

**T.C.  
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MENEKŞE LAZER DİYOTLU FOTOMETRE İLE SUNTADA  
FORMALDEHİT TAYİNİ**

**Tezi Hazırlayan  
Fazlı ÖZAYHAN**

**Tezi Yöneten  
Prof. Dr. Şaban PATAT**

**Kimya Anabilim Dalı  
Yüksek Lisans Tezi**

**Ağustos 2006**

**KAYSERİ**

**T.C.  
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MENEKŞE LAZER DİYOTLU FOTOMETRE İLE SUNTADA  
FORMALDEHİT TAYİNİ**

**Tezi Hazırlayan  
Fazlı ÖZAYHAN**

**Tezi Yöneten  
Prof. Dr. Şaban PATAT**

**Kimya Anabilim Dalı  
Yüksek Lisans Tezi**

**Bu çalışma, Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi  
tarafından FBT-05-18 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**Ağustos 2006  
KAYSERİ**

Prof. Dr. Şaban PATAT danışmanlığında Fazlı ÖZAYHAN tarafından hazırlanan “**Menekşe Lazer Diyotlu Fotometre ile Suntada Formaldehit Tayini**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

23.08.2006

**JÜRİ:**

Başkan :Prof Dr Tevfik Rıza Kök


Üye :Prof Dr Ahmet Ülgen

Üye :Prof Dr Şaban Patat

**ONAY:**

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulunun **29/08/2006** tarih ve **2006/23-03** sayılı kararı ile onaylanmıştır.

**29/08. / 2006.**

  
N. Aygüldeniz  
Prof. Dr. Nusret AYILDIR  
Enstitü Müdürü

## TEŞEKKÜR

Çalışmalarım sırasında her türlü maddi ve manevi desteğini esirgemeyen tez danışmanım değerli hocam Prof. Dr. Şaban PATAT'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarda kullandığım menekşe lazer diyotlu fotometreyi kuran Sayın Prof. Dr. Ahmet Ülgen'e, menekşe lazer diyot'un alımı için maddi destek veren Orta Anadolu Ticaret ve Sanayi Anonim Şirketi'ne ve ekstraksiyon cihazının kullanımına izin veren Merkez Çelik A.Ş. yöneticilerine teşekkür ederim.

Laboratuar çalışmalarım esnasında yardımlarını gördüğüm Arş. Gör. Serkan ŞAHAN'a teşekkür ederim.

Ayrıca bu çalışmalarım esnasında benden maddi ve manevi anlamda desteğini esirgemeyen aileme ve nişanlıma çok teşekkür ederim.

# MENEKŞE LAZER DİYOTLU FOTOMETRE İLE SUNTADA FORMALDEHİT TAYİNİ

Fazlı ÖZAYHAN

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü  
Yüksek Lisans Tezi, Ağustos 2006  
Tez Danışmanı: Prof. Dr. Şaban PATAT

## ÖZET

Bu çalışmada kimya bölümünde kurulan menekşe lazer diyotlu fotometre kullanılarak suntada formaldehit tayini yapıldı. Standartlar ile oluşturulan ayar eğrisi için korelasyon katsayısı, cihazın tekrarlanabilirliği ve yüzde bağıl hata değerleri sırasıyla  $r=0.9999$ ,  $s=\pm 0.02$  ppm ve %1.33 olarak bulundu. Karşılaştırma amacıyla aynı örneklerdeki formaldehit miktarı spektrofotometre ile de tayin edildi. Her iki cihazın benzer sonuçlar verdiği bulundu. Buradan kimya bölümünde kurulan lazer diyotlu fotometrenin formaldehit tayininde kullanılabilmesi bulundu. Değişik firmaların ürettiği sunta örnekleri, menekşe lazer diyotlu fotometre ile ölçülen formaldehit miktarlarına göre sınıflandırıldı.

**Anahtar Kelimeler:** Menekşe Lazer Diyotlu Fotometre, Sunta, Formaldehit

**DETERMINATION OF FORMALDEHYDE IN PARTICLEBOARD BY  
PHOTOMETER WITH VIOLET LASER DIODE**

**Fazlı ÖZAYHAN**

**Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences**

**Master Thesis, August 2006**

**Thesis Supervisor: Prof. Dr. Şaban PATAT**

**ABSTRACT**

In this study, formaldehyde level in particleboard has been determined by photometer with violet laser diode, designed in this laboratory. Corelation coefficient for calibration curve, precision for the photometer and relative error were found to be 0.9999,  $s= \pm 0.02$  ppm and 1.33 % respectively. Formaldehyde level in particleboard was also measured by UV-VIS spectrophotometer in order to compare with that of the photometer. The results found by using the photometer were found to be agreed with those of UV-VIS spectrophotometer. The photometer was found to be satisfactory method of measuring the formaldehyde level. Particleboards obtained from various producers were classified according to their formaldehyde levels measured by the photometer.

**Key Words:** Photometer With Laser Diode, Particleboard, Formaldehyde

## İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY .....	i
TEŞEKKÜR .....	ii
ÖZET.....	iii
ABSTRACT .....	iv
1. BÖLÜM	
GİRİŞ VE ÇALIŞMANIN AMACI .....	1
2. BÖLÜM	
2.1. LAZERLER .....	4
2.2. YARI İLETKEN LAZERLER.....	6
2.2.1. UV-VIS SPEKTROFOTOMETRELER.....	6
3. BÖLÜM	
DENEL KISIM .....	8
3.1. MENEKŞE LAZER DİYOTLU FOTOMETRE .....	8
3.2. KİMYASAL MADDELER .....	10
3.3. KULLANILAN ÇÖZELTİLER VE HAZIRLANMASI.....	10
3.3.1. FORMALDEHİT STOK ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI.....	11
3.4. ÖRNEK ALMA .....	12
3.5. SUNTA ÖRNEKLERİNDE RUTUBET MİKTARININ TAYİNİ .....	12
3.6. PERFORATÖRDE EKSTRAKSİYON.....	13
3.7. EKSTRAKTTAKİ FORMALDEHİT MİKTARININ TAYİNİ.....	16
4. BÖLÜM	
SONUÇ VE TARTIŞMA .....	18
KAYNAKLAR .....	23
EKLER	
ÖZGEÇMİŞ .....	29

## 1. BÖLÜM

### GİRİŞ VE ÇALIŞMANIN AMACI

Formaldehit, mobilya ve ahşap ürünlerinin yapıldığı ve yapımında üre formaldehit ve fenol formaldehit tutkallarının kullanıldığı sunta, kontra levha, kontraplak, mdf ve osb gibi preslenmiş ahşap ürünlerden yayılan şüpheli bir kanserojen maddedir [1,2]. Formaldehit emisyonu nedeniyle üre formaldehit reçinesi ile bağlanmış ahşap levhaların toksik özelliği ve sağlığa zararlı etkisi, çevre bilinci ve kaygısı oluşturarak bu ürünlerin kullanımına engel oluşturmaktadır. Avrupa Birliği ve Kuzey Amerika ülkeleri inşaat malzemeleri ve mobilyalardan formaldehit emisyonunu sınırlayan düzenlemeler getirmiştir [3]

Bu amaçla ahşap ürünler yayınladıkları formaldehit miktarına göre sınıflandırılmaktadır. Almanya'da 100 g kuru ahşap malzemenin yaydığı mg cinsinden formaldehit miktarına göre sınıflandırma yapılmaktadır; E1 sınıfı:  $\leq 9$  mg/100g, E2 sınıfı:  $>9$ mg/100g  $\leq 30$ mg/100g ve E3: $>30$ mg/100g.

