



Zafer Bayram

Yük. Kimya Mühendisi / *Chemical Engineer Msc*  
İlaç Grup Müdürü / *Pharma Group Manager*  
Ant Teknik Cihazlar Paz. ve Dış Tic. Ltd. Şti.

## Tekstil Laboratuvarlarında Analitik Cihazların Yeri *The Importance of Analytical Instruments in Textile Laboratories*

Günümüzde deri, tekstil ve hazır giyim ürünleri imalatında kullanılan renklendiricilerin insan sağlığı açısından olumsuz etkileri tespit edilmiş olup, bazı Avrupa ülkelerinde azo boyar maddeleri yasak listesinde yer almaktadır. Kanserojen etkileri sebebiyle, ülkemizde de T.C. Sağlık Bakanlığı'nın yayınlamış olduğu genelge ile aril aminler ile bunları içeren azo boyar maddelerinin deri ve tekstil ürünlerinde kullanılmaları 1 Mart 1995 tarihi itibarıyla yasaklanmıştır. Buna rağmen çeşitli yollarla ülkemize giriş yapan özellikle Uzakdoğu kaynaklı bazı tekstil ürünlerinin yasaklı boyar madde içerdikleri gözlemlenmekte ve bu durumların önlenmesi için Bakanlık yetkililerince denetim ve incelemeler sürdürülmektedir.

Analitik cihazlar tekstil laboratuvarlarında gerek söz konusu yasaklı maddelerin, gerekse de kumaşlarda meydana gelebilen sorunların kaynaklarının tespiti, rakip ürün analizleri veya muadil ürün çalışmaları gibi konularda yoğunlukla kullanılmaktadır. HPLC, FTIR ve AAS cihazları ile yapılan bazı analizler aşağıda örnek olarak verilmektedir:

### *1. HPLC ile p-Klor Anilin Analizi*

Yasaklı madde analizleri azo boyarmaddeler üzerinde yapılan önemli analizlerden birisidir. Kanserojen etkisi nedeniyle boyanmış tekstil ürünleri 20 ppm den daha fazla p-klor anilin (PCA) içermemelidir. HPLC ile boyanmış kumaş numunesi üzerinde p-klor anilin analizi yapılabilmektedir.

Şekil 1.1. de 30 ppm olarak hazırlanmış PCA çözeltisinin HPLC incelemesi görülmektedir. Bu incelemede PCA pikinin karakteristik yapısı, dalga boyları görülmektedir. PCA piki 9. dakika (alıkonma zamanı – retention time) civarında tespit edilmiştir.

*Recently, it was determined that colorants used in leather, textiles and garment manufacturing industry had adverse effects on human health. Azo dyes therefore, were taken to restricted chemicals list in European countries. In Turkey, starting from March 1st 1995, the usage of aryl amines and azo dyes containing aryl amines in leather and textiles processing was prohibited by the Ministry of Health. On the other hand, it is found out that some textile products especially imported from Far East contain banned colorants and controls and inspections by the Ministry are continuously done in order to prevent these.*

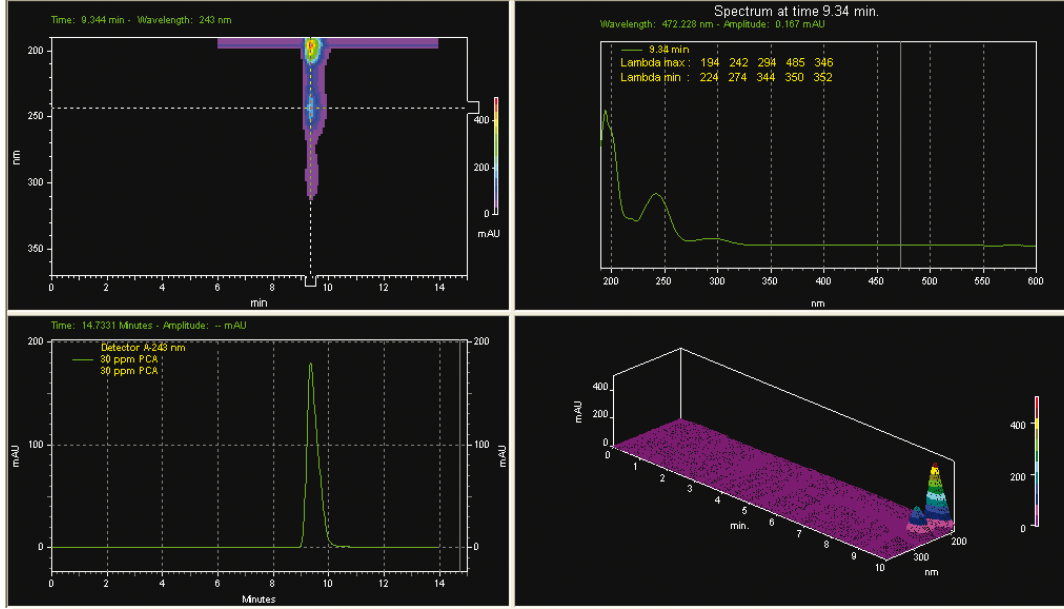
*Analytical instruments are used in textile laboratories for several purposes like the determination of banned colorants and the sources of problems on fabric materials as well as competitor product analyses or alternative product trials. Some basic applications done by HPLC, FTIR and AAS are shown below:*

