

mag. **Severina Iskrač**, univ. dipl. inž. teks.

doc. dr. **Simona Strnad**, univ. dipl. inž. teks.

mag. **Suzana Jus**, univ. dipl. inž. teks.

izr. prof. dr. **Karin Stana – Kleinschek**, univ. dipl. inž. teks.

izr. prof. dr. **Majda Sfiligoj Smole**, univ. dipl. inž. teks.

izr. prof. dr. **Bojana Vončina**, univ. dipl. inž. kem.

*mag. **Mojca Štrafela**, univ. dipl. inž. teks.

Univerza v Mariboru, Fakulteta za strojništvo, Inštitut za tekstilstvo, Smetanova 17,

SI-2000 Maribor, e-pošta: iskrac.severina@uni-mb.si, simona.strnad@uni-mb.si,

suzana.jus@uni-mb.si karin.stana@uni-mb.si, majda.sfiligoj@uni-mb.si, bojana.voncina@uni-mb.si

*SVILA tekstilna tovarna, d.d. Ob Dravi 6, 2000 Maribor, e-pošta: mojca.strafela@svila.si

Statistično načrtovanje postopka apretiranja viskoznih tkanin iz močno vite preje

2. del: Apretiranje z neformaldehidnimi reagenti

Prispevek obravnava rezultate optimiranja zamreženja tkanin iz močno vite viskozne preje z brezformaldehidnim reagentom. Proučevali smo vpliv koncentracije brezformaldehidnega reagenta za zamreženje, katalizatorja in neionogenega sredstva za mehčanje na nekatere uporabne lastnosti apretirane viskozne preje. Spremljali smo naslednje veličine: stopnjo nabrekanja viskoznih vlaken, barvne razlike, pretržno silo, pretržni raztezek in kot razgubanja.

Z uporabo brezformaldehidnega reagenta za zamreženje smo dosegli znižanje stopnje nabrekanja viskoznih vlaken za 51,1 do 92,4 %, povečanje kota razgubanja za 60 do 145 %, zmanjšanje pretržne sile za 49 do 65 % in pretržnega raztezka za 31,6 do 37,6 %. Postopek zamreženja ne povzroča zaznavnih barvnih razlik na obarvanih tkaninah.

Ključne besede: celulozna vlakna, vrbunsko plemenitenje, brezformaldehidno zamreženje, matematično-statistične metode načrtovanja eksperimentov, kot razgubanja, mehanske lastnosti, barvna metrika, nabrekljivost viskoznih vlaken

Statistical Designing of Finishing Process of Viscose Fabrics Made from Highly Twisted Yarn

Part 2: Finishing with the Non-Formaldehyde Reagents

The paper presents the results of optimizing cross-linking of fabrics made from highly twisted viscose yarn by using the non-formaldehyde reagents. The influence of the cross-linking reagent concentration, catalyst and non-ionogenic softener on some applicability properties of the finished viscose fabric was investigated. The following parameters were monitored: the degree of viscose fibres swelling, breaking force, elongation at break and crease recovery angle as well as the influence of the finishing process on the colour of viscose fabrics made from highly twisted yarn.

By using the cross-linking non-formaldehyde reagent the degree of swelling of viscose fibres decreased by 51.1–92.4 %, the crease recovery angle increased by 60–145 %, the breaking force decreased by 49–65 % and the elongation at break decreased by 31.6–37.6 %. The cross-linking process did not cause any noticeable colour deviations on dyed fabrics.

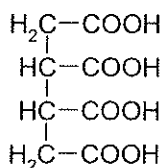
Key words: cellulose fibres, high grade finishing, cross-linking with the non-formaldehyde reagent, mathematically-statistical methods of experiments designing, crease recovery angle, mechanical properties, colorimetry, swelling of viscose fibres

1.0 UVOD

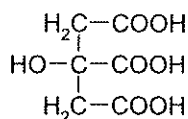
Predstavniki skupine brezformaldehidnih reagentov za zamreženje celuloznih vlaken so:

- polikarboksilne kisline (PCA),
- [(hidroksimetoksi)alkoksi] metanol in
- derivati imidazolidinona.

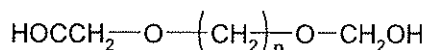
Polikarboksilne kisline, ki so uporabne kot neformaldehidni reagenti za zamreženje, vsebujejo različno število karboksilnih skupin. Razdalja med karboksilnimi skupinami znaša od 2 do 3 ogljikove atome, položaj karboksilnih skupin pa je cis-položaj v nenasičenem sistemu in orto-položaj v aromatskem sistemu. Ti rea-



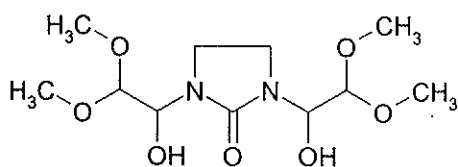
Slika 1a: 1,2,3,4-butan-tetrakarboksilna kislina (BTCA) [4]



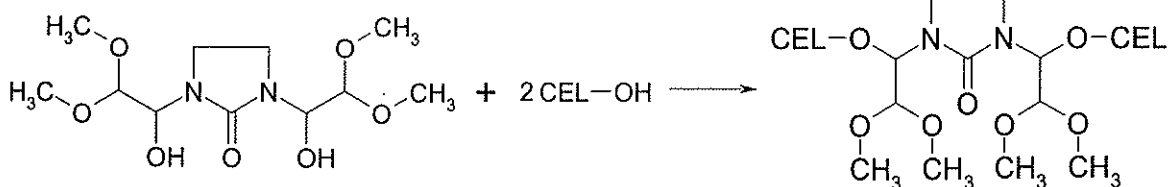
Slika 1b: 2-hidroksi-1,2,3-propan-trikarboksilna kislina (CA) [4]



Slika 2: [(hidroksimetoksi)alkoksi] metanol [11]



Slika 3: Primer derivata imidazolidinona [11]



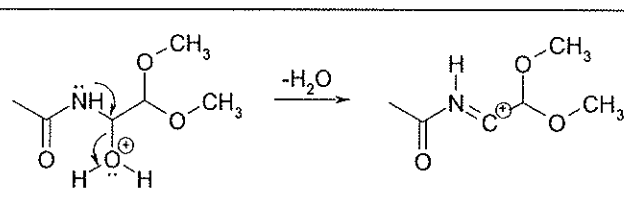
Slika 4: Zamreženje celuloze z derivatom imidazolidinona [11]

genti dajejo dobre tehnološke rezultate, vendar je problematika teh sistemov v njihovi visoki ceni. Trenutno sta najbolj razširjena reagentna na tem področju butan-tetra-karboksilna kislina (BTCA) (slika 1 a) in citronska kislina (CA) (slika 1 b) [1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9].