Formaldehit esaslı reçine kullanılarak yapılan birçok ürün tüketicinin sağlıkla ilgili şikayetine neden olan formaldehit yaymaktadır. Yayılan formaldehit başta göz ve üst solunum yolu tahrişi olmak üzere birçok sağlık şikayetlerine neden olmaktadır. Formaldehitin ayrıca derişimin sırasıyla 14.1 ve 5.6 ppm olduğu ortamda uzun bir süre tutulan fare ve tavşanlarda geniz kanserine neden olduğu bulunmuştur. Bu sonuçlar ev atmosferine olan ilgiyi artırmıştır. İnşaat malzemeleri ve mobilyalar ev atmosferindeki formaldehitin ana kaynağıdır [4].

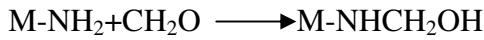
Son zamanlarda ahşap levhaların yapımında termoset reçine olarak melamin-formaldehit (MF) ve melamin-üre-formaldehit (MUF) kullanılmaktadır. Her iki reçine de iyi yapışma özelliği ve neme karşı direnç gösterir ve üre-formaldehit reçineden daha az formaldehit

yayımlar. Son zamanlarda MUF reçinesinin sertleşmesinin melaminin reaktifliği ile ilgili olduğunun ortaya çıkması, MF'in formaldehit emisyonunu veya performansını iyileştirmek için sertleştirme sistemi veya sertleştirme mekanizmasını geliştirmenin, MUF reçinesine göre saf MF reçinesinde daha kolay olduğu sonucuna götürmüştür [5].

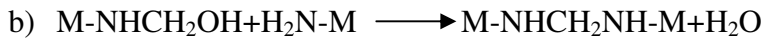
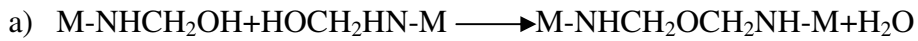
Son zamanlarda hızlı reaksiyon veren fenolik novalakların hekzametilentetramin ile metilen köprülerinden ziyade kararlı benzilamin köprüleri oluşturarak sertleştiği bulunmuştur. Bu süreç hekzametilentetraminin formaldehite minimum bozunmasını zorunlu kılmaktadır ve sertleşmiş reçine ve kendisinden yapılmış ahşap ürünlerden yayılan formaldehit miktarını oldukça azaltmaktadır [6-9].

MF reçinesinin sentezi sırasında oluşan reaksiyonlar metilolleme ve kondenzasyon olmak üzere iki ana basamağa ayrılır (Şekil 1.1). Başlangıçta melamin formaldehit ile reaksiyon vererek dokuz farklı metilolaminin oluşturduğu bir seri oluşur. Birinci reaksiyonda formaldehitin melamine katılma reaksiyonu görülmektedir. İkinci reaksiyon basamağında ise değişik metilolmelaminler arasında köprü oluşumu yani kondenzasyon ile çok sayıda farklı oligomer oluşmaktadır. Prensipte olarak kondenzasyon basamağında ,aralarındaki oranın ortamın pH değerine bağlı olduğu, iki tip köprü oluşabilir. Düşük pH değerlerinde (7-8) metilen köprüleri oluşurken (reaksiyon a) pH=9 dan yüksek değerlerde eter köprüleri (reaksiyon b) oluşur. Sonuç olarak çok sayıda oligomer türevi ve pişirme sırasında çapraz bağlı bir ağ oluşur [10].

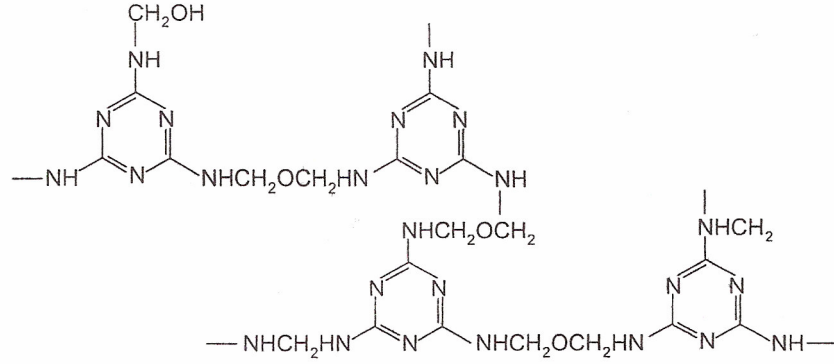
### **Reaksiyon I: formaldehidin melamine katılması**



### **Reaksiyon II: metilolmelaminler arası kondenzasyon reaksiyonları**



### Çapraz bağlanma: çapraz bağlı MF ağı



**Şekil 1.1** Melamin formaldehit sentezinde yer alan basamaklar ve kimyasal yapısı

Çok sayıda inşaat malzemesi sağlığı tehdit eden uçucu organik bileşikler yayınlamaktadır. Ahşap ürünlerden yayınlanan formaldehit belirli sıcaklık, nem ve havalandırma sıcaklığı şartlarında bir reaksiyon odasında tayin edilir. Odadaki formaldehit derişimi sabit bir değere ulaşana kadar ölçülür. Bu metot zaman alıcı olup özel cihaz gerektirir [11,12].

Formaldehit emisyon düzeyini ölçmek için çok farklı metot kullanılmaktadır. Roffael çok basit WKI metodunu geliştirdi. Roffael ayrıca havadaki formaldehit miktarını ölçmek için özel bir iklim odası geliştirdi[13].

Avrupa’da uzun süredir perforatör metodu kullanılmaktadır. Bu metot için özel düzenek gerekmektedir [14]. Avrupa suncacılar birliği bu metodu 1970 li yılların sonunda geliştirip perforatör metodu olarak adlandırdı ve 1984 yılında Avrupa Standardı EN 120 olarak kabul edildi. Kuzey Amerika, Avustralya ve Asya desikatör metodunu benimsedi. Desikatör testi 1970 lerin ortasında Japonya’da geliştirildi ve 1983 yılında Amerika Birleşik Devletlerinde standart hale getirildi. WKI, perforatör ve desikatör metotlarının hepsinde de formaldehit miktarı spektrofotometrik olarak ölçülmektedir.

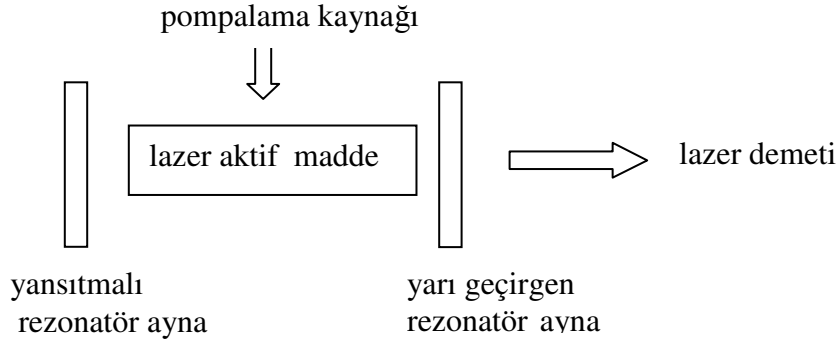
Bu çalışmada suncalardaki formaldehid miktarı perforatör metodu kullanılarak menekşe lazer diyotlu filtresiz fotometre ile ölçüldü. Karşılaştırma amacıyla spektrofotometre ile aynı örneklerdeki formaldehit miktarı ölçüldü.

