

KATYONİZASYON İŞLEMİNİN PAMUKLU KUMAŞLARIN BAZI ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

*Şule S. Uğur¹

Merih Sarıışık²

A. Hakan Aktaş³

¹SDÜ Müh. Mim. Fak., Tekstil Müh. Böl., Isparta

²DEÜ Müh. Fak., Tekstil Müh. Böl., İzmir

³SDÜ Fen-Edeb. Fak., Kimya Bölümü, Isparta

ÖZET

Katyonizasyon işleminin pamuklu kumaşların bazı özelliklerine etkisinin belirlenmesi amacıyla yapılan çalışmada, pamuk liflerinin yüzeyinde katyonik bölgeler oluşturmak için 2,3-epoksiypropiltrimetilamonyum klorür (EP3MAC) kullanılmıştır. Katyonizasyon işleminden geçirilen pamuklu kumaşların FTIR-ATR ve XPS analizleri, beyazlık dereceleri ve sarılık indisleri ile iplik mukavemeti testleri gerçekleştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Katyonizasyon, pamuk, fiziksel özellikler, FTIR-ATR, XPS, mukavemet

THE EFFECT OF CATIONIZATION PROCESS ON SOME PROPERTIES OF COTTON FABRICS

ABSTRACT

For determining the effect of cationization process on some properties of cotton fabrics, 2,3-epoxypropyltrimethylammonium chloride (EP3MAC) were used to create cationic regions on the surface of cotton fibers. FTIR-ATR and XPS analysis, degrees of whiteness and yellowness indices and yarn strength tests were performed for cationized cotton fabrics.

Keywords: Cationization, cotton, physical properties, FTIR-ATR, XPS, strength

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: sule@mmf.sdu.edu.tr

EP3MAC ile pamuk çeşitli reaksiyon koşulları altında reaksiyona girebilmektedir. Pamuğa çektirme, pad-batch (emdirme-bekletme), pad-bake (emdirme-kurutma), pad-steam (emdirme-buharlama), jig-exhaust (jigger-çektirme), jet-exhaust (jet-çektirme) gibi farklı yöntemler ile uygulanabilmektedir. Geçmişte yapılan çalışmalarda, pad-batch, pad-bake, pad-steam, jig-exhaust ve jet-exhaust yöntemleri için reaksiyon etkinliği sırasıyla % 45, 35, 22, 9 ve 3 olarak bulunmuştur [2, 12].

Katyonizasyon işlemi pamuğun kolay boyanabilmesi için kullanılabilir bir yöntem olmakla beraber, pamuğun bitim işlemleri öncesinde kimyasal yüzey modifikasyonu için de kullanılabilir. Yaptığımız daha önceki çalışmalarda katyonizasyon işlemi bir nanofabrikasyon yöntemi olan çok tabakalı kaplama yönteminin ön hazırlığı olarak pamuklu kumaşlara uygulanmıştır. Katyonizasyon işlemi sonucunda yüzeyde elde edilen katyonik yüklü gruplar ile yarı-iletken nanopartiküllerin elektrostatik kuvvetler ile bağlanması sağlanmış ve böylece pamuklu kumaşa fonksiyonel özellikler kazandırılmıştır [15-18].

Katyonizasyon işleminin kumaşların bazı özellikleri üzerine etkisinin belirlenmesi amacıyla yapılan bu çalışmada, katyonizasyon işleminden geçirilen pamuklu kumaşların FTIR-ATR ve XPS analizleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca kumaşların beyazlık dereceleri ve sarılık indisleri belirlenmiştir. İplik mukavemeti değerleri ölçülmüş ve Anova istatistiksel analizi gerçekleştirilmiştir.

