

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK – MİMARLIK FAKÜLTESİ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

TKS 327 TEKSTİL LABORATUARI I

LİFLERİN KİMYASAL YÖNTEMLERLE ANALİZİ
DENEY FÖYÜ

ADANA

1. AMAÇ

Deneyin amacı, tekstil liflerinin fiziksel (yanma) ve kimyasal (çözünürlük) yollarla tanınmasıdır.

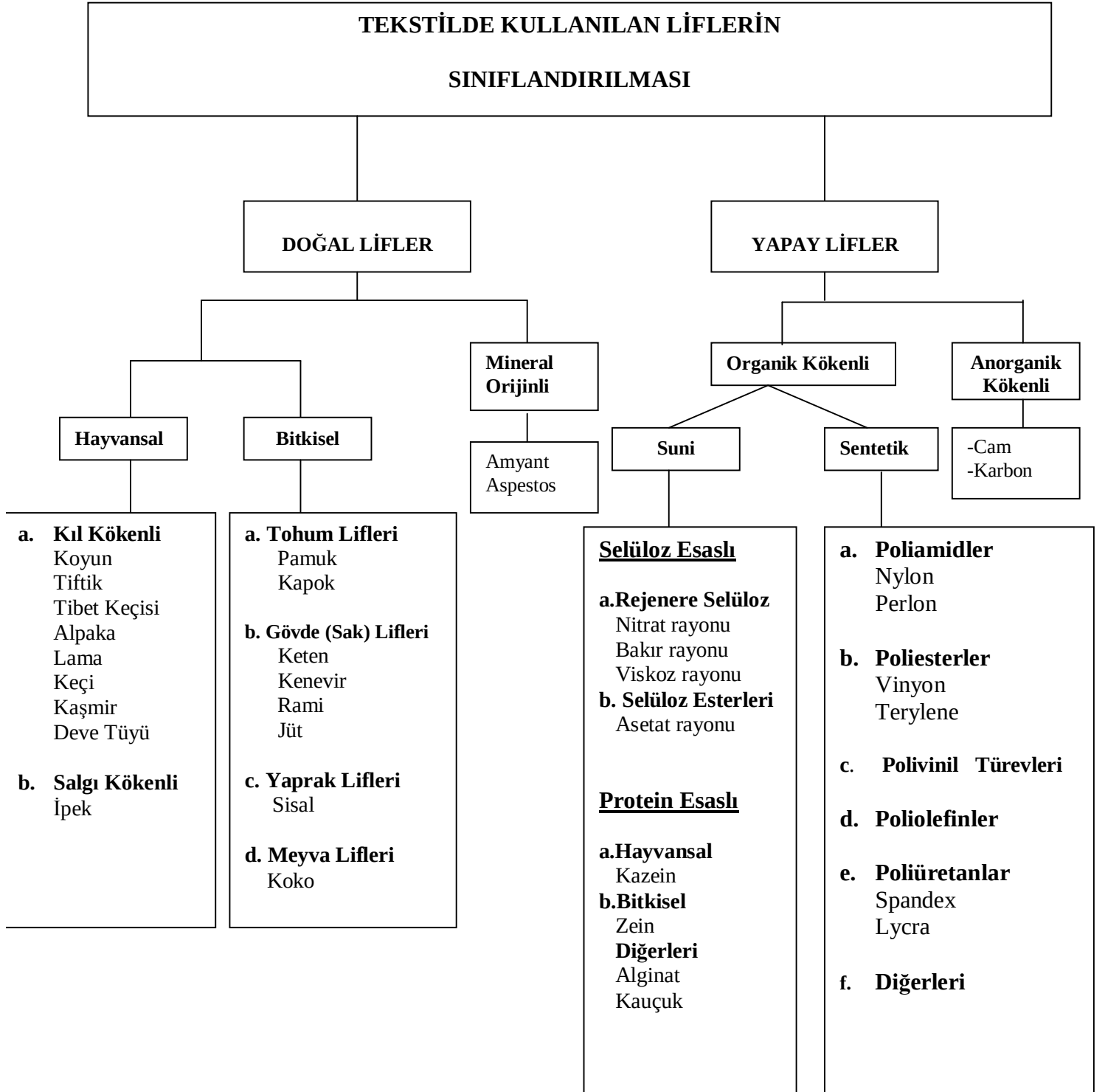
2. GENEL BİLGİLER

Deneyin uygulamasında **TS 4739 Tekstil Liflerinin Tanınması Metotları** adlı standart esas alınmaktadır. Tekstil lifleri, uzunluğu inceliğinin yüzlerce katı, yeterli mukavemeti ve bükülebilme (eğrilme), birbiri üzerine tutunma yeteneğine sahip olan maddelerdir.

Üretim sonrasında tekstil mamullerinin pazarlanmasıyla birlikte ürünlerin kalite kontrolleri ve üretici firmanın verdiği özel şartları sağlayıp sağlamadığının tespitinde tekstil mamulünün cinsinin bilinmesi bir gereklilik olmuş ve bu nedenle lif analiz metotları uygulanmaya başlamıştır. Ayrıca ürün geliştirme prosesleri için de lif cinsinin tespiti gerekmektedir.

Tekstilde doğal ve yapay kökenli pek çok elyaf türü kullanılmakta olup, bunların genel olarak sınıflandırılması Tablo 1'de verilmektedir.

Tablo.1. Tekstilde Kullanılan Elyafların Genel Sınıflandırılması



Tekstil liflerinin tanınması metotlarının özünü, tekstil maddelerinin mikroskobik özelliklerinden yararlanılarak mikroskop altında boyuna ve enine kesitte incelenerek, ardından TS 4739 Tekstil Liflerinin Tanınması Metotları adlı standart içerisinde bulunan ve tekstil liflerinin enine ve boyuna kesitinde lif resimleriyle karşılaştırılması, liflerin fiziksel