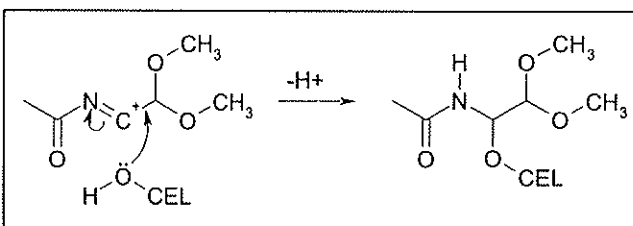
Zamreženje s [(hidroksimetoksi)alkoksi] metanolom (slika 2) daje dobre pralne obstojnosti in dobre obstojnosti na klor. Vendar pa ostri pogoji zamreženja s temi zamreževalci povzročijo znižanje stopnje beline in trdnosti. Zato se ta reagent za zamreženje le redko uporablja samostojno [10, 11].

Reagenti derivatov imidazolidinona (slika 3) so primerni za zamreženje pletenih in tkanih materialov iz celuloznih vlaken in njihovih mešanic z drugimi sintetičnimi vlakni. Imidazoli so dobri nukleofili, zato dušikov atom pri alkaliranju ali aciliranju zlahka reagira. Ti reagenti ne vsebujejo formaldehida in imajo dobro obstojnost pri pranju [12].

Mehanizem zamreženja celuloze z derivati imidazolidinona (slika 4) poteka pri povišani temperaturi ob prisotnosti katalizatorja, podobno kot pri formaldehidnih reagentih za zamreženje s tvorbo kationa (slika 5 a), ki naprej reagira z -OH skupino celuloze (slika 5 b) [10].



Slika 5 a: Nastanek karbokationa [11]



Slika 5 b: Reakcija karbokationa s celulozo [11]

Za zamreženje celuloze s polikarboksilnimi kislinami uporabljamo katalizatorje, ki so slabe kisline. Kovinske soli so univerzalni katalizatorji za zamreženje. Vrsto in količino katalizatorja izberemo glede na tip reagenta

za zamreženje in vrsto vlakna plemenitene tkanine. Najpogosteje se pri obdelavi proti mečkanju uporablja magnezijev klorid ($MgCl_2$), v zadnjem času tudi v kombinaciji s kokatalizatorjem natrijevim fluoroboratom (Na_2FBO_3). Pri pravilni izbiri katalizatorja na osnovi kovinskih soli je obdelovalna kopel stabilna, zamreženje je obstojno na hidrolizo, obdelane tkanine imajo dobre svetlobne obstojnosti in relativno visoko stopnjo beline [3, 6, 8, 13, 14, 15, 16].

Reagentom za vrhunsko apretiranje v kopel za impregnacijo dodajamo različna sredstva (aditive) za mehčanje, optično beljenje, polnost, hidrofobiranje... Pri dodajanju teh sredstev moramo paziti, da ne pride do negativnega vpliva med njimi in katalizatorji. Ta sredstva morajo biti odporna na pogoje kondenzacije [17, 18, 19, 20, 21].

2.0 TEORETIČNE OSNOVE

Obstaja mnogo sistemov in napotkov za optimiranje proizvodnih procesov. Sistem, uporabljen v predstavljeni raziskavi, združuje in poenostavlja več matematično statističnih metod. Pri tem se je pokazalo, da s smiselnim načrtovanjem poskusov ni olajšano samo vrednotenje, ampak dobimo tako tudi največ informacij. Posebna oblika načrtovanja poskusov, združena s faktorskimi načrti poskusov, omogoča hkratno spreminjanje več vplivnih faktorjev in določanje vplivov posameznih faktorjev na ciljni faktor. Faktorje, ki jih potrebujemo pri poskusu, izbiramo po prejšnjih informacijah, ki jih ima na voljo raziskovalec na področju raziskav. Nadalje je potrebno upoštevati izkušnje osebja, ki preizkuša in obdeluje zbrane podatke. Celotni sistem si lahko predstavljamo kot "črno skrinjico". S faktorskim načrtom lahko z opazovanjem vhodnih faktorjev in njihovim zamenjavam neposredno vplivamo na izhodne faktorje in sistem "črne skrinje" obidemo. Ostale vplive, material, ki ga obdelujemo, aparat..., imenujemo zunanji faktorji, ki jih lahko izločimo, obdržimo na konstantni ravni ali pa menjamo po zakonu naključnosti. Parametre poskusa izbiramo in kodiramo z enačbami preoblikovanja.

Če želimo pri procesu plemenitjenja proučevati vplive več faktorjev za skupni ciljni izhodni faktor, npr. (trdnost) $Y = f(x_1, x_2, x_3)$, je potrebno izbrati ustrezno funkcijo procesa in izdelati faktorski načrt poskusa. Popolne faktorske načrte uporabljamo za ocenjevanje vplivov vhodnih faktorjev na izhodne in za določevanje kvantitativnega vpliva posameznih vhodnih faktorjev na izhodne. Število eksperimentov s številom vhodnih faktorjev pri popolnem faktorskem načrtu hitro narašča. Veliko število potrebnih eksperimentov je prva slabost popolnih faktorskih načrtov. Druga slabost pa je, da ne predvidevajo ponovitev eksperimentov. Zato iz eksperimentov, ki sestavljajo popolne faktorske

načrte, eksperimentalne napake meritev ne moremo določiti. Da zaobidemo to slabost, običajno naredimo nekaj ponovitev eksperimenta, ki je v središčni točki eksperimentalnega prostora [11, 18, 22].

3.0 EKSPERIMENTALNI DEL

Osnovni namen raziskave je bilo optimiranje postopka zamreženja viskoznih tkanin iz močno vitih prej brezformaldehidnimi reagenti. Na podlagi popolnega faktorskega načrta smo analizirali vpliv vhodnih faktorjev (koncentracija brezformaldehidnega reagenta, koncentracija katalizatorja in koncentracija sredstva za mehčanje) na izhodne faktorje (kot razgubanja, barvna razlika, stopnja nabrekanja vlaken, pretržna sila in pretržni raztezek). Rezultat izvedbe faktorskega načrta je optimalna receptura za vrhunsko plemenitjenje viskoznih tkanin pri minimalni porabi kemikalij.

3.1 Materiali

3.1.1 Tkanina

V raziskavi smo uporabili viskozno tkanino iz močno vite preje. Osnovni podatki o uporabljeni tkanini so zbrani v preglednici 1. Pred apretiranjem smo tkanino oprali v jetu, da bi odstranili predhodno nanešene avi-važe in druge dodatke.

