: 25 (1 dak kaynatılır)	4.2 N Hidroklorikasit (Soğukta)
Poliamid 6 (Perlon) →	çözünür	çözünür
Poliamid 6.6 (Nylon) →	çözünmez	çözünmez

14. TEKSTİL LİFLERİNİN KANTİTATİF ANALİZİ

Bileşenleri kalitatif analiz yöntemleri ile kesin olarak belirlenmiş bir lif karışımında her bir lifin hangi oranda bulunduğu tespit etmek için yapılan analiz işlemlerine *kantitatif analiz yöntemleri* denir.

Lif karışımlarının kantitatif analizi, hem iplik, kumaş ve değer tekstil mamullerin teknolojik üretimlerinde hem de kalite kontrol ve terbiye işlemlerinde çok önemli bir analiz metodudur. Özellikle iyi bir ağartma veya boyama işleminin uygulanabilmesi için ve aynı zamanda iplikçi veya dokumacıların hazırlanmış oldukları lif karışımlarının karışım oranlarının doğru olarak bilinmesi gerekmektedir.

Lif karışım oranları fiziksel ve kimyasal olmak üzere iki yöntemle tespit edilebilir. Fiziksel yöntemle yapılan tayinlerde yaklaşık, diğer yöntemde ise kesin analiz sonuçları elde edilir.

FİZİKSEL ANALİZ

Lif karışım oranlarının fiziksel yöntemle belirlenmesinde iki yol izlenir.

1. Mekanik yolla ayırıp liflerin miktarını sayma veya tartma
2. Lifleri boyayarak ayırma, sayma ve tartma

1. Bu yöntem, kumaşın atkı ve çözgüsü iki değişik materyalden veya farklı yapıda değişik renkte ipliklerden meydana geldiğinde uygulanır.

Analizi yapılacak örnek kare şeklinde (5x5 veya 10x10 cm büyüklüğünde) kesilir. Farklı yapıdaki lifler pens veya iğne yardımıyla atkı ve çözgüsünden ayrılır. Her iki iplik cinsi ayrılarak sayılır-daha iyisi tartılır-toplam lif miktarı bulunur ve hesaplanır.

Örnek:

Örnek Büyüklüğü (5x5 cm)

Çözgü : Polyester $m_{çözgü} = 0.256$ g

Atkı : Pamuk $m_{atkı} = 0.215$ g

$$\text{Lif Karışımındaki Poliester Miktarı} = \frac{0.256}{0.256 + 0.215} \cdot 100 = \% 54.4$$

Lif Karışımındaki Pamuk Miktarı = 100 – 54.4 = 45.6

Poliester ≡ % 54 Pamuk ≡ % 46

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Atkı ve çözgü ipliklerin sayılmasıyla da lif karışımının oranları takribi olarak verilebilir. Bununla birlikte ipliklerde ayırma yöntemi uygun değildir.

2. Kalitatif lif incelemelerinde anlatıldığı gibi özel test boyarmaddeleriyle değişik renk tonlarına boyanan elyaf türleri de farklandırılabilir. Elyaf karışımı, iplik veya kumaş vb. önce özel test boyarmaddesi ile boyanır ve mekanik olarak birbirinden ayrılır. İyice yıkanır ve kurutulur. Kondisyonlandıktan sonra mekanik olarak elyaf bileşenleri birbirinden ayrılır. Her iki bileşen tartılır ve yukardaki gibi hesaplanır.

KİMYASAL ANALİZ

Analiz Temeli: Bu tip analiz, lif karışımındaki liflerden birini çözen fakat diğerini çözmeyen uygun bir çözücü ile çözme temeline dayanmaktadır. Belli bir miktar lif karışımından hassas olarak tartılır. Bu lif karışımı, uygun bir çözücü ile işleme sokulur. Karışımı oluşturan liflerden biri çözücü madde tarafından çözülür. Çözünmeden kalan kısım (kalıntı = bakiye) tartılarak karışım yüzdesi hesaplanır. Bu yöntem kesindir. Ancak, ön hazırlığın ve deneyin yapılışı özenle uygulanmalıdır.

Genellikle lif karışımları iki veya üç tür lif içerir. İki lif karışımdan meydana gelen örneklerde liflerden birisi uygun çözücü ile çözülür. Kalıntı iyice yıkanır kurutulur ve tartılır. Tek bir ayırma yönetiminin uygulanması yeterlidir. Üçlü lif karışımlarının analizinde ikili karışımlarda uygulanan ayırma yöntemlerinin iki tanesi kombine edilerek tatbik edilir. Lif karışımını çözme işleminde seçilen uygun çözücü, çözünmemesi gereken lifleri çok az olsa da çözebilmektedir. Bu nedenle genellikle bu hatayı düzeltebilmek için her yöntemde liflerin kütlesinin doğru bulunabilmesi için *düzeltme faktörü* verilmektedir. Bu düzeltme faktörü kalıntının kütlesiyle çarpılarak, çözünmeyip geri kalması gereken gerçek miktarın bulunmasına yarar.

Ön Hazırlık

Analizi yapılacak örneğin üzerinde yağ, apre maddesi, haşıl maddesi gibi maddeler bulunabilir. Hassas bir analiz için önceden bu gibi maddelerin giderilmesi gerekir. Bunun için deney örneği Soxhlet cihazın-

da petrol eteriyle saatte 6 sifon (devir) yapacak şekilde 1 saat ekstrakte edilir. Nişasta haşılı mevcut ise amilazlar yardımı ile haşıl giderilir.

Örnek Alınması

Lif örneği, 3 ayrı analiz uygulamasını tekrarlayabilecek kadar yeterli miktarda olmalıdır. Her bir örnek, analizi yapılacak materyalin çeşitli yerlerinden takriben 1-2 g arasında alınarak hazırlanır.

Deneyin Yapılışı

Analiz yöntemini seçebilmek için karışımın, hangi liflerden oluştuğunu önceden kalitatif olarak saptamak gerekir. Eğer mümkünse tahmini karışım oranlarına göre yöntem seçilebilir. Genellikle karışımda bulunan liflerden çok miktarda olan lifin çözündüğü (% 70'den fazla) az miktarda olan lifin çözünmediği (% 30'dan az) bir yöntem seçilmelidir. Eğer kimyasal olarak önceden zarar görmüş bir lif söz konusu ise bu lifin çözündüğü ayırma yöntemi uygulanmalıdır.

Çeşitli liflerin higroskobik (nem çekme) özellikleri birbirinden farklı olması nedeniyle içerdikleri nem miktarıda değişiktir. Bu nedenle analizi yapılacak örnek tartmadan önce 105±3°C'da 6 saat etüvde kurutulması ve mutlak kuru tartıma getirilmesi gerekir. Etüvden alınan numune 2 saat desikatörde tutulmalı sonra mutlak kuru ağırlığı tespit edilmelidir.

Önceden temizlenmiş ve 10 mm lik küçük parçalar halinde parçalanmış örnek, bir tartım kabında 6 saat 105±3°C'da etüvde kurutulup desikatörde 2 saat tutulduktan sonra tartılır ve analize başlanır. Tartımların hepsi 0.001 g hassasiyetle yapılmalıdır. Kalıntı darası bilinen G_2 Nordan krozesinden süzülür ve tartılır. Sonra karışım yüzdeleri hesaplanır.

