

## BUĞDAY (*Triticum aestevum* L.) SAPI SODA-OKSİJEN KAĞIT HAMURUNUN KİMYASAL VE KRİSTAL YAPISI İLE OPTİK ÖZELLİKLERİ ARASINDAKİ İLİŞKİLER

Esat GÜMÜŞKAYA, Zehra SERİN, Sedat ONDARAL, Derya USTAÖMER  
KTÜ Orman Fakültesi, Orman Endüstri Mühendisliği Bölümü, 61080, TRABZON

Geliş Tarihi: 06.01.2003

**Özet:** Buğday (*Triticum aestevum* L.) sapından soda-oksijen yöntemiyle elde edilen kağıt hamurları hipoklorit (H) ve peroksit (P) ile iki kademeli ağartma işlemine tabi tutulmuştur. Pişirme ve ağartma işlemleri boyunca amorf yapılı bileşenlerin hammadde ve kağıt hamuru bünyesinden uzaklaştırılmasıyla birlikte kristalen yapı özelliklerinde artış olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, pişirme ve ağartma işlemleri sırasında her bir kademedan alınan kağıt hamuru örneklerinden elde edilen kağıt safihalarının optik özellikleri belirlenmiştir. Sonuç olarak; soda-oksijen yöntemiyle elde edilen kağıt hamurlarının HP kademeleri ile ağartıldığında kristalen özelliklerinin artmasına bağlı olarak optik özelliklerinin geliştiği tespit edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Soda-oksijen pişirmesi, selüloz, kristallik derecesi, buğday samanı, x-ışını.

### RELATIONSHIP BETWEEN CRYSTALLINE STRUCTURE AND OPTICAL PROPERTIES OF WHEAT (*Triticum aestevum* L.) STRAW SODA-OXYGEN PULP

**Abstract:** In this study; pulp was produced with soda-oxygen process by using wheat (*Triticum aestevum* L.) straw as raw material and this pulp bleached with hypochloride (H) and peroxyde (P) stages. It was found that crystalline properties of unbleached and bleached pulp samples increased by removing amorphous components. In addition, paper sheets made from unbleached and bleached soda-oxygen pulp and determined their optical properties. Consequently; while crystalline properties of pulp samples was rising with HP bleaching, it was determined that optical properties of paper sheets improved with bleaching.

**Keywords:** Soda-oxygen pulping, cellulose, crystallinity, wheat straw, x-ray.

## 1. GİRİŞ

Son yıllarda dünyada ve ülkemizde azalan orman varlığına bağlı olarak, kağıt endüstrisi alternatif hammadde kaynakları arayışına girmiştir. Bu kaynakların başında da yıllık bitki sapsarı gelmektedir. Yıllık bitki sapsarı, gözenekli ve zayıf yapısı ve düşük lignin içeriğine sahip olması sebebiyle kağıt hamuru üretimi için oldukça uygun özelliklere sahiptir (1,2). Ayrıca, yıllık bitki sapsarının yoğunluk değerleri (buğday sapsarı, 0.17-0.20 g/cm<sup>3</sup>) kağıt endüstrisinde kullanılan odunlara (0.30-0.60 g/cm<sup>3</sup>) oranla daha düşüktür. Bu özellik pişirme çözeltisinin yıllık bitki sapsarının bünyesine oduna göre daha kolay penetre olması açısından önemlidir (3,4).

Kağıt hamuru üretiminde kullanılan pişirme tekniklerinin daha verimli hale getirilmesi, ekonomik olması ve çevreye olan olumsuz etkilerinin en aza indirilmesi için bir çok çalışma yapılmaktadır. Yıllık bitkiler için soda-oksijen yöntemi bunlardan biri olup, geleneksel soda ve sülfat pişirme tekniklerine göre bazı avantajlara sahiptir. Bunlar;

- Daha seçici bir delignifikasyon sağlaması,
- Elde edilen hamurun parlaklığının yüksek olması,
- Bu yöntemle elde edilen kağıt hamurlarının daha düşük kimyasal madde tüketimi ile ağartılabilmesi,
- Kükürtsüz bir pişirme yöntemi olarak su ve hava kirlenmesini azaltmasıdır (5,6).