Preglednica 1: Uporabne lastnosti uporabljene viskozne tkanine iz močno vite preje

Surovinska sestava:	100 % CVF (viskozni filament)
Vezava:	platno
Širina tkanine:	140 cm
Masa tkanine:	107,9 g/m ²
Finost filameta:	133/30/1500 S/Z dtex viskozni krep rajon
Debelina filameta:	24 μm
Gostota tkanine – osnova:	30 niti/cm
– votek:	24 niti/cm
Kot razgubanja – osnova:	26°
Pretržna sila – osnova:	277 N
Pretržni raztezek – osnova:	29 %
Stopnja nabrekanja:	37 %

3.1.2 Uporabljene kemikalije in tekstilna pomožna sredstva

Za zamreženje viskozne tkanine iz močno vite preje smo uporabili kemikalije in pomožna sredstva, ki jih je predlagal izdelovalec brezformaldehidnega reagenta za zamreženje:

- 130 – 150 g/l reagenta za zamreženje,
- 20 – 40 g/l katalizatorja in
- 30 – 50 g/l mehčalca.

Preglednica 2: Značilnosti uporabljenih kemikalij in tekstilnih pomožnih sredstev za zamreženje z brezformaldehidnim reagentom

	Reagent za zamreženje	Katalizator	Mehčalno sredstvo
Proizvajalec	Bezema AG	Kemika	Thor Chemie GmbH
Sestava	imidazol-idinonski derivat	magnezijev diklorid	modificiran polisiloksan
Videz	čista, rahlo rumenkasta tekočina	kristali	mlečna tekočina
Ionska aktivnost	kationska	/	neionogena
pH vrednost	5,4–5,7	5–6,5 (pri 5-odstotni vodni raztopini)	7
Področje in namen uporabe	suho zamreženje po postopku impregnacije	za povečanje reakcijske sposobnosti zamreženja	izboljšanje kota razgubanja, površinske gladkosti in šivalnosti

Značilnosti uporabljenih kemikalij in tekstilnih pomožnih sredstev so podane v preglednici 2.

3.2 Metode

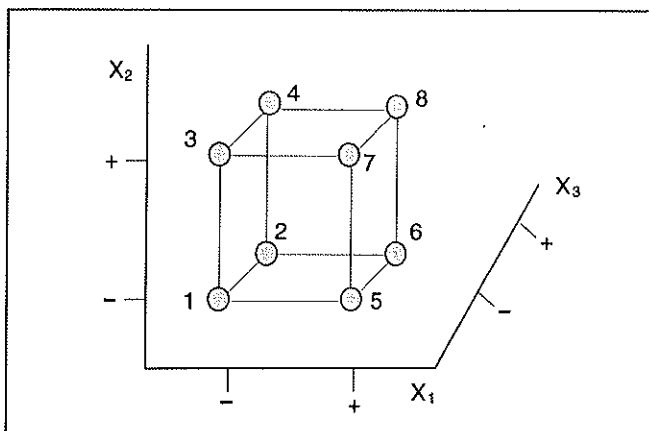
3.2.1 Izvedba tehnološkega procesa zamreženja

Za zamreženje tkanine iz močno vite viskozne preje smo uporabili kontinuirni laboratorijski postopek suhega zamreženja, ki je zajemal:

- Hladno impregniranje**, ki smo ga izvedli na fulardu (W. Mathis AG), kjer je ožemalni učinek $OU = 70\text{--}90\%$, $v = 1.5\text{ m/min}$ in tlak med valjema $p = 6\text{ bar}$.
- Sušenje v napetem stanju z vročim zrakom**, ki smo ga izvedli v sušilniku (W. Mathis AG) pri $T = 120\text{ °C}$ in $t = 60\text{ s}$.
- Kondenziranje**, ki smo ga izvajali v napetem stanju z vročim zrakom v sušilniku (W. Mathis AG) pri $T = 180\text{ °C}$ in $t = 30\text{ s}$.

3.2.2 Optimiranje postopka zamreženja viskoznih tkanin s faktorjskim načrtom

Mejne vrednosti vhodnih faktorjev (x_{\min} , x_{\max}), ki jih potrebujemo za postavitev modela faktorjskega načrta za optimiranje procesa zamreženja z brezformaldehidnimi reagenti, smo izbrali na podlagi literaturnih podatkov [11, 18, 22, 23] in navodil izdelovalca [12].



Slika 6: Faktorjski načrt za tri spremenljivke [21]

Uporabili smo trifaktorski načrt (slika 6), saj smo želeli analizirati vpliv treh vhodnih faktorjev: x_1 = koncentracija reagenta za zamreženje, x_2 = koncentracija katalizatorja in x_3 = koncentracija mehčalca na izhodne faktorje (Y). Kot merodajne uporabne lastnosti zamrežene viskozne tkanine smo izbrali naslednje izhodne veličine: Y_1 = stopnja nabrekanja vlaken, Y_2 = barvna razlika, Y_3 = pretržna sila, Y_4 = pretržni raztezek in Y_5 = kot razgubanja.

Osnovni pogoji (konstante sistema), pri katerih smo izvajali proces zamreženja, so bili: a = temperatura sušenja 120 °C , b = temperatura kondenzacije 180 °C , c = čas sušenja 60 s , d = čas kondenzacije 30 s in e = ožemalni učinek $70\text{--}90\%$.

V preglednici 3 so prikazani najvišji in najnižji nivoji vhodnih faktorjev x_1 , x_2 in x_3 , ki predstavljajo meje prostora rešitev in vrednosti osnovnih (ničelnih točk) oziroma nivoja prostora. Vhodne faktorje smo kodirali z enačbami preoblikovanja. Najnižji nivo oziroma minimalno vrednost vhodnih faktorjev smo označili z -1 in najvišji nivo oziroma maksimalno vrednost vhodnih faktorjev s $+1$. Osnovno ničelno točko prostora rešitev, ki smo jo izračunali po enačbi 1, smo označili z 0 .

$$f_{sr} = \sqrt{f_{\min} \cdot f_{\max}}$$

$$f = x_1, x_2, x_3 \quad (1)$$

Preglednica 3: Najnižji, najvišji in osnovni nivo (ničelna točka) vhodnih faktorjev ter njihove oznake

VHODNI FAKTORJI					
NIVO	Količina	Oznaka	x_1 [g/l]	x_2 [g/l]	x_3 [g/l]
	minimum	-1	130	20	30
	ničelna točka	0	139,6	28,3	38,7
	maksimum	+1	150	40	50

Za določitev funkcijskih odvisnosti izhodnih veličin od vhodnih faktorjev smo za vsako izhodno veličino izvedli skupaj 12 poskusov (vse možne kombinacije minimalnih in maksimalnih vrednosti osmih vhodnih fak-

torjev in štiri ponovitve v ničelni točki za določitev enakomernosti sipanja). [24] Po trifaktorskem načrtu, ki je prikazan in opisan v preglednici 4, smo izvedli laboratorijski postopek zamreženja viskozne tkanine iz močno vite preje z recepturami, ki si sledijo z oznakami od A1 – A12.

