

## Istraživanje jodnog broja pamučne tkanine nakon pranja

Prof.dr.sc. **Tanja Pušić**, dipl.ing.

Prof. emeritus dr.sc. **Ivo Soljačić**, dipl.ing.

**Barbara Iskerka**, dipl.ing.

Prof.dr.sc. **Branka Vojnović**, dipl.ing.\*

Sveučilište u Zagrebu, Tekstilno-tehnološki fakultet

Zavod za tekstilno-kemijsku tehnologiju i ekologiju

\*Zavod za primijenjenu kemiju

Zagreb, Hrvatska

e-mail: tanja.pusic@ttf.hr

Prispjelo 1.3.2013.

UDK 677.016.6

Izvorni znanstveni rad

*Istražena je mogućnost primjene metode jodnog broja za utvrđivanje promjena svojstava pamučne tkanine u pranju. Sorpcijski kapacitet dviju pamučnih tkanina proučavan je nakon 3 i 100 ciklusa pranja i glačanja. U svrhu istraživanja prihvatljivosti ove metode za kontrolu sekundarnih učinaka u pranju načinjene su varijacije u pripremi pamučnog materijala, u postizanju ravnotežnog stanja i odvajanju pamučnog materijala od otopine nakon sorpcije.*

**Ključne riječi:** pamuk, pranje, sekundarni učinak, ISV

### 1. Uvod

Čimbenici u Sinnerovom krugu određuju način pranja koji se prilagođava vrsti tekstilije i specifičnom zaprljanju. Voda je medij u kojem se pere, a istovremeno služi kao otapalo za vodotopljive prljavštine i najveći dio sastojaka deterdženta. Osim toga, ona služi i kao prijenosnik kinetičke i toplinske energije (miješanje, cirkulacija, zagrijavanje). Fizikalno odvajanje hidrofobnih prljavština s vlakana odvija se zbog adsorpcije tenzida na graničnim površinama. Tenzidi, stvarajući površinski sloj na česticama skinute prljavštine i kapljicama masnoće, djeluju kao stabilizatori nastale disperzije i emulzije i sprječavaju ponovno taloženje na vlakno, to više što je površina vlakna zasićena slojem tenzida. Voskovi i masti na povišenoj temperaturi prelaze u tekuću fazu pa ih je lakše uklo-

niti. Zbog pokretanja vode, uzrokovanih mehaničkim i toplinskim utjecajem, čestica prljavštine se otkine s vlakna i otpavi u kupelj. Neionski tenzidi ne djeluju na elektroforetsku pokretljivost pigmentnih čestica, ali su ipak djelotvorni u pranju. Kationski tenzidi se ne upotrebljavaju za pranje jer daju česticama pozitivan naboј, koji bi se poništio već kod prvog ispiranja i došlo bi do ponovnog taloženja (redepozicije) već skinutih čestica na drugim mjestima na vlaknu i do posivljenja.

Skinute prljavštine s tekstilija ostaju u kupelji tijekom pranja pa se tekstilije kroz izvjesno vrijeme Peru u zaprljanoj kupelji, a to osobito vrijedi u perilicama. Nužno je da se prljavštine zadrže u kupelji i da se sprječi njihovo ponovno taloženje na vlakna, što bi izazvalo posivljenje tekstilija. Inhibitori posivljenja ili nosioci prljavštine

imaju također bitnu ulogu u učincima pranja jer fizički sprječavaju taloženje prljavština na vlaknu. Čestice i molekule skinutih prljavština treba zadržati u kupelji što se postiže solubilizacijom (vezanjem sitnih čestica bojila i prljavštine u koloidnu otopinu micela tenzida u vodi). Ustanovljeno je da brzina solubilizacije raste s povišenjem temperature. Taloženje se sprječava također dodatnim elektro-negativnim nabijanjem prljavštine i vlakna, upotrebom bildera. Kvaliteta vode, učinak ispiranja i redepozicija su bitni parametri u pranju. Sastav depozita, anorganske ili organske prirode, na površini tekstila je također važan parametar koji je potrebno redovito kontrolirati, jer oprane tekstilije koje sadrže organske ili anorganske inkrustacije su sivkaste i mogu imati neugodan miris, tvrd opip

i izazvati alergijske reakcije na koži [1].

Bilderi, čije se djelovanje temelji na kompleksnom vezanju zemnoalkalijskih iona i iona teških metala, te ionskoj izmjeni omekšavaju vodu, reguliraju pH vrijednost, a u kombinaciji sa sredstvima za kompleksno vezanje, imaju dodatno djelovanje. Utvrđeno je da zbog velike aktivne površine bilderi na bazi zeolita A imaju pozitivne učinke na vezanje bojila. Kobilderi, najčešće sekvestranti, mogu iz čestica prljavština izvući metalne ione čime čestice postaju šupljikave, lome se, jakost vezanja za vlakno slablji i čestica se lakše odvaja. Sinergija pojedinih komponenata u pranju uz temeljito ispiranje doprinosi postizanju dobrog primarnog učinka, koji se ocjenjuje mjerljivom remisije ( $R_{460}$ ) prije i nakon pranja [2].