## 2. BÖLÜM

### 2.1. LAZERLER

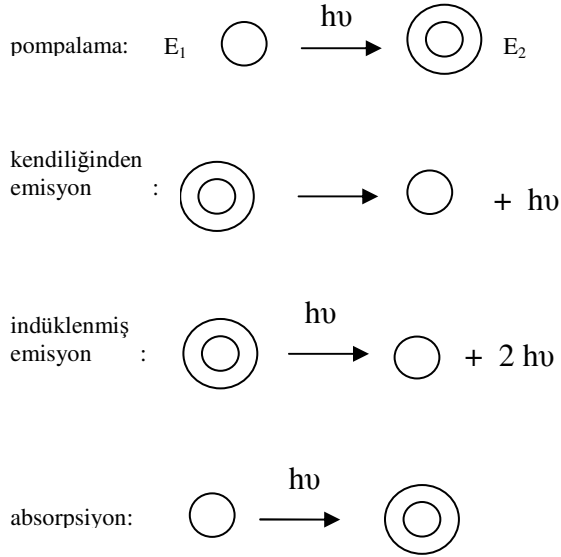
Lazer, yoğun ışın şiddeti ve çok dar bant genişliğine sahip monokromatik ışık kaynağıdır. Lazer terimi uyarılmış ışık emisyonu ile ışığın amplifikasyonu anlamına gelen “**L**ight **a**mplification by **s**timulated **e**mission of **r**adiation” kelimelerinin baş harflerinden türetilmiştir. Yayımlanan ışık koherent (aynı fazda) olup ince demet şeklindedir. Lazerler ışığın genliğini yükseltebildikleri için, çok şiddetli ve dar ışın demetleri üretirler. Bu özelliklerinden dolayı lazerler elektromanyetik spektrumun morötesi, görünür ve kızılötesi bölgelerinde önemli bir ışık kaynağı olarak çeşitli amaçlar için kullanılırlar.

Lazerler başlıca lazer oluşturma ortamı, pompalama kaynağı ve rezonatörden oluşur. Tipik bir lazer kaynağının bileşenleri şematik olarak Şekil 1.1 de görülmektedir. Lazerlerin kalbi lazer oluşturma ortamıdır. Bu yakut gibi katı bir kristal veya galyum arsenür gibi bir yarı iletken, organik boyarmaddeleri içeren bir çözelti, argon veya kripton gibi bir asal gaz olabilir. Pompalama kaynağı lazer oluşturan maddeyi aktifler veya pompalar. Pompalama işlemi ışın, elektrik akımı veya bir elektriksel boşalım ile yapılabilir. Rezonatör biri yarı geçirgen olan bir çift aynadan oluşur. Ayna çifti ışınların lazer oluşturan ortamda sayısız gidiş-gelişini sağlar yani tüm fotonları aynı faza getirir. Her gidiş-geliş sırasında katlamalarla ek fotonlar oluşur. Işın demetlerinin bir kısmı yansıma yerine yarı geçirgen aynadan geçer.



Şekil 1.1. Bir lazer kaynağının şematik gösterimi

Lazer oluşum mekanizması pompalama, kendiliğinden emisyon, uyarılmış emisyon ve absorpsiyon süreçlerinden oluşur.



Pompalama, lazerdeki foton yayan aktif türün, bir elektrik boşalımı, elektrik akımı geçişi veya şiddetli bir ışın kaynağına maruz bırakma sonucu uyarılmasıdır. Lazer oluşturmak için bu basamak gereklidir. Kendiliğinden olan ışık emisyonu üst enerji düzeyinden ( $E_2$ ), herhangi bir alt enerji düzeyine ( $E_1$ ), dış etki olmaksızın gerçekleşen geçişlerde gözlenmektedir. İndüklenmiş emisyon, bir fotonun uyarılmış bir atom ya da moleküle çarpmasıyla oluşmaktadır. Ancak bu foton belli bir frekansa sahip olmalıdır. Bundan dolayı atom ya da molekül zamanından önce foton yayar. İndüklenmiş emisyonunda uyarılmış bir atomun üst enerji düzeylerinde yaklaşık ömrü  $10^{-8}$  s dir. Absorpsiyon, iki enerji düzeyi

arasındaki enerji farkına eşit enerjili ( $E_2-E_1$ ) foton ile gerçekleşir ve uyarılmış emisyon ile rekabet eder. Absorpsiyon sonucu oluşan durum pompalama ile oluşana özdeşdir.

Lazerlerin kullanılan lazer aktif maddenin cinsine göre gaz lazerler, katı lazerler, sıvı lazerler, boyarmadde lazerleri ve yarı iletken lazerler olmak üzere değişik çeşitleri vardır.

## 2.2 YARI İLETKEN LAZERLER

Yarı iletken lazerler monokromatik ışına yakın ışın yayan önemli bir ışın kaynağıdır. Lazer diyotlar yarı iletken teknolojisinin ürünüdür. 1962'de ışık yayan diyotun (LED) keşfinden hemen sonra bulunmuştur. Bu tür lazerlerin ilki, bir galyumarsenit (GaAs) materyalinin p-n eklemine uygun miktarda katkılanmasıyla elde edilmiştir. Lazer diyotlar moleküler absorpsiyon, moleküler floresans ve atomik absorpsiyon spektrometrisinde monokromatik ışık kaynağı olarak kullanım alanı bulmuştur [15,16].

Bu çalışmada kullanılan menekşe lazer diyot, galyum nitür esaslı olup 405 nm dalga boyunda sürekli modda (cw, continuous wave) ışığa yapmakta olup tek dalga boylu modda (sm) çalışmaktadır.

### 2.2.1. UV-VIS SPEKTROFOTOMETRELER

Morötesi görünür bölge spektrofotometresi ile nicel analiz, b cm ışın yoluna sahip optikçe geçirgen bir kaptaki bulunan çözeltinin geçirgenliğinin (T) veya absorpsiyonunun (A) ölçümüne dayanır. Beer yasasına göre absorpsiyon yapan analitin derişimi (c) ile aşağıdaki eşitlikte belirtildiği gibi, doğrusal olarak değişir.

$$A = -\log T = \log \frac{P_0}{P} = \epsilon bc$$

Burada  $\epsilon$  molar absorpsiyon katsayısı,  $P_0$  çözeltiliye gelen ışığın şiddeti ve P çözeltiliden geçen ışığın şiddetidir.

Morötesi-görünür bölge ışınlarının absorpsiyonunu ölçmek için yapılmış cihazlarda i) ışın kaynağı, ii) dalga boyu seçici, iii) numune kabı, iv) ışın transduseri ve v) sinyal işlemcileri ve okuma düzenekleri bulunur. Spektrofotometrelerde polikromatik ışın kaynağı kullanılmaktadır. Monokromatik ışın kaynağı kullanıldığında monokromatöre (dalga boyu seçici) gerek duyulmaz. Monokromatör yerine filtre kullanan cihazlara fotometre denir. Bu çalışmada ışın kaynağı olarak menekşe lazer diyot kullanıldığı için ölçümler filtresiz fotometre ile yapılmıştır.

### **3. BÖLÜM**

#### **DENEL KISIM**

Bu çalışmada suntalardaki formaldehit tayini perforatör metod kullanılarak ticari bir UV-VIS spektrofotometre ve menekşe lazer diyotlu filtresiz fotometre ile yapıldı.

#### **3.1. Menekşe Lazer Diyotlu Fotometre**

Bu çalışmada laboratuvarımızda kurulan LD-fotometre, Photonic firmasından temin edilen 405 nm de ve 4 mW güçte çalışan tek modlu (sm, single mode) lazer diyot modülü ile Jenway firmasının ürettiği bir kolorimetrenin (Jenway Marka 6061 Model kolorimetre) kombinasyonundan oluşturulmuştur. Kolorimetreler aslında bir fotometredir ve renk filtreleri ile çalışır. Sürekli ışın kaynağı olarak kullanılan tungsten(W) lamba ile bu filtreler fotometreden sökülüştür. Cihazın ışın ya da optik yolu üzerine Laser Diyot modülü yerleştirilmiştir. Filtrelere göre tartışılmaz üstünlükte yüksek dereceden monokromatik olan lazer diyot ışınması ile yapılan absorpsiyon ölçümlerindeki Beer Kanununa uyumluluk tamdır. Bu çalışmada bu üstünlük kullanılmıştır.