özelliklerinden yararlanarak yakma testi yardımıyla yanma şekli, kokusu ve yanma sonucunda kalıntıya göre verilen tablodan beklenen koku, yanma şekli ve kalıntıdan liflerinden grup ve cinslerinin belirlenmesi ayrıca liflerin kimyasal çözücülerdeki davranışlarıyla (çözünmeme veya çözünmeme) tekstil lif karışımlarının ayrılarak grup ve cinslerinin belirlenmesidir.

Liflerin kimyasal yöntemlerle analizi adlı deneyde belirgin olarak endüstride ağırlıklı olarak kullanım alanı bulan pamuk, yün, keten, poliamid, polyester ve keten gibi elyaflar incelenecektir. Ayrıca elyafların kesitlerine Liflerin Mikroskop ile Analizi adlı deneyde devam edilecektir.

3.DENEYDE KULLANILAN CİHAZ ve REAKTİFLER

a-Cihazlar

- Cam malzemeler (Beher, Erlen, Balon joje, bağıt, mezür vb...)
- Soxhlet Cihazı (Balon, Geri soğutucu ve hortum)
- Hassas Terazı, 0.0001g duyarlıklı
- Etüv, 105°C'ye ayarlanabilir
- Magnetik Karıştırıcı Isıtıcı
- Sıcaklığa dayanıklı levha

b-Reaktifler

- Amonyak
- Asetik Asit (Glacial) %0.5'lik, 4.8 ml asetik asit alınarak 995 ml saf suyla litreye tamamlanarak hazırlanır.
- Sodyum karbonat, 1 g/l'lik çözeltisi, 1 g sodyum karbonatın 1000ml saf suda çözülmesiyle hazırlanır.

- Hidroklorik asit, 1N, 82,9 ml derişik asit (d:1.84 g/l) cam beherde saf suyla litreye tamamlanarak hazırlanır.
- Ksilen
- Formik asit
- Etilalkol
- Siklohekzan
- Sodyumhidrosülfid(Zırnık)
- Kurşun asetat
- M-Krezol
- Sülfürik asit çözeltisi, %75'lik, 2000 ml'lik cam beher içerisinde 700ml saf su ve üzerine dikkatli ve yavaşça 360 ml derişik sülfürik asit (d:1.84g/l) katılarak hazırlanır.