Sekundarni učinak u pranju je posljedica kumulativnog djelovanja najčešće većeg broja pranja na tekstilije. Intenzitet promjena tekstilija u pranju ovisi o početnoj kvaliteti, te procesnim uvjetima, temperaturi, sastavu sredstva za pranje, alkalnosti, mehaničkim parametrima, broju ciklusa itd. Stupanj degradacije pamučne celuloze ovisi o stupnju polimerizacije, konstrukcijskim karakteristikama tekstilije, sastavu kupelji za pranje, alkalitetu, temperaturi, mehaničkim utjecajima, načinu sušenja i glačanja. Promjene pamučnih tekstilija su intenzivnije u odnosu na njihove mješavine sa sintetskim vlaknima. Sposobnost celuloznih vlakana da adsorbiraju spojeve male molekulne mase određena je njihovom primarnom kemijskom strukturuom iz koje proizlazi fina struktura: količina kristalnih i amorfnih područja, mikrofibrilna struktura i morfologija [3].

Kvaliteta procesa pranja se kontrolira na standardnoj pamučnoj tkanini koju propisuje DIN 53 919 na način da se standardna pamučna tkanina pere 25 ili 50 puta kontrolnim postupkom. Nakon provedenih pranja analiziraju se propisani parametri kvalitete koji moraju biti u granicama koje propi-

suje RAL-GZ 992, koji uključuju ispitivanje:

- prekidne sile, Fp
- kemijskog oštećenja, s
- udjela pepela, P
- kvalitete bjeline koja uključuje: stupanj bjeline, W; osnovnu vrijednost bjeline, Y; odstupanje u tonu, TV i TD.

Sinergija pojedinih parametara Sinerovog kruga otežava tumačenje promjena svojstava tekstilnih materijala. Znanstveni pristup ovoj problematici iziskuje istraživanje metoda koje mogu pružiti dublje spoznaje o promjeni tekstilija u pranju. U pranju se, ovisno o sastavu kupelji za pranje te ostalim čimbenicima, mijenja površina i dostupnost aktivnih skupina tekstilija. Karakterizacija površine se može provoditi različitim metodama, a u ovom radu je primijenjena skenirajuća elektronska mikroskopija, SEM [4, 5]. Metoda određivanja jodnog broja je izabrana kao jedna od sorpcijskih metoda, (ISV-Iodine Sorption Value) koja se često primjenjuje u karakterizaciji dostupnosti aktivnih skupina pamučne celuloze. Tehnika određivanja jodnog broja datira iz 1903. godine, kad je Lang proučavao stupnjeve mercerizacije.

To je radio na temelju postojanosti obojenja s reagensom, koji je priredio iz kalijevog jodida (KI), joda ( $I_2$ ), cinkovog klorida ( $ZnCl_2$ ) i vode. Daljnja istraživanja su obuhvatila određivanje stupnja mercerizacije u ovisnosti o stupnju obojenja nemerceriziranog i merceriziranog pamuka u otopini joda [6]. Njihove ideje je produbio Schwertassek [7, 8], koji je na osnovi jodnog broja proučavao ovisnost između jodnog broja i stupnja kristaliničnosti. Suvremenim metodama za mjerjenje gustoće vlakna, rasipanja rentgenskih zraka i kalorimetrije je kasnije potvrđen stupanj kristaliničnosti, koji je izračunao Schwertassek za visoko kristalinizirani, djelomično hidrolizirani pamuk (18 mg/g) i za amorfnu acetilcelulozu (230 mg/g). Schwertassek je kasnije metodu prilagodio na područje PA vlakana [7]. Metoda po Schwertas-

sek u se temelji na određivanju mase-nog dijela neadsorbiranog joda. Jodiranje vlakana se provodi otopinom kalijevog trijodida ( $KI_3$ ). Udio neadsorbiranog joda se određuje standarnom otopinom natrijevog tiosulfata ( $Na_2S_2O_3$ ) po principu oksidacijsko-reduktičke titracije. Jodni broj predstavlja količinu joda u mg koja se u određenim uvjetima adsorbira na vlakno. Njime se određuje stupanj mercerizacije; što je stupanj mercerizacije veći to je i veći jodni broj. Na jodni broj mnogo utječe i naknadne obrade, iskuhanje, kiseljenje i sušenje. Kod kvantitativne primjene ove metode treba biti jako oprezan da se ne dobije kriva slika o postignutom efektu. [9, 10].

U ovom je radu ispitana prihvatljivost metode određivanja sorpcije joda za utvrđivanje promjena nastalih višestrukim ciklusima pranja. U svrhu istraživanja načinjene su varijacije uvjeta određivanja jodnog broja: prema uzorku pamučnog materijala (cjelovit i usitnjeni); način postizanja ravnoteže (mučkanje i termostatiranje); način odvajanja pamučnog uzorka od suspenzije.

## 2. Eksperimentalni dio

### 2.1. Materijal

**Standardna, predbijeljena pamučna tkanina (CCC)** s utkanim zelenim osnovnim nitima čije su karakteristike propisane normama ISO 2267 i DIN 53919. Površinska masa tkanine iznosi 170 g/m<sup>2</sup>, gustoća tkanine u smjeru osnove i u smjeru potke je 25 niti/cm. Finoća pređe osnove i potki iznosi 37 tex. Uvojito je 700 uvoja/m.