Yukarıdaki uygulanan çalışma yerine diğer bir olanak da örneğin normal şartlarda (20°C ve % 65 bağıl nem) kondisyonlanmasıdır. Ancak bu çalışma şekli uzun sürdüğünden pek tercih edilemez.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

ANKARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Karışım Yüzdelerinin Hesaplanması:

Hesaplamanın nasıl yapıldığını bir örnekle açıklayalım:

Analiz Yapılacak Lif Karışımı : Pamuk / Polyester

Uygulama Yöntem : Sülfürik Asit (Ağırlıkça %75)

Örneğin Ağırlığı ($m_ö$) - mutlak kuru : 0,4860 g

Kalıntı Ağırlığı (m_k) - mutlak kuru : 0,1662 g

Polyester Düzeltme Faktörü (k_{PES}) : 1,00

Düzeltilmiş Kalıntı (Pes) Miktarı = 0,1662 . 1,00 = 0,1662 g

$$PES\ Miktarı = \frac{m_k \cdot k_{PES}}{m_ö} \cdot 100 = \frac{0,1662 \cdot 1,00}{0,4860} \cdot 100 = \%\ 34,2$$

$$Pamuk\ Miktarı = 100 - 34,2 = \%\ 65,8$$

Çeşitli liflerin Ticari Nem Yüzdeleri ve Nem Faktörleri

Lifin Cinsi	% Nem	Nem Faktörü(f)
Yıkanmış yün elyaf	14,0	1,14
Yün topsu	18,25	1,18
Kamgarn gün ipliği	18,25	1,18
Strayhgam yün ipliği	14,0	1,14
Yünlü kumaş	14,0	1,14
Pamuk	8,5	1,085
Ham pamuk ipliği	7,0	1,07
Boyalı pamuk ipliği	8,0	1,08
Merserize pamuk ipliği	8,5	1,085
Pamuk kumaş	8,5	1,085
Ham keten	12,0	1,12
Ağartılmış keten	8,75	1,087
Jüt	13,75	1,14
Kendir	12,0	1,12
Tabii ipek	11,0	1,11
Rayon	11,0	1,11
Asetat	6,5	1,065
Asetat topsu	6,0	1,06
Asetat iplik	6,5	1,065
Triasetat	4,5	1,045
Poliamid	4,5	1,045
Poliester	0,4	1,004
Poliakrilnitril	1,5	1,015
Polivinilklorür (Rhovyl, PCN)	0	1
Polietilen	0	1
Polipropilen	0	1
Polivinilasetal (Mewlon, Vinylon)	5,0	1,05
Poliüretan (Lycra)	1,3	1,013

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Hesaplamada, lif karışım oranları mutlak kuru ağırlık üzerinden yapılmıştır. Ancak karışımların iplikhanede hazırlanışı mutlak kuru liflere göre değil, iplikhane şartlarına göre kuru halde bulunan lifler ile yapılmaktadır. Bunun için lif karışım yüzdeleri normal şartlara göre hesaplanmalıdır. Normal şartlara göre liflerin alacakları nem miktarları sabit olduğundan, mutlak kuru ağırlık üzerinden bulunan sonuçlar nem faktörü ile çarpılarak normal kuru şartlarda yani iplikhane şartlarındaki karışım oranları hesaplanabilir (Tablo 5).

Yukarıdaki hesaplama işlemi yapılan lif karışımını şimdi normal ağırlık göz önüne alarak çözelim:

PES için nem faktörü : $f_{PES} = 1,03$

Pamuk için nem faktörü : $f_{Pamuk} = 1,085$

Nemli haldeki PES miktarı $= 34,2 \cdot 1,03 = 35,23$ g

Nemli haldeki Pamuk miktarı $= 65,8 \cdot 1,085 = 71,39$ g

$$\%\ PES\ Miktarı = \frac{35,25}{106,62} \cdot 100 = \%\ 33$$

$$\%\ Pamuk\ Miktarı = \frac{71,39}{106,62} \cdot 100 = \%\ 67$$

1. Potasyum Hidroksit Yöntemi

Prensip: Lif karışımı ağırlıkça % 2 potasyum hidroksitle kaynatılır. Bu şartlar altında ***yün ve ipek*** lifleri çözünür, diğer lifler çözünmezler.

Uygulama Alanı: Bu yöntem, yün ve ipeğin, pamuk, viskoz, polyamid, poliakrilonitril veya polyester liflerinden oluşan karışımların analizinde kullanılır. Zarar görmüş rejenere selüloz lifleri de potasyum hidroksitle bir miktar çözüneceklerinden bunların yün ve ipek ile karışımlarının analizinde dikkatli çalışılması gerekir.

Analiz Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamulse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlıkla tartılır (m_o mutlak kuru tartım).

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Duyarlı tartılmış örnek, 250 ml lik dibi yuvarlak bir balonda 100 ml ağırlıkça % 2 KOH ile ve kaynama taşı konularak soğutucu altında 15 dakika hafifçe kaynatılır. Kalıntı, kaynama taşları balonda kalmak şartıyla G_2 Nordan krozesinden süzülür. Kroze içindeki kalıntı sırası ile damıtık su, % 1 lik asetik asit, tekrar damıtık su ve soğuk damıtık su ile yıkanır.

Kalıntı saat camı üzerinde kurutulur, tartılır, miktarı (m_k mutlak kuru tartım) tespit edilir.

Hesaplama şekli sayfa 132'de hesaplandığı gibi yapılır.

Düzeltme Faktörü: Pamuk, Viskoz k = 1.03 Poliakrilik k = 1.01 Poliamid k = 1.00 Poliester k = 1.02

2. Sülfürik Asit Yöntemi

Prensip: Bu yöntemde incelenecek numune 50±5°C'da kütlece % 75 sülfürik asit çözeltisi[1] ile muamele edilir. Bunun sonucunda ***selüloz esaslı lifler, ipek, poliamid ve asetat*** lifleri çözünürken yün ve poliester lifleri çözünmeden kalır.

Uygulama Alanı: Bu yöntem aşağıdaki lif karışımlarının analizlerinde kullanılır.

a. Genellikle pamuk veya rejenere selüloz lifleri ile poliester veya yün karışımlarında

b. İpek-poliester, ipek-yün karışımlarında

c. Asetat-poliester, asetat,yün karışımlarında

d. Poliamid-yün, poliamid-poliester karışımlarda

Pamuk veya rejenere selüloz lifleriyle yün karışımlarında genellikle KOH yöntemi uygulanırsa da yün miktarı çok az ise (%10 dan az) sülfürik asit yöntemi daha iyi netice verir. (c) ve (d) tipi karışımlarda aseton, metilen klorür, formik asit gibi yöntemler de uygulanabilir.

---

1 **%75'lik Sülfürik asit Çözeltisi:** Dikkatli bir şekilde kabın dışından yavaş yavaş çeşme altında su ile soğutulan 320 ml destile su içine 680 ml derişik H_2SO_4 (d = 1.84 g/cm^3) ilave edilir. Oda sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra hacmi damıtık suyla litreye tamamlanır. Yaklaşık olarak hazırlanan çözeltinin yoğunluğu 1,67 g/cm^3 olması gerekir.