DİKKAT!!!! Sülfürik asit çözeltisi hazırlanırken, su asit üzerine dökülmemeli ve ısıya dayanıksız cam malzeme kullanılmamalıdır.

- Sodyum Karbonat, %2'lik, 2 g sodyum karbonat 98 ml saf suda çözülerek hazırlanır.
- Nitrik asit, %5'lik 5.5 ml derişik nitrik asit (d:1.14 g/l), 92.5 ml saf suya dikkatli ve yavaşça aktarılarak hazırlanır.
- Sodyum hidroksit çözeltisi, %5'lik 5.26 g NaOH suda çözülür ve üzerine 100ml olana kadar saf su ilave edilir.
- Sodyum hidroksit çözeltisi, %1'lik 1.050 g NaOH suda çözülür ve üzerine 100ml olana kadar saf su ilave edilir.
- Çinko klorür-formik asit çözeltisi 10g susuz çinko klorürü 100ml %90'lık formik asitte çözülerek hazırlanır.
- Kromotropik asit çözeltisi, %0.2'lik 0.2 g kromotropik asit 100 ml saf suda çözülerek hazırlanır.

4.DENEY NUMUNELERİNİN ALINMASI ve HAZIRLANMASI

Lif, iplik (ip, urgan, halat, kordon v.b) kumaş (örülmüş- dokunmuş yada dokusuz) gibi çeşitli hacimlerde bulunan ham veya mamul haldeki (kasarlı, boyalı baskılı veya apreli) tekstil ürünlerinden, yapısındaki her tip lifin tanınmasına yetecek nitelik ve nicelikte deney numunesi alınır (1-2 g arasında).

Deney numuneleri alınırken kumaş yapısını oluşturan liflerin tek ya da birden çok türde olabileceği dikkate alınmalıdır. Mikroskop testi için numune alma yöntemleri liflerin mikroskop ile analizi deneyinde verileceği için bu kısımda liflerin kimyasal yöntemlerle analizi için deney numunesi alma ve hazırlama işlemleri çözünürlük testi için ön hazırlık kısmı şeklinde anlatılacaktır.

4.1.Çözünürlük Testi İçin Ön Hazırlık

Alınan deney numunesi veya numuneleri için çözünürlük testi uygulanmadan çoğu zaman bir ön işleme gerek olmamakla beraber deney sonucunda meydana gelebilecek hataları en aza indirmek amacıyla TS 4785'in 2.3.2 lif olmayan maddelerin giderilmesi ve TS 4416'nın 2.4.2. Etil alkol ile ekstraksiyon işlemi uygulanarak deney numunesi veya numuneleri üzerinde lif olmayan maddeler giderilir.

Aşağıda lif olmayan maddelerin giderilme yöntemleri açıklanmıştır.

- Havada kurutulmuş deney numuneleri, soxholet cihazında petrol eteri ile veya siklohekzan ile saatte 6 devir (sifon) yapabilecek şekilde 1 saat ekstrakte edilir. Numunedeki petrol eteri veya siklohekzan ortamdan direkt olarak uçar ve ardından numuneler soğuk saf suda 1 saat bekletilir ve daha sonra 65-70⁰C' deki saf suda 1 saat daha bekletilir ve numune veya numuneler üzerinde bulunabilecek su fazlası durulama ve sıkma işlemiyle giderilir.

- Kuru deney numunesi etil alkol ile soxholet cihazında 2 saat süreyle ekstrakte edilir. Ardından havada kurutulur. Sonuç olarak numune üzerindeki sabunlar, katyonik apre maddeleri ve benzeri tüm lif olmayan maddeler giderilir.

Deney numunesi boyalı kumaş ise öncelikle boya kumaş yapısından sökülmalıdır. Aşağıda boya sökme yöntemlerinden Nötral indirgeme yoluyla boya sökme ve kaynar sodyum bisülfite yöntemleri açıklanmıştır.

