

Lidija Černe, Samira Hadžić in Barbara Simončič

Univerza v Ljubljani, Naravoslovnotehniška fakulteta, Oddelek za tekstilstvo, Snežniška 5, 1000 Ljubljana

## Določitev optimalne koncentracije sredstev za pripravo večfunkcionalne vodo- in oljeodbojne ter ognjevarne apreture

### *Determination of Optimal Concentrations of Agents for Preparation of Multifunctional Water and Oil Repellent and Flame Retardant Finish*

Izvirni znanstveni članek/Original Scientific Paper

Prispelo/Received 10-2012 • Sprejeto/Accepted 01-2013

#### Izvleček

V raziskavi je predstavljen postopek določitve optimalne koncentracije apreturnih sredstev za pripravo večfunkcionalne vodo- in oljeodbojne ter ognjevarne apreture na bombažni tkanini po tehnologiji sol-gel. Uporabljena je bila kombinacija dveh apreturnih sredstev, in sicer sol-gel prekursor, modificiran fluoroalkil siloksan (FAS) z vodo- in oljeodbojnimi lastnostmi in organofosfonat (OP) z ognjevarnimi lastnostmi v kombinaciji z melaminskim zamreževalom in fosforjevo (V) kislino kot katalizatorjem. Sredstvo FAS je bilo uporabljeno v koncentracijskem območju od 25 do 150 g/l, sredstvo OP pa od 100 do 400 g/l. Večfunkcionalna apretura je bila nanesena po enostopenjskem impregnirnem postopku pri ustreznih pogojih. Primerjalno sta bili naneseni tudi enokomponentni apreturi FAS in OP pri enakih koncentracijah. Funkcionalne lastnosti apreture so bile določene na podlagi meritev oljeodbojnosti s statično metodo z uporabo homologne vrste alkanov in ognjevarnosti z vertikalnim testom gorenja. Iz rezultatov je razvidno, da se z naraščajočo koncentracijo sredstva FAS v mešanici bistveno ne zmanjša ognjevarna učinkovitost sredstva OP. V nasprotju s tem pa se pri najvišjih uporabljenih koncentracijah sredstva OP močno zmanjša oljeodbojnost sredstva FAS. Na podlagi rezultatov sta bili določeni optimalni koncentraciji sredstev FAS in OP v mešanici, ki sta med vsemi vzorci na tkanini delovali vzajemno ter zagotovili najvišjo oljeodbojnost in ognjevarnost. Na tem vzorcu tkanine sta bili na podlagi meritev statičnih stičnih kotov vode in kotov zdrsa vode doseženi tudi superodbojnost in samočistilnost, kar je še dodatno povečalo funkcionalnost apreture.

Ključne besede: bombaž, vodo- in oljeodbojnost, ognjevarnost, tehnologija sol-gel, mešanica sredstev, vzajemno delovanje, večfunkcionalna apretura

#### Abstract

The research includes the preparation of optimal concentrations of finishing agents for the multifunctional water- and oil-repellent, self-cleaning and flame retardant finish on a cotton woven fabric with the sol-gel technology. A combination of two finishing agents was used. As a water- and oil-repellent agent, the modified sol-gel precursor perfluoro siloxane (FAS) was chosen and organophosphonate (OP) as a flame retardant agent in combination with crosslinking methylolmelamine and phosphoric (V) acid as a catalyser. The FAS agent was used in the concentration range from 25 to 150 g/l and the OP agent in the range from 100 to 400 g/l. The multifunctional finish was applied to the fabric with a one-stage pad-dry-cure procedure at appropriate conditions. Comparatively, one-component finishes FAS and OP were applied at the same conditions as well. The functional properties of finished samples were determined with the measurement of oleophobicity with the static method using

Vodilna avtorica/Corresponding author:  
**red. prof. dr. Barbara Simončič**  
Telefon: +386 1 200 32 31  
e-pošta: barbara.simoncic@ntf.uni-lj.si

Tekstilec, 2013, letn. 56, št. 1, str. 13–21

homologue series of alkanes and a vertical test of flammability. The results showed that the increasing concentration of the FAS agent in the mixture did not significantly reduce the flame retardant performance of the OP agent. In contrast, at higher concentrations of the OP agent, a great reduction of oleophobicity of the FAS agent was noticed. Based on these results, optimal concentrations of FAS and OP agents in the mixture were determined, which acted synergistically and therefore insured the highest oleophobicity and flame retardancy of the fabric sample. The results of the water static contact angle measurements and the water sliding angles indicated that super-hydrophobicity and self-cleaning effect were also obtained on this fabric sample, which further increased the functionality of the finish.

Keywords: cotton, water- and oil-repellency, flame retardancy, sol-gel technology, mixture of agents, interaction, multifunctional finish

## 1 Uvod

Pri oblikovanju naprednih tekstilnih materialov s posebnimi lastnostmi in visoko dodano vrednostjo imajo pomembno vlogo visoko tehnološko razviti proizvodni postopki, pri katerih lahko s kemijsko modifikacijo tekstilnih vlaken dosežemo njihove večfunkcionalne zaščitne lastnosti. Med slednjimi so tako v oblačilni industriji kot za izdelavo tehničnih tekstilij pomembne kombinacije vodo- in oljeodbojnih, samočistilnih, protimikrobnih, ognjevarnih lastnosti kot tudi zaščita pred različnimi sevanji.

Za doseg večfunkcionalnih zaščitnih lastnosti tekstilij iz naravnih vlaken, kjer lahko kemijsko modifikacijo izvedemo le pri procesih njihovega plemenitenja, so se razvile različne najsodobnejše tehnologije, med njimi nanotehnološki postopek apretiranja sol-gel [1, 2], pri katerem lahko na površini tekstilnih vlaken oblikujemo nanokompozitne anorgansko-organske hibridne polimerne filme z edinstvenimi funkcionalnimi lastnostmi. V naših prejšnjih raziskavah [3–7] smo postopek sol-gel s pridom uporabili za doseg hkratnih supervodo- in oljeodbojnih ter samočistilnih lastnosti na bombažni tkanini, s čimer nam je uspelo oblikovati biomimetične tekstilije z »lotosovim efektom« [8, 9]. Tej lastnosti smo dodali še aktivno protimikrobno zaščito [3, 6].