Analiz Yapılışı: Yaklaşık 0.5-2 g numune alınır, ön temizleme yapılır, dokunmuş mamulse sökülür ve küçük parçalara ayrılır. Örnek, tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 4 saat kurutulur. 1 g numune için 100 ml ağırlıkça % 75 lik sülfürik asit ilave ederek 50±5°C'da 30 dakika 250 ml lik erlenmayer balonunda bekletilir. Bekleme sırasında balonun ağzı kapalı tutulur ve her 10 dakikada bir kuvvetlice çalkalanır. Çözünmeden kalan kısım G_2 Nordan krozesinden süzülür ve kalıntı sırası ile 100 ml %75 lik sülfürik asit, destile su, ağırlıkça % 3.5 amonyak çözeltisi[2] ve nötral reaksiyon verinceye kadar destile su ile iyice durulanır ve kurutulur.

Düzeltme Faktörü: Poliester k = 1.00 Yün k = 0.97

3. Alüminyum Klorür Yöntemi

Prensip: Lif karışımı 100 ml destile su içinde 9 g kristalize alüminyum klorür bulunan çözelti ile muamele edilir.

Uygulama Alanı: Bu yöntem selüloz, asetat ve poliamidin diğer liflerle karışımlarının analizleri için uygundur. ***Selüloz, asetat ve poliamid elyaf*** kaynatma esnasında açığa çıkan klorür asidi ile çözünür.

Analiz Yapılışı: Yaklaşık 0.5-2 g ön temizleme yapılmış dokunmuş mamulse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur ve desikatörde 2 saat bekletilir. Oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 1 mg hassasiyetle tartılır.

Duyarlı tartılmış örnek 250 ml lik dibi yuvarlak bir balonda alüminyum klorür çözeltisi (9 g/100 ml destile su) ile muamele edilir. 10 dakika geri soğutucu altında kaynatılır, süzülür ve kalıntı 3 saat 110°C'da etüvde kurutulur. Müteakiben kalıntıdaki çözünen elyaf parçaları mekanik olarak toz haline getirilir. Sıcak suyla yıkanır, yeniden süzülür, % 10 luk HCl ile durulanır ve kalıntı nötral reaksiyon verene kadar su ile yıkanır, kurutulur, soğutulur, tartılır.

---

2 ***%3.5 Amonyak Çözeltisi:*** 14 ml % 25 lik amonyak ile 86 ml destile su karıştırmak suretiyle elde edilir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Düzeltme Faktörü: Yün k = 0.98

4. Formik Asit/ Çinko Klorür Yöntemi

Prensip: Lif karışımı 40°C'da formik asit/çinkoklorür çözeltisi[3] ile tepkimeye sokulur. Tepkime sonucunda ***rejenere selüloz, asetat, poliamid ve serisini alınmış ipek*** çözünür, diğer lifler çözünmeden kalır.

Uygulama Alanı: Bu yöntem:

- Genellikle rejenere selüloz lifi / pamuk karışımlarının analizinde kullanılır

Ayrıca rejenere selüloz liflerinin yün, rejenere protein lifleri, polivinilklorür veya poliester ile olan karışımlarında

- Üst tabakası sabunlaşmış olsa bile 2.5 asetat ve triasetat liflerinin pamuk, yün rejenere protein, polivinilklorür veya poliester lifleri ile olan karışımlarının kantitatif analizlerinde de uygulama alanı bulur. Büyük miktarda kimyasal zarar görmüş pamuk liflerinin bulunduğu karışımlar ve özel apre maddeleri, özel reaktif boyarmaddelerle işlem görmüş rejenere selüloz lif karışımlarına uygulanmaz. Çünkü özel apre maddeleri ve özel reaktif boyarmaddeler rejenere selüloz liflerinin çözünmesini güçleştirir. Buna karşın büyük miktarda zarar görmüş pamuk liflerinin ise çözünürlüğü artar. Bunun sonucunda deney sonuçları hatalı olabilir.

Asetat liflerinin diğer liflerle olan karışımlarında bu yöntem yerine aseton, metilen klorür ve asetik asit yöntemleri uygulanabilir. Ayrıca rejenere selüloz liflerinin poliamid lifleri ile olan karışımlarında bu yöntem yerine formik asit veya HCl yöntemi kullanılabilir.

Analizin Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamulse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.0001 g duyarlıkla tartılır.

---

3 ***Formikasit/Çinkoklorür Çözeltisi:*** 20 g Susuz Çinkoklorürün, 80 g derişik formikasit (ağırlıkça %85) içerisinde çözülmesiyle elde edilir.

Bu örnek, 250 ml şilifli erlenmayerde 1 g örnek için 100 ml 40°C'a kadar ısıtılmış formik asit/çinko klorür çözeltisi ile işleme tabi tutulur. 2.5 saat 40±2°C'da her 30 dakikada bir kuvvetli bir şekilde çalkalanarak beklemeye bırakılır. Bundan sonra kalıntı G_2 Nordan krozesinden süzülür. Önce su, sonra 100 ml amonyak çözeltisi ve su ile iyice yıkanır, kurutulur ve tartılır.

Düzeltme Faktörü Pamuk k = 1.02 Yün k = 0.99 Rejenere Protein k = 0.99 PVC k = 1.00 Poliester k = 1.00

5. Bakır / Gliserin / Sodyum Hidroksit Yöntemi

Prensip: Lif karışımı bakırsülfat, gliserin ve sodyum hidroksit karışımıyla[4] oda sıcaklığında reaksiyona sokulur. Bunun sonucunda ***ipek*** lifi çözünür.

Uygulama Alanı: Bu yöntem ipek liflerin pamuk, rejenere selüloz, yün, rejenere protein, poliamid, poliakrilonitril veya poliester lifleri ile olan karışımlarının analizinde uygulanmaktadır.

Analizin Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış dokunmuş mamulse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlıkla tartılır.

Örnek, 250ml lik erlenmayerde 1 g örneğe 50 ml bakır/gliserin/NaOH çözeltisi tekabül edilecek şekilde ilave edilerek oda sıcaklığında ağzı kapalı olarak yarım saat bekletilir. 5-10 dakikada bir kuvvetlice çalkalanır, bu esnada ipek çözünür. 30. dakika sonunda G_2 Nordan krozesinden süzülür. Önce 50 ml deney çözeltisi sonra 1 litre destile su ile yakanır, kurutulur, tartılır.

Bu deneyde hiçbir düzeltme faktörü kullanmaya gerek yoktur.

---

4 *Bakır/Gliserin/Sodyum Hidroksit Karışımı:* 10 g Kristalize Bakır Sülfat, 100 ml destile su içinde çözüldükten sonra 5 g derişik gliserin ilave edilir, Sonra iyice karıştırdıktan sonra damla damla seyreltik NaOH çözeltisi eklenir. Damlatma işlemine, başlangıçta oluşan bakır hidrokait çökeleği çözününceye kadar devam edilir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

6. Aseton Yöntemi

Prensip: Lif karışımı örneği oda sıcaklığında aseton içerisinde bekletilir. İşlem sonunda ***2.5 asetat*** lifi çözünür, diğer lifler çözünmez.