- Deney numunesi ya da lifler, içinde 2 damla amonyak ve 0.5 g sodyum bisülfite bulunan 10 ml sıcak saf suya konur ve kumaş üzerinde boyanın rengi soluncaya kadar yavaş yavaş kaynatılır. Boyanın rengi attıktan sonra numune sıcak su ile yıkanır ve kurutulur.
- Deney numunesi %1 oranında sodyum hidroksit ihtiva eden %5'lik sodyum hidrasülfite çözeltisine alınır ve boya çıkana kadar kaynatılır. Hayvansal ve asetat lifleri için bu yöntem uygun değildir. Bu liflerin yapılarını bozar.

5.DENEYİN YAPILIŞI

Tekstil liflerinin tanınması metotları 3 şekilde incelenmektedir.

1. Mikroskop Testi
2. Yakma Testi
3. Çözünürlük Testi (Liflerin Kimyasal Yöntemlerle Analizi)

5.1.Yakma Testi

Tekstil liflerinin yakılması ile tespitinde, sonuçlar liflerin tanınması açısından üç aşamada değerlendirilir. Bunlar;

- **Yanma Şekli:** Lifin alev karşısındaki durumu, yanma hızı, isli ya da ıssız yanması ve alevden çıkarıldıktan sonra yanmanın devam edip etmediğinin gözlemlenmesi.
- **Koku:** Liflerin yanarken oluşan karakteristik kokuları o liflerin tanınmalarını sağlar. Örneğin; Selüloz esaslı lifler yakıldığında ortamda yanık kâğıt kokusu, protein esaslı lifler yakıldığında ise yanık saç kokusu algılanır.

- **Kalıntı:** Yanmış lif numunesinden geriye kalan kül, kömür vb. kalıntıları da liflerin tanınmasına yardımcı olur.

Aşağıda deneyin uygulaması adım adım açıklanmıştır.

- Deney için verilmiş olan lif numuneleri ayrı ayrı aleve tutularak yakılır.
- Liflerin yanma şekli, kokusu ve kalıntıları dikkatlice incelenir ve not edilir.
- Tablo 2'de bulunan çeşitli liflerin yakma testi sonucunda göstermiş olduğu özellikler ile yakma testi sonuçları karşılaştırılarak lif hakkında yorum yapılır.