Preglednica 4: Trifaktorski načrt postopka zamreženja z neformaldehidnim reagentom

Oznaka recepture	KODIRANI VHODNI FAKTORJI			
	x_0	x_1	x_2	x_3
A1	1	-1	-1	-1
A2	1	-1	1	-1
A3	1	1	1	-1
A4	1	1	-1	-1
A5	1	-1	-1	1
A6	1	-1	1	1
A7	1	1	1	1
A8	1	1	-1	1
A9	1	0	0	0
A10	1	0	0	0
A11	1	0	0	0
A12	1	0	0	0

Na osnovi izračunanih odvisnosti vhodnih faktorjev (x) in njihovega vpliva na izhodne faktorje (Y) smo prišli do optimalne recepture za zamreženje viskozne tkanine iz močno vite preje z neformaldehidnim reagentom, ki daje zadovoljive rezultate glede na zastavljene zahteve (izhodne faktorje).

3.2.2.1 Metode določanja izhodnih faktorjev

Stopnja nabrekanja vlaken v vodi smo določili s pomočjo sistema za analizo mikroskopskih slik. Na podlagi merjenja debeline suhih vlaken in vlaken, ki so nabrekala v vodi 10 minut, smo izračunali stopnjo nabrekanja v skladu z izrazom (2):

$$\text{Stopnja nabrekanja} = \frac{\overline{d_m} - \overline{d_s}}{\overline{d_s}} \cdot 100 [\%] \quad (2)$$

kjer velja: $\overline{d_m}$ = povprečna debelina mokrega vlakna, $\overline{d_s}$ = povprečna debelina suhega vlakna.

Za analizo smo uporabili svetlobni mikroskop Axio-tech 25 HD (+ pol) (Zeiss) in programsko opremo za procesiranje in analizo slik KS 300 (Zeiss).

Barvne razlike med neapretiranimi in apretiranimi vzorci smo določili barvnometrično v skladu s standardom DIN 6174 [25] z merjenjem refleksije obarvanih vzorcev in izračunom barvnih vrednosti X, Y in Z, na podlagi katerih smo izračunali koordinate CIELAB barvnega prostora (L^* , a^* , b^*). Na podlagi teh vredno-

sti smo izračunali še barvne razlike (ΔL^* , Δa^* , Δb^* in skupno barvno razliko ΔE^*) po enačbi (3), pri čemer kot standard vedno nastopa neapretirana tkanina. Refleksijo smo merili na spektrofotometru SF600 PLUS (Datacolor), podprtem s programsko opremo Data-Master (Datacolor)[18].

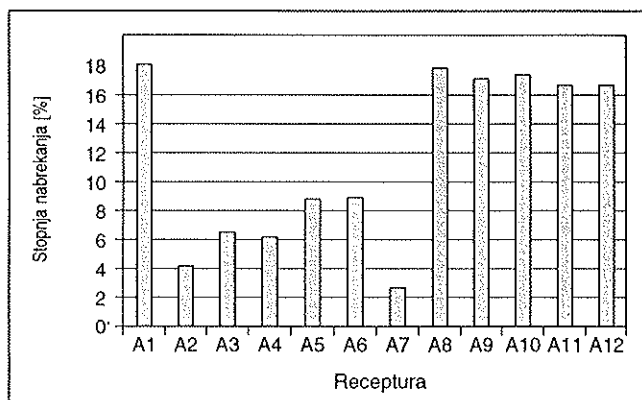
$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad (3)$$

kjer pomeni: ΔE^* = skupna barvna razlika, ΔL = razlika v svetlosti, Δa^* = sprememba na rdeče-zeleni osi in Δb^* = sprememba na rumeno-modri osi.

Pretržno silo in pretržni raztezek smo določali v skladu s standardom DIN 53 857 [26] v standardni atmosferi ($T = 20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ in $R_v = 65 \% \pm 2 \%$) s pomočjo dinamometra Statigraph M in s programsko opremo Texttechno.

Kote razgubanja smo določali v skladu s standardom DIN 53 890 [27].

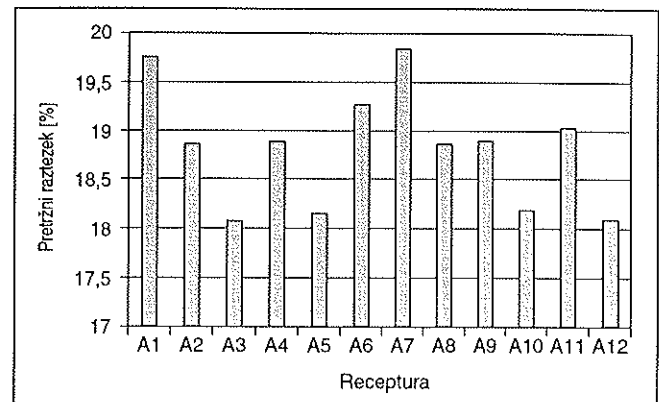
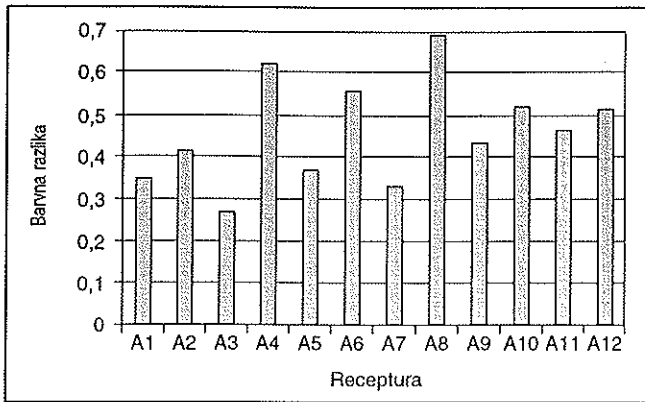
4.0 REZULTATI IN RAZPRAVA



Slika 7: Rezultati določanja stopnje nabrekanja vlaken (Y_1) na vzorcih apretirane viskozne tkanine iz močno vite preje po izvedenih posameznih eksperimentih (A1–A8) in po izvedenih ponovitvah eksperimenta v t.i. ničelni točki (A9–A12)