Uygulama Alanı: Bu yöntem, 2.5 asetat lifinin pamuk, rejenere selüloz lifleri, yün, ipek, rejenere protein, poliamid, poliakrilonitril veya poliester lifleri ile olan karışımlarının ayrılmasında kullanılır.

Yüzeyi sabunlaşmış asetat lifleri, triasetat, sonradan klorlanmış polivinilklorür ve modakrilik lifleri içeren karışımlarda iyi sonuçlar elde edilemediğinden uygulanmaz.

Analizin Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamulse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105 °C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlıkla tartılır.

Duyarlı tartılmış örnek 250 ml lik erlenmayerde 1 g örnek için 100 ml aseton tekabül edecek şekilde, asetonla muamele edilir. Oda sıcaklığında 30 dakika bekletilir. Bekletme esnasında her 5 dakikada bir kuvvetlice çalkalanır. Zamanın bitiminde aseton üst kısımdan aktarılır ve kabda kalan çözünmeyen kısmın üzerine yeniden aynı miktar temiz aseton konur. Oda sıcaklığında 15 dakika daha bekletilir. Sonra G_2 Nordan krozesi ile süzülür, temiz asetonla yıkanır, kurutulur, tartılır.

Bu deneyde hiçbir elyaf için düzeltme faktörü kullanmaya gerek yoktur.

7. Asetik Asit Yöntemi

Prensip: Lif karışımı örneği derişik asetik asit (buz sirkesi %100'lük asetikasit)[5] ile oda sıcaklığında reaksiyona sokulur. Reaksiyon sonunda **2.5 -asetat ve triasetat çözünür.** İşlem kaynar haldeki buz sirkesi ile yapılırsa poliamid lifleri de çözünür.

---

5. Buz sirkesi: % 100 lük asetik asit

Uygulama Alanı: Bu yöntem 2.5 asetat veya triasetat liflerinin pamuk, rejenere selüloz, yün, rejenere protein, paliakrilonitril veya poliester lifleri olan karışımlarına uygulanır.

Analiz Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamülse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlıkla tartılır.

Tartılmış örnek, 250 ml lik bir erlenmayerde 1 g örnek için 100 ml buz sirkesi tekabül edecek şekilde 1 saat oda sıcaklığında ağzı kapalı olarak bekletilir. Bekletme esnasında her 15 dakikada bir kuvvetlice çalkalanır. Zamanın bitiminde G_2 Nordan krozesinden süzülür, kalıntı 50 ml taze buz sirkesi ve destile su ile yıkanır, kurutulur, tartılır.

Bu deneyde hiçbir elyaf için düzeltme faktörü kullanmaya gerek yoktur.

8. Diklormetan Yöntemi

Prensip: Lif karışımı oda sıcaklığında diklormetan (metilen klorür) ile reaksiyona sokulur. Bu şartlar altında *triasetat* lifleri çözünürken diğer lifler çözünmeden kalır.

Uygulama Alanı: Bu yöntem triasetat liflerinin pamuk, rejenere selüloz, yün, ipek, rejenere protein lifleri, poliamid, poliakrilonitril veya poliester lifleri ile olan karışımlarda uygulanır. Diklormetan içinde az veya çok çözünen 2.5 asetat sonradan klorlanmış polivinilklorür ve bazı kopolimer liflerin triasetat lifleri ile olan karışımlarında uygulanmaz. Aynı şekilde yüzeyi sabunlaşmış triasetat liflerinde ve karışımlarında iyi sonuçlar elde edilmez.

Analizin Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamülse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlıkla tartılır.

Duyarlı tartılmış örneğe, 250 ml lik şilifli erlenmayerde 1 g örnek için 100 ml metilen klorür tekabül edecek şekilde diklormetan ilave edi-

lir. Erlenin ağzı kapatılır. Birkaç dakikada bir şiddetli çalkalayarak 30 dakika oda sıcaklığında örneğin çözünmesi beklenir. Çözünmeden geri kalan kısım süzülür. G_2 Norden krozesinden süzülür. 2 kez yarı miktarda taze çözücü ile yıkanır. Kalıntı, sentetik elyaf içermiyorsa, metilen klorürden sonra metanol ile durulanır, kurutulur, tartılır.

Düzeltme Faktörü Poliester k = 1.01 Diğer tüm lifler için k = 1.00

9. Hipoklorit Yöntemi

Prensip: Lif karışımı örneği oda sıcaklığında 1N Sodyum hipoklorit[6] çözeltisi ile reaksiyona sokulur. *Yün, ipek ve rejenere protein* lifleri çözünürken diğer lifler çözünmeden kalır.

Uygulama Alanı: Bu yöntem, ipek veya rejenere protein liflerinin pamuk, rejenere selüloz, polivilklorür, poliamid, poliakrilonitril veya poliester lifleri ile olan karışımlarında uygulanır. Zarar görmüş selüloz liflerde büyük miktarlarda ağırlık kaybı meydana geldiğinden uygulanmaz.

Analiz Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış dokunmuş mamülse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlılıkla tartılır.

Duyarlı tartılmış örnek 250 ml lik erlenmayere 1 g örnek için 100 ml 1N sodyumhipoklorit çözeltisi tekabül edecek şekilde konulur. Oda sıcaklığında 30 dakika bekletilir.

Bekleme esnasında arasıra hızla karıştırılmalıdır. Daha sonra G_2 Norden krozesinden süzülür. Kalıntı destile su ile % 0.5 (ağırlıkça) asetik asit ve tekrar destile su ile durulanır, kurutulur, tartılır.

Düzeltme Faktörü Beyazlatılmış pamuk, viskoz ve bakır ipeği k = 1.01 Diğer lifler için k = 1.00

---

6 ***1 N Sodyumhipoklorit Çözeltisi:*** İçerisine 5 g / L NaOH ilave edilir ve 35±2 g / L Aktif klor içerir. Her analizinden önce aktif klor konsantrasyonu kontrol edilmeli çözelti taze olmalı soğuk ve karanlık yerde saklanmalıdır.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

10. Tripsin Yöntemi

Prensip: Lif karışımı % 0.2 lik sülfürik asit[7] ile ön muameleye tabi tutulur ve 40°C'da Tripsin[8] çözeltisi ile reaksiyona sokulur. Bu reaksiyon sonucunda ***rejenere protein (kazein)*** lifleri çözünmektedir.

Uygulama Alanı: Bu yöntem, kazein liflerinin yün, pamuk, rejenere selüloz, poliamid, poliakrilonitril veya poliester lifleri ile olan karışımlarında uygulanır.

Analiz Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamülse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlıkla tartılır.

Duyarlı tartılmış örnek 500 ml lik beher içerisinde 1 g örnek için 200 ml % 0.2 lik sülfürik asit tekabül edecek şekilde konur ve 15 dakika kaynatılır. Bu esnada cam bir bagetle karıştırılır. 15 dakika daha kaynar su banyosu üzerinde tutulduktan sonra G_2 Nordan krozesinden süzülür. 1 litre kaynar destile su ile yıkanır. Tekrar süzülür, müteakiben önce 1litre kaynar ve sonra 1 litre soğuk destile su ile durulanır.