Da bi »lotosov efekt« na bombažni tkanini nadgradili z novo zaščitno lastnostjo ter s tem dali tekstilijam dodatno večfunkcionalnost, smo izbrali ognjevarno zaščito, ki ima velik praktičen pomen na različnih gospodarskih področjih. Na trgu so različna anorganska in organska ognjevarna sredstva za zaščito celuloznih vlaken [10], ki se razlikujejo v kemijski strukturi, učinkovitosti, pralni obstojnosti, ekološki sprejemljivosti in ceni. V najsodobnejših

raziskavah se uporabljajo fosforjeve, dušikove, silicijeve in žveplove spojine in njihove kombinacije [11–21]. Ognjevarna sredstva delujejo po različnih mehanizmih, ki vključujejo odstranjevanje toplote, zmanjšanje dostopa kisika in redčenje zmesi gorljivih plinov, zmanjšanje tvorbe gorljivih hlapnih produktov in povečanje količine pooglenelega ostanka, dehidriranje vlaken in nastanek pooglenelega ostanka. Pri tem je pomembno vzajemno delovanje sredstev v mešanih produktih [22].

Pri pripravi večfunkcionalnih apretur se uporabljajo kombinacije kemijskih sredstev ustreznih struktur. Pri tem pa nastane problem, saj za večino na trgu prisotnih sredstev nimamo informacij, kako njihova kemijska struktura in koncentracija v mešanici vplivata na lastnosti apreturnega filma in ali sredstva v mešanici sploh delujejo vzajemno. Če struktura in koncentracija uporabljenih sredstev nista ustrezno izbrani, se lahko funkcionalne lastnosti večkomponentnih apretur bistveno poslabšajo v primerjavi z enokomponentnimi. Zato je treba za vsako posamezno apreturno sredstvo, ki ga želimo uporabiti, določiti, ali je primerno za nanos v mešanici z drugimi izbranimi sredstvi. Ker je še veliko nerešenih problemov in vprašanj, povezanih z nanosom večfunkcionalne apreture, ostaja to področje raziskav velik izziv pri plemenitenju tekstilij.

Glavni namen raziskave je bil pripraviti večfunkcionalno vodo- in oljeodbojno ter ognjevarno apreturo na bombažni tkanini z uporabo tehnologije sol-gel. Ob tem smo želeli, da bi ognjevarna vlakna ohranila supervodoodbojnost in samočistilnost. Pri eksperimentalnem delu smo uporabili vodo- in oljeodbojni prekursor sol-gel perfluoriran siloksan in ognjevarno sredstvo organofosfonat, ki ni prekursor sol-gel. Predvidevali smo, da bo perfluoriran siloksan na celuloznih vlaknih oblikoval organsko-anorganski

polimerni film, ki bo pomenil matrico, v katero se bo vezal organofosfonat. Takšnega načina priprave večfunkcionalne vodo- in oljeodbojne ter ognjevarne apreture v literaturi še nismo zasledili. Pomemben cilj raziskave je bil proučiti vpliv koncentracije vodo- in oljeodbojnega ter ognjevarnega sredstva v mešanici na zaščitne lastnosti apretiranih vlaken ter na podlagi rezultatov izbrati optimalno sestavo impregnirne kopeli za pripravo apreture z zahtevanimi lastnostmi.

## 2 Eksperimentalni del

### 2.1 Materiali

V raziskavi smo uporabili 100-odstotno bombažno tkanino v vezavi štirivezni keper s ploščinsko maso 251,6 g/m<sup>2</sup>. Tkanina je bila pred tem beljena s H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, mercerizirana z NaOH in nevtralizirana v očetno kisli kopeli.

Preglednica 1: Oznaka apreture in vzorca ter koncentracija, *c*, apreturnih sredstev v impregnirni kopeli

Oznaka apreture/ vzorca	<i>c</i> (g/l)			
	FAS	OP	MZ	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>
N	0	0	0	0
F1	25	0	0	0
F2	50	0	0	0
F3	75	0	0	0
F4	100	0	0	0
F5	125	0	0	0
F6	150	0	0	0
A1	0	100	5	5
A2	0	150	7,5	7,5
A3	0	200	10	10
A4	0	300	15	15
A5	0	400	20	20
F4 + A1	100	100	5	5
F4 + A2	100	150	7,5	7,5
F4 + A3	100	200	10	10
F4 + A4	100	300	15	15
F4 + A5	100	400	20	20
F3 + A3	75	200	10	10
F5 + A3	125	200	10	10
F6 + A3	150	200	10	10

Kot vodo- in oljeodbojno sredstvo smo uporabili prekursor sol-gel perfluoriran siloksan (FAS, Dynasylan F8815, Chemcolor, Slovenija) na vodni osnovi. Za doseg ognjevarnih lastnosti smo uporabili organofosfonat (OP, Apyrol CEP, Bezema AG, Švica). Sredstvo OP je bilo uporabljeno skupaj z melaminskim zamreževalom (MZ, Apyrol MH, Bezema AG, Švica) in fosforjevo (V) kislino (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) kot katalizatorjem. V preglednici 1 so zbrane oznake apretur, ki so hkrati oznake vzorcev ter koncentracije uporabljenih apreturnih sredstev v impregnirni kopeli.

Vzorci F1–F6 in A1–A5 so apretirani z enokomponentno apreturo, in sicer vzorci F1–F6 z naraščajočo koncentracijo sredstva FAS in vzorci A1–A5 z naraščajočo koncentracijo sredstva OP. Vzorce F4+A1, F4+A2, F4+A3, F4+A4 in F4+A5 smo apretirali z večfunkcionalno apreturo, pri kateri smo uporabili enako koncentracijo sredstva FAS, koncentracijo sredstva OP pa smo poveševali. Vzorci z oznakami F3+A3, F5+A3 in F6+A3 se med seboj razlikujejo v različni koncentraciji sredstva FAS in enaki koncentraciji sredstva OP.