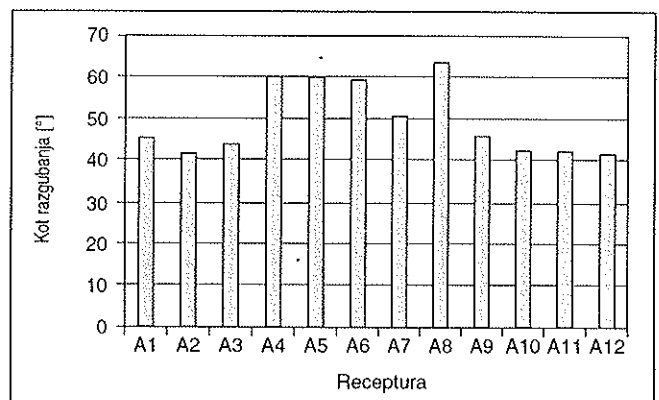
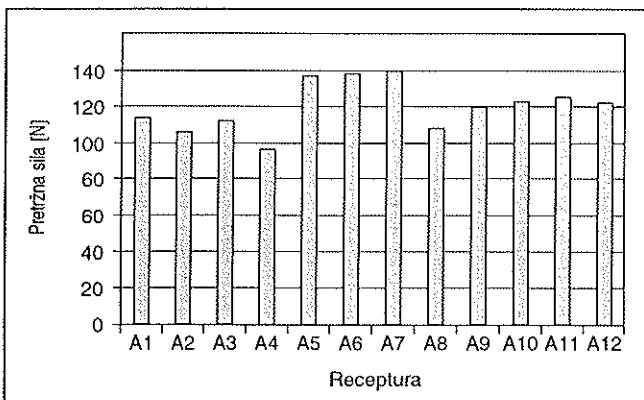
Preglednica 5: Matematične zveze med vhodnimi faktorji (x) in izhodnimi spremenljivkami (Y), dobljene na osnovi trifaktorske analize

IZHODNI FAKTOR	ENAČBE IZHODNIH VELIČIN
stopnja nabrekanja	$Y_1 = 41,52 \cdot x_1^{-0,629} \cdot x_2^{0,534} \cdot x_3^{-0,078}$ (4)
barvna razlika	$Y_2 = 2 \cdot 10^8 \cdot x_1^{-3,787} \cdot x_2^{-0,122} \cdot x_3^{-0,234}$ (5)
pretržna sila	$Y_3 = 3,056 \cdot x_1^{0,819} \cdot x_2^{0,158} \cdot x_3^{-0,286}$ (6)
pretržni raztezek	$Y_4 = 20,03 \cdot x_1^{-0,013} \cdot x_2^{0,010} \cdot x_3^{-0,010}$ (7)
kot razgubanja	$Y_5 = 8871 \cdot x_1^{-0,765} \cdot x_2^{-0,110} \cdot x_3^{-0,302}$ (8)



Slika 8: Rezultati določanja skupne barvne razlike (ΔE^*) vlaken (Y2) na vzorcih apretirane viskozne tkanine iz močno vite preje po izvedenih posameznih eksperimentih (A1–A8) in po izvedenih ponovitvah eksperimenta v t.i. ničelni točki (A9–A12)

Slika 10: Rezultati določanja pretržnega raztezka vlaken (Y4) na vzorcih apretirane viskozne tkanine iz močno vite preje po izvedenih posameznih eksperimentih (A1–A8) in po izvedenih ponovitvah eksperimenta v t.i. ničelni točki (A9–A12)



Slika 9: Rezultati določanja pretržne sile vlaken (Y3) na vzorcih apretirane viskozne tkanine iz močno vite preje po izvedenih posameznih eksperimentih (A1–A8) in po izvedenih ponovitvah eksperimenta v t.i. ničelni točki (A9–A12)

Slika 11: Rezultati določanja stopnje kota razgubanja (Y5) na vzorcih apretirane viskozne tkanine iz močno vite preje po izvedenih posameznih eksperimentih (A1–A8) in po izvedenih ponovitvah eksperimenta v t.i. ničelni točki (A9–A12)

Na slikah 7–11 so prikazani rezultati določanja izhodnih veličin po izvedenih posameznih eksperimentih (A1–A8) in po izvedenih ponovitvah v t.i. ničelni točki (A9–A12).

Na podlagi izmerjenih vrednosti izhodnih spremenljivk (stopnje nabrekanja, barvnih razlik, pretržne sile, pretržnega raztezka in kotov razgubanja) po izvedenih 8+4 poskusih smo s trifaktorsko analizo določili vpliv

vhodnih faktorjev (x_1, x_2, x_3) na izhodne faktorje (Y_1, Y_2, Y_3, Y_4, Y_5) in dobili matematične zveze, ki so zbrane v preglednici 5. Poleg funkcijskih odvisnosti posameznih izhodnih veličin od vhodnih faktorjev pa je bistvena pomembnost posameznih vplivov, ki je bila določena na podlagi testiranja enakomernosti sipanja (Fisherjevo merilo). F-test je bil uporabljen na eni strani za oceno pomembnosti vhodnih faktorjev (faktor je po-

Preglednica 6: Pokazatelji pomembnosti (F-test) vpliva (faktor vpliva) posameznih faktorjev (x_1, x_2, x_3) na izhodne spremenljivke (Y1–Y5)

Izhodne spremenljivke	x_1		x_2		x_3	
	Faktor vpliva	F-test	Faktor vpliva	F-test	Faktor vpliva	F-test
Y1	-0,629	35,354	+0,534	324,381	-0,078	12,847
Y2	-3,787	81,995	-0,122	1,084	-0,234	7,377
Y3	+0,819	81,191	+0,158	38,557	-0,286	231,567
Y4	-0,013	0,010	+0,010	0,073	-0,010	0,145
Y5	-0,765	12,508	-0,110	3,296	-0,302	45,788

memben, če je $F_{eksp} \geq F_{teor}$ ($S=99\%$, f_1, f_2), na drugi strani pa za oceno ujemanja z modelom (model je ustrezen, če je $F_{eksp} \leq F_{teor}$ ($S=95\%$, f_1, f_2)). Rezultati preverjanja pomembnosti so zbrani v preglednici 6 [24].