Bu şekilde işlem görmüş lif örneği 250 ml lik şilifli erlenmayere alınır. 100 ml takriben 40°C a ısıtılmış tripsin çözeltisi ilave edilir. Erlenmayerin kapağı kapatılır. 2 saat süre ile 40±5°C'da kurutma dolabında veya termostatta bekletilir.. Bu esnada süzülür. Kalıntı önce 1 litre takriben 50°Clik sıcak destile su ile ondan sonra soğuk destile su ile durulanır, kurutulur, tartılır.

Düzeltme Faktörü: Yün k = 1.03 Pamuk ve Rejenere Selüloz Lifleri k = 1.01 Poliamid, Poliakrilonitril ve Poliester k = 1.00

---

7 ***% 0.2 Sülfürik Asit Çözeltisi :*** 1 ml derişik sülfürik asit, 1 l destile su ile karıştırılır.

8 ***Tripsin Çözeltisi:*** 1 g Tripsin ve 0.3 g Sodyumbikarbonatın 100 ml destile su içinde çözünmesi ile elde edilir. Çözeltinin pH sı 8.1-8.2 olmalıdır. Çünkü Tripsin Kazein liflerine pH 8.2 de etki etmektedir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

11. Formik Asit Yöntemi

Prensip: Lif karışımı oda sıcaklığında formik asit ile reaksiyona sokulur. Bu şartlarda ***poliamid 6 ve 66 ile polivinilasetat l***ifleri çözünür. Poliamid 11 (Rylsan tipi) derişik formik asitte kaynatmakla çözünebilir.

Uygulama Alanı: Bu yöntem poliamid 6 ve 66 ile polivinilasetat liflerin, pamuk, rejenere selüloz, yün veya poliester lifleri ile olan karışımlarına uygulanır. Lif karışımında asetat lifleri bulunuyorsa bu yöntem iyi sonuç vermez.

Analizin Yapılışı : Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamulse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C' da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0,001 g duyarlıkla tartılır.

Duyarlı tartılmış örnek, 250 ml lik şilifli erlenmayerde 1 g örneğe 100 ml derişik formik asit (d=1.195 g/cm^3) tekabül edecek şekilde konur. Ağzı kapatılarak oda sıcaklığında 15 dakika bekletilir. Bu esnada her 5 dakikada bir kuvvetlice çalkalanır. Formik asit fazı dökülür (en iyisi G_2 Nordon krozesinden süzmektir). Bu işlem, 2 defa daha aynen tekrarlanır. Kalıntı G_2 Nordan krozesinden süzülür. Sırasıyla derişik formik asit, sıcak destile su, %1,5 lik amonyak çözültisi[9] ve tekrar soğuk destile su ile iyice durulanır, kurutulur ve tartılır.

Çözünmeyen bütün lifler için düzeltme faktörü k=1,00 dır.

12. Hidroklorik Asit (HCl) Yöntemi

Prensip : Lif karışımı, oda sıcaklığında %20'lik hidroklorik asit[10] ile reaksiyona sokulur. Bu şartlarda ***poliamid 6 ve 66 ile polivinilasetat lifleri çözünür.*** Bu bakımdan tamamen formikasit yöntemine benzer.

---

9 ***% 1.5 Amonyak Çözeltisi:*** 60 mol % 25 lik amonyak destile su ile 1 litreye tamamlanır.

10 ***% 20 lik HCl çözeltisi:*** Takriben 460 ml. derişik HCl (d = 1.195) ile 540 ml destile su karıştırılarak elde edilir.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Uygulama Alanı : Bu yöntem poliamid 6 ve 66 ile polivinilasetat liflerinin pamuk, rejenere selüloz, yün, ipek, rejenere protein, poliakrilonitril veya poliester liflerinin karışımlarında kullanılır. Poliamid 11 bu şartlarda çözünmez.

Analiz Yapılışı : Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamulse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C' da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0,001 g duyarlıkla tartılır.

Duyarlı tartılmış örnek 250 ml lik şilifli erlenmayere konur. 1 g örnek için 100 ml %20 lik hidroklorik asit tekabül edecek şekilde örneğe asit ilave edilir ve erlenmayerin kapağı kapatılır. Oda sıcaklığında 5 dakika bekletilir. Bu sırada sık sık kuvvetlice çalkalanmalıdır. Asit kısmı dökülür (en iyisi G_2 Nordan krozesinden süzülmelidir.) Çözünmeyen kısmın üzerine başlangıçtaki miktarın yarısı kadar % 20 lik HCl ilave edilerek temiz asitle işlem 2 kere daha tekrarlanır. Kalıntı süzülür. 1 litre soğuk destile su ile durulanır, kurutulur, tartılır.

Düzeltme faktörü çözünmeyen bütün lifler için k = 1.00 dır.

13. Nitrobenzen Yöntemi

Prensip: Lif karışımı sıcak nitrobenzen ile kaynatılır. Bu şartlar altında lif karışımından ***poliester*** kısmı çözünür.

Uygalama Alanı: Poliester dışında hiçbir sentetik elyaf içermeyen elyaf karışımlarında uygulanır.

Analizin Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamulse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurtulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlıkla tartılır.

Duyarlı tartılmış örneğe, ısısı izole edilmiş beherglasta 50 ml 160°C sıcaklık nitrobenzen ilave edilir ve çözelti ısıtılmaksızın 3 dakika karıştırılır. Çeker ocakta çalışılmalıdır. Kalıntı G_2 Nordan krozesinden süzülür. Metanol ile yıkanır, kurutulur, tartılır.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Düzeltme Faktörü: Pamuk, Viskoz, Yün k = 1.01

14. Dimetilformamid Yöntemi

Prensip: Lif karışımı, 90-100°C da dimetilformamid (DMF) ile reaksiyona sokulur. Bu esnada ***poliakrilonitril*** lifleri çözünür.

Uygulama Alanı: Bu yöntem poliakrilonitril liflerinin pamuk, rejenere selüloz, yün, rejenere protein, poliamid ve poliester lifleri ile olan karışımlarında uygulanır. 2,5 asetat, polivinilklorür ve bazı kopolimer lifleri dimetilformamid içinde çözündüklerinden bunların poliakrilonitril ile olan karışımlarının analizlerinde yöntemin uygulanmaması gerekir.

Düzeltme Faktörü: Pamuk, Rejenere Selüloz, Poliamid, Poliester k = 1.00 Yün ve Rejenere Protein

15. Karbon Sülfür/Aseton Yöntemi

Prensip: Lif karışımı oda sıcaklığında karbonsülfür/aseton karışımı (1:1) ile reaksiyona sokulur. Bu işlem sonucunda *polivinilklorür* lifleri çözünür.

Uygulama Alanı: Bu yöntem polivinilklorür yöntemi ile pamuk rejenere selüloz, yün, ipek, rejenere protein, poliamid, poliakrilonitril, poliester veya cam liflerin karışımlarında uygulanır. Asetat liflerinin mevcudiyetinde kullanılmaz. Bazı kopolimer lifler de bu çözücü karışımında tamamen veya kısmen çözünür.

Analiz Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış dokunmuş mamülse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlıkla tartılır.