Bu çalışmada; buğday sapsarından soda-oksijen yöntemiyle kağıt hamuru elde edilmiş olup, daha sonra elde edilen kağıt hamuru sırasıyla hipoklorit ve peroksit ağartma işlemine tabi tutulmuştur. Uygulanan pişirme ve ağartma kademelerinden alınan kağıt hamuru örneklerinin kimyasal bileşimi ve kristal yapı özellikleri ile bu hamurlardan elde edilen kağıt safihalarının optik özellikleri tespit edilmiştir. Buğday sapsarına uygulanan pişirme ve ağartma

işlemleri sırasında uygulanan kimyasal işlemlerin, belirlenen bu özellikler üzerine etkileri incelenmiş ve sonuçları ortaya konmuştur.

## 2. MATERYAL

Kağıt hamuru üretimi için Konya ilinden sağlanan buğday sapsları kullanılmıştır. Kağıt hamuru üretimi için soda-oksijen yöntemi seçilmiş olup üretilen kağıt hamurları hipoklorit ve peroksit kademeli ağartma işlemine tabi tutulmuştur. Uygulanan pişirme ve ağartma koşulları aşağıdaki gibidir:

PIŞİRME	HİPOKLORİT AĞARTMASI	PEROKSİT AĞARTMASI
Alkali oranı : %16	Konsantrasyon : %10	Konsantrasyon : %16
Sıcaklık : 120 <sup>0</sup> C	Aktif klor : %1.5-2	Süre : 60 dak.
Süre : 30 dak.	Süre : 60 dak.	Sıcaklık : 70 <sup>0</sup> C
Çözelti/sap oranı : 5/1	Sıcaklık : 38 <sup>0</sup> C	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> oranı : %25
O <sub>2</sub> basıncı : 7 kg/cm <sup>2</sup>	Etkili klor miktarı : 226.94 g/l	NaOH oranı : %3.0
Maks. sıcaklığa çıkış : 20 dak.		MgSO <sub>4</sub> oranı : %0.5

## 3. METOT

### 3.1. Kimyasal ve Optik Özelliklerin Belirlenmesi

Buğday sapslarının holoselüloz tayini Klorit yöntemine, selüloz tayini Kürschner-Hoffner yöntemine , alfa selüloz tayini TAPPI O5-203 71 standardına ve lignin tayini TAPPI T13 m-54 standartlarına göre belirlenmiştir. Kağıt hamurlarının viskozitesi SCAN-CM 15:88 standardına, kappa numarası SCAN C1:59 standardına göre tespit edilmiştir (7,8).

Buğday sapslarından soda-oksijen yöntemi, hipoklorit ve peroksit ağartma yöntemlerinin uygulanması sırasında her bir kademedan alınan hamur örnekleri lif açıcıda açılarak, Frank Rapid Köthen laboratuvar tipi kağıt makinesinde deneme kağıtları üretilmiştir. Optik özellikler Elrepho 3300 serisi alet ve ColorTools QC yazılımı ile belirlenmiştir. Parlaklık R457/TAPPI 525 değerine, sarılık indisi ASTM E-313 değerine göre hesaplanmıştır. Absorpsiyon katsayısı (k, m<sup>2</sup>/kg) ve yansıtma katsayısı (s, m<sup>2</sup>/kg) aynı standart değerler esas alınarak hesaplanmıştır.

### 3.2. Kristal Yapı Özelliklerinin Belirlenmesi

Buğday (*Triticum aestivum* L.) sapslarından soda-oksijen yöntemiyle elde edilen kağıt hamurları sırasıyla hipoklorit ve peroksit kademeleriyle ağartma işlemine uğratılmıştır. Bu kademelerin herbirinden alınan kağıt hamuru örnekleri TAPPI T11 m-45 standardına göre Wiley değirmeninde öğütülmüştür. Daha sonra elde edilen tozlar 40 ve 60 mesh'lik elekten elenerek, 60 mesh'lik elek üzerinde kalan kısım ile x-ışını yardımıyla kristal yapının aydınlatılması çalışmalarında kullanılmıştır. Bu amaçla, her bir kademedan alınan toz örnekler Perkin Elmer marka hidrolik preste 5 000 kg basınç altında, 13 mm çapındaki bir kalıpta yuvarlak tablet haline getirilmiştir.

Kristal yapının belirlenmesi işlemi bilgisayar kontrollü Rigaku 3D/Max marka x-ışını toz difraktometre aletinde gerçekleştirilmiştir. X- ışını kaynağı olarak CuK<sub>α</sub> radyasyonu (λ=0.1542 nm ) kullanılmıştır. Slitlerin pozisyonları 1<sup>0</sup>,1<sup>0</sup> ve 0.15<sup>0</sup> olarak belirlenmiştir. Açısal dağılım 3<sup>0</sup> ve 50<sup>0</sup> arasında alınmış olup, açısal adımlar 0.05<sup>0</sup> olarak seçilmiştir. Belirlenen bu şartlar altında kağıt hamurlarından hazırlanan tabletler için ışın şiddeti değerleri belirlenmiştir.