2. MATERYAL VE METOD

Çalışmada mercerizasyon ve ağartma işlemleri yapılmış % 100 pamuklu kumaş kullanılmıştır. Pamuklu kumaş bezayağı dokuma, 138,84 g/m² gramaja sahip, 56 çözgü/tel ve 31 atkı/tel sıklığına sahiptir. Pamuklu kumaş, üzerindeki ön terbiye işlemlerinden kaynaklanabilecek iyonik gruplarının uzaklaştırılması amacıyla non-iyonik yıkama maddesi ile yıkama işleminden geçirilmiştir. Pamuklu kumaş, katyonizasyon işleminden önce yaklaşık olarak 18 cm x 25 cm boyutlarında kesilmiştir.

Pamuk liflerinin yüzeyinde katyonik bölgeler oluşturmak için 2,3-epoksipropiltrimetilamonyum klorür (EP3MAC) kullanılarak katyonizasyon işlemi yapılmıştır (Hauser ve Tabba, 2001). Katyonizasyon işlemi için 3-kloro-2-hidroksipropil trimetilamonyum klorür (CHP3MAC, % 65) ve sodyum hidroksit (NaOH, % 50) Aldrich firmasından temin edilmiştir. EP3MAC, CHP3MAC ile NaOH reaksiyonu ile elde edilmiştir. 100 g CHP3MAC ve 45.5 g NaOH 200 ml deiyonize su içerisinde karıştırılmıştır. Bu çözelti pamuklu kumaşa laboratuvar tipi yatay Fulard (Ataç Marka) makinesinde emdirilmiş ve kumaş numuneleri 24 saat standart atmosfer şartları altında (20 °C ve % 65 nem) kilitli numune torbalarında bekletilmiştir. 24 saat sonunda

katyonizasyon işlemi uygulanan pamuklu kumaşlar 60 °C sıcaklıkta etüvde kurutulmuştur.

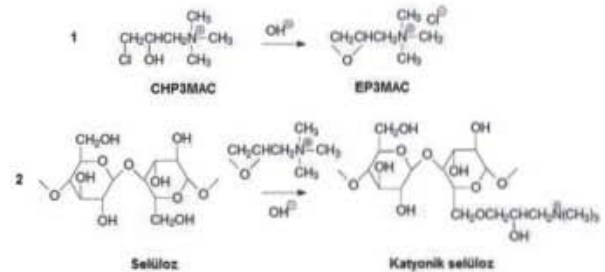
Minolta 3600d marka Spektrofotometre işlem görmemiş ve katyonizasyon işleminden geçirilmiş kumaşların ASTM D 1925 ve ASTM E 313 Standartlarına göre sarılık dereceleri ve D 65 ışık kaynağı kullanılarak Stensby formülüne göre beyazlık indislerinin belirlenmesi amacıyla kullanılmıştır.

Katyonizasyon işleminden geçirilen kumaşların, Mg Kalpa kaynağı (300 Watt, 0,90 eV) kullanılarak genel tarama ve kısmi tarama analizlerinin yapılması için X-ışın Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) kullanılmış ve kumaşların % element analizleri de elde edilmiştir. Fourier İnfrared Transform Spektroskopisi (FTIR) ve ATR objektifi ile kumaş yüzeyinden FT-Raman spektrumlarının alınması Bruker IFS 66/S FTIR marka Fourier İnfrared Transform Spektroskopisi ile gerçekleştirilmiştir. 2 cm⁻¹ çözünürlükte 4000-400 cm⁻¹ dalga boyu aralığında spektrumlar elde edilmiştir.

Lloyd LR5K Plus marka mukavemet ölçüm cihazı ile işlem görmemiş ve katyonizasyon işleminden geçirilmiş kumaşlardan çıkartılan 20 atkı ve 20 çözgü ipliklerinin kopma mukavemeti değerleri TS 245 EN ISO 2062 standardına uygun olarak ölçülmüştür. Çalışmada, atkı ve çözgü ipliklerinin mukavemet test sonuçlarının istatistiksel analizi için SPSS 16.0 İstatistik Paket Programı kullanılmıştır. Katyonizasyon işleminin pamuklu kumaş mukavemeti üzerine etkilerinin karşılaştırılmasında sonuçların değerlendirilmesi için One way-ANOVA testi uygulanmıştır.