Duyarlı tartılmış örnek, ağzı şilifli erlenmayerde 1 g örneğe 100 ml karbonsülfür/aseton (1:1) çözeltisi karışımı tekabül edecek şekilde konur. Erlenmayerin ağzı kapatılır ve 20 dakika oda sıcaklığında bekletilir. Her 5 dakikada bir kuvvetlice çalkalanır. Yirmi dakika sonra karbonsülfür/aseton karışımı fazı dökülür (en iyisi G_2 Nordan krozesinden süzülür). Başlangıçta konulan miktarlarda yeniden taze karışım çözeltisi alınarak

SAKARYA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

10 dakika daha işleme devam edilir. Daha sonra işlem 1 kere daha tekrarlanır. İşlem sonunda kalıntı süzülür, önce 200 ml karbonsülfür/aseton karışımı ile sonra 100 ml metanol ile iyice durulanır, kurutulur, tartılır.

Çözünmeyen bütün lifler için düzeltme faktörü k = 1.00 dır.

Özel Kantitatif Ayırma Yöntemleri

Ksilen yöntemi

Prensip: Lif karışımı kaynar ksilen ile reaksiyona sokulur. Reaksiyon sonucunda ***polipropilen*** çözünür.

Uygulama Alanı: Bu yöntem polipropilen liflerin yün, ipek pamuk, rejenere selüloz, asetat poliamid, poliester, poliakrilonitril ve cam lifleri ile olan karışımlarında uygulanır.

Deneyin Yapılışı: Yaklaşık 2 g kadar ön temizleme yapılmış, dokunmuş mamulse sökülmüş ve küçük parçalara ayrılmış örnek tartım kabı veya saat camı üzerinde 105±3°C'da 6 saat kurutulur. Desikatörde 2 saat bekletilir, oda sıcaklığına kadar soğumuş örnek 0.001 g duyarlılıkla tartılır.

Duyarlı tartılmış örnek 250 ml lik balona 1 g örnek için 100 ml ksilen tekabül edecek şekilde konur. Geri soğutucu altında 3 dakika kaynatılır. Ksilen fazı boşaltılarak yeniden 50 ml taze ksilen ilave edilir. Yukarıdaki işlem tekrar edilir.

Uygulama 2 kez tekrarlanmalıdır. Kalıntı süzülür. Kaynar ksilen ve 75 ml petrol eteri ile duralanır, kurutulur, tartılır.

Düzeltme faktörü çözünmeyen bütün lifler için k = 1.00 dır.

Kül Yöntemi

a. Cam Lifleri İçin

Prensip: Lif karışımı 900°C da 1 saat ısıtılarak kül edilir. Bu sıcaklıkta tüm organik lifler parçalanırken ***cam lifi*** geriye kalır.

Uygulama Alanı: Bu yöntem cam liflerinin, bitkisel, hayvansal, asetat ve sentetik liflerle olan karışımlarında uygulanır. Kül yöntemi cam lifi/asbest karışımlarına da uygulanabilir. Cam lifleri ağırlıklarının %0.5 lerini kaybederlerken asbest lifleri % 14.5 ini kaybetmektedir.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

MARMARA
ÜNİVERSİTESİ

Üç ayrı cins liften oluşan tekstil mamullerin kantitatif analiz yöntemleri:

Karışımın içerdiği lif cinsleri, önce kalitatif olarak tesbit edilir. İkili lif karışımlarında anlatıldığı gibi lif numunesi, ön işlemlerden geçirelerek lif olmayan maddelerden (mum, yağ, haşıl ve apre maddeleri vb.) temizlenir. Deney numunesi mutlak kuru ağırlığa kadar etüvde kurutulur, soğutulur ve tartılır. Daha sonra uygun bir çözücü ile lifler tek tek veya lif çiftleri şeklinde çözülür. Kalıntılar kurutulur, soğutulur tartılır. Uygun formüllerle lif oranları hesaplanır.

Üçlü lif karışımlarında lifler, dört seçenekden biri uygulanarak çözme işlemine tabi tutulur.

a) Birinci seçenek

Prensip: Deney numunesi "a+b+c" liflerinden oluşan bir karışımdır. Çözme işlemi uygulanacak iki deney numunesi alınır. Deney numunelerinin birinde liflerin biri "a", diğerinde ise "b" lifi çözülerek uzaklaştırılır. Kalıntılar kurutulur soğutulur ve tartılır. Deney numunelerindeki kütle kaybından lif yüzdeleri hesaplanır. En çok uygulanan yöntemdir.

Örneğin: Yün (a) / Poliamid (b) / Pamuk (c) üçlü karışımında;

1. Çözme işleminde; *hipoklorit* yöntemi uygulanır. Yün (a) çözünür

2. Çözme işleminde; *formikasit* yöntemi uygulanır. Poliamid (b)

Birinci çözme işlemi verilerinden % yün, ikinci çözme işlemi verilerinden % poliamid aşağıdaki formüllerde yerine konarak hesaplanır. Yüz sayısından her iki % miktarının toplamı çıkarılırsa pamuk yüzdesi bulunur.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Hesaplamada kullanılan formüller;

$$(\%\,a) = \left[\frac{d_2}{d_1} - d_2\left(\frac{r_1}{m_1}\right) + \left(\frac{r_2}{m_2}\right)\left(1 - \frac{d_2}{d_1}\right)\right] . 100$$

$$(\%\,b) = \left[\frac{d_4}{d_3} - d_4\left(\frac{r_2}{m_2}\right) + \frac{r_1}{m_1}\left(1 - \frac{d_3}{d_4}\right)\right] . 100$$

$$(\%\,c) = 100 - (\%\,a + \%\,b)$$

% a = 1. çözme işlemi sırasında deney numunesinden çözülen "a" lifinin yüzdesi (mutlak kuru kütle üzerinden)

% b = 2. çözme işlemi sırasında deney numunesinden çözülen "b" lifinin yüzdesi (mutlak kuru kütle üzerinden)

% c = "c" lifinin yüzdesi (mutlak kuru kütle üzerinden)

m_1 = 1. çözme işlemi için kullanılan deney numunesinin kütlesi (mutlak kuru kütle) "g" cinsinden

m_2 = 2 çözme işlemi için kullanılan deney numunesinin kütlesi (mutlak kuru kütle) "g" cinsinden

r_1 = 1. çözme işleminde çözünmeyen kalıntının kuru kütlesi (mutlak kuru kütle) "g" cinsinden

r_2 = 2. çözme işleminde çözünmeyen kalıntının kuru kütlesi (mutlak kuru kütle) "g" cinsinden

d_1 = 1. çözme işleminde çözünmeyen "b" lifi için düzeltme faktörü

d_2 = 1. çözme işleminde çözünmeyen "c" lifi için düzeltme faktörü

d_3 = 2. çözme işleminde çözünmeyen "a" lifi için düzeltme faktörü

d_4 = 2. çözme işleminde çözünmeyen "c" lifi için düzeltme faktörü

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Mutlak kuru kütle üzerinden lif karışım oranlarının hesaplanması: Liflerin mutlak kuru kütlesi gözönüne alınarak hesaplama yapılır.