Pri analizi zveze $Y_1 = f(x_1, x_2, x_3)$ (enačba 4, preglednica 5) vidimo, da vhodna faktorja x_1 (reagent za zamreženje) in x_3 (sredstvo za mehčanje) negativno vplivata na stopnjo nabrekanja ($x_1^{-0,629}$ in $x_3^{-0,078}$). To pomeni, da se z večanjem koncentracije reagenta za zamreženje in sredstva za mehčanje znižuje stopnja nabrekanja viskoznih vlaken. Vhodni faktor x_2 (katalizator) pozitivno vpliva na stopnjo nabrekanja ($x_2^{0,534}$), kar pomeni, da se z višanjem koncentracije katalizatorja povečuje stopnja nabrekanja. Vsi trije vplivi so pomembni (značilni) (preglednica 6).

Iz analize zveze $Y_2 = f(x_1, x_2, x_3)$ (enačba 5, preglednica 5) sledi, da imajo vsi trije vhodni faktorji x_1 (reagent za zamreženje), x_2 (katalizator) in x_3 (sredstvo za mehčanje) negativen vpliv na spremembo barve viskozne tkanine ($x_1^{-3,787}$, $x_2^{-0,122}$ in $x_3^{-0,234}$). Iz preglednice 6, kjer so podana merila pomembnosti faktorjev vpliva, je razvidno, da katalizator (x_2) in sredstvo za mehčanje (x_3) nimata pomembnega (značilnega) vpliva. Prvi vhodni faktor x_1 , t.j. reagent za zamreženje pa pomembno vpliva na povečanje skupne barvne razlike med neapretirano in apretiranimi tkaninami, saj velja: $F_{eksp} \geq F_{teor}$.

Z analizo zveze $Y_3 = f(x_1, x_2, x_3)$, ki je podana z enačbo 6 (preglednica 5), ugotovimo, da imata vhodna faktorja x_1 (reagent za zamreženje) in x_2 (katalizator) pozitiven vpliv na pretržno silo viskozne tkanine ($x_1^{0,819}$ in $x_2^{0,158}$). To pomeni, da višja koncentracija reagenta za zamreženje in katalizatorja vpliva na zvišanje pretržne sile viskozne tkanine. Vhodni faktor x_3 (mehčalno sredstvo) z negativno vrednostjo regresijskega koeficienta ($x_3^{-0,286}$) pa ima negativni vpliv na pretržno silo. Vsi trije vhodni faktorji imajo pomemben vpliv (preglednica 6).

Funkcijska odvisnost $Y_4 = f(x_1, x_2, x_3)$ (enačba 7, preglednica 5) kaže, da imata vhodna faktorja x_1 (reagent za zamreženje) in x_3 (sredstvo za mehčanje) negativni vpliv na pretržni raztezek ($x_1^{-0,013}$ in $x_3^{-0,010}$), faktor x_2 , t.j. katalizator, pa pozitivnega $x_1^{0,010}$, vendar nobeden od teh vplivov ni pomemben (značilen) (preglednica 6).

Pri analizi zveze $Y_5 = f(x_1, x_2, x_3)$ (enačba 8, preglednica 5) opazimo, da imajo vsi trije vhodni faktorji: x_1 (reagent za zamreženje), x_2 (katalizator) in x_3 (sredstvo za mehčanje) negativen vpliv na kot razgubanja viskozne tkanine ($x_1^{-0,765}$, $x_2^{-0,110}$ in $x_3^{-0,302}$). To pomeni, da višanje koncentracije teh substanc v obdelovalni kopeli znižuje kote razgubanja oz. povečuje mehkavost obdelanih tkanin. Vendar pa imata pomemben vpliv le reagent za zamreženje in sredstvo za mehčanje v obdelovalni kopeli, medtem ko katalizator nima pomembnega vpliva (preglednica 6).

S pomočjo enačb vpliva vhodnih faktorjev na posamezni izhodni faktor (preglednica 5) smo za različne kombinacije vrednosti vhodnih faktorjev izračunali vrednosti izhodnih faktorjev.

Iz baze izračunanih vrednosti izhodnih faktorjev smo izbrali tri optimalne recepture, ki so ustrezale naslednjemu pogoju glede vrednosti izhodnih veličin:

$Y_1 < 9\%$ in $Y_2 < 0,6$ in $Y_3 > 110\text{ N}$ in $Y_4 < 18,9\%$ in $Y_5 > 45^\circ$.

Postavljenim pogojem so ustrezale naslednje kombinacije (recepture) vhodnih faktorjev:

Receptura 1:

$x_1 = 140\text{ g/l}$ reagent za zamreženje

$x_2 = 30\text{ g/l}$ katalizator

$x_3 = 20\text{ g/l}$ sredstvo za mehčanje

Receptura 2:

$x_1 = 145\text{ g/l}$ reagent za zamreženje

$x_2 = 30\text{ g/l}$ katalizator

$x_3 = 25\text{ g/l}$ sredstvo za mehčanje

Receptura 3:

$x_1 = 150\text{ g/l}$ reagent za zamreženje

$x_2 = 30\text{ g/l}$ katalizator

$x_3 = 30\text{ g/l}$ sredstvo za mehčanje

pri konstantah:

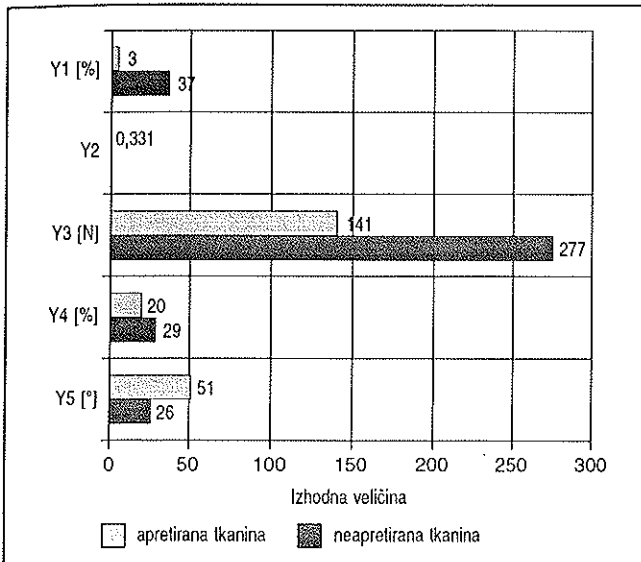
$a =$ temperatura sušenja 120°C , $b =$ temperatura kondenzacije 180°C , $c =$ čas sušenja 60 s , $d =$ čas kondenzacije 30 s , $e = 70\text{--}90\%$.

Vzorci tkanin smo obdelali v skladu s tremi izbranimi recepturami in jim določili izhodne veličine.

Ugotovili smo, da daje najugodnejše eksperimentalne rezultate receptura 1.