### 2.2 Apretiranje

Apreture smo nanegli po impregnirnem postopku, ki je vključeval polno omakanje vzorcev v impregnirni kopeli, ožemanje s 100-odstotnim ožemalnim učinkom, toplozračno sušenje pri 100 °C in petminutno kondenziranje pri 150 °C.

### 2.3 Metode preiskav

#### 2.3.1 Vrstična elektronska mikroskopija (SEM)

Morfološke spremembe bombažnih vlaken zaradi nanosa apreture smo proučili z vrstičnim elektronskim mikroskopom JEOL 6060 LV (JEOL, Japonska) pri 5000-kratni povečavi. Vzorci so bili pred tem naprašeni s tanko plastjo zlata.

#### 2.3.2 Fourierjeva transformacijska infrardeča (FT-IR) spektroskopija

Kemijske spremembe bombažne tkanine zaradi nanosa apreture smo določili s pomočjo FT-IR spektroskopije. Spektre vzorcev neapretirane tkanine in tkanine, apretirane z različnimi koncentracijami apreturnih sredstev, smo posneli s celico ATR na spektrometru Spectrum GX (Perkin Elmer, Velika Britanija) v območju valovnih števil 4000–600 cm<sup>-1</sup>. Za vsak vzorec smo v spektru prikazali povprečje najmanj dvaintridesetih spektrov. Spektri so bili

normalizirani v celotnem merjenem območju valovnih števil od 4000–600  $\text{cm}^{-1}$ .

### 2.3.3 Oljeodbojnost

Oljeodbojnost vzorcev, apretiranih z različnimi apreturami, smo določili po standardni metodi SIST EN ISO 14419:2000. Uporabili smo osem testnih topil s padajočo površinsko napetostjo. Vzorce velikosti 20 x 20 cm smo postavili na ravno podlago ter na vsakega s kapalko kanili več kapelj testnega topila najnižje zaporedne številke. Volumen vsake kaplje je znašal 0,05 ml. Nato smo v 30 sekundah pod kotom 45° opazovali razširjanje kaplje po površini blaga. Rezultat oljeodbojnosti smo podali z oceno od 0 do 8, kakor je ustrezalo zaporednim številkam testnih topil. Kot oceno smo podali številko topila, ki je bilo zadnje v vrsti, ki še ni popolnoma omočilo apretiranega vzorca.

### 2.3.4 Statični stični koti

Statične stične kote vode smo na površini apretirane tkanine določili z aparatom DSA 100 (Krüss, Nemčija). Uporabili smo volumen kaplje  $5 \cdot 10^{-3}$  ml, ki zagotavlja, da se oblika kaplje vode na površini tkanine ne deformira in s tem posledično ne vpliva na rezultat stičnega kota. Na vzorec tkanine smo nanесли kapljo vode in po šestdesetih sekundah izmerili stični kot. Kot rezultat smo podali srednjo vrednost desetih meritev.

### 2.3.5 Kot zdrsa

Kot zdrsa kaplje vode po površini apretirane tkanine smo določili tako, da smo po osnovi pripravili vzorce dimenzije 2 x 5 cm in jih pritrdili na stekleno ploščico. Na vzorec smo nanесли kapljo vode v velikosti 0,3 ml, nato pa z dvigovanjem enega roba ploščice povečevali naklon ploščice s tkanino tako dolgo, da se je kaplja vode skotalila po površini tkanine. Dobili smo kot, ki smo ga poimenovali kot zdrsa. Z izbranim volumnom nanese kaplje vode smo se želeli približati povprečni velikosti vodnih kapelj pri naravnih razmerah pršenja. Kot rezultat smo podali srednjo vrednost petih meritev.

### 2.3.6 Vertikalni test gorljivosti

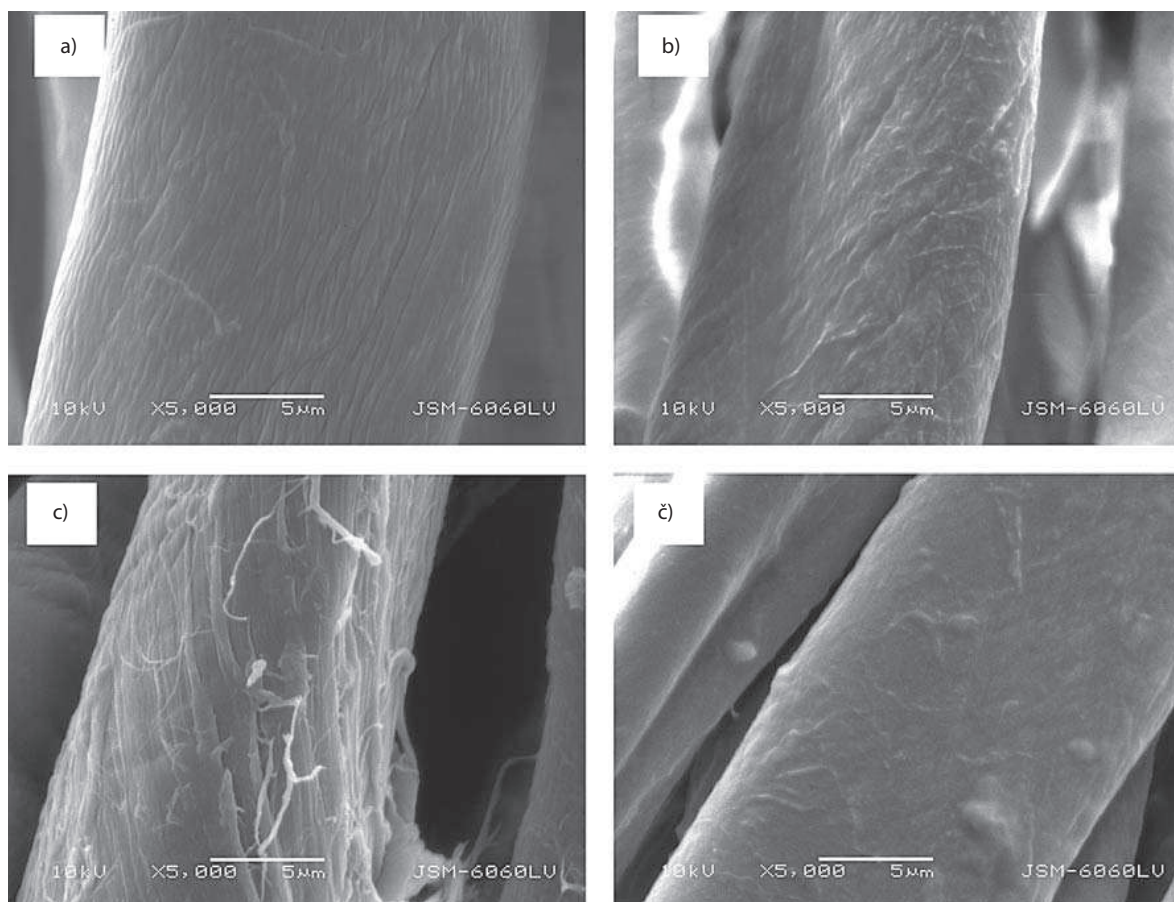
Gorljivost vzorcev apretirane tkanine smo določili po standardu DIN 53906. Iz vsakega vzorca tkanine smo izrezali pet vzorcev po osnovi v velikosti 15 x 7,5 cm. Test gorljivosti smo izvedli v gorilni komori. Na podlagi ploščinske mase tkanine smo