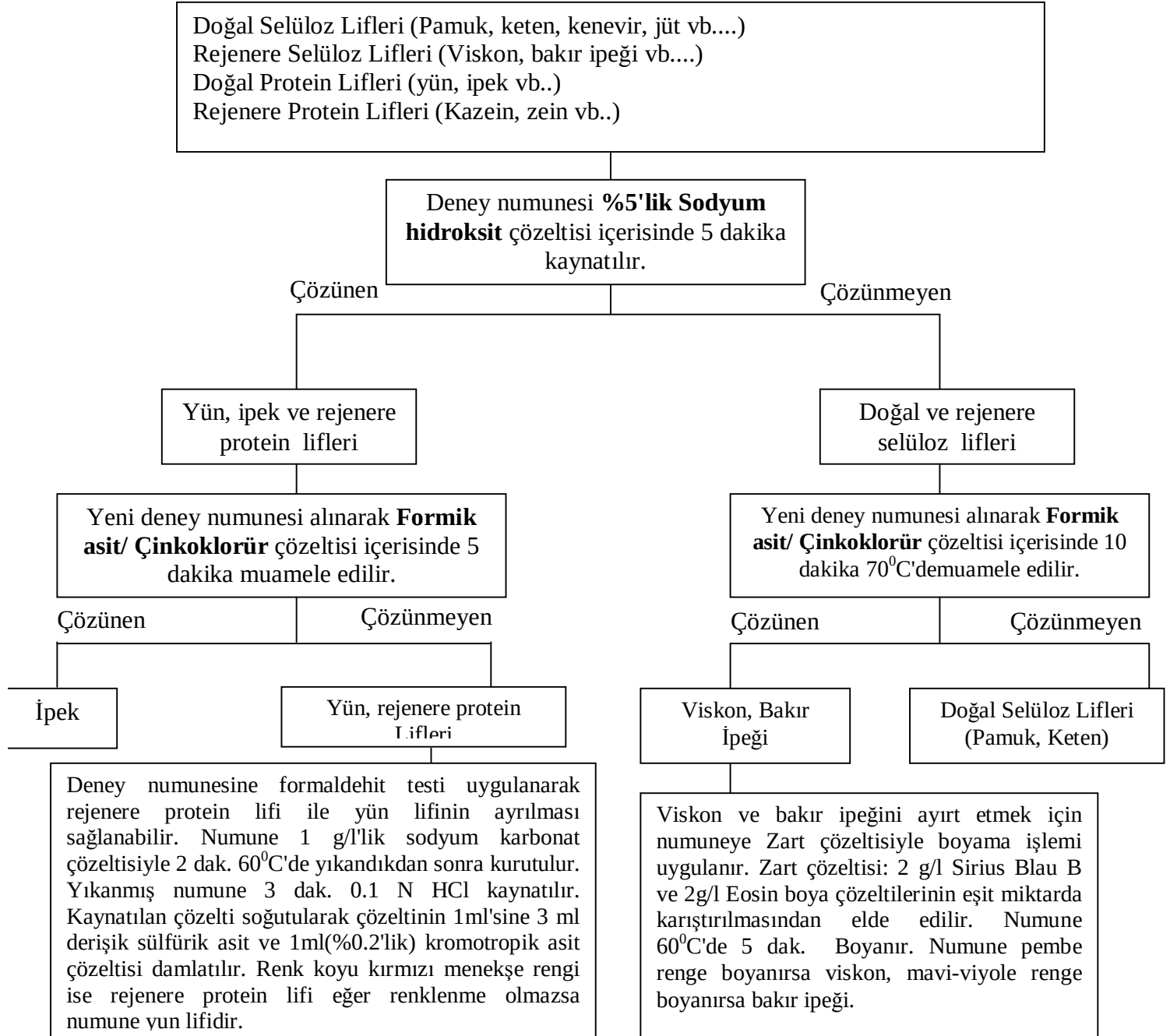
Tablo.2. Çeşitli Liflerin Yakma Testi Sonucunda Göstermiş Olduğu Özellikler

Lifin Cinsi	Yanma Şekli	Kokusu	Kalıntısı
Selüloz Esaslı Lifler (Doğal ve Rejenere)	Hızlı	Yanık Kağıt	Gri-sarımsı
Protein Esaslı Lifler (Doğal ve Rejenere)	Yavaş	Yanık Saç	Önce kabarcıklı kömürümsü, sonra gri-beyaz kül
Asetat Lifleri (Diasetat, triasetat)	Hızlı	Sirke	Önce kömürümsü bocuk, sonra gri- beyaz kül
Poliester (Trevira,Diolen vb.)	Önce erir, sonra yanar. Alevden çıkarılınca yanmaz, İsli duman verir.	Tatlı aromatik (hoş kokulu), keskin	Camımsı sarı- kahverengi
Poliakrilonitril (Orlon, dralon vb..)	Önce erir, sonra yanar. Alevden çıkarılınca hızlı ve isli yanar.	Tatlı aromatik	Gevrek siyah kalıntı
Poliamid (Nylon, Perlon vb..)	Önce erir, sonra yanar. Alevden çıkarılınca ıssız yanar.	Hafif yanık saç, pridin gibi	Camımsı sarı- kahverengi
Polipropilen (Meraklon vb.)	Erir yanmaz beyaz duman çıkarır.	Yanan mum	Sarı- kahverengi kalıntı
Polietilen (Curlene vb..)	Erir yanmaz beyaz duman çıkarır.	Yanan mum	Sarı- kahverengi kalıntı
Poliüretan (Lycra, Vyrene vb..)	Eriyerek yanar. Alevden çıkarılınca ıssız yanar.	Hoş olamayan fare pisliği	Sert kahverengi kalıntı