### *1.p-Chloraniline Analysis by HPLC*

*Banned material analysis is one of the most important analysis performed on azo colorants. Dyed textile products should not contain p-chloraniline (PCA) over 20 ppm due to their carcinogenic effects. P-chloraniline analysis on dyed fabric sample is done by HPLC.*

*HPLC analysis of 30 ppm of PCA solution is shown on Figure 1.1. In this study, the characteristic structure of the PCA peak and wavelengths are shown. PCA peak is determined at around the 9th minute (retention time).*

## Anilin Testi / Aniline Testing

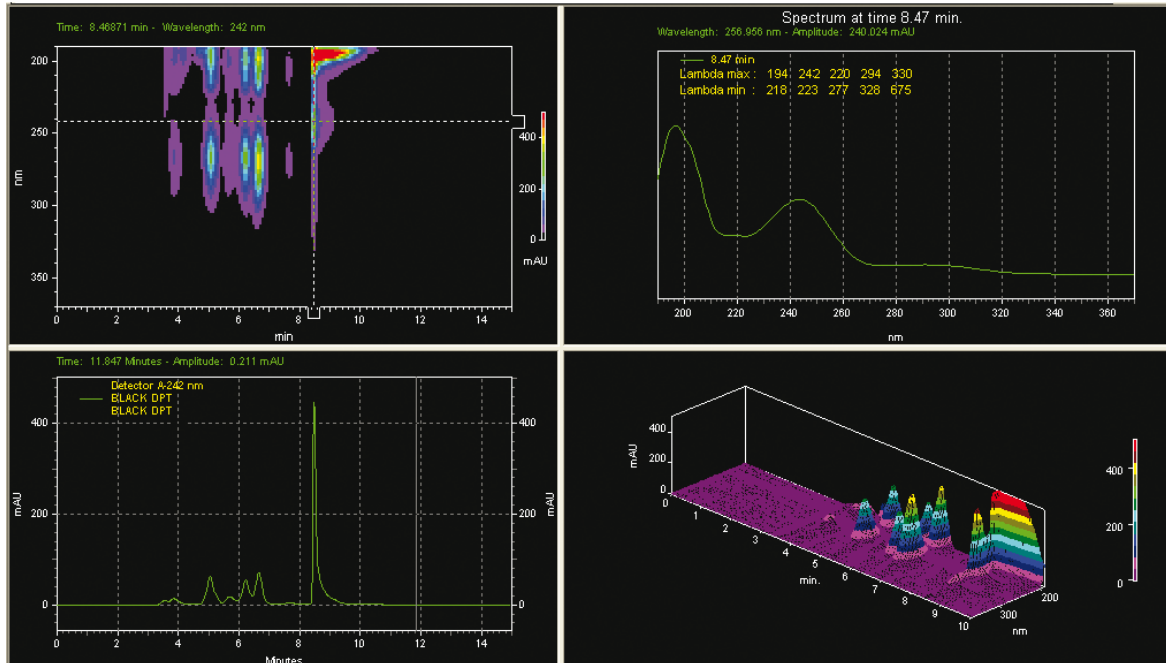


Şekil 1.1. 30 ppm p-Chloro Aniline standardı HPLC incelemesi

Boyanmış kumaş numunesinde PCA analizi yapabilmek için öncelikle kumaş üzerindeki boyanın sökölerek çözölcü ortamına geçmesi sağlanmalıdır. Elde edilen bu çözöltili üzerinden PCA analizi gerçekleştirilir. Şekil 1.2. de ise boyanmış kumaş numunesi üzerinden yapılan bir HPLC incelemesi görölmemektedir. Azo boyarmadde ile boyanmış kumaştan elde edilen çözöltili ile yapılan bu analizde karakteristik yapısı, dalga boyları ve alıkonma zamanı aynı olan bir pik tespit edilmiştir. Dolayısıyla bu boyanın ve bu boya ile boyanmış kumaş numunesinin PCA içerdığı sonucuna ulaşılmaktadır. PCA konsantrasyonu ise test metodlarında belirtilen formüller ile pik alanları üzerinden hesaplanır.