Kullanılan Laser Diyot Modülü ve kurulan fotometrenin resmi Şekil. 3.1 de görülmektedir.



a)



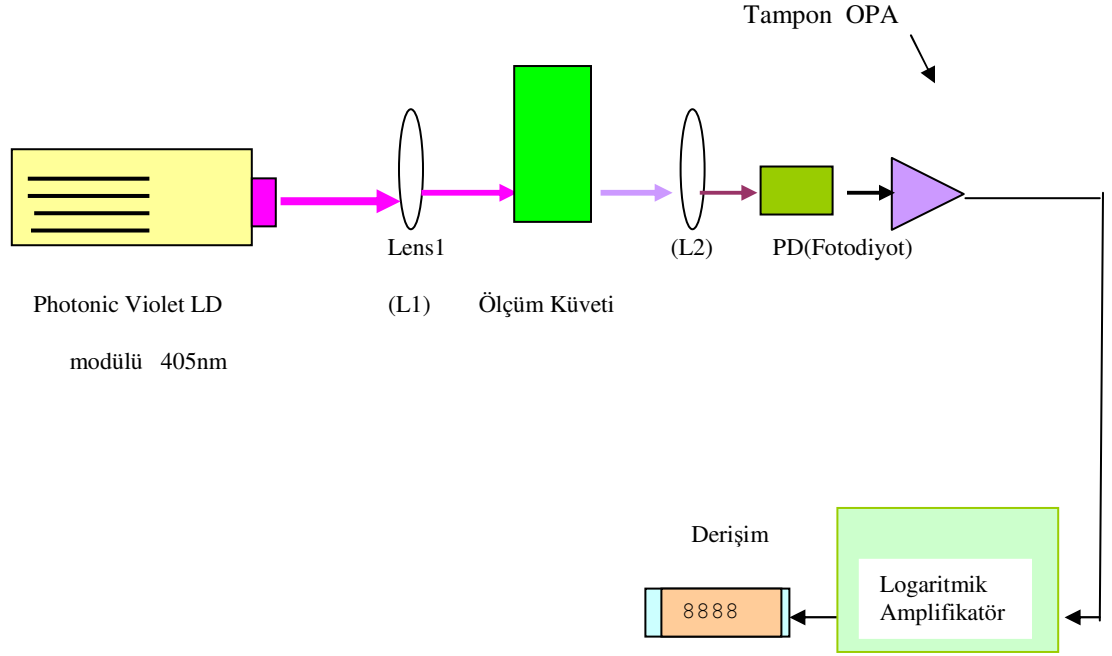
b)

Şekil 3.1. a) lazer diyot modülü ve b) kurulan lazer diyotlu fotometrenin fotoğrafı

Lazer Diyot modülünde Lazer Diyotun(LD) sıcaklığını sabit tutmak üzere bir peltier termoelektrik soğutucu ile fan mevcuttur. Lazer demetinin optik güç ayarı ile sıcaklık ayarı modül üzerinden yapılabilir ve aşırı akım sınırlama ile termal koruma da söz konusudur. Bu modülün teknik özellikleri tezin ekler kısmında verilmiştir.

Çalışmalarda kıyaslama için Hitachi marka 150-20 model spektrofotometre kullanıldı.

Şekil 3.2’de ise kurulan bu düzeneğin elektronik ve optik düzenlemesine ait blok diyagram gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Çalışmada Kurulan Menekşe Lazer Diyotlu Fotometrenin Blok Diyagramı

### 3.2. Kimyasal Maddeler

Çalışmada kullanılan bütün çözeltilerin hazırlanmasında analitik saflıkta kimyasal maddeler ve çift destile su kullanıldı.

### 3.3. Kullanılan Çözeltiler ve Hazırlanması

0.05 M iyot ( $I_2$ ) çözeltisi: 12.69 g  $I_2$  alınıp destile su ile hacmi 1 litreye tamamlandı.

0.1M sodyum tiosülfat çözeltisi: 24.82 g sodyum tiosülfat ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ) alınıp destile su ile hacmi 1 litreye tamamlandı.

1M sodyum hidroksit çözeltisi: 40 g NaOH alınıp hacmi destile su ile 1 litreye tamamlandı.

1M sülfürik asit çözeltisi: 55.5 ml derişik sülfürik asit ( $d=1.84\text{g/ml}$ , %98) alınıp içinde yaklaşık 300ml destile su bulunan 1 litrelik balon jojeye konduktan sonra hacmi destile su ile litreye tamamlandı.

Niřasta çözeltisi: suda çözünen cinsten 1 g niřasta ( $\alpha$ -amiloz), bir havan içinde az suda, hamur haline getirilir. İyice karıştırılan hamur, kaynamakta olan 100 ml su içine aktarılır. Bir iki dakika ısıtılan çözelti soğutur ve cam kapaklı şişede saklanır.

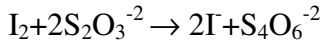
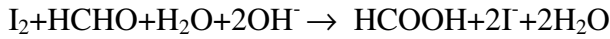
Asetilaseton çözeltisi: 4 ml asetilaseton 1 litrelik bir balon jojeye koyup destile suda çözdükten sonra hacmi 1 litreye tamamlandı.

Amonyum asetat çözeltisi: 200g amonyum asetat ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) 1 litrelik bir balon jojeye koyup destile su ile çözdükten sonra hacmi litreye tamamlandı.

1000 ppm formaldehit (HCHO) stok çözeltisi: formaldehit çözeltisinden ( $d=1.07\text{ g/ml}$ , %38 w/w) yaklaşık 2.5 ml alınıp hacmi destile su ile litreye tamamlandı.

### 3.3.1. Formaldehit Stok Çözeltisinin Ayarlanması

İyot ile formaldehit ve tiyosülfat arasındaki tepkimelerden yararlanarak formaldehitin gerçek derişimi geri titrasyon ile bulunabilir.



Yukarıda hazırlanan 1000 ppm stok formaldehit çözeltisinden 20 ml alınıp 25 ml iyot çözeltisi ve 10 ml sodyum hidroksit çözeltisi ile karıştırıldı. İyot ile formaldehitin reaksiyona girmesi için hazırlanan karışım karanlık bir yerde 15 dakika bekletildi. Üzerine 15 ml 1M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisi ilave edilerek iyot çözeltisinin fazlası sodyum tiyosülfat çözeltisi ile geri titre edildi. Titrasyonun sonuna doğru 3 ml kadar niřasta indikatör çözeltisi ilave edilerek koyu mavi renk elde edene kadar titrasyona devam edildi. Tanık deney için formaldehit çözeltisi yerine 20 ml destile su kullanarak aynı işlem tekrarlandı.

Titrasyon sonuçları ve titrasyon sırasında oluşan tepkimelerden yararlanarak formaldehit stok çözeltisinin gerçek derişimi aşağıdaki eşitlikten hesaplandı.

$$C(\text{HCHO}) = (V_0 - V) \cdot 15 [C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)] \cdot 1000 / 20$$

Burada ;

$C(\text{HCHO})$  : formaldehitin derişimi, mg/l

$V_0$  : tanık deneyi için kullanılan sodyum tiyosülfat çözeltisinin hacmi, ml

$V$  : deney için kullanılan sodyum tiyosülfat çözeltisinin hacmi, ml

$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ : Sodyum tiyosülfat çözeltisinin derişimi, mol/l

Ayarlanmış formaldehit çözeltisi kullanılarak derişimi 15 ppm olan ara stok çözeltisi ve ara stok çözeltiden de derişimi 0.0, 0.75, 1.5, 3.0, 7.5 ve 15 ppm olan standart çözeltiler hazırlandı.