Örnek: Yün (a) / Poliamid (b) / Pamuk (c)

1. çözme işleminde deney numunesinin kütlesi $m_1 = 1,8000$ g

1. çözme işleminde kalan kısmın kütlesi $r_1 = 1,6166$

2. çözme işleminde kalan kısmın kütlesi $m_2 = 1,6000$

2. çözme işleminde kalan kısmın kütlesi $r_2 = 0,7025$

d_1 (Poliamid) = 1,0 d_2 (pamuk) = 1,03

d_3 (yün) = 1,0 d_4 (poliamid) = 1,0

$$\% a = \text{Yün} = \left[\frac{1,03}{1} - 1,03 \cdot \frac{1,6166}{1,8000} + \frac{0,7025}{1,6000} \cdot \left(1 - \frac{1,03}{1,0}\right)\right] \times 100$$

$$= 9,19$$

$$\% b = \text{poliamid} = \left[\frac{1,0}{1,0} - 1,0 \cdot \frac{0,7025}{1,6000} + \frac{1,6166}{1,8000} \times \left(1 - \frac{1,0}{1,0}\right)\right] \times 100$$

$$= 56,09$$

$$\% c = \text{pamuk} = 100 - (56,09 + 9,19) = 34,72$$

Normal kuru kütle üzerinden lif karışım oralarının hesaplanması: *Nem faktörleri gözönüne alınarak hesaplama yapılır.*

f_a (yün) = 1,14 f_b (poliamid) = 1,04 f_c (pamuk) = 1,08

$$\% a(\text{yün}) = \frac{9,19 \cdot 1,14}{9,19 \cdot 1,14 + 56,09 \cdot 1,04 + 34,72 \cdot 1,08} \cdot 100$$

$$\% \text{ yün} = 9,85$$

$$\% b(\text{poliamid}) = \frac{56,09 \cdot 1,04}{9,19 + 1,14 + 56,09 \cdot 1,04 + 34,72 \cdot 1,08} \cdot 100$$

$$\% \text{ poliamid} = 54,87$$

$$\% c(\text{pamuk}) = 100 - (54,87 - 9,85) = 35,28$$

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

b) İkinci seçenek

Prensip: Çözme işlemi uygulanacak iki ayrı deney numunesi alınır. Deney numunelerinin birinden, lif karışımında bulunanan liflerden biri "a" diğerinden ise "a" ve "b" lifleri birlikte çözülerek uzaklaştırılır. Kalıntılar kurutulur, soğutulur ve tartılır. "a" lifininin yüzdesi birinci deney numunesinin kütle kaybından, "c" lifinin yüzdesi ikinci deney numunesinin kütle kaybından hesaplanır. "b" lifinin miktarı ise "a" ve "c" liflerinin yüzdelerini toplayıp bu sayının yüzde sayısından çıkarılması ile bulunur.

Örnek: İpek (a) / Yün (b) / Poliester (c) üçlü karışımında;

1. Çözme işleminde; *sülfürik asit* yöntemi uygulanır. İpek (a) çözünür

2. Çözme ayırma işleminde; *potasyum hidroksit* yöntemi uygulanır. Yün, ipek (a) çözünür.

İkinci çözme işlemi verilerinden % poliester, birinci çözme işleminden yün hesaplanır. Her iki yüzde miktarı toplanır. Bu sayı yüz sayısından çıkarılırsa ipek yüzdesi bulunur.

c) Üçüncü seçenek

Prensip: Çözme işlemi uygulanacak iki ayrı deney numunesi alınır deney numunelerinin birinden, "a" ve "b" lifleri birlikte, diğerinden ise, "b" ve "c" lifleri birlikte çözülerek uzaklaştırılır. Kalıntılar kurutulur, soğutulur ve tartılır. Birinci deney numunesinin kalıntısından "c" lifi, ikinci deney numunesi kalıntısında, "a" lifi yüzdeleri hesaplanır "a" ve "c" liflerinin yüzdelerini toplayıp, bu sayının yüz sayısından çıkarılması ile "b" lifinin yüzdesi bulunur.

Örnek: Yün (a) / İpek (b) / Pamuk (c) üç karışımında;

1. Çözme işleminde; *potasyumhidroksit* yöntemi uygulanır. Yün (a), ipek (b) çözünür

2. Çözme işleminde; *sülfürikasit* yöntemi uygulanır ipek (b), pamuk (c) çözünür.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Birinci çözme işlemi verilerinden pamuk yüzdesi ikinci çözme işleminden yün yüzdesi hesaplanır. Her iki lifin yüzde miktarı toplanır. Hesaplanın sayı yüz sayısından çıkarılırsa ipek yüzdesi bulunur.

d) Dördüncü seçenek

Prensip: Çözme işlemi uygulanacak tek bir deney numunesi alınır. Deney numunesinden önce liflerden biri çözülerek uzaklaştırılır. Kalıntı kurutulur, soğutulur ve tartılır. Buradan çözünen birinci lifin yüzdesi hesaplanır. Kalıntıda bulunan diğer iki liften biri daha çözülerek ayrılır. Kalıntı kurutulur, soğutulur ve tartılır. Bu lifin yüzdesi hesaplanır. Her iki lifin yüzde miktarı toplanır. Hesaplanan sayı yüz sayısından çıkarılırsa üçüncü lifin yüzdesi bulunur.

Örnek: 2.5 Asetat (a) / Yün (b) / Pamuk (c) üçlü lif karışımında;

1. Çözme işleminde; *aseton yöntemi* uygulanır. 2.5 Asetat çözünür

2. Çözme işleminde; *potasyum hidroksit yöntemi* uygulanır. Yün çözünür

İkinci çözme işleminden pamuk yüzdesi, birinci çözme işleminden yün yüzdesi hesaplanır. Her iki lifin yüzde miktarları toplanır. Hesaplanan sayı yüz sayısından çıkarılırsa 2.5 asetat yüzdesi bulunur.

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Üçlü karışımların kantitatif kimyasal analizlerine göre bazı örnekler.

Karışımdaki lifler	Seçenek	Yöntemler	
Yün Pamuk Rejenereselüloz	1	Formikasit/çinkoklorür **Ç: Rejenere selüloz** K: Yün, pamuk	Hipoklorit veya potasyum hidroksit **Ç: Yün** K: Pamuk, rejenere selüloz
Yün Pamuk Poliamid	1	Formikasit veya Hidroklorükasit **Ç: Poliamid** K: Yün, pamuk	Hipoklorit veya potasyum hidroksit **Ç: Yün** K: Pamuk, rejenere selüloz
Yün Pamuk Poliakrilonitril	1	Dimetil formamid **Ç: Poliakrilonitril** K: Yün, pamuk	Hipoklorit veya potasyum hidroksit **Ç: Yün** K: Pamuk, poliakrilonitril
Yün Pamuk Poliester	1	Sülfürik asit **Ç: Pamuk** K: Yün, poliester	Hipoklorit veya potasyum hidroksit **Ç: Yün** K: Pamuk, poliester
Yün Poliamid Poliakrilonitril	1	Formikasit veya Hidroklorikasit **Ç: Poliamid** K: Yün, poliakrilonitril	Hipoklorit veya potasyum hidroksit **Ç: Yün** K: Poliamid, poliakrilonitril
Yün Poliamid Poliester	1	Formikasit veya Hidroklrorkasit **Ç: Poliamid** K: Yün, poliester	Hipoklorit veya potasyum hidroksit **Ç: Yün** K: Poliamid, poliester
Yün İpek Poliester	2	Sülfürik asit **Ç: İpek** K: Yün, Poliester	Hipoklorit veya potasyum hidroksit **Ç: Yün, ipek** K: Poliester
Pamuk Poliester Rejenere selüloz	2	Formikasit / Çinkoklorür **Ç: Rejenere selüloz** K: Pamuk, poliester	Sülfürik asit **Ç: Pamuk, rejenere selüloz** K: Poliester
Yün İpek Pamuk	3	Hipoklorit veya potasyumhidroksit **Ç: Yün, ipek** K: Pamuk	Sülfürik asit **Ç: İpek, pamuk** K: Yün
Yün İpek Rejenere selüloz	3	Hipoklorit veya potasyumhidroksit **Ç: Yün, ipek** K: Pamuk	Sülfürik asit **Ç: İpek, pamuk** K: Yün