Figure 1.1. HPLC analysis of 30 ppm of p-Chloroaniline standard

In order to perform PCA analysis by HPLC on dyed fabric sample, the colorant on the fabric material should be dissolved and transferred on a solvent media. PCA analysis is performed on this solvent media. Figure 1.2. demonstrates HPLC analysis on dyed fabric sample. This analysis is performed on the solvent obtained from a sample fabric dyed with an azo colorant, and a peak is detected with the same characteristic structure, wavelength and retention time. Therefore, it is concluded that the fabric sample dyed with this colorant contains PCA. PCA concentration is calculated using formula mentioned in test methods.



Şekil 1.2. Boya numunesi ile boyanmış kumaş üzerinden yapılan HPLC incelemesi

Figure 1.2. HPLC analysis of colorant sample on dyed fabric material

## Makale / Article

### 2. FTIR İle Kumaşlarda Leke Analizi

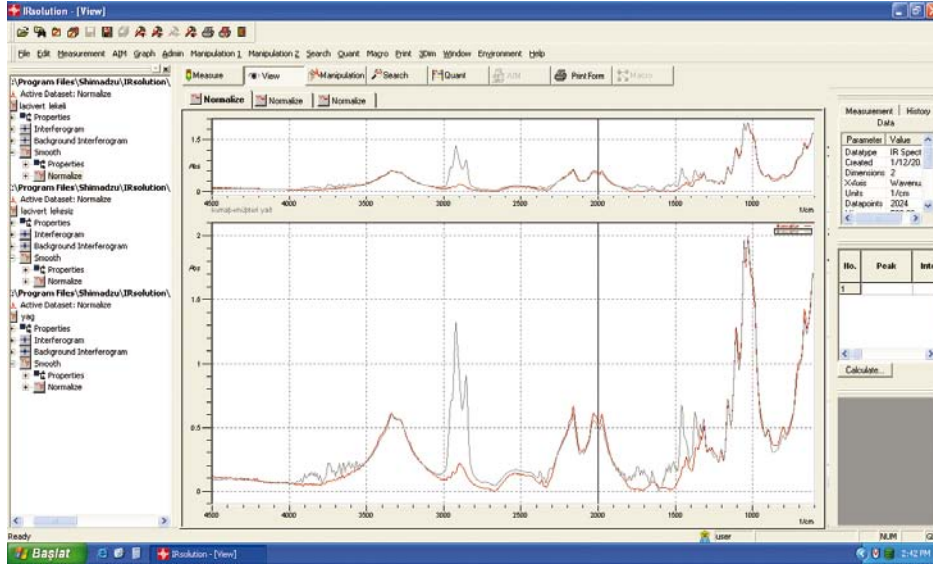
FTIR Spektrofotometresi ile kumaş üzerindeki lekelerin analizi yapılabilmektedir. Üretim esnasında kumaş üzerinde oluşmuş bir lekenin kaynağı yapılan FTIR incelemesi ile belirlenebilmektedir. Şekil 2.1. de kumaşın lekeli ve lekesiz kısımlarından alınan FTIR spektrumlarının karşılaştırmaları verilmiştir. Bu karşılaştırmada 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  aralığında spektrumlar arasında belirgin bir pik farklılığı olduğu gözlenmektedir. Leke kaynaklı olan bu pik Şekil 2.2 de verilen makine yağının FTIR spektrumunda 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  aralığındaki pik ile örtüşmektedir. Dolayısıyla kumaş üzerindeki bu lekenin kumaşın işlem gördüğü makinelerden birinden gelen dış kaynaklı bir leke (yağ lekesi) olduğu sonucuna ulaşılabilmektedir.

Aynı spektrum karşılaştırmaları kullanılarak rakip ürün analizleri ya da muadil ürün çalışmaları FTIR ile yapılabilmektedir.