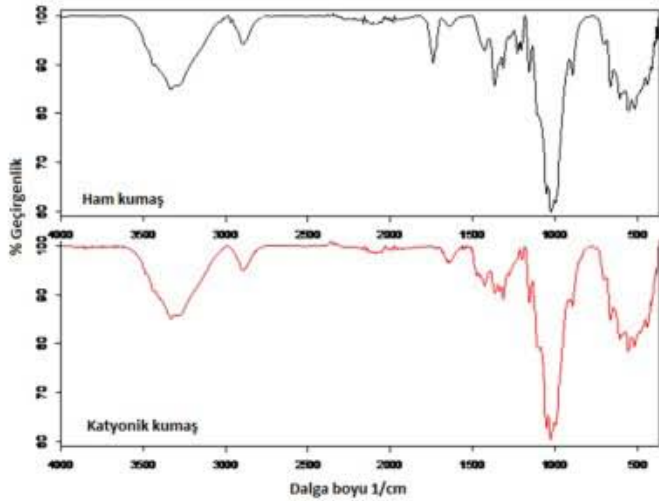
3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Selüloz ile EP3MAC reaksiyonundan oluşan katyonizasyon işlemi sonucunda selülozun içeriğine Azot (N) elementi dahil olmaktadır. Şekil 1'de de görüldüğü gibi, katyonizasyon işleminin gerçekleştiğinden emin olmak için selülozun içeriğindeki Azot elementinin varlığının kanıtlanması gerekmektedir.



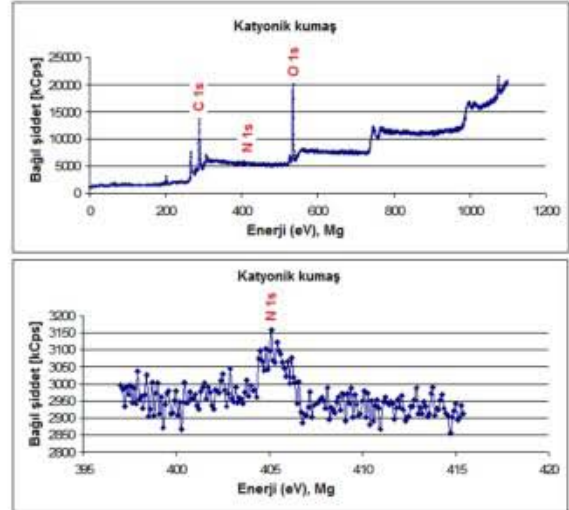
Şekil 1. Katyonizasyon reaksiyonu: (1) 3-kloro-2-hidroksipropiltrimetil amonyum klorür (CHP3MAC) ile alkali reaksiyonu; (2) EP3MAC ile selülozun hidroksil grupları arasındaki reaksiyonu [2]

İşlem görmemiş ham kumaş ve katyonizasyon işleminden geçirilmiş pamuklu kumaşların Fourier Transform İnfrared Spektroskopisi (FTIR-ATR) analizleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen grafikler Şekil 2'de verilmiştir. İşlem görmemiş pamuklu kumaş belirgin FTIR absorpsiyon spektrumları göstermektedir. Katyonizasyon işlemi uygulanan pamuklu kumaşın, işlem görmemiş pamuklu kumaşın absorpsiyon spektrumlarını koruduğu gözlenmektedir. Her iki kumaş örneği için görülen 3100-3700 1/cm civarında yaklaşık 3360 1/cm'de merkezlenen geniş bant, selülozda bulunan OH fonksiyonel gruplarının bir karakteristiğidir. Katyonizasyon işlemi sırasında kullanılan 2,3-epoksipropiltrimetil amonyum klorür (EP3MAC) çözeltisinin selülozun hidroksil grupları (OH) ile reaksiyona girmesinden dolayı, bu bandın % geçirgenlik değerinde bir miktar artış gözlenmektedir. 1479 1/cm'de C-N titreşim bandı EP3MAC ile selülozun reaksiyonu sonucunda selüloz liflerine bağlanan Azot (N) elementini göstermektedir. 1030 1/cm'de bir maksimum veren kuvvetli absorpsiyon bandı selülozun (C-C, C-O and C-O-C titreşimleri) fonksiyonel gruplarından kaynaklanmaktadır.