določili čas zagorevanja, to je čas stika vzorca z ognjem, ki je znašal 8 s. Vzorce smo vpeli v nosilec, na gorilniku uravnali plamen, visok štiri centimetre, ter gorilnik postavili pod vzorec tako, da je 2 cm plamena segalo v vzorec. Po osmih sekundah zagorevanja smo plamen umaknili ter merili čas gorenja in tlenja tkanine. Čas gorenja smo odčitali od časa odmaknitve plamena pa do ugasnitve plamena, čas tlenja pa od trenutka, ko je plamen ugasnil, do trenutka, ko je vzorec prenehal tleti. Vzorcem smo izmerili tudi dolžino raztrganine.

## 3 Rezultati z razpravo

Na sliki 1 so prikazani SEM-posnetki vzorca neapretirane tkanine in reprezentativni vzorci tkanine, apretirane z različnimi apreturami. S slike je razvidno, da nanos vodo- in oljeodbojne apreture v kombinaciji z ognjevarno apreturo in brez nje vpliva na spremembo površine bombažnih vlaken. Sredstvo FAS (slika 1 (b)) je na površini vlaken oblikovalo tanek polimerni film ter s tem brazde, značilne za bombažno vlakno, delno zakrilo. Po nanosu sredstva OP (slika 1 (c)) opazimo izrazitejše oplaščenje vlakna glede na sredstvo FAS, predvsem je povečana hrapavost površine vlakna z nastankom vzdolžnih grebenov. Podobne morfološke spremembe po nanosu ognjevarnega sredstva so opazili tudi drugi raziskovalci [13]. Kombinacija sredstev FAS in OP (slika 1 (č)) spremeni morfologijo površine vlaken. V tem primeru značilnih brazd bombažnega vlakna ni opaziti, poleg tega pa so oplaščeni tudi grebeni, nastali po nanosu sredstva OP.

Na sliki 2 so prikazani spektri FT-IR neapretirane bombažne tkanine v primerjavi z bombažno tkanino, apretirano s sredstvom FAS dveh različnih koncentracij. Na sliki so razvidni trakovi pri valovnih številih 1145, 1200 in 1238  $\text{cm}^{-1}$ , ki pripadajo skupinam  $-\text{CF}_2$  in  $-\text{CF}_3$ , prisotnim v stranskih perfluoriranih alkilnih skupinah apreturnega filma sredstva FAS. Pri višji koncentraciji sredstva je intenziteta traku večja (- - -). Na sliki 3 so prikazani ATR-spektri neapretirane bombažne tkanine ter tkanine, apretirane s sredstvom OP v dveh različnih koncentracijah. S slike so jasno razvidni trakovi, ki so značilni za nanese sredstva. Trak pri valovnem številu 840  $\text{cm}^{-1}$  pripada vibracijam P-CH<sub>2</sub> skupin [12], trak pri 1227  $\text{cm}^{-1}$  vibracijam vezi P=O [20, 23, 24], trakova pri valovnih številih 1665  $\text{cm}^{-1}$  amidu I (raztezne vibracije

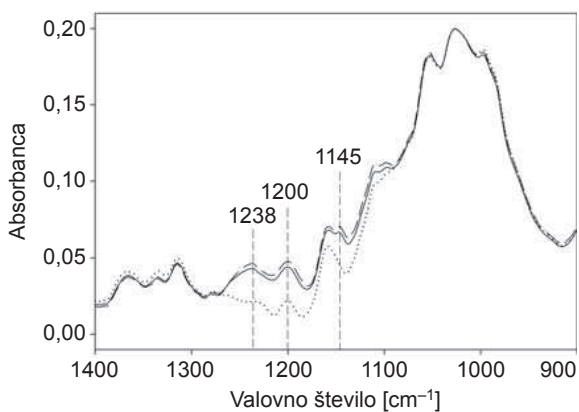


Slika 1: SEM-posnetki vzorcev N (a), F4 (b), A3 (c) in F4 + A3 (č)

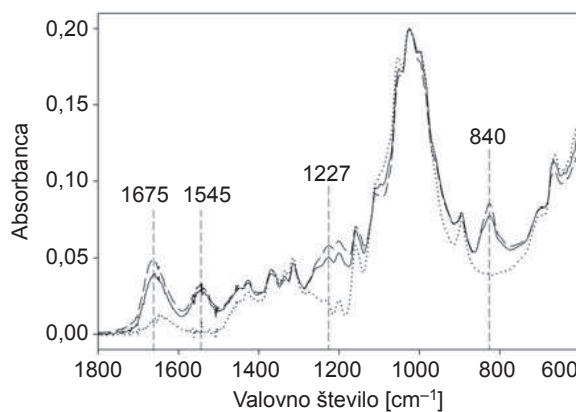
C=O vezi) in  $1545\text{ cm}^{-1}$  amidu II (upogibanje vezi N-H) [25, 26].