**Pamučna damastna tkanina TAVERNA (CO)** površinske mase 190 g/m<sup>2</sup>, gustoće tkanine u smjeru osnove 36 niti/cm, a u smjeru potke 27 niti/cm, finoće pređe osnove je 16,6 x 2 tex, a finoća pređe potke 30 tex. Uvojito je 650-700 uvoja/m, a potke 700-750 uvoja/m. Tkanine su oprane kroz 100 ciklusa na temperaturi 75 °C u stroju za kon-

tinuirano pranje s 9 komora, Böwe Passat, 1998. Radni kapacitet stroja je 45 kg suhog rublja, a vrijeme takta je 3 minute. Pranje je provedeno tekućim komponentama tvrtke Labud, Zagreb, prikazanim u tabl.

- a) Everest TW (anionski & neionski tenzidi, sapun, fosfonati, enzimi, optička bjelila)
- b) Specijal Beliol (NaOCl, 140 g/l /1:4)
- c) Specijal PT, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (35 %)/1:4
- d) Specijal KO, Octena kiselina (80 %)/1:5

Uzorak CCC tkanine je nakon svakog pranja glaćan.

## 2.2. Metode

Kako je ranije naznačeno tkanine su oprane u istoj kupelji kontinuiranim postupkom u industrijskoj praonici kroz 3 i 100 ciklusa. Na ovim tkaninama su određeni svi kontrolni parametri kvalitete prema normi HRN ISO 4312.

### 2.2.1. Određivanje jodnog broja (ISV)

Istraženi su različiti uvjeti određivanja jodnog broja. Varijacije su načinjene kroz pripremu uzorka i način postizanja ravnoteže kao i odvajanja supstrata pamučne celuloze od otopine, sl.1:

- priprema uzorka: cjelovit ili usitnjeni,

- način postizanja ravnoteže: mućkanje i termostatiranje,
- na usitnjenim uzorcima je nakon uspostavljanja ravnoteže provedeno filtriranje:
  - preko sinter lijevka
  - preko sinter lijevka uz bocu sisaljku.

Primijenjena je indirektna metoda određivanja jodnog broja pamučne celuloze po Schwertasseku i Nelsonu [10]. Uzorci su priređeni kao cjeloviti i usitnjeni (razvlaknjeni), te osušeni na 105 °C tijekom 24 sata.

**Priprema otopine Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bezvodni**, otapanjem natrijevog sulfata bezvodnog sa stupnjem zasićenja 16 % ili ekvivalentne količine kristalnog natrijevog sulfata

**Priprema otopine I<sub>2</sub>/KI**, potrebno je:

Vagnuti 5 g joda i 40 g kalijevog jodida. Otopiti kalijev jodid u 30 ml vode i u njoj otopiti jod. Otopinu kvantitativno prelit u odmjernu tikvicu od 50 ml, dopuniti do oznake vodom, obložiti ju folijom i pospremiti u mračan prostor do primjene i nakon primjene.

### Priprema tiosulfata 0,01 M (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Pripremiti titrival 0,01 M u odmjernu tikvicu od 1000 ml. Priređenu otopinu standardizirati otopinom kalijevog permanganata, 0,1 N KMnO<sub>4</sub>.

Kalijev jodid reducira kalijev permanganat u kiseloj otopini u dvodeljni mangan. U Erlenmeyerovu tikvicu od 300 ml stavi se oko 4 g kemijski čistog kalijeva jodida i otopi u 20 ml vode. Zatim se u tikvicu doda 10 ml razrijedene (1+4) kemijski čiste sumporne kiseline i iz birete ili pipete dokapa 25 ml 0,1 N otopine KMnO<sub>4</sub>. Tikvica se poklopi stakalcem od sata i ostavi u tami 5-10 minuta. Zatim se stakalce ispera vodom, doda u tikvicu oko 100 ml vode i titrira otopinom Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> do slabo smeđe boje. Potom se doda 5 ml otopine škroba i titrira dalje dok ne nestane modra boja otopine. Normalitet otopine je prema jednadžbi jednak:

$$N = \frac{\text{ml } \text{KMnO}_4 \times \text{normalitet}}{\text{ml } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

### Priprema uzorka za određivanje jodnog broja, usitnjeni uzorak i cjeloviti uzorak

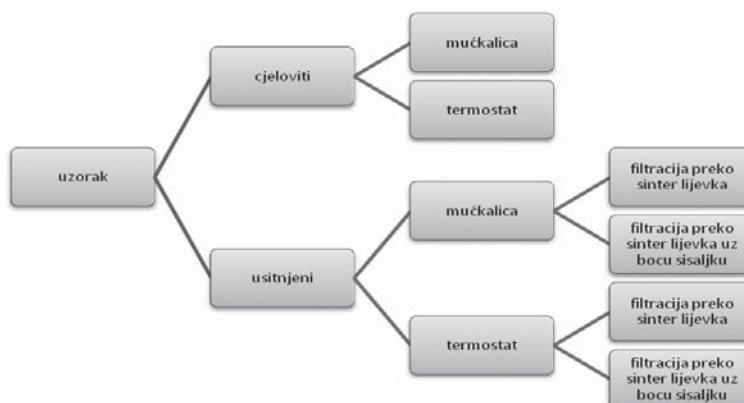
U odvaganu tikvicu po Erlenmeyeru se doda 0,3 g uzorka (usitnjeno ili cjelovito uzorka vlakna) i vagne s točnošću 0,0002 g.