### 3.4. Örnek Alma

Sunta örnekleri, sunta levhalarının her iki ucundan 50 mm genişliğindeki şeritler kesilip atıldıktan sonra geri kalan kısımdan alındı. Levhanın rutubet miktarının belirlenmesi ve perforatör ile ayırma işlemi için yaklaşık kütlesi 500g olan 25x25xlevha kalınlığı(mm) boyutlarındaki örnekler alındı. Sunta levhadan alınan örnekler, oda sıcaklığında hava sızdırmaz bir şekilde depolandı. Formaldehit tayini, numune aldıktan sonra 72 saat içinde yapıldı.

### 3.5. Sunta Örneklerinde Rutubet Miktarının Tayini

En az dört parçadan oluşan sunta örneğinin (25x25mm) rutubet içeriği iki defa tayin edildi. Bunun için örnekler saat camı üzerinde sabit kütleye ulaşıncaya kadar (yaklaşık 12 saat)  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  sıcaklıkta bir etüvde kurutuldu. Etüvden çıkartılan örnekler bir desikatörde soğutulduktan sonra analitik terazide tartıldı.

Sunta örneğinin rutubet miktarı, H (kütlece %w/w), şu formülle hesaplandı.

$$H = (m_0 - m_1) \cdot 100 / m_0$$

Burada ;

$m_0$  : örneğin kurutmadan önceki kütlesi, g

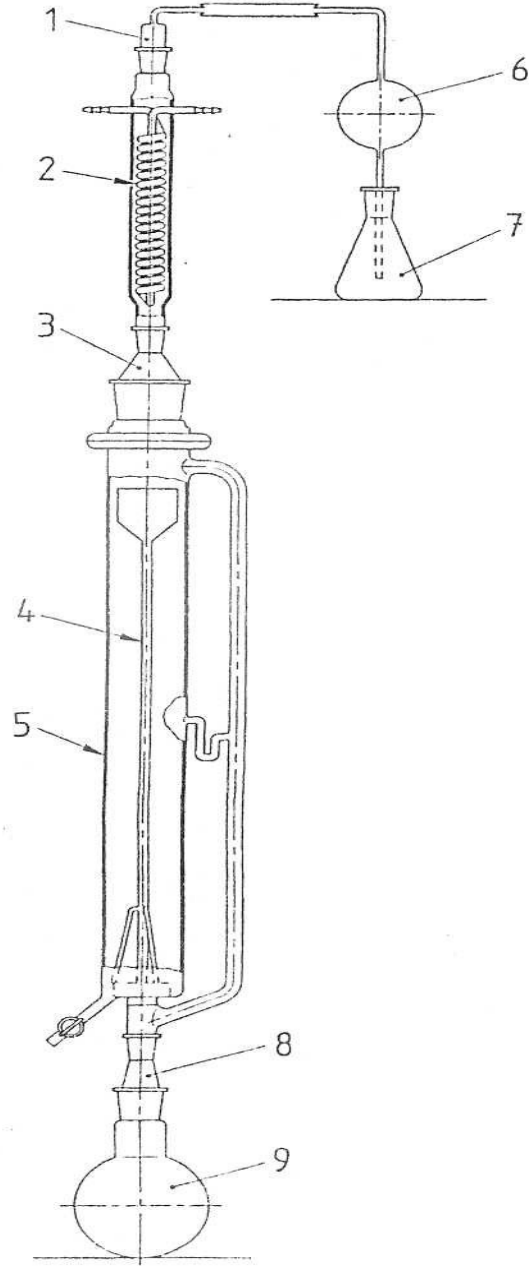
$m_1$  : örneğin kurutulduktan sonraki kütlesi, g

### **3.6. Perforatörde Ekstraksiyon**

Bu çalışmada ekstraksiyon için Şekil 3.3 görülen ekstraksiyon cihazı kullanıldı. Cihazın ayrıntısı Şekil 3.4 de verilmiştir.

Yaklaşık 110g civarındaki örnek, analitik terazide tartıldıktan sonra yuvarlak dipli bir balon içine yerleştirildi ve üzerine 600 ml toluen ilave edildi. Balon içindekilerle birlikte bir perforatöre bağlandı. Yaklaşık 1000 ml damıtık su, sifon ağzı ve suyun yüzeyi arasında 20-30 mm'lik bir boşluk kalacak şekilde perforatör bağlantısının içine döküldü. Sonra soğutucu ve gaz emme parçası bağlandı. Gaz absorpsiyon aletinin emme borusu yaklaşık 100ml damıtık su ile dolduruldu ve perforatöre bağlandı. Perforatör bir araya getirildiği zaman soğutma suyu ve ısıtma açılır. Toluene dakikada 70-90 damlalık bir geri akış hızı ile ayırmanın başından sonuna kadar düzenli olarak geriye akıtıldı. Ekstraksiyon işlemi sırasında ve sonrasında, düzeneğin diğer parçalarının içine emme borusundan geriye suyun akmamasına dikkat edildi. Ekstraksiyon, ilk hava kabarcıkları filtre kapağından geçtiği andan başlayarak iki saat içinde yapıldı. Isıtma, ısıtma cihazı açıldıktan sonra 20-30 dakika arasında kaynama meydana gelecek şekilde yapıldı. Bu iki saatlik ısıtmadan sonra cihaz kapatıldı ve gaz emme şişesi ayrıldı. Perforatördeki su, oda sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra kapatma musluğu vasıtası ile erlen içerisine aktarıldı. Perforatör, her defasında 200 ml'lik damıtık su ile iki defa çalkalandı, çalkalanılan su erlen içerisine döküldü ve toluen atıldı. Gaz absorpsiyon aletinin emme şişesindeki su, erlene döküldü, sonra erlendeki suyun hacmi damıtık su ile 2000 ml' ye tamamlandı.

Tanık deneyi için yukarıdaki ekstraksiyon işlemleri, numuneler olmaksızın tekrarlandı.