Kristallik derecesi Ruland metoduna göre belirlenmiştir. Ruland metodu bir maddenin sahip olduğu kristallik derecesini, kristalen kısmındaki termal hareketler ve kristalen yapı

kusurlarına (lattice imperfection) bağlı kalarak hesaplamaktadır. Hesaplamalarda aşağıdaki formüllerden faydalanılmıştır (9).

$$X_{cr} = X_{cr}^l xk$$

$$X_{cr} = \frac{\int_0^{\infty} s^2 I_c(s) d_s \int_0^{\infty} s^2 \overline{f^2} d_s}{\int_0^{\infty} s^2 I(s) d_s \int_0^{\infty} s^2 \overline{f^2} D d_s}$$

Burada;  $X_{cr}$ , kristallik derecesini;  $s = 2 \sin \theta / \lambda$ ;  $s_0$  ve  $s_p$ , integral alt ve üst limitlerini;  $I(s)$ ,  $s$  noktasında örnekten elde edilen x-ışını şiddetini;  $I_c(s)$ ,  $s$  noktasında kristalen bölgeden elde edilen x-ışını şiddeti değerini;  $\overline{f^2}$ , atomik dağılım faktörünün ağırlıklı ortalamalarının karesini ve  $D$  Gauss fonksiyonu ile ifade edilen düzensizlik durumunu ifade etmektedir (10).

$$D = e^{(-ks)}$$

Burada;  $k$ , düzensizlik parametresini ifade etmekte olup yukarıda sözü edilen termal titreşimleri veya değişimler ile kristal örgü kusurlarını içermektedir (11).

Kristalit boyutu Scherrer eşitliği ile hesaplanmıştır. Scherrer eşitliği x-ışınının kristalen bölgelerdeki yansımasıyla oluşan pikleri genişliğini esas alan bir yöntemdir (12). Bu çalışmada kağıt hamurundan (002) düzleminde elde edilen pikin verileri kullanılarak kristalit boyutu tespit edilmiştir.

$$D_{(hkl)} = \frac{k\lambda}{B_{(hkl)} \cos \theta}$$

Burada;  $L_{(hkl)}$ , kristalit boyutu;  $K$ , Scherrer sabitini (0,84);  $\lambda$ , x-ışını dalga boyunu;  $B_{(hkl)}$ , kristalen yansımadan elde edilen pikin genişliği (FWHM);  $\theta_{(hkl)}$ , Bragg açısını ifade etmektedir (10,12).

## 4. BULGULAR

### 4.1. Kimyasal ve Optik Özelliklere Ait Bulgular

Belirtilen standart yöntemlere göre uygulanan işlemler sonucunda buğday (*Triticum aestivum* L) sapı bünyesinde holoselüloz oranı, %72.48; selüloz oranı, %46.81; alfa-selüloz oranı, %38.12 ve lignin oranı, %18.63 olarak tespit edilmiştir. Kağıt hamuru bünyesinde yapılan kimyasal analizler sonucunda elde edilen bulgular Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1. Kağıt hamurlarının bazı kimyasal yapı özellikleri

Kağıt hamuru örnekleri	Viskozite (cm <sup>3</sup> /g)	DP	Kappa numarası	Lignin*, %
Soda oksijen hamuru	603	859	23.43	4.90
Hipokloritle ağartılmış soda oksijen hamuru	562	795	20.86	4.75
Hipoklorit ve peroksit ile kademeli ağartılmış kağıt hamuru	561	794	15.95	2.95

\*TAPPI T13 m-54 standart metoduna göre belirlenmiş lignin içeriği

Pişirme ve ağartma sonucunda elde edilen kağıt hamurlarından yapılan deneme kağıtlarının optik özellikleri standart yöntemlere göre belirlenmiş olup, sonuçlar Tablo 2’de verilmiştir.