U tikvicu s uzorkom je dodano 2 ml otopine I<sub>2</sub>/KI. Načinjena je modifikacija metode prema Schwertaseku koja propisuje dodatak 1,2 ml otopine I<sub>2</sub>/KI. Natopljena vlakna ostave se stajati u tikvici 3 min, nakon čega se doda 100 ml otopine bezvodnog natrijevog sulfata (200 g/l) koja se preljeva

Tab.1 Uvjeti pranja pamučnih tkanina

Program	t/min	OK	T/°C	Sastav	Doziranje
1. prepranje	3	1:4	15	a b	2 % 5 ml/kg
2. prepranje	3	1:4	20	a	2 %
3. prepranje	3	1:4	40	a	2 %
1. pranje	3	1:4	50	a	10 %
2. pranje / bijeljenje	3	1:4	60	a b	10 % 2-8 ml/kg
3. pranje / bijeljenje	3	1:4	75	a c	10 % 4-10 ml/kg
1. ispiranje	3	1:6	40		
2. ispiranje	3	1:6	15		
3. ispiranje	3	1:6	15	d	2-4 ml/l

Vrijeme pranja = 30 min  
Tvrdoća vode = 139.4 ppm



Sl.1 Shematski prikaz plana eksperimenta za određivanje jodnog broja

preko štapića. Tikvica se omota folijom i nakon toga se priređeni uzorci obrađuju 1 sat u:

- **termostatu** na 20 °C. Tijekom termostatiranja uzorci se lagano promućkaju svakih 10 min ili
- **mućkalici** pri 20 °C.

Nakon jednosatnog mućkanja ili termostatiranja, uzorak je potrebno izvaditi da bi se prekinula sorpcija joda. Cjelovit uzorak se izvadi pincetom, a usitnjeni uzorci se odvoje od otopine na dva načina:

- filtriranjem preko sinter lijevka,
- filtriranjem preko sinter lijevka uz bocu sisaljku.

Nakon vađenja uzorka iz suspenzije, od preostale količine u tikvici se pipetira 75 ml i titrira s 0,01 M ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ). Unutar svake serije je potrebno titrirati **slijepu probu** (bez uzorka), koja sadrži 102 ml otopine (2 ml  $\text{I}_2/\text{KI}$  + 100 ml  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ). Otopina  $\text{KI}_3$  ima žutosmeđe obojenje, a titrira se dok se ne pojavi svjetložuto obojenje. Nakon toga se doda 2-3 kapi otopine škroba (1 %), nakon čega se pojavi tamnoplavo obojenje. Nastavi se titrirati dok se otopina ne obezboji. Količina sorbiranog joda na tkanini se izračunava indirektno iz razlike u titraciji referentne otopine ("slijepa proba") i alikvota. Vrijednost sorpcije joda, jodni broj (ISV) je količina joda sorbiranog na 1 g celuloznog materijala, a izražava se kao mg  $\text{I}_2/\text{g}$  celuloze (1) ili mg  $\text{I}/\text{g}$  celuloze (2).

Uzorci tkanina za ispitivanje se izrežu i ulože u ugljikove ljepljive trakice ("gumbiće"). Tako pripremljeni uzorci se stavljuju u instrument za raspršivanje sloja (SC7620 Sputter Coater), tj. u uparivač na standardnoj bazi zlato/paladij (Au/Pd). Vrijeme uparanja je 150 s. Kada padnu čestice (Au/Pd) na uzorak on postaje vodljiv te je spremna za mikroskopiranje skenirajućim elektronskim mikroskopom MIRA LMU ("large chamber, uni-vacuum") FEG-SEM. Uzorak se stavlja u komoru mikroskopa, te se provodi mikroskopiranje. Primijenjen je SE detektor i povećanje 2 kX.

### 3. Rezultati

Rezultati ispitivanja su podijeljeni prema primjenjenim metodama. Pamučne tkanine se zbog bubrivosti skupljaju u pranju, te je načinjena kontrola površinske mase nakon 3 i 100 ciklusa, tab.2.

Promjene površinske mase pamučnih tkanina CCC i CO nakon 3 i 100 ciklusa pranja bez međufaznog glaćanja i s međufaznim glaćanjem prikazane u tab.2 nisu jednoznačne. Tkanina CCC nakon 100 ciklusa

$$(1) \text{ISV} = (a-b*1,36)* \\ c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)*253,82 / \text{g}$$

$$(2) \text{ISV}^* = (a-b*1,36)* \\ c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)*126,91 / \text{g}$$

Gdje su: a - ml potrošene  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  za slijepu probu, b - ml potrošene  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  za otopinu s uzorkom, 1,36 = 102 ml/75 ml, 253,82 g/mol- molarna masa  $\text{I}_2$ , 126,91 g/mol- atomska masa  $\text{I}$ , g – masa ispitivanog uzorka (g), c - koncentracija  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (mol/l). Karakterizirana je površina pamučne tkanine primjenom skenirajuće elektronske mikroskopije.