### 2. Stain Analysis on Fabric by FTIR

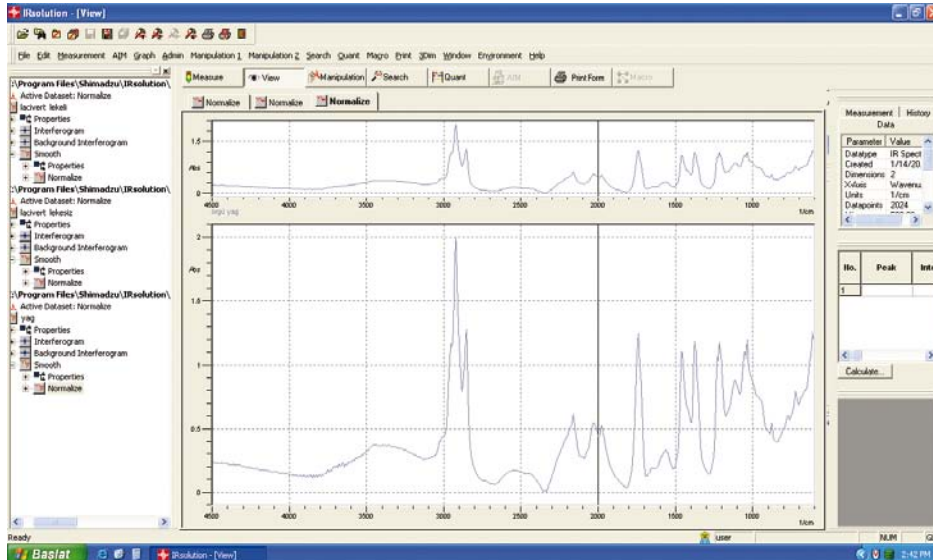
FTIR Spectrophotometer is used to perform the analysis of stains on fabric cloth. The source of the stain occurred during manufacturing by FTIR analysis. Figure 2.1. shows FTIR spectra from different parts of a fabric cloth with and without stains. Looking at the interferograms from 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  wavelength range, a sharp peak is observed. This stain originated peak matches with the FTIR spectrum of lubricating oil shown on Figure 2.2. Therefore, it is concluded that this stain comes from an outer source (grease) from one of the machinery where the fabric cloth was previously processed on.

Other application areas for FTIR are competitor product analyses or alternative product trials.



Şekil 2.1. Kumaşın lekeli ve lekesiz kısımlarından alınan FTIR spektrumlarının karşılaştırmaları

Figure 2.1. Comparison between FTIR spectra from different parts of fabric cloth with and without stains.