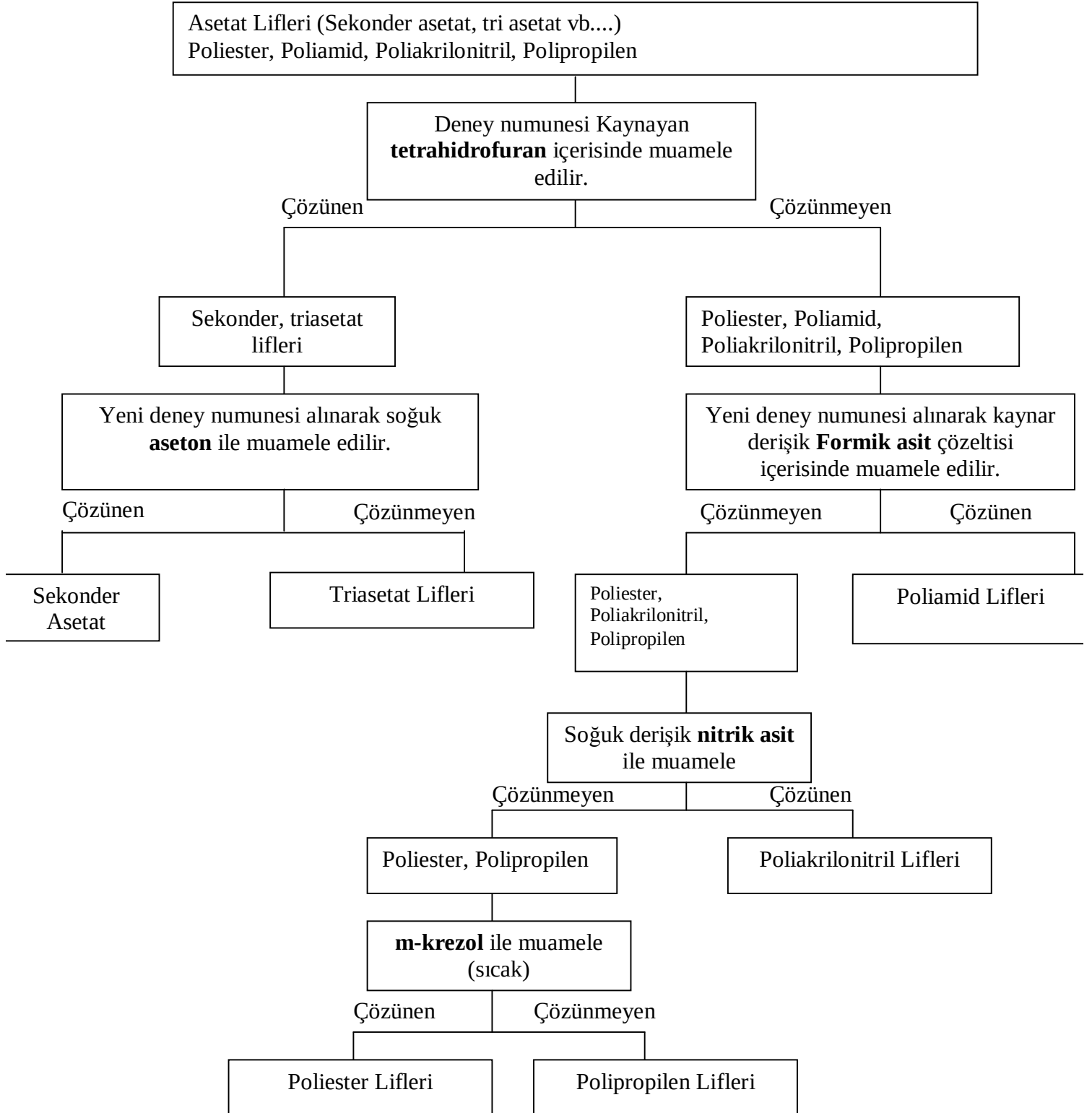
5.3.Çözünürlük Testi (Liflerin Kimyasal Yöntemlerle Analizi)

Liflerin morfolojilerindeki ve kimyasal yapılarındaki farklılıklar nedeniyle çeşitli çözücülerdeki çözünürlükleri farklılıklar göstermektedir. Çözünürlük özelliğinden faydalanılarak lif cinsleri çözünürlük testiyle tespit edilir. Aşağıda tekstil maddelerinin çözünürlüğüne göre tanınması üç ana grup şeklinde verilmiştir.