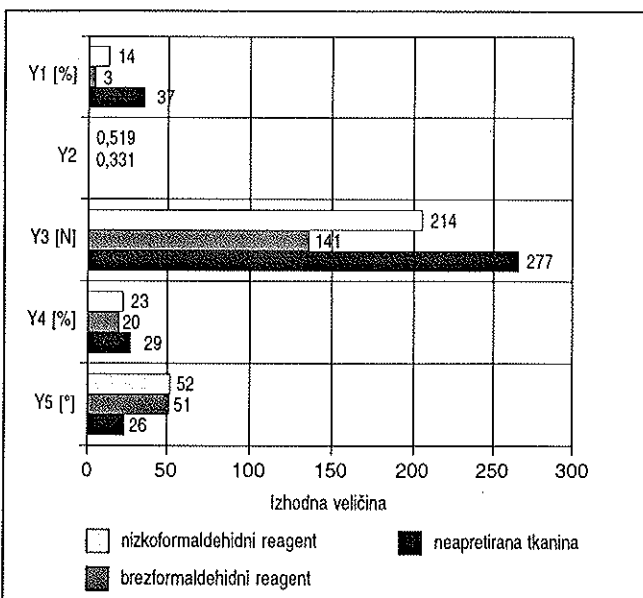
S slike 12, kjer je prikazana primerjava lastnosti neapretirane in z optimalno recepturo 1 apretirane viskozne tkanine iz močno vite preje, je razvidno, da je stopnja nabrekanja (Y_1) pri apretiranih vlaknih glede na neapretirana vlakna za približno $91,9\%$ nižja. Barvna razlika (Y_2) med apretirano in neapretirano viskozno tkanino je neznatna. To pomeni, da optimalni postopek apretiranja ne vpliva na spremembo barve apretirane tkanine. Pretržna sila (Y_3) se zmanjša pri apretirani viskozni tkanini glede na pretržno silo neapretirane viskozne tkanine za $49,1\%$. Prav tako se za 31% zmanjša pretržni raztezek (Y_4) pri apretirani viskozni tkanini. Vendar pa takšno poslabšanje mehanskih lastnosti (pretržna sila in pretržni raztezek) še ne vpliva na poslabšanje uporabnih lastnosti apretirane tkanine. Koti razgubanja (Y_5) so pri apretirani tkanini za $96,2\%$ večji kot pri neapretirani viskozni tkanini. Iz teh rezultatov vidimo, da smo z zamreženjem viskozne tkanine iz močno vite preje z brezformaldehidnim reagentom ob uporabi optimalne recepture 1 dosegli večje kote razgubanja in občutno zmanjšanje stopnje nabrekanja vlaken ob za-

dovoljivih mehanskih lastnostih v dopustnih mejah in nespremenjeni barvi apretirane tkanine.



Slika 12: Primerjava izhodnih veličin apretirane viskozne tkanine po optimalni recepturi in neapretirane viskozne tkanine

Na sliki 13 je prikazana primerjava lastnosti neapretirane viskozne tkanine iz močno vite preje in iste tkanine, apretirane v skladu z optimalnima recepturama z uporabo brezformaldehidnega in nizkoformaldehidnega reagenta za zamreženje (izsledki raziskave so bili predstavljeni v prvem delu [24]). Stopnja nabrekanja viskoznih vlaken (Y_1) se zmanjša pri uporabi tako nizkoformaldehidnega kot brezformaldehidnega reagenta za zamreženje. Najnižjo stopnjo nabrekanja vlaken dose-



Slika 13: Primerjava izhodnih veličin apretirane viskozne tkanine po optimalni recepturi z nizkoformaldehidnim in neformaldehidnim reagentom za zamreženje ter neapretirane viskozne tkanine

žemo pri brezformaldehidnem zamreženju, saj je le-ta za krog 78,6 % nižja kot pri viskozi, apretirani z nizkoformaldehidnim zamreževalcem... Barvne razlike (Y_2) med neobdelanimi in obdelanimi tkaninami so pri uporabi obeh zamreževalcev neznatne. V primerjavi z neapretirano tkanino je večje zmanjšanje pretržne sile (Y_3) zaznati pri uporabi brezformaldehidnega reagenta za zamreženje (za 49,1 %), medtem ko se pri uporabi nizkoformaldehidnega reagenta za zamreženja pretržna sila zmanjša za 22,7 %. Uporaba neformaldehidnega zamreževalca povzroči tudi večje zmanjšanje pretržnega raztezka (Y_4) v primerjavi z nizkoformaldehidnim reagentom za zamreženje. Po uporabi brezformaldehidnega reagenta za zamreženje se pretržni raztezek zmanjša za 31,0 %, medtem ko se po uporabi nizkoformaldehidnega reagenta za zamreženje v primerjavi z neapretirano tkanino zmanjša za 20,7 %. Kot razgubanja (Y_5) se v primerjavi z neapretirano tkanino pri uporabi obeh vrst reagentov za zamreženje poveča. Po uporabi brezformaldehidnega reagenta za zamreženje se koti razgubanja povečajo za 96,2 %, po uporabi nizkoformaldehidnega reagenta za zamreženje pa se povečajo celo za 100 %.

5.0 SKLEP

V raziskavi vpliva koncentracije brezformaldehidnega reagenta za zamreženje, koncentracije katalizatorja in koncentracije mehčalnega sredstva (vhodni faktorji) na stopnjo nabrekanja viskoznih vlaken, barvno razliko, pretržno silo, pretržni raztezek in kot razgubanja (izhodni faktorji) viskozne tkanine iz močno vite preje smo uporabili faktorski načrt. Ugotovili smo, da povečanje vsebnosti brezformaldehidnega sredstva za zamreženje pomembno vpliva na zmanjšanje nabrekanja vlaken, zmanjšanje barvnih razlik in povečanje pretržne sile. Povečanje vsebnosti katalizatorja pomembno vpliva na povečanje nabrekanja vlaken, povečanje pretržne sile in zmanjšanje kota razgubanja. Povečanje koncentracije mehčalnega sredstva v obdelovalni kope-li pomembno vpliva na zmanjšanje nabrekanja vlaken, pretržne sile ter kota razgubanja.

Na podlagi izvedbe trifaktorskega načrta smo določili optimalno recepturo, ki ustreza naslednjemu pogoju: $Y_1 < 9 \%$ in $Y_2 < 0,6$ in $Y_3 > 110 \text{ N}$ in $Y_4 < 18,9 \%$ in $Y_5 > 45^\circ$:

- $x_1 = 140 \text{ g/l}$ reagent za zamreženje.
- $x_2 = 30 \text{ g/l}$ katalizator
- $x_3 = 20 \text{ g/l}$ sredstvo za mehčanje

pri konstantnih pogojih sušenja in kondenzacije.