Şekil 2.2. Makine yağına ait FTIR spektrumu

Figure 2.2. FTIR spectrum of lubricating oil

## Makale / Article

### 3. Atomik Absorbans Spektrofotometresi (AAS) İle Metal Analizi

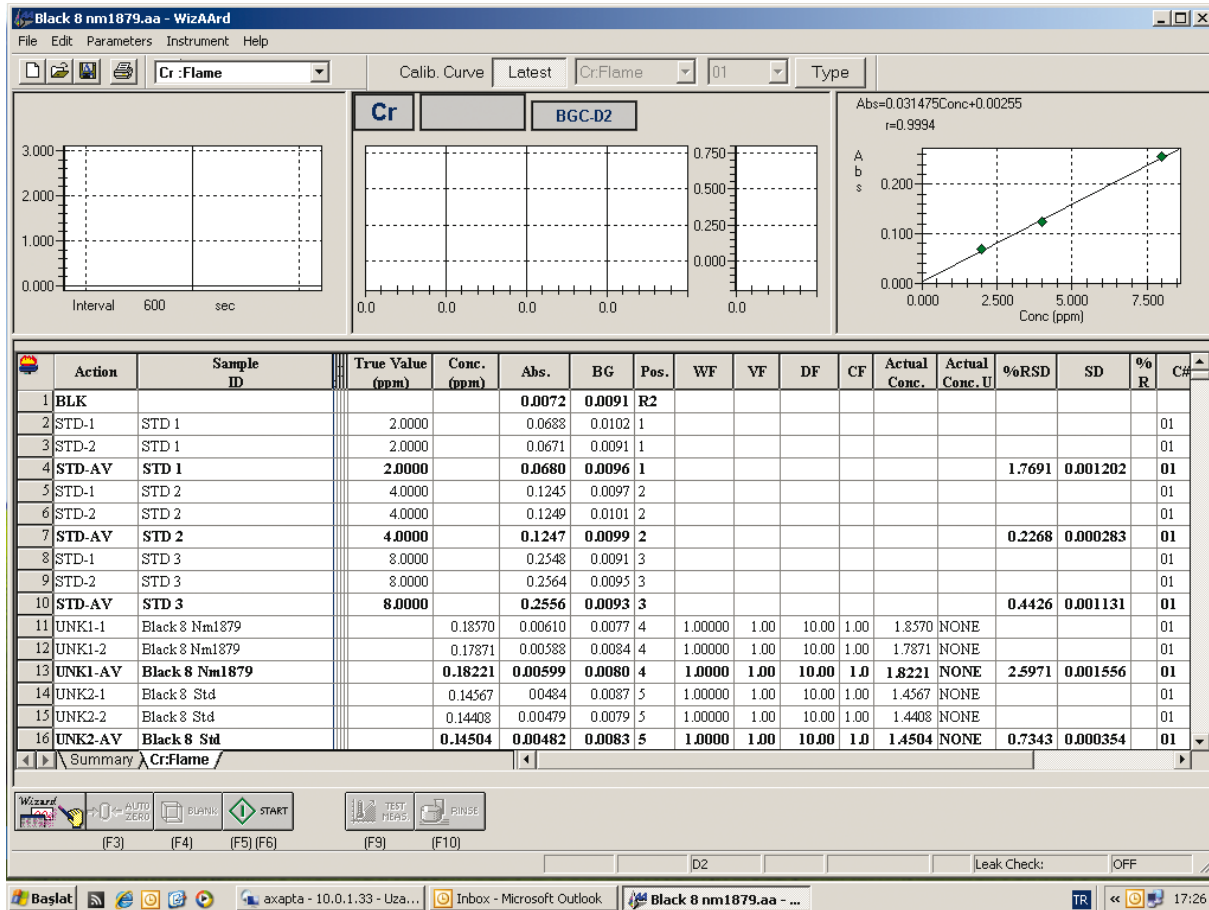
Atomik absorbans spektrofotometresi kullanılarak direkt boya, boyanmış kumaş ve ham kumaş numunelerinde metal analizleri yapılabilmektedir. Boya numunesi üzerinde yapılan metal analizlerinde boya uygun çözücü ile çözülerek seyreltilir ve analiz gerçekleştirilir. Boyanmış kumaş ve ham kumaş numunelerinde ise numunelerin öncelikle ekstrakte edilerek üzerindeki metal bileşiklerinin çözücü ortamına geçmesi sağlanmalıdır. Şekil 3.1 de Reaktif Black 8 boya numunesi ile boyanmış kumaş üzerinde yapılan krom analizinin sonuçları görülmektedir. Analiz standart boya ile boyanmış kumaş ve numune boya ile boyanmış kumaş arasında karşılaştırmalı olarak yapılmıştır.

Metal analizlerinde öncelikle absorbans-konsantrasyon grafiği oluşturulmalıdır. Bunun için öncelikle konsantrasyonu bilinen krom numuneleri AAS ile analiz edilerek bu konsantrasyonlara karşılık gelen absorbans değerleri belirlenmelidir. Numunelerin krom içerikleri analiz sonucu bulunan absorbans değerlerinin absorbans-konsantrasyon grafiği denklemi yardımıyla hesaplanır. Gerçek değerler elde edilen sonucun seyreltme faktörü ile çarpılmasıyla bulunur.

### 3. Metal Analysis by Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)

Atomic absorption spectrophotometer is used to perform metal analyses on dyes, dyed fabric and unprocessed fabric samples. For the metal analysis on dye samples, the dye is diluted using the right solvent and the analysis is performed. For dyed and unprocessed fabric samples on the other hand, the samples should first be extracted in order to transfer the metal components to solvent media. Figure 3.1 shows the results of chromium analysis on fabric sample dyed with Reagent Black 8 dye sample. The analysis is done in comparison between fabric sample dyed with standard dye versus fabric sample dyed with sample dye.

Absorbance vs. concentration graphics should be drawn first for metal analyses. For this purpose, chromium samples with known concentration should be analysed by AAS and corresponding absorbance values should be determined. The chromium concentration of the samples is calculated using the obtained absorbance values and absorbance vs. concentration graphic equation. Real values are obtained by multiplying the result by the dilution factor.