1)Traşlı cam bağlantı 29 / 32

2)Soğutucu

3)Traşlı cam bağlantı 45 / 40 - 71 / 51

4) cam filtre

5)perforatör bağlantısı

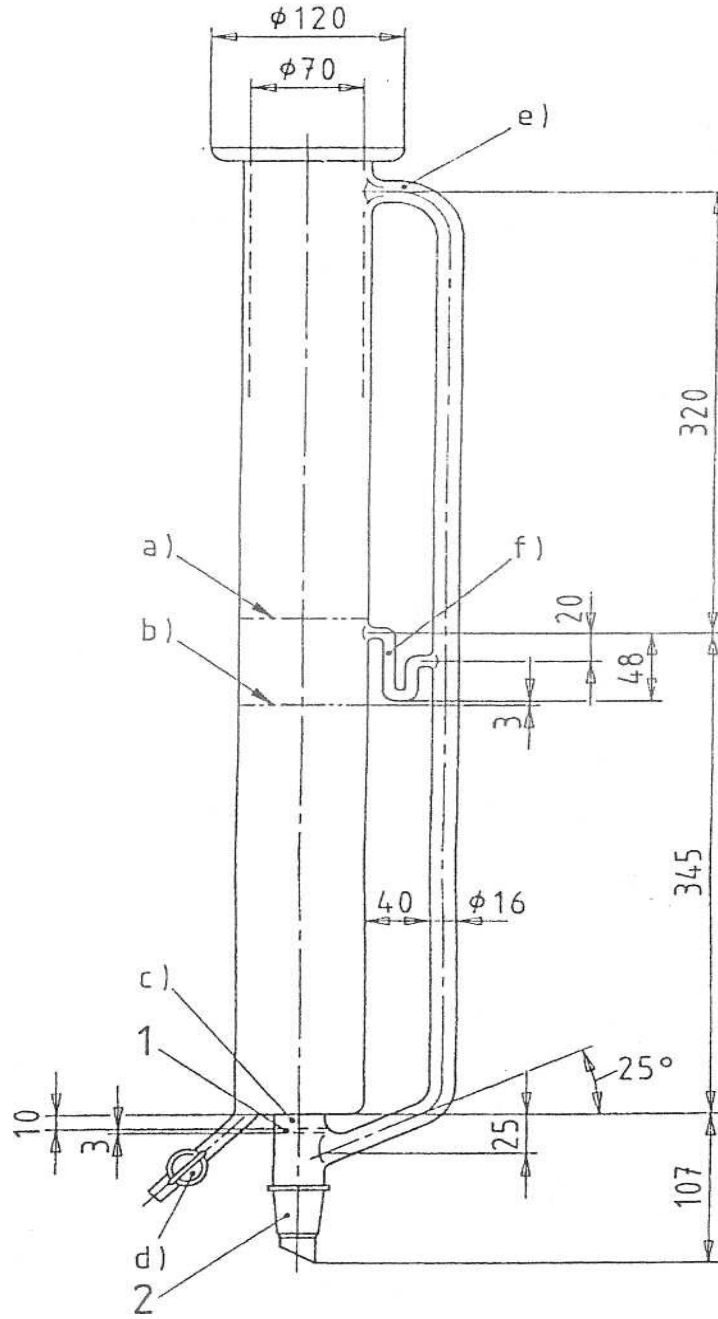
6) Balon tüp (çift)

7) Erlen 250 mL

8) Traşlı cam bağlantı 29 / 32 - 45 / 40

9) Yuvarlak dipli cam balon 1000 mL 45 / 40 soketli

Şekil 3.3. Ekstraksiyon Cihazı ( Ölçüler mm'dir. )



1)Kör levha

2) Standart 29/32

a)Toluen seviyesi

b) maksimumu su seviyesi

c) Her yandaki delik, 4  $\phi$

d) Akıtma musluğu, 4  $\phi$

e) Yan kol

f) Sifon tüp, 8  $\phi$

Şekil 3.4. Perforatör Bağlantı ( Ölçüler mm'dir. )

### 3.7. Ekstrakttaki Formaldehit Miktarının Tayini

Sulu ekstraksiyonun formaldehit muhtevası asetil aseton metodu kullanılarak spektrofotometrik ve fotometrik olarak tayin edildi. Tayin, sulu formaldehitin amonyum iyonları ve asetilasetonun Handtzech reaksiyonu ile diasetildihidrotoludin (DDL) oluşturmaya dayanır. DDL 412 nm'de bir absorpsiyon maksimumuna sahiptir. Reaksiyon formaldehit için oldukça spesifiktir. Bu çalışmada, UV spektrofotometrede 412 nm'de ve menekşe lazer diyotlu fotometrede ise 405 nm dalga boyunda ölçüm yapıldı.

Bir pipet ile yukarıda anlatıldığı gibi elde edilen 2000 ml'ye seyreltilmiş ekstraktan 10 ml, 50 ml'lik bir tüpe alındı ve üzerine yukarıda hazırlanan 10 ml asetilaseton çözeltisi ve 10 ml amonyum asetat çözeltisi ilave edildi. Tüp kapatılıp çalkalandı ve 40°C lik bir su banyosunda 15 dakika ısıtıldı. Oluşan yeşilimsi-sarı çözelti ışığın etkisine karşı korunarak oda sıcaklığına kadar soğutuldu (yaklaşık 1 saat). Bu çözeltinin absorbansı menekşe lazer diyotlu fotometrede damıtık suya karşı 405 nm dalga boyunda ve UV spektrofotometrede ise 412 nm'de tayin edildi.

Ekstrakte uygulanan işlemlerin aynısı yukarıda hazırlanan standart çözeltilere uygulanarak elde edilen çözeltilerden ayar eğrisi oluşturuldu. Hacmi 50 ml olan bir tüpe 10ml formaldehit standart çözeltisi, 10ml asetil aseton ve 10ml amonyum asetat çözeltisi konarak ağzı kapatılıp çalkalanır ve sıcaklığı 40°C olan bir su banyosunda 15 dakika ısıtılır. Oluşan yeşilimsi-sarı çözelti ışığın etkisine karşı korunarak oda sıcaklığına kadar soğutulur (yaklaşık 1 saat). Standart çözeltilerin absorbansları menekşe lazer diyotlu fotometrede damıtık suya karşı 405 nm dalga boyunda ve UV spektrofotometrede ise 412 nm'de tayin edildi.

### 3.8. Doğruluk ve Tekrarlanabilirlik Çalışması

Doğruluk çalışması için ayar eğrisinin ortasına düşecek şekilde aynı derişimde 7 tane standart hazırlanıp absorbans değerleri ölçüldü. s standart sapma, N ölçüm sayısı,  $\bar{X}$  ortalama değer ve t kritik değer olmak üzere  $\bar{X} \pm \frac{t.s}{\sqrt{N}}$  formülü ile güven aralığı

hesaplandı. Cihazın tekrarlanabilirliğini bulmak için standart bir çözelti hazırlanıp 12 defa

absorbansı ölçüldü. N ölçüm sayısı,  $x_i$  ölçülen değer ve  $\bar{x}$  ölçüm ortalaması olmak üzere

standart sapma,  $s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$  formülünden hesaplandı.

## 4. BÖLÜM

### SONUÇ VE TARTIŞMA

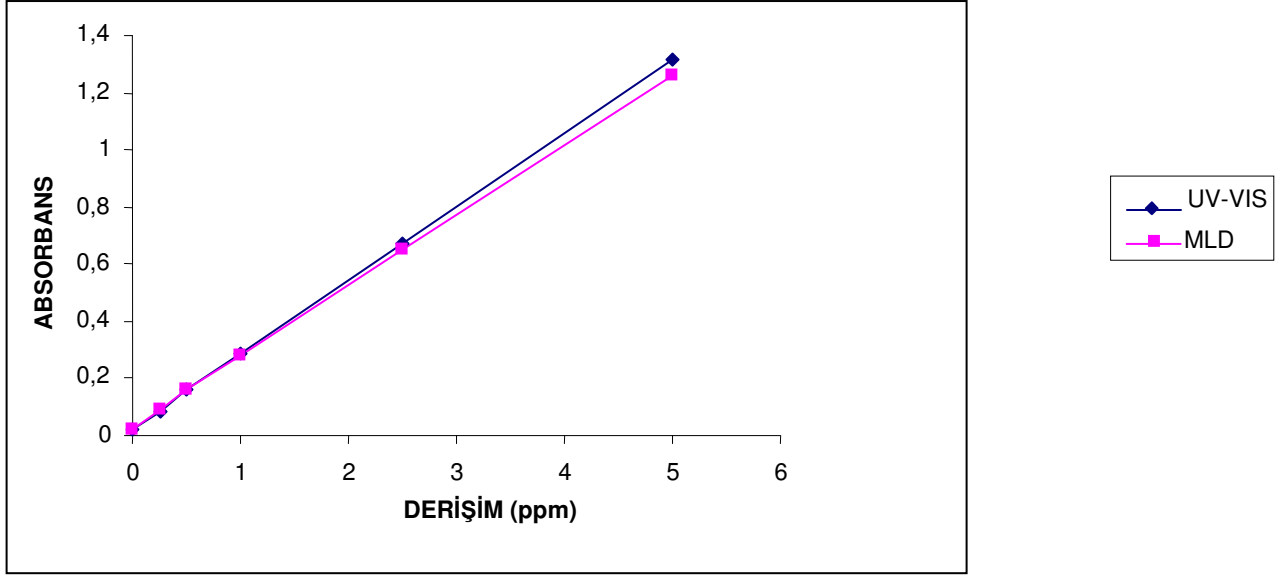
Sunta örneklerindeki ölçülen nem miktarı Tablo 4.1 de verilmiştir.