Tablo 2. Kağıt hamurlarının optik özellikleri

Kağıt hamuru örnekleri	Parlaklık %	Opaklık %	Sarılık %	Dağılım katsayısı s	Absorpsiyon katsayısı k
Soda oksijen hamuru	44.47	94.10	20.36	28.14	3.71
Hipokloritle ağartılmış soda oksijen hamuru	46.46	93.47	18.94	29.78	3.38
Hipoklorit ve peroksit ile kademeli ağartılmış kağıt hamuru	54.45	91.73	10.73	29.88	2.80

## 4.2. Kristal Yapıya Ait Özellikler

Buğday sapına pişirme ve ağartma işlemi uygulanmasıyla birlikte kristal yapısında meydana gelen değişimler x-ışını difraktometre yöntemiyle tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 3’de sunulmuştur.

Tablo 3. Kağıt hamurlarının kristal yapı özellikleri

Kağıt hamuru örnekleri	Kristallik derecesi, %		Kristalit boyutu nm	d-space nm
	Xcr	k		
Buğday sapı	45.57	2.7	6.4	4.13
Soda oksijen hamur	52.00	2.6	3.4	4.09
Hipokloritle ağartılmış soda oksijen hamuru	52.61	2.4	4.3	3.98
Hipoklorit ve peroksit ile kademeli ağartılmış kağıt hamuru	54.10	3.2	4.6	3.93

\*d-space değeri iki kristal düzlemler arasındaki mesafeyi temsil etmektedir.

## 5. İRDELEME

### 5.1. Kimyasal ve Optik Özellikler Arasındaki İlişkiler

Buğday (*Triticum aestivum* L.) sapslarından soda-oksijen yöntemiyle elde edilen kağıt hamurlarının lignin içerikleri önceden belirtilen standart metotlara göre belirlenmiş olup, Tablo 1’de verilmiştir. Hammadde bünyesinde %18.63 olan lignin oranı, soda-oksijen pişirmesi ile %4.9’a indirilmiştir. Pişirme işleminde delignifikasyon oranının %73.7 olarak gerçekleştiği belirlenmiştir. Elde edilen hamurların lignin oranının hesaplanmasında kullanılan kappa faktörü 0.2 olarak bulunmuştur. Lignin miktarı pişirme işleminden sonra uygulanan hipoklorit ve peroksit kademeli ağartmasından sonra önce %4.75 daha sonra da %2.95’e düştüğü tespit edilmiştir. Bilindiği üzere lignin, uygulanan kimyasal işlemler sırasında alkalin ortamda kromoforik gruplarda meydana gelen değişimler rengi koyulaştırmakta, bu da kağıt hamurunun optik özellikleri bu durumdan olumsuz yönde etkilenmektedir (13,14). Uygulanan ağartma işlemlerinin amacı; kağıdın beyazlığını olumsuz yönde etkileyen amorf yapılu bileşenlerin (lignin ve hemiselüloz) uzaklaştırılmasıdır (15). Tablo 1’de görüleceği üzere kağıt hamuru bünyesinden ligninin pişirme ve ağartma işlemleri sonucunda uzaklaştırılmasıyla birlikte parlaklık ve ışık yansıtma katsayıları artarken; opaklık, sarılık ve absorpsiyon katsayılarının azaldığı görülmektedir.

Sentetik polimerlerin optik özellikleri üzerine önceden yapılan bir çalışmada; kristal yapıya sahip sentetik polimerlerin ışık yansıtma değerlerinin yüksek olduğu, ancak amorf yapıya sahip olanların ise gelen ışığı absorplama yeteneğinin yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışma sırasında ise buğday sapı bünyesinde karışım halinde bulunan kristal yapılu selüloz ile amorf yapılu lignin ve hemiselülozun uygulanan kimyasal işlemler sonucunda kağıt hamuru bünyesinde bulunma oranlarının değişmesi ile birlikte optik özelliklerde meydana gelen değişimler belirlenmiştir. Uygulanan kimyasal işlemler neticesinde amorf ve kristal yapıya sahip doğal polimerlerin kağıt hamuru bünyesinde bulunma oranlarının değişmesiyle birlikte optik özelliklerde değişimler meydana geldiği belirlenmiştir. Belirlenen

bu değişmeler ile sentetik polimerler üzerine yapılan çalışmalar arasında paralelliklerin bulunduğu sonuçlara bakıldığında görülmektedir (16).

Kağıt hamurunun viskozite ve DP değerleri incelendiğinde ise uygulanan kimyasal işlemlerin karbonhidratlar üzerine olan olumsuz etkileri sonucunda düştüğü Tablo 1’de görülmektedir.