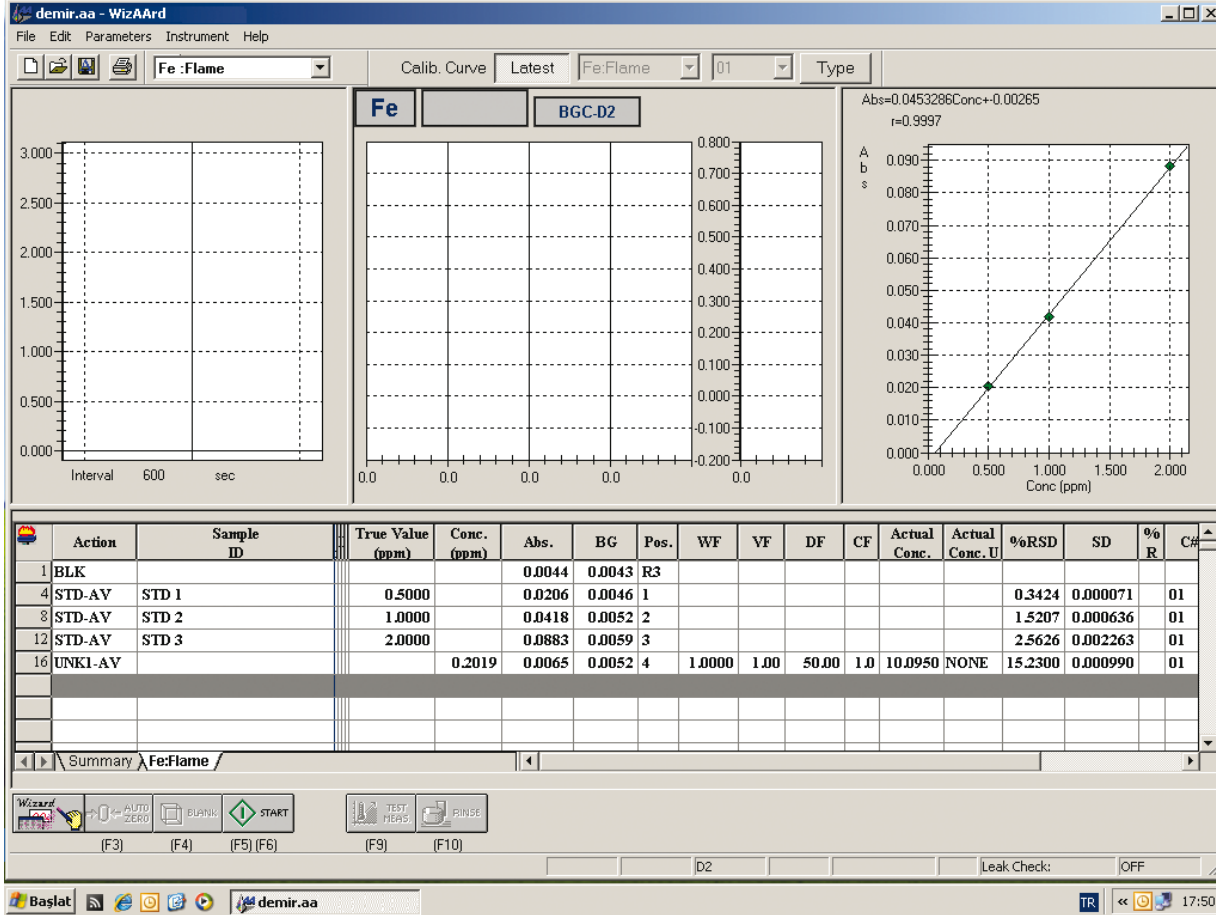
Şekil 3.1. Kumaş numunesinde krom analizi

Figure 3.1. Chromium analysis on fabric samples

## Makale / Article

AAS ile yapılan analizlerde, içeriği belirlenmek istenen metal türü, kumaş boyamada kullanılan boya türü gibi çeşitli nedenlerle bazı farklılıklar oluşmaktadır. Örneğin demir analizinde Şekil 3.2 de görüldüğü gibi standart numuneleri 0.5 ppm, 1 ppm ve 2 ppm olarak hazırlanmıştır

In AAS analyses, some differences might occur due to some factors like metal type and dye type. In iron analysis for example, standard samples were prepared as 0.5 ppm, 1 ppm and 2 ppm as shown in Figure 3.2.



Şekil 3.2. Kumaş numunesinde demir analizi

Figure 3.2. Iron analysis on fabric sample.



Şekil 4. Shimadzu AA-7000 Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresi

Figure 4. Shimadzu AA-7000 Atomic Absorption Spectrophotometer