Tab.2 Površinska masa pamučnih tkanina prije i nakon 3 i 100 ciklusa (\*glačanje)

Tkanina	CCC*			CO		
	Broj ciklusa	0	3	100	0	3
Q (g/m <sup>2</sup> )		187,76	198,08		228,55	235,50
Q* (g/m <sup>2</sup> )	170,0	185,52	217,56	190,0	210,99	220,73

Tab.3 Sekundarni učinak pranja pamučnih tkanina

Tkanina	CCC		CO		
	Broj ciklusa	3	100	3	100
A (%)	0,41	1,29	0,36	0,49	
A* (%)	0,44	<b>9,29</b>	0,23	0,27	
ΔF [%]	-	16,3	-	23,5	
ΔF* [%]	-	<b>37,2</b>	-	26,3	
s	-	0,66	-	0,62	
s*	-	1,35	-	0,64	
W <sub>CIE</sub>	137,96	152,22	149,68	154,98	
TV/TD	-1,1/R1	-0,28	-1,08/R1	-0,52/R1	
Y	87,86	89,98	90,36	92,32	
W* <sub>CIE</sub>	137,8	146,9	148,18	152,50	
TV*/TD*	-1,1/R1	-0,96/ R1	-1,02/R1	-0,48	
Y*	87,9	89,84	90,94	92,38	

pranja ima manju površinsku masu nego ista tkanina oprana kroz 100 ciklusa s međufaznim glaćanjem. To ukazuje na moguće površinske taloge u vidu inkrustacija. Nastala pojava se može razjasniti određivanjem prisutnih anorganskih inkrustacija kroz sadržaj pepela (A), tab.3, uz ostale kontrolne parametre sekundarnog učinka: sadržaj pepela (A), pad prekidne sile ( $\Delta F$ ), stupanj oštećenja pamučne celuloze (s), bjelina i posivljenja ( $W_{CIE}$ , TV, TD i Y).

Poznato je da se neka svojstva tkanine, npr. bjelina, smanjuju ako se oprane tkanine suše ili glaćaju na visokoj temperaturi. Praćenje kvalitete višestrukog pranja ispituje se prema propisima RAL-GZ 992 na način da se nakon svakog pranja tekstil suši na zraku i ponovno pere i tek nakon zadnjeg pranja se glača. Ovo je u suprotnosti s praksom jer se u praksi odjeća i druge tekstilije nakon svakog pranja glaćaju. Preporuke za ispitivanje kvalitete pranja bi trebale uključivati i međuglačanje tkanina ako se želi dobiti poveznica sa stvarnim uvjetima održavanja rublja. U ovom radu je sekundarni učinak, kroz kumulativno djelovanje svih čimbenika Sinnerovog kruga pranja, dopunjeno i glaćanjem, na način da je jedan dio uzoraka glačan, a drugi nije. Pad prekidne sile ( $\Delta F$ ) i stupanj oštećenja (s) pamučnih tkanina CCC i CO nakon 100 ciklusa pranja su prikazani u odnosu na tkaninu opranu kroz 3 ciklusa. Isti kontrolni parametri označeni zvjezdicom \* su s međufaznim glaćanjem.

Rezultati kontrolnih parametara pokazuju da je ponašanje tkanina CCC i CO različito. Utjecaj međufaznog glaćanja kroz 100 ciklusa je jako izražen samo kod CCC tkanine. To je posebno naglašeno kod sadržaja pepela ove tkanine (CCC), koji dosegne ekstremno visoku vrijednost (9,29 %) u odnosu na CCC opranu kroz 100 ciklusa bez međufaznog glaćanja. Sadržaj pepela na pamučnim tkaninama CO u potpunosti zadovoljava kriterije kontrolnog sustava. Razlika u odnosu na CCC je velika

jer kod ovih tkanina glaćanje ne utječe na sadržaj pepela. Važno je istaknuti da je dobivena vrijednost sadržaja pepela na CCC (9,29 %) potvrđena višestrukim ispitivanjem. Visoki sadržaj anorganskih rezidua značajno utječe na površinu. Tkanina postaje kruta, smanjuje joj se bjelina i upotrebljena vrijednost. Stoga je važno razmotriti kakav je pad prekidne sile uvjetovan pranjem i glaćanjem ove tkanine. Pad prekidne sile tkanine CCC nakon 100 pranja i glaćanja je jači u odnosu na istu, samo opranu tkaninu. Kemijsko oštećenje pamuka u procesu pranja nastaje zbog prisutnosti i djelovanja oksidacijskih sredstava iz deterdženata i njihovim naknadnim doziranjem u pranju. Posljedica njihovog djelovanja je smanjenje stupnja polimerizacije (DP) celuloznih polimera. Stupanj kemijskog oštećenja oprane i glaćane CCC tkanine je dvostruko veći u odnosu na samo opranu tkaninu. Stupanj oštećenja tkanine CO nakon 100 ciklusa pranja je podjednak. Stupanj bjeline tkanine ( $W_{CIE}$ ) koja je nakon 100 ciklusa pranja međufazno glaćana, također je manji u odnosu na samo opranu tkaninu. Posivljenje i temeljna bjelina se ne razlikuju. Kontrolni parametri pamučne tkanine CO nakon pranja i glaćanja pokazuju da je utjecaj glaćanja gotovo zanemariv. Jasno je da se ove dvije tkanine potpuno različito ponašaju u pranju i glaćanju. To se može rastumačiti konstrukcijskim karakteristikama, te razlikom u dimenzijama. Pređa na CO tkanini je u osnovi končana i finija, te se može pretpostaviti da je to jedan od uzroka zašto se ona manje oštećuje u glaćanju. Drugi uzrok je veće oštećenje (s) na CCC tkanini nakon pranja i glaćanja, čime se dobiva otvorenijsa struktura (sl.2) s većim brojem aktivnih mesta koja lakše mogu adsorbirati prljavštine iz kupelji. Naime, dimenzije CCC su manje od dimenzija CO. Rezultati kontrolnih parametara su potaknuli daljnja istraživanja površine opranih uzoraka CCC i CO pamučne tkanine.