Şekil 2. İşlem görmemiş ve katyonik özellik kazandırılmış kumaşın FTIR-ATR grafikleri

Katyonizasyon işleminden geçirilmiş pamuklu kumaşın X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) analizi gerçekleştirilmiştir. XPS analizi ile selülozun katyonizasyon işlemi sonucundaki element içeriklerindeki farklılıklar tespit edilmiştir. Katyonik kumaşın 0-1200 eV ile 395-420 eV aralığındaki XPS spektrumları Şekil 3'de verilmiştir. 283.95 ve 530.11 eV enerji değerlerinde görülen karakteristik pikler selülozda bulunan sırasıyla karbon (C) ve oksijen (O) atomları içeriğini kanıtlamaktadır. Katyonizasyon işlemi sırasında selüloz liflerinde oluşan Azot (N) içeriği ise 399.6 eV enerji değerinde küçük bir pikle görülmektedir. 399.6 eV enerji değerindeki N1s piki 395-420 eV aralığındaki spektrumda daha net görülebilmektedir. N1s piki selüloz üzerinde katyonizasyon işleminin gerçekleştiğini kanıtlamaktadır.



Şekil 3. Katyonik özellik kazandırılmış kumaşın 0-1200 eV ile 395-420 eV aralığındaki XPS spektrumları

Tablo 1'de katyonizasyon işleminden geçirilen kumaşın XPS analizi ile elde edilen elementleri, % element içeriği değerleri ve bu elementlerin tespit edildiği dalga boyu aralıkları verilmektedir. İşlem görmemiş pamuklu kumaşta bulunmayan ve katyonizasyon işlemi ile selüloza bağlanan EP3MAC grubundan dahil olan Azot (N) elementinin % oranı 0,8'dir.

Tablo 1. Katyonik özellik kazandırılan kumaşın XPS % element analizi sonuçları

Elementler	% Atom miktarı	Dalga Boyu Aralığı
Karbon (C)	60.4	295.7 - 283.5
Azot (N)	0.8	407.8 - 399.6
Oksijen (O)	36.0	541.2 - 530
Klor (Cl)	2.8	207.5 - 196.7

Katyonizasyon işleminin pamuklu kumaşın beyazlık ve sarılık derecelerine etkisinin değerlendirilmesi amacıyla, işlem görmemiş ve katyonizasyon işlemi uygulanmış kumaşların beyazlık dereceleri ve sarılık indisleri belirlenmiş ve test sonuçları Tablo 2'de verilmiştir. Katyonizasyon işlemi sonucunda kumaşın beyazlık derecelerinde bir miktar azalma, sarılık derecelerinde ise bir miktar artış olduğu gözlenmiştir. Ancak beyazlık ve sarılık derecelerinde görülen bu değerler kumaş yüzeyinde önemli bir sararmaya neden olacak düzeyde oluşmamıştır.

Tablo 2. İşlem görmemiş ve katyonizasyon işlemi uygulanmış kumaşların beyazlık dereceleri ve sarılık indisleri

Numune Adı	Beyazlık Derecesi (Stensby)	Sarılık İndisi	
	D 65- 10'	ASTM D 1925	ASTM E 313
Ham kumaş	85.549	5.333	12.501
Katyonik kumaş	83.061	10.221	13.079

Katyonizasyon işleminin pamuklu kumaşın atkı ve çözgü ipliklerinin mukavemetleri üzerine etkisinin değerlendirilmesi amacıyla, işlem görmemiş ve katyonizasyon işlemi uygulanmış kumaşların atkı ve çözgü ipliklerinin mukavemet

değerleri belirlenmiş ve test sonuçları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olup olmadığının belirlenebilmesi amacıyla Anova istatistiksel analizi kullanılmıştır. Tablo 3'de, atkı ve çözgü ipliği kopma mukavemeti ve % kopma uzaması test sonuçları ile Anova istatistiksel analiz sonuçları verilmiştir. Analiz sonuçları incelendiğinde, hem atkı hem de çözgü ipliklerinin mukavemet değerleri arasında istatistiksel açıdan 0,5 seviyesinde anlamlı fark bulunmamaktadır.