Na sliki 4 so prikazani ATR-spektri neapretirane tkanine in tkanine, apretirane z večfunkcionalno apreturo, ki je vključevala kombinacijo sredstev FAS

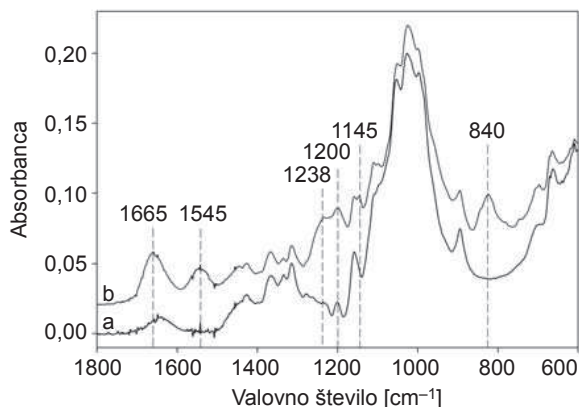
in OP. Iz spektra b je jasno razvidno, da so na površini vlaken prisotni trakovi, značilni za obe apreturi, ki sta predstavljeni na slikah 2 in 3. S tem smo potrdili adsorpcijo večfunkcionalne apreture na površino bombažne tkanine.



Slika 2: ATR-spektri neapretirane bombažne tkanine (....) in vzorcev tkanine, apretirane s 100 g/l (----) in 150 g/l (- - -) sredstva FAS



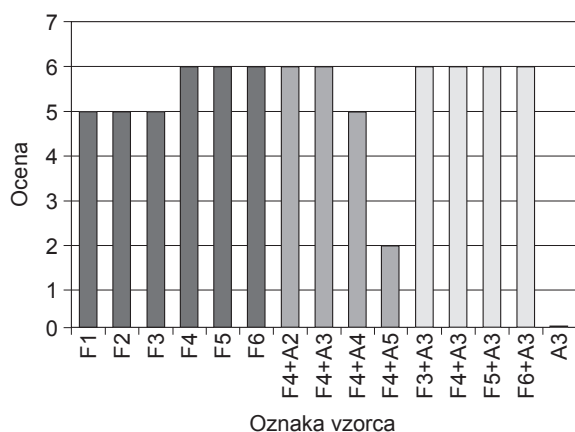
Slika 3: ATR-spektri neapretirane bombažne tkanine (....) in vzorcev tkanine, apretirane z 200 g/l (----) in 400 g/l (- - -) sredstva OP



Slika 4: ATR-spektra neapretirane bombažne tkanine (a) in vzorca tkanine, apretirane z mešanico sredstev FAS (100 g/l, vzorec F4) in OP (200 g/l, vzorec A3) (b)

Rezultati testa oljeodbojnosti (slika 5) so pokazali, da s sredstvom FAS pri koncentracijah od 25 g/l do 75 g/l (vzorci F1–F3) dosežemo le oceno 5. S koncentracijami, enakimi 100 g/l (vzorci F4–F6) ali višjimi v enokomponentni apreturi že dobimo oceno oljeodbojnosti 6. To pomeni, da so vzorci F4–F6 odbojni za n-dekan in vsa olja s površinsko napetostjo nad 23,5 mN/m in je koncentracija 100 g/l najnižja, s katero dosežemo zelo dobre oljeodbojne učinke.

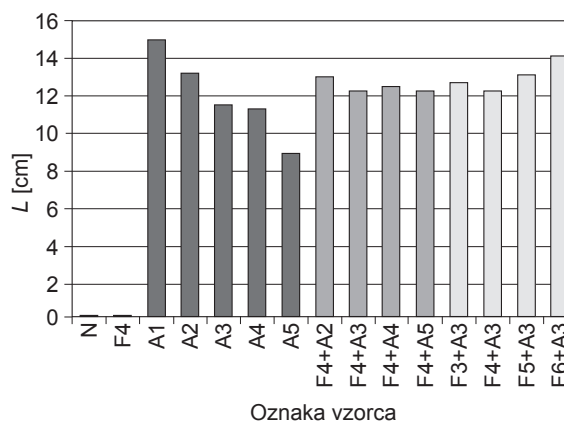
S slike 5 je razvidno, da vzorec A3, ki je prikazan kot reprezentativen vzorec za vzorce, apretirane s sredstvom OP, ni oljeodbojen (ocena 0). To je razumljivo, saj organofosfonati v svoji strukturi ne vključujejo perfluoriranih alkilnih skupin, ki bi omogočale oljeodbojne lastnosti. Dodatek sredstva OP, ki ni voden in oljeodbojen, v večfunkcionalni apreturi po pričakovanju poslabša oljeodbojnost, vendar šele pri višjih



Slika 5: Ocena oljeodbojnosti vzorcev tkanine, apretirane s sredstvi FAS, OP in njihovimi kombinacijami

Preglednica 2: Rezultati meritev vertikalnega testa, čas gorenja,  $t_G$  in čas tlenja,  $t_T$  neapretiranega vzorca tkanine (N) in vzorcev tkanine, apretiranih s sredstvi FAS, OP ter njihovimi kombinacijami