**Tablo 4.1:** Değişik Sunta Örneklerindeki Nem Miktarı

<u>Sunta örneği</u>	<u>Kısaltılmış ismi</u>	<u>nem oranı (%)</u>
Sepal firmasının 12 mm kalınlıktaki	Sepal 12	8
Sepal firmasının 18 mm kalınlıktaki 1. sınıf	Sepal 18-1	9
SFC firmasının 8 mm kalınlıktaki	SFC 8	8
Foça firmasının 18 mm kalınlıktaki 2. sınıf	Foça 18-2	8,5
SFC firmasının 12 mm kalınlıktaki 2. sınıf	SFC 12-2	8
Foça firmasının 18 mm kalınlıktaki 1. sınıf	Foça 18-1	8
SFC firmasının 12 mm kalınlıktaki 3. sınıf	SFC 12-3	9
Sepal firmasının 18 mm kalınlıktaki 2. sınıf	Sepal 18-2	9
Starwood firmasının 12 mm kalınlıktaki	Starwood 12	10

UV-VIS Spektrofotometre ve menekşe lazer diyotlu fotometre (MLD) kullanılarak yapılan formaldehit tayininde elde edilen ayar eğrileri Şekil 4.1’de görülmektedir. Her iki cihazda

kullanılan ayar eğrilerine ait ölçütler Tablo 4.2 de verilmiştir. Her iki cihaz için elde edilen ayar eğrilerinin birbirinden çok farklı olmadığı görülmektedir.



Şekil 4.1. Suntuada Formaldehit Tayini ve UV-VIS Spektrofotometre ile Menekşe Lazer Diyotlu Fotometrenin Ayar Eğrilerinin Karşılaştırılması

**Tablo 4.2.** Suntada Formaldehit Tayini ve UV-VIS Spektrofotometre ile Menekşe Lazer Diyotlu Fotometrenin Ayar Eğrilerinin Karşılaştırılması

Ölçüm Sistemi	Formaldehit mg/L	Absorbans	Standart Ayar Eğrilerinin Korelasyonu
UV-VIS	0.00	0.018	
	0.25	0.087	r=0.9999
	0.50	0.159	a=0,0245
	1.00	0.287	b=0.2585
	2.50	0.672	
	5.00	1.315	
Menekşe Lazer	0.00	0.020	
Diyotlu Fotometre	0.25	0.090	r=0.9999
	0.50	0.162	a=0,0303
	1.0	0.281	b=0,2470
	2.50	0.652	
	5.00	1.262	

Doğruluk çalışması için ayar eğrisinin ortasına düşecek şekilde aynı derişimde 7 tane standart hazırlanıp absorbans değerleri ölçüldü. Bulunan sonuçlar Tablo 4.3 de verilmiştir.

Tablo 4.3. Suntada UV-VIS Spektrofotometre ve MLD Fotometre ile Formaldehit Tayini

Ölçüm Sistemi	Gerçek Formaldehit Derişimi $\mu$ , mg/L	Bulunan Formaldehit Derişimi, mg/L $\bar{X} \pm \frac{t.s}{\sqrt{N}}$	% Bağıl Hata, $\frac{(\mu - \bar{x})100}{\mu}$
UV-VIS Spektrofotometre	1.50	1.51±0.03	0.67
MLD Fotometre	1.50	1.52±0.04	1.33

N: 7 P=0.95

Cihazın tekrarlanabilirliğini bulmak için standart bir çözelti hazırlanıp 12 defa absorbansı ölçüldü. Ölçüm sonucu tekrarlanabilirliğin ölçüsü olan standart sapma değeri,  $s = \pm 0.02$  ppm bulundu. Bulunan standart sapma, formaldehit ölçümünde cihazın tekrarlanabilirliğinin iyi olduğunu göstermektedir.

Çeşitli suntalardaki formaldehit miktarları menekşe lazer diyotlu fotometre ile tayin edilmiş olup sonuçlar Tablo 4.4 de verilmiştir. Analiz edilen sunta örnekleri formaldehit miktarına göre sınıflandırılmış olup sonuçlar Tablo 4.4 de verilmiştir. Tablodaki değerlerden Foça firmasının ürettiği Foça 18-1, Sepal firmasının ürettiği Sepal 18-1 ve Sepal 12, Starwood firmasının ürettiği Starwood 12 ve SFC firmasının ürettiği SFC 8 suntalarının E1 sınıfında; Sepal firmasının ürettiği Sepal 18-2 ve Foça firmasının ürettiği Foça 18-2 suntalarının E2 sınıfında; SFC firmasının ürettiği SFC 12-2 ve 12-3 türü suntaların ise E3 sınıfında olduğu bulunmuştur.

**Tablo 4.4.** Çeşitli sunta örneklerinde menekşe lazer diyotlu fotometre ile ölçülen formaldehit miktarları

Sunta örneği	Formaldehit miktarı (mg/100g sunta)	Formaldehit miktarına göre sunta örneklerinin sınıflandırılması
Sepal 12	0.0	E1
Sepal 18-1	0.5	E1
SFC 8	0.1	E1
Foça 18-2	21.7	E2
SFC 12-2	79.1	E3
Foça 18-1	3.3	E1
SFC 12-3	73.3	E3
Sepal 18-2	23.2	E2
Starwood 12	0.7	E1

Bu çalışmada kullanılan menekşe lazer diyotlu filtresiz fotometrenin formaldehitin analizinde uygunluğu görülmüştür. Oluşturulan düzenek ticari olarak henüz üretilmemiştir. Menekşe lazer diyotlu fotometre ile suntuadaki formaldehit tayini değerlerinin UV-VIS spektrofotometre ile elde edilen değerlerle uyum içinde olduğu bulunmuştur. Bulunan güven aralıkları ve standard sapma değerleri her iki cihaz için küçüktür. Korelasyon katsayıları ise dört dokuzlu değerlere yakındır.

Sonuç olarak bölümümüzde geliştirilen menekşe lazer diyotlu fotometre ile formaldehit ölçümünün uygun bir yöntem olduğu bulunmuştur.

**KAYNAKLAR**

1. Otson,R., Fellin, P., Characterization and cycling, In: Nriagu, J.O. (Ed), Gaseous Pollutants, John Wiley and Sons, New York, 335-421, 1992.
2. Kelly, T.J., Smith, D.L., Satola, J., Emission rates of formaldehyde from materials and consumer products found in California homes, Environ. Sci. Technol. 33, 81-88, 1999,
3. Kavvouras, P.K., Koniditsiotis, D., Petinarakis, J., Resistance of cured urea-formaldehyde resins to hydrolysis: a Method of evaluation, Holz Roh. Werkst., 52, 105-110, 1998.
4. Pickrell, J.A., Griffis, L.C., Mokler, B.V., Hobbs, C.H., Kanapilly, G.M., Bathija, A., Formaldehyde release rate coefficients from selected consumer products. In: Meyer,B., Andrews, B., Reinhardt, R.M. (Eds.), Symposium Series, Formaldehyde release from wood products. American Chemical society Symposium Series No. 385, Washington, DC, 40-51, 1986.
5. Kim, S., and Kim, H.J., Comparison of Standard methods and gas chromatography method in determination of formaldehyde emission from MDF bonded with formaldehyde-based resins, Bioresource Technology, 96, 1457-1464, 2005.
6. Kim, S., Kim, H.J., Curing behaviours and and viscoelastic properties of pine and wattle tannin-based adhesives by dynamic mechanical thermal analysis and FTIR-ATR microscopy study, J. Adhes. Sci. Technol., 17, 1369-1383, 2003.
7. Kim, S., Kim, H.J., Evaluation of formaldehyde emission of pine and wattle tannin-based adhesives by gas chromatography, Holz Roh. Werkst, 62, 101-106, 2004.
8. Pizzi, A., Advanced Wood Adhesives Technology, Marcel Dekker, New York, 19-88, 1994.
9. Pizzi, A., Tekely, P., Panamgama, L.A., A different approach to low formaldehyde emission aminoplastic wood adhesives, Holz Roh. Werkst. 50, 481-485, 1996.
10. Jahromi, S., The storage stability of melamine formaldehyde resin solution: III. Storage at elevated temperatures, Polymer, 40, 5103-5109, 1999.
11. Coullerez, G., Leonard, D., Lundmark, S., Mathieu, H.J., XPS and ToF-SIMS study of freeze-dried and thermally cured melamine-formaldehyde resins of different molar ratios, Surf. Interface Anal. , 29, 431-443, 2000.