U pranju je važno i mehaničko djelovanje uzrokovano okretanjem bubenja i trenjem tekstilije o tekstiliju, te o rubove i izbočine bubenja. Mehaničko djelovanje je potrebno da bi kupelj cirkulirala kroz rublje za vrijeme pranja i da bi se efikasnije uklonile u vodi netopljive prljavštine. No, zbog mehaničkog djelovanja oslobađaju se vlakna od upredene pređe i strše na površinu tekstilija. Nakon nekoliko pranja materijal je pokriven finim slojem vlakanaca, što ima negativan utjecaj na vanjski izgled, budući da je obojenje manje čisto, a tekstilija dobiva nemirnu površinu i izgled [13, 14]. Za površinsku karakterizaciju pomoću SEM-a su odabrani uzorci pamučnih tkanina, CCC s glaćanjem i CO (bez glaćanja). SEM slike ovih pamučnih tkanina nakon 3 i 100 ciklusa pranja, prikazane su na sl.2. Površina uzorka standardne pamučne tkanine, CCC, nakon 3 ciklusa pranja je jednolična, mjestimično se može uočiti pokoje stršeće vlakance. Površina CCC tkanine nakon 100 ciklusa je u potpunosti degradirana do nepoznatljivosti, vlakna pređe su razorenih prilikom pranja i glaćanja, djelovanjem mehanike, kemije i topline. Površina pamučne tkanine CO nakon 100 ciklusa pranja također ima stršeća vlakanca, koja su zapetljana i degradirana. Međutim, stupanj degradacije CO tkanine nakon pranja je ipak znatno manji nego kod CCC nakon 100 ciklusa pranja i glaćanja. Usporedba slika jasno pokazuje da je površina CCC\* nakon 100 ciklusa pranja i glaćanja zasićenja slojem inkrusta u odnosu na pamučnu tkaninu CO opranu 100 puta.

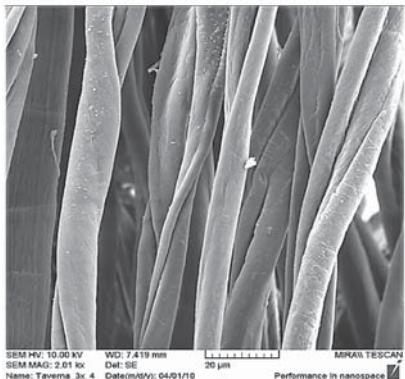
Test sorpcije joda je prigodna empirijska metoda mjerjenja dostupnosti područja u celuloznim supstratima. Metoda je jednostavna i omogućava prigodan način usporedbe relativne dostupnosti aktivnih skupina serije celuloznih uzoraka. Ipak je u nekim slučajevima neprihvatljiva radi moguće velike eksperimentalne pogreške [8]. Celulozna vlakna su porozni materijali, koji se sastoje od visoko uređenih, manje dostupnih



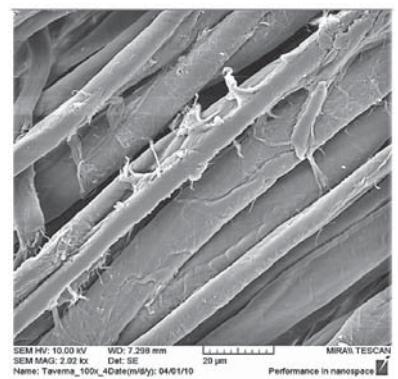
CCC nakon 3 ciklusa pranja i glačanja



CCC nakon 100 ciklusa pranja i glačanja



CO nakon 3 ciklusa pranja



CO nakon 100 ciklusa pranja

Sl.2 SEM slike pamučnih tkanina nakon 3 i 100 ciklusa pranja

kristalnih područja i manje uređenih, više dostupnih amorfnih područja. Jedan od faktora koji utječe na stupanj kemijske reakcije koji se događa u heterogenoj fazi je dostupnost površine [11]. Jodni broj predstavlja količinu joda u mg koja se u određenim uvjetima sorbira na vlakno, time je moguće određivanje dostupnosti aktivnih skupina pamučne celuloze.

Rezultati sorpcije joda na pamučne tkanine CCC i CO nakon 3 i 100 ciklusa pranja u industrijskim uvjeti-

ma navedeni su u tab.4-7. Istražene su varijacije uvjeta određivanja jodnog broja koje obuhvaćaju: pripremu uzorka, cjelovit i usitnjeni; način postizanja ravnoteže, mučkanje (M) i termostatiranje (T); usitnjeni uzorci nakon postizanja ravnoteže (filtracija preko sinter lijevka i filtracija preko sinter lijevka uz bocu sisaljku); cjeloviti uzorci nakon postizanja ravnoteže (cijeđenje).