Oznaka vzorca	$t_G$ (s)	$t_T$ (s)
N	22	18
F4	28	1
A1	5	0
A2	0	0
A3	0	0
A4	0	0
A5	0	0
F4+A2	0	0
F4+A3	0	0
F4+A4	0	0
F4+A5	0	0
F3+A3	0	0
F5+A3	0	0
F6+A3	0	0



Slika 6: Dolžina raztrganine, L, neapretiranega vzorca tkanine (N) in vzorcev tkanine, apretiranih s sredstvi FAS in OP in njihovimi kombinacijami

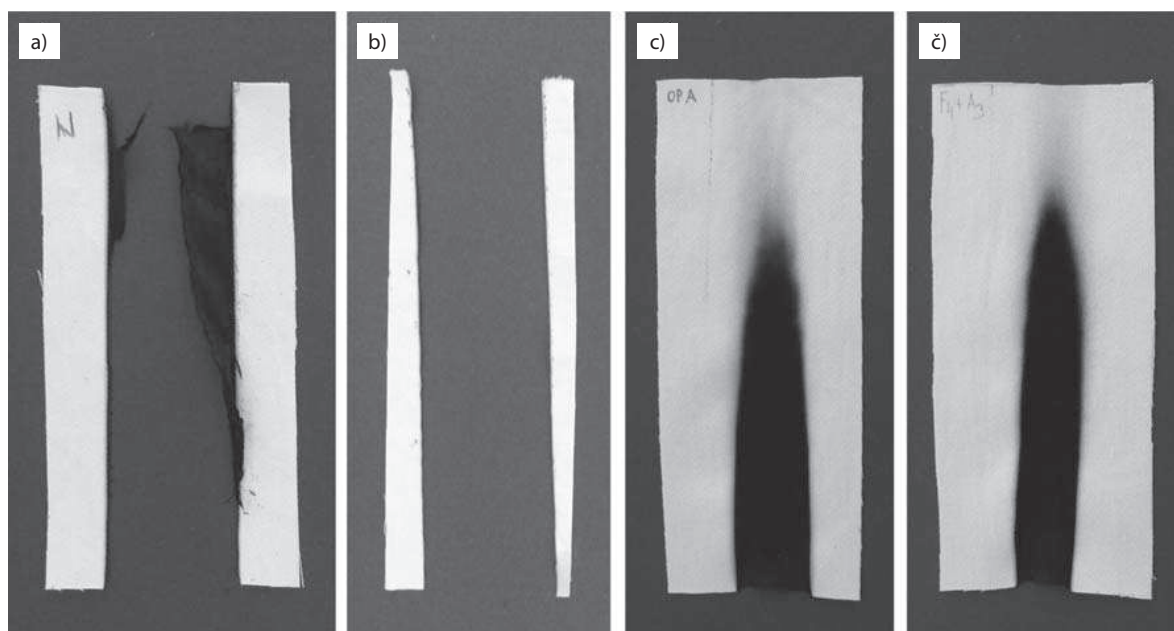
izbranih koncentracijah. Pri koncentraciji sredstva OP, enaki 300 g/l (vzorec F4+A4), se ocena oljeodbojnosti zmanjša z vrednosti 6 na 5, pri najvišji koncentraciji OP, enaki 400 g/l (vzorec F4+A5), pa celo na vrednost 2. Ta vzorec je sicer še vedno dobro odbojen za različna olja in tudi za mešanico parafinsko olje/n-heksadekan, vendar pa so takšne odbojne lastnosti za kakovostno funkcionalno apreturo nezadovoljive. Glede na dobljene rezultate smo se želeli prepričati, ali morda zviševanje koncentracije sredstva FAS

(od 100 g/l do 150 g/l) pri enaki koncentraciji sredstva OP (200 g/l) vpliva na oljeodbojnost. Ugotovili smo, da povišanje koncentracije sredstva FAS v večfunkcionalni apreturi ne izboljša oljeodbojnosti. Iz rezultatov testa oljeodbojnosti bi lahko poudarili naslednji koncentraciji sredstev v večfunkcionalni apreturi: 100 g/l sredstva FAS in 200 g/l sredstva OP. V tem primeru sredstvi še delujeta vzajemno.

Vpliv koncentracije sredstev FAS in OP v večfunkcionalni apreturi za zaščito bombažne tkanine proti gorljivosti smo preskusili z vertikalnim testom gorljivosti. Rezultati so prikazani v preglednici 2 in na sliki 6. Vzorec F4 je prikazan kot reprezentativni vzorec za vzorce, apretirane s sredstvom FAS. Kot je razvidno iz preglednice 2, neapretiran vzorec (N) in vzorec, apretiran s sredstvom FAS (F4), gorita in tli. Vzorec F4 gori nekoliko dlje kot vzorec N, tli pa krajši čas. Oba vzorca popolnoma zgorita (slika 7), zato dolžine raztrganine pri njiju nismo mogli določiti. Nanos sredstva OP je skoraj pri vseh koncentracijah, razen pri najnižji, enaki 100 g/l (vzorec A1), preprečil gorenje tkanine. Nobeden od vzorcev tudi ni tlel. Zviševanje koncentracije sredstva OP s 150 na 400 g/l ni bistveno vplivalo na rezultate vertikalnega testa gorenja. Lahko bi rekli, da so vsi vzorci od A2 do A5 ognjevarni. Da bi ugotovili, ali sredstvi FAS in OP delujeta

vzajemno tudi pri ognjevarni zaščiti, smo proučili, kako zviševanje koncentracije sredstva OP pri enaki koncentraciji sredstva FAS vpliva na ognjevarnost apreture. Na podlagi rezultatov v preglednici 2 lahko rečemo, da zviševanje koncentracije sredstva OP ni bistveno vplivalo na gorenje vzorcev, saj vsi vzorci, ne glede na koncentracijo OP, niso ne goreli ne tleli. Če pa smo zviševali koncentracijo sredstva FAS pri enaki koncentraciji sredstva OP, smo ugotovili, da zviševanje koncentracije FAS povzroči intenzivnejši plamen. Vendar tudi ti vzorci niso ne goreli ne tleli.