## 5.2. Kristal Yapı ve Optik Özellikler Arasındaki İlişkiler

Kağıt endüstrisinde kullanılan hammaddelerin bünyesinde kristalen yapılu selüloz, amorf yapılu hemiselüloz ve lignin ile birlikte değişen oranlarda bulunmaktadır. Değişik odun türleri üzerinde x-ışını difraksiyonu yöntemi ile kristal yapıları üzerine yapılan çalışmalar sonucunda aralarında farklılıkların bulunduğu ancak bu farklılıkların delignifikasyon ve hidrolizden sonra azaldığı belirlenmiştir. Odun türlerinin kristal yapısı arasındaki bu farklılıkların başlangıçta sahip oldukları lignin, hemiselüloz ve diğer kristal yapı göstermeyen bileşenlerden kaynaklandığı öne sürülmektedir (17).

Buğday sapı herhangi bir kimyasal işleme tabi tutulmadan önce hammadde halinde iken kristallik derecesi %45.57 olarak tespit edilmiştir. Soda-oksijen yöntemiyle pişirme sonucunda kağıt hamuru bünyesinde kristallik derecesi %52’ye yükselmiştir. Bu işlemden sonra uygulanan hipoklorit ve peroksit ağartması ile birlikte bu değer önce %52.61’e sonra da %54.10’a yükselmiştir. Daha önceden yapılan bir çalışmada; ladin kullanmak suretiyle sülfat yöntemiyle elde edilen kağıt hamurunun kristallik derecesi hammadde bünyesindeki amorf yapılu lignin ve daha az düzenliliğe sahip karbonhidrat kısımlarının uzaklaştırılmasıyla birlikte arttığı tespit edilmiştir (18). Düzensizlik parametresi (k) hipoklorit ağartması kademesine kadar azalırken, en son ağartma kademe işleminden sonra birden artmıştır. Kristalit boyutu ise pişirme işlemi ile hammaddeye göre azalırken, ağartma işlemleri ile yükseldiği tespit edilmiştir. Kristal düzlemler arasındaki mesafe ise uygulanan kimyasal işlemler ile azaldığı belirlenmiştir. Bu durum hammadde bünyesindeki amorf yapılu bileşenlerin pişirme ve ağartma işlemleri sonucu uzaklaştırılmasıyla ilişkilidir.

Daha önceden yapılan çalışmalar sırasında odundan üretilen kağıt hamuru için kristallik derecesi %60, pamuk için %73, mercerize pamuk için ise %51 olarak tespit edilmiştir (19). Çeşitli kaynaklar incelendiğinde; aynı örnek için farklı kristallik derecelerinin belirlendiği görülmektedir. Bu durum farklı tekniklerin kullanılması, kullanılan kristalen ve amorf standartların farklı olmasından kaynaklanmaktadır (20).

Ağartma sonucunda kağıt hamuru bünyesindeki kristallik derecesinin ve kristalit boyutunun artması ile birlikte; parlaklık ve ışık dağılım katsayısının (s) arttığı ancak sarılık ve ışık absorpsiyon katsayısının (k) azaldığı tespit edilmiştir. Larena ve Pinto’nun rejenere selüloz filmlerinin ışık dağılımı üzerine yaptıkları çalışmada; %57’nin üstünde kristallik derecesine sahip rejenere selüloz filmlerinin ışık dağılım şiddetlerinin yüksek olduğu, bu değerlerin altında kristallik dereceleri için bunun tam tersi olduğu bulunmuştur. Bu durumun kristallik derecesinin artmasıyla birlikte ışık dağılım kaybının azalmasından kaynaklandığı belirtilmiştir. Ayrıca amorf yapıların ışığı daha çok absorplama yeteneğine sahip olduğu yapılan çalışmalar sonucunda ortaya konmuştur (21).

## 6. SONUÇLAR

Kağıt hamuru bünyesinde ağartma işlemi ile birlikte kristalen selüloz oranının artması ve amorf bileşenlerin azalmasıyla birlikte; kristallik derecesi ve kristalit boyutu artmış olup, kristal düzlemler arası mesafe azalmıştır. Buna bağlı olarak da parlaklık ve ışık yansıtma katsayısının (s) arttığı, opaklık, sarılık ve ışık absorpsiyon katsayısının (k) azaldığı belirlenmiştir.