Rezultati ISV cjelovite pamučne tkanine CCC nakon 3 i 100 ciklusa

pranja i glačanja pokazuju da se jedni broj smanjuje s brojem pranja neovisno o načinu postizanja ravnotežnog stanja, mučkanjem ili termostatiranjem. Smanjena sorpcija joda na 100 puta opranoj CCC je uvjetovana prisutnim anorganskim inkrustacijama, koje su potvrđene visokim sadržajem pepela (9,29%). To je razumljivo imajući u vidu visok sadržaj pepela, koji dokazuje prisutnost anorganskih inkrustacija, koje pokrivaju površinu i smanjuju dostupnost skupina pamučne celuloze, tab.4.

ISV cjelovite pamučne tkanine CO (bez međuglačanja) je manji nego ISV pamučne tkanine CCC\*. Utjecaj broja pranja je minoran, što pokazuje da je dostupnost aktivnih skupina gotovo nepromijenjena, tab.5.

Usitnjavanje pamučne tkanine CCC\* u potpunosti mijenja sorpcijske sposobnosti i vrijednosti ISV-a. Način postizanja ravnotežnog stanja, mučkanje ili termostatiranje, također utječe na jodni broj. Uvođenje filtracije uz sukciju pokazuje razlike. Svi međusobni odnosi ISV-a kod ovog uzorka se teško mogu tumačiti zbog velikog sadržaja anorganskih inkrustacija na površini, čija je raspodjela nejednolična, tab.2, tab.6 i sl.2.

Neovisno o znatno manjem sadržaju pepela na pamučnim tkaninama CO, usitnjavanjem se također ne mogu postaviti jednoznačni odnosi ISV-a u ovisnosti o načinu postizanja ravnoteže te odvajajući pamučne celuloze nakon sorpcije joda, tab.7. Usitnjavanjem uzorka se povećava aktivna površina, čime se smanjuje utjecaj inkrustacija na CCC nakon 100 ciklusa na sorpciju joda, odnosno ISV. Na temelju rezultata ISV-a može se zaključiti da je bolje uzeti cjelovite uzorke pamučne tkanine nego usitnjene, tab.5-7.

Eksperimentalni uvjeti utječu na reproducibilnost rezultata dobivenih ispitivanjem. Mučkanje tijekom uravnotežavanja i upotreba standardne koncentracije otopine joda, kao i masa uzorka, te prisutne primjese su se pokazali važnim. Potrebna je također kontrola vremena postizanja ravno-

Tab.4 ISV cjelovite pamučne standardne tkanine, CCC\*, standardna devijacija  $\sigma$  i koeficijent varijacije V

Način postizanja ravnoteže	Ciklusi pranja	ISV [I <sub>2</sub> /g]	$\sigma$ [ml]	V [%]
M	3	146,2	0,56	1,0
	100	124,6	0,17	0,3
T	3	164,3	1,70	3,3
	100	111,2	0,19	0,1

Tab.5 ISV cijelovite pamučne tkanine, CO, standardna devijacija  $\sigma$  i koeficijent varijacije V

Način postizanja ravnoteže	Ciklusi pranja	ISV mg [I <sub>2</sub> /g]	$\sigma$ [ml]	V [ % ]
M	3	126,6	0,24	0,4
	100	128,7	0,17	0,3
T	3	112,3	0,69	1,3
	100	117,0	0,29	0,5

Tab.6 ISV usitnjene pamučne tkanine, CCC\*, standardna devijacija  $\sigma$  i koeficijent varijacije V

Filtriranje sukcija	Način postizanja ravnoteže	Ciklusi pranja	ISV mg [I <sub>2</sub> /g]	$\sigma$ [ml]	V [ % ]
-	M	3	102,7	0,28	0,5
		100	130,2	0,22	0,4
	T	3	130,4	0,30	0,5
		100	74,1	0,24	0,4
+	M**	3	143,6	0,31	0,31
		100	125,4	0,44	0,8
	T**	3	134,7	0,08	0,1
		100	135,1	0,22	0,4

Tab.7 ISV usitnjene pamučne tkanine, CO, standardna devijacija  $\sigma$  i koeficijent varijacije V

Filtriranje sukcija	Način postizanja ravnoteže	Ciklusi pranja	ISV mg [I <sub>2</sub> /g]	$\sigma$ [ml]	V [ % ]
-	M	3	132,9	0,24	0,5
		100	173,1	0,17	0,3
	T	3	128,3	0,26	0,5
		100	134,1	0,20	0,4
+	M**	3	131,8	0,17	0,3
		100	123,9	0,24	0,5
	T**	3	169,9	0,48	0,9
		100	126,5	0,28	0,5

težnog stanja i temperature. Vrijednosti sorpcije joda su dobivene izračunom indirektno iz razlike u titraciji referentne otopine i alikvota, a izračun ovisi i o točnosti.

#### 4. Zaključak

U radu je ispitana mogućnost primjene metode određivanja jodnog broja pamučnih tkanina koje su višestruko oprane u industrijskim uvjetima kao dopuna ispitivanju sekundarnog učinka u pranju. Metoda služi u prvom redu za određivanje dostupnosti i broja aktivnih skupina pamučne celuloze. Sorbirani miligrami joda na gram pamučnih tekstilija izraženi su kao jodni broj, ISV (*Iodine Sorption Value*). Ispitivani su uzorci standard-

ne pamučne tkanine (CCC) nakon 100 ciklusa pranja i glaćanja te pamučne tkanine CO nakon 3 i 100 ciklusa pranja.