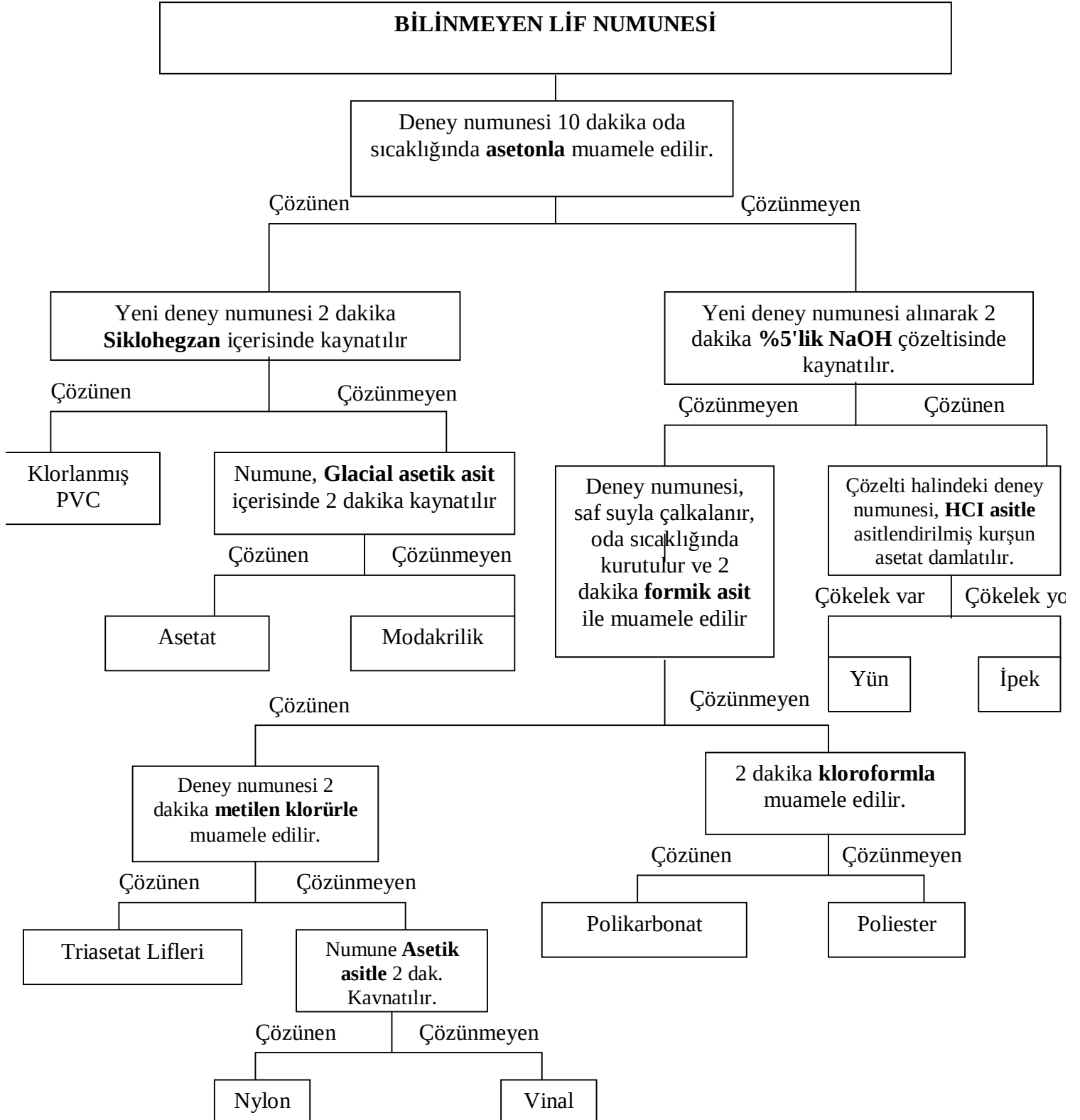
A-Doğal ve Rejenere Liflerin Birbirinden Ayrılması