### KAYNAKLAR

1. Usta,M., Eroğlu,H., Soda-oxygen Pulping of Rye Straw, Tappı Pulping Conference, Washington D.C., U.S.A., November, 1-5, 1987, 395-400.
2. Usta, M., Kırıcı, H., Eroğlu, H., Soda-oxygen Pulping of Cornstaks (*Zea mays indurata* Sturt.), Tappı Pulping Conference, Toronto, U.S.A., October, 14-17, 1990, 307-313.
3. Eroğlu, H., Usta, M., Kırıcı, H., Rewiev of Oxygen Pulping Conditions. Some Nonwood Plants Growing in Turkey, Tappı Pulping Conference, Boston, U.S.A., November, 1-5, 1992, 215-222.
4. Deniz, İ., Kırıcı, H., Ateş, S., The Optimization of Wheat Straw (*Triticum aestevum* L.) Kraft Pulping Conditions, 8<sup>th</sup> Meeting of Pulp and Paper Industry of Balkan Countries,Albena, Bulgaria, 2001.
5. Eroğlu, H., O<sub>2</sub>-NaOH Yöntemiyle Buğday (*Triticum aestevum* L.) Saplarından Kağıt Hamuru Elde Etme Olanaklarının Araştırılması, Doçentlik Tezi, Karadeniz teknik Üniversitesi, 1980.
6. Kırıcı, H., Soda-oksijen Yöntemiyle Göl Kamışından (*Phragmites communis* L.) Kağıt Hamuru Üretim Koşularının Belirlenmesi, K.T.Ü Araştırma Fonu Sonuç Raporu, Proje kod no: 95.113.002.6, Karadeniz Teknik Üniversitesi, 1996.
7. Tappı Test Methods, Standart Methods for Pulp and Paper, Technical Association of Pulp and Paper, Tappı Press, Atlanta, 1992.
8. Scan Test Methods, Scandinavian Pulp, Paper and Board Committee, Sweden, 1973.
9. Ruland, W., X-Ray determination of Crystallinity and Diffuse Disorder Scattering, Acta Cryst. 14, 1960.
10. Nakai, Y., Fukuoka, E., Nakajima, S., Morita, M., Physochemical Properties of Crystalline Lactose. I. Estimation of The Degree of Crystallinity and Disorder Parameter by an an X-Ray Diffraction Method, Chem Pharm. Bull, 30 (1982) 1811-1818.
11. Fukuoka, E., Makita, M., Yamamura, S., Preferred Orientation of Crystallite in Tablets. III. Variations of Crystallinity and Crystallite Size of Pharmaceuticals with Compression, Chem. Pharm. Bull, 41 (1993) 475-598.
12. Ahtee, M., Hattula, T., Paakkari, T., An X-Ray Diffraction Methodp for Determination of Crystallinity in Wood Pulp, Paperi ja Puu, 8 (1983) 475-480.
13. Nikitin, N.I., The Chemistry of Cellulose and Wood, Jarusalem, 1966.
14. Eklund, D., Lindström, T. Paper Chemistry, DT Paper Science Publications, Grankula, Finland, 1991.
15. Fengel D., Wegener, G., Wood Chemistry, Ultrastructure, Reactions, Berlin, 1984.

16. Larena, A., Pinto, G., The effect of Surface Roughness and Crystallinity on The Light Scattering of Polyethylene Tubular Blown Films, *Polymer Engineering and Science*, Vol 33, 12 (1993) 742-747.
17. Wada, M., Okano, T., Sugiyama, J., Horii F., Characterisation of Tension and Normally Lignified Wood Cellulose in *Populus Maximowiczii*, *Cellulose*, 2 (1995) 223-233.
18. Evans, R., Newman, R.H., Ute, C.R., Suckling, I.D., Wallis, F.A., Changes in Cellulose Crystallinity During Kraft Pulping. Comparison of Infrared, X-ray Diffraction and Solid State NMR Results, *Holzforchung*, 49 (1995) 498-504.
19. Tripp, V.W., Measurement of Crystallinity, In *Cellulose and Cellulose Derivatives*, Editors: M. Bikales and L. Segal, Wiley Interscience, New York, 1971.
20. Gümüşkaya, E., Kendir (*Cannabis sativa* L.) Soymuk Liflerinden Asidik ve Alkali Ortamlarda Üretilen Kağıt Hamurlarının Kimyasal ve Kristal Yapı Özellikleri, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 2002.
21. Larena, A., Pinto, G., The Effect of Crystallinity on Light Scattering of Regenerated Cellulose Tubular Films, *Polymer Engineering and Science*, Vol 35, 14 (1995) 1155-1160.