Tkanine, apretirane z brezformaldehidnim reagentom v skladu z optimalno recepturo 1, izkazujejo

manjše nabrekanje vlaken v vodnem mediju (za okrog 91,9 %) in večji kot razgubanja (za okrog 96,6 %) kot pri neapretirani tkanini. Barva apretiranih viskoznih tkanin se ne spremeni. Mehanske lastnosti (pretržna sila in pretržni raztezek) se pri apretirani tkanini poslabšajo, vendar to še ne vpliva bistveno na uporabne lastnosti apretirane tkanine.

Ob primerjavi teh rezultatov z rezultati prvega dela raziskav lahko povzamemo, da oba reagenta za zamreženje, tako reagent z nizko vsebnostjo formaldehida kot brezformaldehidni reagent, znižata stopnjo nabrekanja in vplivata na pomembno povečanje kotov razgubanja, kar je tudi osnovni namen postopka zamreženja. Glede ohranitve mehanskih lastnosti je sicer ugodnejši reagent z nizko vsebnostjo formaldehida, vendar pa je z ekološkega vidika bolj sprejemljiv brezformaldehidni, saj že majhne količine formaldehida škodijo zdravju.

Viri:

- [1] LÄMMERMMAN, D. Neue Möglichkeiten der formaldehydfreien Vernetzung von Cellulosefasern. *Melliand Textilberichte*, 1992, no. 3, p. 274-279.
- [2] KOTTES, BA., MORRIS NM. in CATALANO E A. Durability of Ester groups to laundering of polycarboxylic acid-finished cotton fabric. *American Dyestuff Reporter*, 1994, no. 6, p. 22-25.
- [3] BISCHOF VUKUŠIĆ, S. i sur. Polikarboksilne kiseline u obradi protiv gužvanja. *Tekstil*, 1999, let. 48, br. 11, str. 549-560.
- [4] SCHRAMM, C. and all. Kinetic data for the crosslinking reaction of polycarboxylic acids with cellulose. *The Journal of the Society of Dyers and Colourist*, 1997, vol. 113, no. 12, p. 346-349.
- [5] CHOI, MH. and MORRIS NM. Unsaturated dicarboxylic acids in non-formaldehyde DP finishing of cotton. *American Dyestuff Reporter*, 1994, no. 12, p. 48-53.
- [6] CHOI, MH. and all. Nonphosphorus catalysis for formaldehyde-free DP finishing of cotton with 1,2,3,4-butanetetracarboxylic acid. Part 1: Aromatic N-heterocyclic compounds. *Textile Research Journal*, 1993, vol. 63, no. 11, p. 650-657.
- [7] SCHRAMM, C. Bestimmung formaldehydfreier Vernetzersysteme auf Basis polycarbonsäuren/Natriumphosphinat mittels isokratischer HPLC. *Textilveredlung*, 1996, vol. 31, no. 11/12, p. 248-251.
- [8] SCHRAMM, C. and all. Nonformaldehyde DP finishing with BTCA - evaluation of the degree of esterification by isocratic HPLC. *Textile Chemist and Colorist*, 1997, vol. 29, no. 9, p. 37-41.
- [9] SCHRAMM, C. and all. Quantitative determination of BTCA bound to cellulosic material by means of isocratic HPLC. *Textile Research Journal*, 1998, vol. 68, no. 11, p. 821-827.
- [10] DEBELAK, F. *Zamreženje celuloze z brezformaldehidnimi reaktanti : magistrsko delo*. Maribor : Fakulteta za strojništvo, 2000.
- [11] JUS, S. *Optimiranje brezformaldehidnega zamreženja visokozavojnih viskoznih tkanin : diplomsko delo*. Maribor : Fakulteta za strojništvo, 2001.
- [12] *Bezema AG. : Sicherheitsdatenblatt*. (Tehnični list proizvajalca), Montlingen : Bezema AG, 1995.
- [13] PETERS, RH. *Textile Chemistry of Fibres. Vol.*. Amsterdam; New York; London : Elsevier Publishing Company, 1963, p. 159-223.
- [14] SHORE, J. Cellulosic Dyeing. *Society of Dyers and Colourists*, UK 1995, p. 1-80.
- [15] REINERT, F. Was bringt die Hochveredlung von Textilien dem Verbraucher?. *Melliand Textilberichte*, 1992, no. 4, p. 353-358.
- [16] CHOI, MH. and all. Nonphosphorus catalysis for formaldehyde-free DP finishing of cotton with 1,2,3,4-butanetetracarboxylic acid. Part 2 : Sodium salts of fumaric, maleic, and itaconic acids. *Textile Research Journal*, 1994, vol. 64, no. 9, p. 501-507.
- [17] GRANCARIĆ, M., SOLJAČIĆ, I. in KATOVIĆ, D. *Osnove oplemenjivanja tekstila - Procesi mokre apreture, bojadisanja i tiska. 2. knjiga*. Zagreb, 1994, p. 8-21.
- [18] ISKRAČ, S. *Apretiranje visokozavojnih viskoznih tkanin : diplomsko delo*. Maribor : Fakulteta za strojništvo, 2001.
- [19] WELCH, CM. Formaldehyde-free durable press finishing with BTCA in the presence of polar nitrogenous additives. *Textile Chemist and Colorist*, 1991, vol. 23, no. 3, p. 29-33.
- [20] REINHARDT, RM. Triethynolamine salts as additives to produce dyeable/durable press cottons. *American Dyestuff Reporter*, 1993, October, p. 46-50.
- [21] CHOI, HM. Nonionic and cationic curing additives which improve the whiteness of citric acid treated cotton. *Textile Chemist and Colorist*, 1993, vol. 25, no. 5, p. 19-24.
- [22] STANA, K. *Belina in fluorescenca ekološko neoporečno beljenega celuloznega vlakna : magistrsko delo*. Maribor : Fakulteta za strojništvo, 1992.
- [23] SCHEFFLER, E. *Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung*. Leipzig : Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1986.
- [24] ISKRAČ, S. in ostali: Statistično načrtovanje postopka apretiranja viskoznih tkanin iz močno vite preje, 1. del: Apretiranje z reagenti z nizko vsebnostjo formaldehida. *Tekstilec*, 2004, let. 47, št. 5-6, str. 159-166.
- [25] *Farbmetrische Bestimmung von Farbäbstandenden bei Körper-Farben nach der CIE Lab - Formel, Standard DIN 6174: 1979*.
- [26] *Einfacher Streifen-Zugversuch an textilen Flächengebilden, Standard DIN 53 857: 1979*.
- [27] *Bestimmungen der Knittererholungswinkels von textilen Flächengebilden, Standard DIN 53 890: 1972*.