Razlike med vzorci, kjer smo uporabili večfunkcionalno apreturo, se razkrijejo z meritvami dolžine raztrganine (slika 6). S slike 6 je razvidno, da se pri enokomponentni ognjevarni apreturi dolžina raztrganine zmanjšuje z naraščajočo koncentracijo sredstva OP. Ob dodatku sredstva FAS (100 g/l) se z zviševanjem koncentracije sredstva OP od 150 do 400 g/l dolžina raztrganine pri koncentraciji 200 g/l nekoliko zmanjša, nato pa med vzorci z višjimi koncentracijami sredstva OP ne opazimo bistvenih razlik. Z vidika ognjevarnosti bi bila zato najprimernejša koncentracija sredstva OP enaka 200 g/l. Prisotnost sredstva FAS v večfunkcionalni apreturi povzroči podaljšanje dolžine raztrganine v primerjavi z enokomponentno apreturo s sredstvom OP. Ker se z zviševanjem koncentracije sredstva FAS pri



Slika 7: Fotografije vzorcev neapretirane tkanine (a) in vzorcev tkanine, apretiranih s sredstvi FAS in OP: F4 (b), A3 (c) in F4+A3 (č)

enaki koncentraciji sredstva OP (200 g/l) dolžina raztrganine povečuje, ti rezultati narekujejo uporabo čim nižje koncentracije sredstva FAS. Iz tega sledi, da je najprimernejša koncentracija sredstva FAS enaka 100 g/l, ki v prisotnosti 200 g/l sredstva OP že zagotovi oceno oljeodbojnosti, enako 6. Izbrani koncentraciji sredstev v večkomponentni apreturi pripadata vzorcu F4+A3. Za ta vzorec lahko na podlagi meritev statičnih stičnih kotov vode in kota zdrsa vode tudi ugotovimo, da je supervodoodbojen in samočistilen (preglednica 3), kar še dodatno poveča njegovo večfunkcionalnost.

Preglednica 3: Statični stični koti,  $\theta$ , vode in koti zdrsa,  $\alpha$ , vode za vzorce F4+A3, F4 in A3

Oznaka vzorca	$\theta$ (°)	$\alpha$ (°)
F4+A3	150	10
F4	151	6
A3	0	/

## 4 Sklepi

V raziskavi smo potrdili, da lahko s skrbno načrtovanjem poskusom določimo optimalne koncentracije sredstev za pripravo večfunkcionalne vodo- in oljeodbojne ter ognjevarne apreture, ki v mešanici delujejo vzajemno. Izbrani koncentraciji sredstev FAS in OP v večkomponentni apreturi bistveno ne poslabšata zaščitnih lastnosti v primerjavi z enokomponentnima apreturama s sredstvom FAS oziroma OP. Z izbrano večfunkcionalno apreturo zagotovimo bombažni tkanini supervodoodbojne, oljeodbojne, ognjevarne in samočistilne lastnosti, kar omogoča njeno uporabo pri izdelavi tehnološko visoko razvitih zaščitnih oblačil, dekorativnih tekstilij, tekstilij za oblazinjeno pohištvo in drugih tehničnih tekstilij z visoko dodano vrednostjo.

### Zahvala

Raziskavo je finančno podprla Agencija za raziskovalno dejavnost Republike Slovenije (Raziskovalni program P2-0213 in Infrastrukturni program IP-0510). Avtorji članka se zahvaljujejo podjetju Bezema AG in njihovemu predstavniku Jožetu Hrastniku za podarjena apreturna sredstva.

## 5 Literatura

1. MAHLTIG, Boris, HAUFE, Helfried, IN BOTCHER, Horst. Functionalisation of textiles by inorganic sol-gel coatings. *Journal of Materials Chemistry*, 2005, vol. 15. no. 41, str. 4385–4398.
2. OREL, Boris, JERMAN, Ivan, VILIČNIK, Aljaž, TOMŠIČ, Brigita in SIMONČIČ, Barbara. Sol-gel postopki kot izziv pri proizvodnji tekstilij. V 38. Simpozij o novosti v tekstilstvu : zbornik prispevkov. Uredili B. Simončič, A. Hladnik in D. Javoršek. Ljubljana : Univerza v Ljubljani, Naravoslovnotehniška fakulteta, Oddelek za tekstilstvo, 2007, str. 3–15.
3. TOMŠIČ, Brigita, SIMONČIČ, Barbara, OREL, Boris, ČERNE, Lidija, FORTE TAVČER, Petra, ZORKO, Mateja, JERMAN, Ivan, VILČNIK, Aljaž in KOVAČ, Janez. Sol-gel coating of cellulose fibres with antimicrobial and repellent properties. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 2008, vol. 47, no. 1, str. 44–57.
4. VILČNIK, Aljaž, JERMAN, Ivan, ŠURCA VUK, Angela, KOŽELJ, Matjaž, OREL, Boris, TOMŠIČ, Brigita, SIMONČIČ, Barbara in KOVAČ, Janez. Structural properties and antimicrobial effects of hydrophobic and oleophobic sol-gel coatings for cotton fabrics. *Langmuir*, 2009, vol. 25, no. 10, str. 5869–5880.
5. JERMAN, Ivan, TOMŠIČ, Brigita, SIMONČIČ, Barbara in OREL, Boris. Tailoring of cotton fabrics surface properties by silsesquioxane molecules. V 41st International Symposium on Novelty in Textiles and 5th International Symposium on Novelty in Graphics and 45th International Congress IFKT: symposium proceedings. Uredili B. Simončič, A. Hladnik, A. Pavko-Čuden, J. Ahtik, B. Luštek Preskar, A. Demšar, R. Urbas. Ljubljana : Faculty of Natural Sciences and Engineering, Department of Textiles, 2010, str. 96–103.
6. SIMONČIČ, Barbara, TOMŠIČ, Brigita, ČERNE, Lidija, OREL, Boris, JERMAN, Ivan, KOVAČ, Janez, ŽERJAV, Metka in SIMONČIČ, Andrej. Multifunctional water and oil repellent and antimicrobial properties of finished cotton: influence of sol-gel finishing procedure. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 2012, vol. 61, no. 2, str. 340–354.
7. GORJANC, Marija, JAZBEC, Katja, MALOPRAV, Anja, GODEC, Mateja, FORTE TAVČER, Petra in SIMONČIČ, Barbara. Oblikovanje