12. Rishole-Sundman, M., Wallin, N., Comparison of different laboratory methods for determining the formaldehyde emission from three layer parquet floors, Holz Roh. Werkst., 57, 319-324, 1999.
13. Roffael, E., Progress in the elimination of formaldehyde liberation from particleboard, In: Proceedings of the International Particleboard Composite Materials 12th Symposium, Washington State University, Pulman, Washington, pp.233-249, 1978.
14. Roffael, E., Mehlhorn, L., Einfluß der randbedingungen bei der bestumming des extrahierbaren formaldehyds in holzpanplatten nach der perforatormethode, Holz Roh. Werkst. , 38, 85-88, 1980.
15. Şahin,U., Ülgen,A., Kekeç,A., Gökmen,A., Real-Time Monitoring of Indigo Concentrations in Dyebath Using Laser Diode Spectrometer, Textile Research Journal, 74(3),193-197, 2004
16. Ülgen, A., Kartal, Ş., Elçi,L., Gökmen, A., Laser diyotla monokromatörsüz moleküler absorpsiyon ölçümü, DOĞA Türk Kimya Dergisi, 16, 38-44, 1992.
- 17.Nakamura, S., InGaN-based violet laser diodes, Semicond. Sci. Technol., 14, R27 R40, 1999.

**EKLER****EK-1: 405nm Thermo-Electrically Cooled Laser Diode Modules****Specifications (Photonic Model 300-0650-00)****ITEM / PART no. 300-0650-00 300-0651-00 300-0652-00**Wavelength: 405nm  $\pm$ 10nm 405nm  $\pm$ 10nm 405nm  $\pm$ 10nm

Output Power 4.0mW 25.0mW 50.0mW

Power Stability &lt;1% &lt;1% &lt;1%

Beam Size 2 4.4 x 1.4 mm 4.4 x 1.4 mm 4.4 x 1.4 mm

Beam Divergence 0.4 x 0.6 mrad 0.4 x 0.6 mrad 0.4 x 0.6 mrad

RMS Noise &lt;1% &lt;1% &lt;1%

Operating Voltage +6.5V  $\pm$  0.1V DC +6.5V  $\pm$  0.1V DC +6.5V  $\pm$  0.1V DC

Operating Current 2.5A maximum (laser diode 500mA maximum)

Ambient Temp. Range +100C to +300C (non-condensing)

Temperature Stability  $\pm$  0.050C  $\pm$ 0.050C  $\pm$ 0.050C

Setpoint Temp. Range 3 +180C to +250C +180C to +250C +180C to +250C

Analogue Modulation 0Hz to 10kHz - low=approx 0% high=100%

Digital Modulation (TTL input) ON/OFF DC to &gt; 5MHz (chip rate)

Mechanical 38mm  $\pm$  0.1mm diameter, 165mm length

Warranty Period One year One year One year

**Key features**

- Visible light  $\lambda$ = 405nm
- Elliptical beam

- Output powers up to 50mW
- Exceptional wavelength & power stability
- Active temperature control
- Increased laser diode lifetime
- User adjustable optics

### **Applications**

- High resolution printing
- Spectroscopy & microscopy
- Biomedical instrumentation
- Genomics

The 300-0650-00 series of thermo-electrically cooled, (TEC), laser diode modules produce an elliptical output beam in the visible 405nm violet wavelength band and output powers from 4mW to 50mW. The TEC laser diode module incorporates microprocessor based temperature control electronics, thermo electric cooler, heatsink and fan that enable the laser diode temperature to be controlled to a set point temperature between +180C to +250C, (user adjustable), and with a stability of  $\pm 0.050\text{C}$ . This accurate temperature control, together with user adjustment of the laser diode drive current, enables the laser to be tuned to a region where mode hopping and RMS noise are significantly reduced or eliminated. Accurate temperature control also produces excellent wavelength and power stability and cooling the laser diode to 180C significantly increases laser diode lifetime. All violet, blue, UV, red and infrared TEC laser diode modules in the range offer low and high temperature automatic shut-off protection, analogue and digital modulation capability and safety interlock as standard.

## **PHOTONIC PRODUCTS GERMANY**

Telefon: +49 (0) 8142 / 669 8364

E-mail: salesgermany@photonic-products.com

www.photonic-products.com

### **NOTES**

1. Output power is user adjustable from maximum figure indicated above down to 0mW. Adjustment is made via trim pot accessed through module housing.

2. Output beam is user adjustable, but is factory set for collimation. Adjustment is made using tool provided.

3. Setpoint temperature is user adjustable and laser diode temperature can be set anywhere in the range +180C to +250C. Setpoint temperature is factory set to 180C.

Specifications subject to change without notice. E&OE

### **CLASS II**

“Caution”, visible laser light less than 1.0mW. Considered eye safe, normal exposure to this type of

beam will not cause permanent damage to the retina.

### **CLASS IIIR**

“Danger”, visible laser light between 1.0mW and 5.0mW. Considered eye safe with caution. Focusing

of this light into the eye could cause some damage.

### **CLASS IIIB**

“Danger”, infrared (IR), and high power visible lasers considered dangerous to the retina if exposed.

**NB:** It is important to note that while complying with the above classifications, unless otherwise

stated, our laser diode products are not certified and are designed solely for use in OEM products.

The way in which the device is used in the final product may alter its original design classification,

and it is the responsibility of the OEM to ensure compliance with the relevant standards.

## ÖZGEÇMİŞ

**Adı Soyadı** : Fazlı ÖZAYHAN  
**Ana Adı** : Hikmet  
**Baba Adı** : Mustafa  
**Doğum Yeri Ve tarihi** : Kayseri – 1979

İlk, orta öğrenimini ve liseyi Kayseri’de tamamladıktan sonra 1997 yılında Cumhuriyet Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü’nü kazandı. 1998 yılında ise yatay geçişle Erciyes Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü 2. sınıfa geçti. Bu bölümden Haziran – 2001’de üçüncülükle mezun oldu. Askerliğini 2002 yılında yaptıktan sonra Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü’nde yüksek lisans eğitimine 2003 yılında başladı. Kimyager olarak Arı Boya Kimya Sanayi’nde 2 yıl, Merkez Çelik A.Ş.’de 1,5 yıl çalıştıktan sonra şuan Mondı Yatak ve Yorgan A.Ş.’de Kalite Güvence Şefi olarak görev yapmaktadır.

### İletişim Bilgileri:

Adres: Yenidoğan Mah. Fatih Siteleri B Blok No:10/26 Talas/KAYSERİ

Ev Tel: 0352 4379448

İş Tel: 0352 3220681

e-mail: [fozayhan@mondi.com.tr](mailto:fozayhan@mondi.com.tr)