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Karışımdaki lifler	Seçenek	Yöntemler	
Yün Pamuk 2.5 Asetat	4	Aseton **Ç: 2.5 asetat** K: Yün, pamuk	Hipoklorit veya potasyum hidroksit Ç: Yün K: Pamuk
Yün Pamuk Triasetat	4	Metilenklorür **Ç: Triasetat** K: Yün, pamuk	Hipoklorit veya potasyum hidroksit Ç: Yün K: Pamuk
Yün Pamuk Polivinilklorür	4	Karbonsülfür / Aseton **Ç: Polivinilklorür** K: Yün, pamuk	Hipoklorit veya potasyum hidroksit Ç: Yün K: Pamuk
Yün Rejenere selüloz 2.5 Asetat	4	Aseton **Ç: 2.5 Asetat** K: Yün, rejerene selüloz	Hipoklorit veya potasyum hidroksit Ç: Yün K: Rejenere selüloz
Yün Rejenere selüloz Triasetat	4	Metilen klorür **Ç: Triasetat** K: Yün, rejenere selüloz	Hipoklorit veya potasyum hidroksit Ç: Yün K: Rejenere selüloz
Yün Poliamid 2.5 asetat	4	Aseton **Ç: 2.5 asetat** K: Yün poliamid	Hipoklorit veya potasyum hidroksit Ç: Yün K: Poliamid,
Yün Poliamid Triasetat	4	Metilenklorür **Ç: Triasetat** K: Yün, poliamid	Hipoklorit veya potasyum hidroksit Ç: Yün K: Poliamid,
Yün Angora yünü poliamid	4	Formikasit veya Hidroklorikasit **Ç: Poliamid** K: Yün, Angora yünü	Mekanik ayırma veya Jelatin yöntemi
Yün Viskon Bakırpeği	4	Hipoklorit veya potasyumhidroksit Ç: Yün K: Viskoz, bakırpeği	Mekanik ayırma veya Jelatin yöntemi

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

KAYNAKLAR

- Agster A., Färberei-und textilchemische Farbstoffe und textilchemische Untersuchungen 10 Auflage 1983.
- Relligmann H., Ausbildungsmittel, Unterrichtshilfen, Textiltechnik, Arbeitgeberkreis Gesamttextil 3. Auflage Frankfurt 1982.
- Ausbildungsmittel Unterrichtshilfen, Textile Prüfungen I, II, III Arbeitgeberkreis Gesamttextil-Frankfurt am Main 1985.
- Erkennen und Identifizieren der Faserstoffe Startmann Sphor Verlag.
- Döcke W Prufen von Textilien Bd 1 und 2 Leipzig 1985.
- E. Merck AG. Darmstadt, Chemisch-Technische Untersuchgsmethoden Textilindustrie 2. Auflage, Verlag Chemie GmbH 1961.
- Dölen E., Yalçın G., Pekin M., Genel Kimya Marmara Üniversitesi Yayını, No. 501, 1991.
- Başer İ., Ulusoy E., Sistematik Analitik Kimya, İstanbul Üniversitesi Yayını 3615, 1990.

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ 1883 MARMARA ÜNİVERSİTESİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

İNDEKS

ağırlık yüzde....30
akmazlık....92
Al aranması....77
alüminyum klorür yöntemi....135
areometre....32
asetik asit yöntemi....138
aseton yöntemi....138
asit....34
ayarlı çözelti....57
ayırma hunisi....11

bakır sayısı....106
balon joje....10
baumé....32
baz....34
boutron-boudet....67
bunzen beki....15
buz sirkesi....138
büchner hunisi....14
büret....11

CMC....87
Cr aranması....76
Cu aranması....77
cuen....99
cuoxam....94

çözelti....20

derişim....27
desikatör....15
diklometon....90
diklometan yöntemi....139
dimetilformamit yöntem....144
dispers....21
doymuş çözelti....27
dönüm noktası....58

EDTA....69
elektrolit....21
emülsiyon....20
eşdeğerlik....57

Fe aranması....76
fehling çözeltisi....106

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

formik asit yöntemi 142
formik asit/çinko klorür yöntemi 136

geçici sertlik 65
gooch krözesi 14
gravimetri 56

heterogen karışım 20
hidrometri büreti 67
hidrometri şişesi 67
hidroselüloz 105
hidrosülfit yöntemi 112
hipoklorit asidi 44
hipoklorit yöntemi 140
homogen karışım 20

indikatör 53,58
işletme suyu 61
iyon 21

kalıcı sertlik 65
kalitatif analiz 55
kantitatif analiz 55
karbon sülfür/aseton yöntem 144
karbonat sertliği 65
kazan suyu 61
klor çinko-iyot 125
klorür asidi 42
kolloidal sistem 21
kompleksometri yöntemi 69
konsantrasyon 27
kör küp 75
ksilen yöntemi 145
kuen 99, 125
kuoxam 94, 125
kül yöntemi 145

laboratuvar 2

metilenklorür 90
molarite 28

nem faktörü 132
Neocarmin 120
nişasta 85
nişasta eteri 85
nitrobenzen yöntemi 143

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

non-elektrolit 21
normalite 28

oksiselüloz 105

ölçü balonları 10
ölçü kabı 10

petrol eter 90
pH 46, 48
pipet 10
piset 11
polivinilalkol 86
porselen kapsül 14
porselen kröze 14
potasyum hidroksit 133
PVA 128

reoksidasyon 75

saat camı 11
sabun çözeltisi 67, 68
soxhlet 91
standart çözelti 57
su trompu 14
suyun iyonlaşması 46
sülfat asidi, sülfrik asit 37, 134
süspansiyon 20

tiripsin yöntemi 141
titrasyon 57
toplam sertlik 65
triasetat 128

viskozite 92
volumetri 56

yağ miktarı 90
yakma deneyi 72
yoğunluk 31

Şubat / 1997 *Doç.Dr. Yusuf İnanıcı*

MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYINEVİ

MARMARA ÜNİVERSİTESİ

ISBN : 975 - 400 - 192 - 8

MARMARA ÜNİVERSİTESİ
TEKNİK EĞİTİM FAKÜLTESİ
DÖNER SERMAYE İŞLETMESİ
MATBAA BİRİMİNDE BASILMIŞTIR.