- »lotosovega efekta« na bombažni tkanini s plazmo, encimi in sol-gel apreturo. *Tekstilec*, 2012, let. 55, št. 3, str. 206–214.
8. BARTHLOTT, Wilhelm in NEONHUIS, Cristoph. Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces. *Planta*, 1997, vol. 202, str. 1–8.
  9. ZHANG, Xi, SHI, Feng, NIU, Jia, JIANG, Yugui in WANG, Zhiqiang. Superhydrophobic surfaces: from structural control to functional application. *Journal of Material Chemistry*, 2008, vol. 18, str. 621–633.
  10. WEIL, Edward D. in LEVCHIK, Sergei V. Flame retardants in commercial use or development for textiles. *Journal of Fire Science*, 2008, vol. 26, str. 243–281.
  11. YANG, Hui in YANG, Charles Q. Nonformaldehyde flame retardant finishing of the nomex/cotton blend fabric using a hydroxy-functional organophosphorus oligomer. *Journal of Fire Science*, 2007, vol. 25, str. 425–446.
  12. LAM, Y. L., KAN, C. W. in YUEN, C. W. M. Effect of zinc oxide on flame retardant finishing of plasma pre-treated cotton fabric. *Cellulose*, 2011, vol. 18, no. 1, str. 151–165.
  13. LAM, Y. L., KAN, C. W., in YUEN, C. W. M. Effect of titanium dioxide on the flame-retardant finishing of cotton fabric. *Journal of Applied Polymer Science*, 2011, vol. 121, no. 1, str. 267–278.
  14. ALONGI, Jenny, TATA, Jennifer in FRACHE, Alberto. Hydrotalcite and nanometric silica as finishing additives to enhance the thermal stability and flame retardancy of cotton. *Cellulose*, 2011, vol. 18, no. 1, str. 179–190.
  15. FALLAH, Moafi, Hadi, FALLAH, Shojaie, Abdollah, in ZANJANCHI, Mohammed, Ali. Synthesis and characterization of nano-sized zinc oxide coating on cellulosic fibers: Photoactivity and flame-retardancy study. *Chinese Journal of Chemistry*, 2011, vol. 29, no. 9, str. 1239–1245.
  16. ALONGI, Jenny, CIOBANU, Mihaela in MALUCCELLI, Giulio. Sol-gel treatments for enhancing flame retardancy and thermal stability of cotton fabrics: optimisation of the process and evaluation of the durability. *Cellulose*, 2011, vol. 18, no. 1, str. 167–177.
  17. KATOVIČ, Drago, FLINČEC GRGAC, Sandra, BISCHOF-VUKUŠIČ, Sandra, in KATOVIČ, Andrea. Formeldehyde free binding system for flame retardant finishing of cotton fabrics. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 2012, vol. 20, no. 1(90), str. 94–98.
  18. UPPAL, Rohit, BHAT, Gajanan, AKATO, Kokouvi, PARIKH, Dharnid, V., NAM, Sunghyun, in CONDON, Brian. Flame retardant antibacterial cotton high-loft nonwoven fabrics. *Journal of Industrial Textiles*, 2012, vol. 41, no. 4, str. 281–291.
  19. YUAN, Haixia, XING, Weiyi, ZHANG, Ping, SONG, Lei, in HU, Yuan. Functionalization of cotton with UV-cured flame retardant coatings. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2012, vol. 51, no. 15, str. 5394–5401.
  20. YANG, Zongyue, FEI, Bin, WANG, Xiaowen, in XIN, John, H. A novel halogen-free and formaldehyde-free flame retardant for cotton fabrics. *Fire and Materials*, 2012, vol. 36, no. 1, str. 31–39.
  21. DIDANE, Nizar, GIRAUD, Stéphane, DEVAUX, Eric, in LEMORT, Guillaume. A comparative study of POSS as synergists with zinc phosphinates for PET fire retardancy. *Polymer Degradation and Stability*, 2012, vol. 97, no. 3, str. 383–391.
  22. HORROCKS, A. Richard. Textiles. V *Fire retardant materials*. Edited by A. R. Horrocks in D. Price. Cambridge : Woodhead Publishing; Boca Raton : CRC Press, 2001, str. 128–181.
  23. GUAN, Jin-Ping, in CHEN, Guo-Qiang. Flame retardancy finish with an organophosphorus retardant on silk fabrics. *Fire and Material*, 2006, vol. 30, no. 6, str. 415–424.
  24. HEINZE, Thomas, SARBOVA, Velina, in NAGEL, Matilde, Calado, Vieira. Simple synthesis of mixed cellulose acylate phosphonates applying n-propyl phosphonic acid anhydride. *Cellulose*, 2012, vol. 19, no. 2, str. 523–531.
  25. TOMŠIČ, Brigita, SIMONČIČ, Barbara, OREL, Boris, VILČNIK, Aljaž, SPREIZER, Helena. Biodegradability of cellulose fabric modified by imidazolidinone. *Carbohydrate Polymers* [Print ed.], 2007, vol. 69, no. 3, str. 478–488.
  26. TOMŠIČ, Brigita, SIMONČIČ, Barbara, VINCE, Jelica, OREL, Boris, VILČNIK, Aljaž, JAPELJ FIR, Mojca, ŠURCA VUK, Angela, in JOVANOVSKI, Vasko. Uporaba ATR IR spektroskopije pri proučevanju strukturnih sprememb celuloznih vlaken. *Tekstilec*, 2007, let. 50, št. 1/3, str. 3–15.