B-Sentetik Liflerin Birbirinden Ayrılması



C-Bilinmeyen Lif Analizi



5. DENEY RAPORU

Deney yapıldıktan sonra "Tekstil Mühendisliği Bölümü Laboratuvar Yaptırma ve Değerlendirme İlkeleri"ne uygun bir rapor hazırlanır. Raporun hazırlanmasında dikkat edilecek hususlar ve takip edilecek sıra aşağıda verilmiştir.

1. Deney raporu metni ve tabloları beyaz A4 kâğıdına bilgisayarla yazılmalıdır. Karakter büyüklüğü 12pt, Times New Roman veya Arial tiplerinde ve 1,5 satır aralığıyla yazılmalı, sayfalar numaralandırılmalıdır.
2. Deney raporu, kapak devamında sırasıyla ve numaralandırılmış olarak "İçindekiler, Giriş, Deneyin Amacı, Deney Düzeneği, Deney Numunesinin Hazırlanışı, Deneyin Yapılışı, Sonuçlar ve Değerlendirme" bölümlerinden oluşmalıdır.
3. Yapılan deneyin varsa ekleri raporun son kısmına konulmalıdır. Deney raporu bölümlerine ait kısaca açıklama ve örnekler aşağıda verilmiştir.

Deney Rapor Kapağı: Kapakta deney adı, deneyi yaptıran öğretim elemanının adı, öğrenci adı, numarası, grup adı, bölümü, deneyin yapılış tarihi, raporun teslim tarihi gibi bilgiler yer alacaktır.

İçindekiler Bölümü: Rapor içindeki bölüm başlıkları sayfa numaraları ile beraber gösterilmelidir. Aşağıda bir örnek yer almaktadır.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
1. GİRİŞ.....	1
2. MATERYAL-METOT.....	1
3. SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME.....	3

1. Giriş Bölümü: Tekstil liflerinin kimyasal ve yakma yoluyla analizi ile ilgili genel bilgi verilmelidir. Deneyde analizi yapılan lifler genel olarak (kullanım yeri, elde ediliş yöntemleri vs..) tanıtılmalıdır. Deneyle ilgili temel kavramlar, tanımlar ve teoriler de anlatılmalıdır.

2. Materyal-Metot: Deneyin yapılış amacı, gereği/önemi ve bu deneyden elde edilen bilgilerin hangi durumlarda kullanılabileceği anlatılmalıdır. Ayrıca yapılan bu deneyin tekstil endüstrisindeki yeri tartışılmalıdır. Deneyde kullanılan deney düzeneği (cihaz, araç gereç, yardımcı madde vb.) ve kullanılan kimyasallar bu bölümde verilmelidir. Deneyde analiz edilecek numunelerin hazırlanışı ve numuneler ayrı ayrı açıklanmalıdır. Deneyin yapılışı, deneyde uygulandığı şekliyle ancak gerekli açıklamalarla birlikte ayrıntılı olarak anlatılmalıdır. Bu anlatımda, deney işleyişini etkileyen dikkat edilmesi gereken noktalara da yer verilmelidir.

3. Sonuçlar ve Değerlendirme: Deney sonucunda her bir analiz için elde edilen tespitler bir tablo halinde belirtilmelidir. Yakma ve kimyasal elyaf analizi deneyleri sonucunda tespiti yapılan liflerin kimyasal ve fiziksel özelliklerinden kaynak göstermek suretiyle detaylı olarak bahsedilmelidir. Bunların ardından deneyde yapılan tespitler özetlenerek deney düzeneği ve deneyin yapılışı, tartışılmalı ve rapor olarak bir sonuca bağlanmalıdır.

TEST SONUÇLARI (LİF CİNSLERİ)		
Numune No	Yakma Testi	Çözünürlük Testi
1		
2		
3		
4		
5		