Tablo 3. İşlem görmemiş ve kationizasyon işlemi uygulanmış kumaşların atkı ve çözgü ipliği mukavemeti test sonuçları

Testler	Numune Adı	Ortalama	Standart Sapma	Sig.	
İplik Kopma Mukavemeti	Atkı	Ham Kumaş	0,783	0,098	0,820
		Katyonik kumaş	0,777	0,086	
	Çözgü	Ham Kumaş	0,817	0,088	0,679
		Katyonik kumaş	0,829	0,090	
İplik % Kopma Uzaması	Atkı	Ham Kumaş	4,118	0,870	0,678
		Katyonik kumaş	4,218	0,618	
	Çözgü	Ham Kumaş	5,053	0,690	0,32
		Katyonik kumaş	4,579	0,655	

* 0,05 seviyesinde istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmaktadır.

4. SONUÇLAR

Katyonizasyon işleminin pamuklu kumaşların bazı özellikleri üzerine etkisinin belirlenmesi amacıyla yapılan çalışmada, pamuk liflerinin yüzeyinde katyonik bölgeler oluşturmak için 2,3-epoksipropiltrimetilamonyum klorür (EP3MAC) kullanılmıştır. Katyonizasyon işleminden geçirilen pamuklu kumaşların FTIR-ATR ve XPS analizleri gerçekleştirilmiş, kumaşların beyazlık dereceleri ve sarılık indisleri belirlenmiştir. Ayrıca, kationizasyon işleminin mukavemet değerlerine etkisinin belirlenebilmesi amacıyla iplik mukavemeti değerleri ölçülmüş ve Anova istatistiksel analizi gerçekleştirilmiştir.

Katyonizasyon işleminden geçirilen pamuklu kumaşın XPS ve FTIR-ATR spektrumları incelendiğinde selüloz liflerine bağlanan Azot elementi tespit edilmiştir. Beyazlık dereceleri ve sarılık indisleri belirlenen katyonik özellik kazandırılan kumaşta belirgin bir sararma etkisi bulunmamıştır. Ayrıca katyonik özellik kazandırılan kumaşın atkı ve çözgü ipliklerinin mukavemet testleri sonuçlarından, kationizasyon işleminin pamuklu kumaşın atkı ve çözgü ipliklerinin % kopma uzaması ve kopma mukavemeti üzerinde istatistiksel açıdan anlamlı bir etkisinin olmadığı belirlenmiştir.

Selüloz yüzeyinde elde edilen katyonik yüklü gruplar sayesinde hem boyama hem de bitim işlemleri için kationizasyon işlemi anahtar yöntem olarak önemini korumaktadır. Katyonizasyon işleminin pamuklu kumaşın bazı özellikleri üzerine etkisinin belirlenmesi için yapılan çalışma sonucunda, selülozun kimyasal modifikasyonu için bu yöntemin güvenle kullanılabilceği belirlenmiştir.

5. TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi (1814-D-09) tarafından finansal olarak desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Hashem, M., Hauser, P., Smith, B., 2003, *Reaction Efficiency for Cellulose Cationization Using 3-Chloro-2-Hydroxypropyl Trimethyl Ammonium Chloride*, Textile Research Journal, 73, 1017-1023.
2. Hauser, P.J., Tabba, A.H., 2001, *Improving the Environmental and Economic Aspects of Cotton Dyeing Using a Cationised Cotton*, Coloration Technology, 117, 282-289.
3. Burkinshaw, S.M., Gotsopoulos, A., 1999, *Pretreatment of Cotton to Enhance its Dyeability; Part 2. Direct Dyes, Dyes and Pigments*, 42, 179-195.
4. Hashem, M., Refaie, R., Hebeish, A., 2005, *Crosslinking of Partially Carboxymethylated Cotton Fabric via Cationization*, Journal of Cleaner Production, 13, 947-954.
5. Hashem, M., El-bisi, M., Sharaf, S., Refaie, R., 2010, *Precationization of Cotton Fabrics: An Effective Alternative Tool for Activation of Hydrogen Peroxide Bleaching Process*, Carbohydrate Polymers, 79, 533-540.
6. Seventekin, N., Gülümser, T., 1995, *Katyonikleştirilmiş Pamuklu Kumaşların Substantif Bir Boyarmadde ile Boyanması*, Tekstil ve Konfeksiyon, 5-4, 343-351.
7. Haroun, A.A., Mansour, H.F., 2007, *Effect of Cationisation on Reactive Printing of Leather and Wool*, Dyes and Pigments, 72, 80-87.
8. Kamel, M.M., El-Shishtawy, R.M., Youssef, B.M., Mashaly, H., 2007, *Ultrasonic Assisted Dyeing IV. Dyeing of Cationised Cotton with Lac Natural Dye*, Dyes and Pigments, 73, 279-284.
9. Kamel, M.M., El Zawahry, M.M., Ahmed, N.S.E., Abdelghaffar, F., 2009, *Ultrasonic Dyeing of Cationized Cotton Fabric with Natural Dye. Part 1: Cationization of Cotton Using Solfix E*, Ultrasonics Sonochemistry, 16, 243-249.
10. Kanık, M., Hauser, P.J., 2004, *Printing Cationized Cotton with Direct Dyes*, Textile Research Journal, 74, 43-50.
11. Wu, M., Kuga, S., 2006, *Cationization of Cellulose Fabrics by Polyallylamine Binding*, Journal of Applied Polymer Science, 100, 1668-1672.
12. Wang, L., Ma, W., Zhang, S., Teng, X., Yang, J., 2009, *Preparation of Cationic Cotton with Two-bath Pad-bake Process and Its Application in Salt-free Dyeing*, Carbohydrate Polymers, 78, 602-608.
13. Hebeish, A., Higazy, A., El-Shafei, A., Sharaf, S., 2010, *Synthesis of Carboxymethyl Cellulose (CMC) and Starch-based Hybrids and Their Applications in Flocculation and Sizing*, Carbohydrate Polymers, 79, 60-69.
14. Hyde, K., Dong, H., Hinestroza, J.P., 2007, *Effect of Surface Cationization on the Conformational Deposition of Polyelectrolytes Over Cotton Fibres*, Cellulose, 14, 615-623.
15. Uğur, Ş.S., Sarıışık, M., Aktaş, A.H., Uçar, M.Ç., Erden, E., 2010, *Modifying of Cotton Fabric Surface with Nano-ZnO Multilayer Films by Layer-by-Layer Deposition Method*, Nanoscale Research Letters, 5, 1204-1210.
16. Uğur, Ş.S., Sarıışık, M., 2010, *Electrostatic Self-Assembly Dyeing of Cotton Fabrics*, 6th Nanoscience and Nanotechnology Conference (NanoTR-VI), Abstract Proceedings, 197, 15-18 June, İzmir, Turkey.
17. Uğur, Ş.S., Sarıışık, M., Aktaş, A.H., 2010, *Al₂O₃ Nanocomposite Film Deposition On Cotton Fabrics By Layer-By-Layer Deposition Method*, 4th International Technical Textile Congress, 95, 16-18 May, İstanbul, Turkey.
18. Uğur, Ş.S., Sarıışık, M., Aktaş, A.H., 2010, *Fabrication of Nanocomposite Thin Films with TiO₂ Nanoparticles by Layer-by-Layer Deposition Method for Multi-functional Cotton Fabrics*, Nanotechnology, 21, 325603.