Određivanju jodnog broja su prethodila ispitivanja kontrolnih parametara prema sustavu RAL-GZ 992. Utvrđeno je da vrijednost sadržaja pepela standardne pamučne tkanine CCC nakon 100 ciklusa pranja i glaćanja ekstremno odstupa od granične vrijednosti. Prisutne anorganske inkrustacije pokrivaju površinu pamučne celuloze i smanjuju dostupnost aktivnim skupinama celuloze, što rezultira manjim ISV ove tkanine nakon 100 ciklusa pranja i glaćanja. To su potvrđile i SEM slike pamučnih uzoraka. Stanje površine jako utječe na ISV, te

je uz primjenu ove metode obvezno analizirati sadržaj anorganskih i organskih tvari na tekstilnom materijalu. Sadržaj pepela tkanine CO nakon 100 ciklusa udovoljava postavljenim zahtjevima.

Iz dobivenih rezultata ispitivanja može se zaključiti da metoda određivanja sorpcije joda može biti primjerena jedino ako se poznaje stanje površine pamučne celuloze. Metoda je jako osjetljiva, te se mora paziti na sve parametre, a najbitnije je naglasiti da jedni broj jako ovisi o inkrustacijama na robi, te se njime mogu uspoređivati samo tkanine koje imaju približno jednaku količinu pepela. Pokazalo se da je povoljnije prirediti cjelovite nego usitnjene uzorke.

#### Literatura:

- [1] Soljačić I., T. Pušić: Njega tekstila (Čišćenje u vodenim medijima); Sveučilište u Zagrebu (TTF); Zagreb (2005.)
- [2] Pušić T. i sur.: Primarni učinak praškastog i tekućeg deterdženta u pranju; Tekstil 55 (2005.) 1, 11-19
- [3] Ribitsch V. i sur.: The significance of Surface Charge and Structure on the Accessibility of Cellulose, Macromol. Mater. Eng. 286 (2001.) 684-654
- [4] Turalija M., S. Bischof Vukušić, D. Katović: Primjena skenirajućeg elektronskog mikroskopa za tekstil, Tekstil 58 (2009.) 12, 640-649
- [5] Luxbacher eth. al.: Zeta potential determination of flat solid surfaces using SurPASS electrokinetic analyzer, Tekstil 58 (2009.) 8, 393-400
- [6] Mather W., J. Hübner, W.J. Pope: Improvements in Mercerizing and in Apparatus therefore, UK Patent 190406383-A
- [7] Schwertassek K.: Faserforschung, Melland Textil 12 (1931) 457
- [8] Schweratssek K.: Faserforschung u. Textiltechnik 9 (1958) 361
- [9] Soljačić I., M. Žerdik: Osnovi mercerizacije pamuka Tekstil 17 (1968.) 6, 495-520

- [10] Nelson M.L. et al.: The Iodine Sorption Test: Factors Affecting Reproducibility and a Semimicro Adaptation, *Textile Research Journal* 40 (1970) 10, pp 872-880
- [11] Šauperl O. i sur.: Metilen plavo i kompleksometrijska titracija kao metoda određivanja utjecaja efekta mercerizacije na udio karboksilnih skupina pamučne celuloze umrežene 1,2,3,4 butantetrakarboksilnom kiselinom (BTCA), *Tekstil* 53 (2004.) 6, 289-294
- [12] Pušić T., I. Soljačić: Kontrola kvalitete pranja prema RAL-GZ 992; *Tekstil* 57 (2008.) 298
- [13] Fijan S. et al.: The Influence of Industrial Laundering of Hospital Textiles on the Properties of Cotton Fabrics, *Textile Research Journal* 77 (2007) 4, 247-255
- [14] Elsner P., K. Hatch, W. Wigger-Alberti: *Textiles and the Skin*, Karger, Basel (2003); Poglavlje: Kurz J.: Laundering in the Prevention of Skin Infections, 64-81

## SUMMARY

### **Study of Iodine Sorption Value of cotton fabrics after washing**

*T. Pušić, I. Soljačić, B. Iskerka, B. Vojnović*

The paper deals with research of Iodine Sorption Value – ISV as a quality control parameter for properties of cotton fabrics in washing. Sorption capacity of two cotton fabrics was analysed after 3 and 100 washing and ironing cycles. In order to access the acceptability of ISV method for control of secondary washing effects variation in preparation of cotton sample, reaching of a steady state and separation of cotton samples from the solution after sorption process were performed.

**Key words:** cotton, washing, secondary effect, ISV

*University of Zagreb, Faculty of Textile Technology*

*Department of Textile Chemistry and Ecology*

*Zagreb, Croatia*

*e-mail: tanja.pusic@ttf.hr*

*Received March 1, 2013*

### **Untersuchung der Iodzahl von Baumwollgeweben nach dem Waschen**

Der Artikel befasst sich mit der Untersuchung der Iodzahl (IZ) als Qualitätskontrollparameter der Eigenschaften von Baumwollgeweben beim Waschen. Die Sorptionskapazität von zwei Baumwollgeweben wurde nach 3 und 100 Wasch- und Bügelzyklen analysiert. Um die Akzeptanz dieses Verfahrens zur Kontrolle von Nebenwirkungen bei der Wäsche zu untersuchen, wurden Variationen in der Vorbereitung des Baumwollgewebes durchgeführt, um einen stabilen Zustand und die Trennung des Baumwollstoffes von der Lösung nach der Sorption zu erreichen.