

## Tekstilni otpad od pamuka i mješavina pamuk/poliester kao moguća sirovina u proizvodnji viskoznih i bakarnih vlakana

Prof.dr.sc. **Olivera Šauperl**, dipl.ing.  
Dr.sc. **Jasna Tompa**, mag.ing.  
Izv.prof.dr.sc. **Julija Volmajer Valh**, dipl.ing.  
Sveučilište u Mariboru, Strojarski fakultet  
Zavoda za kemiju i ekologiju  
Maribor, Slovenija  
e-mail: olivera.sauperl@um.si; julija.volmajer@um.si  
Prispjelo 3.4.2019.

UDK 677.014:677.462/463  
Prethodno priopćenje

*Tekstilna industrija suočena je s različitim vrstama otpada. S obzirom na ovu činjenicu, za potrebe izrade viskoznih i bakarnih vlakana u laboratorijskim uvjetima korišteni su otpadni ručnici izrađeni od 100 % pamuka i otpadne košulje izrađene od mješavine pamuka i poliesteru u omjeru 60:40 %. Na taj način procijenjena je mogućnost iskorištavanja tekstilnog otpada od pamuka i mješavina pamuk/PES za proizvodnju regeneriranih celuloznih vlakna. Spravljanje viskoznih vlakana u laboratorijskim uvjetima, a uz odabranu viskoznost otopine za ispređenje bilo je moguće čak i ako je ulazna sirovina otpadna košulja od mješavine pamuk/PES, što nije bio slučaj kod izrade bakarnih vlakana.*

**Ključne riječi:** *tekstilni otpad, viskozna vlakna, bakarna vlakna, regenerirana celuloza*

### 1. Uvod

Tekstilna industrija suočena je s različitim vrstama otpada, što ekolozima već godinama predstavlja problem [1]. Mnogi odjevni predmeti u trendu su samo kratko vrijeme, pa se potom odbacuju [2]. Rezultat toga su ogromne količine tekstilnih materijala koji u kratkom vremenu postaju otpad i odlažu se na odlagališta. S ekološkog stajališta odlaganje tekstila je veoma kontroverzno [3], budući da je vrijeme razgradnje tekstilnog materijala dugotrajno, a posebno se to odnosi na tekstilije izrađene od sintetičkih vlakana i njihovih mješavina s prirodnim vlaknima. U tom kontekstu jasno je zašto zakonodavstvo i ponovna uporaba te recikliranje tek-

stilnih materijala postaju sve zahtjevniji [4]. Neki od primjera su sagorijevanje tekstila, koje omogućava proizvodnju energije [5], ili proizvodnja tehničkog tekstila za potrebe različitih industrija. Ne tako davno osnovana su i tzv. socijalna poduzeća za prikupljanje raznih vrsta otpada [1]. Ponovna uporaba stare odjeće moguća je i kroz tzv. „second-hand“ trgovine tj. trgovine s rabljenom robom [1, 6]. Jedan od mogućih pristupa recikliranju tekstilnih materijala je i proizvodnja regeneriranih celuloznih vlakana [7, 8].

Za ovo istraživanje odabrane su otpadne tekstilije od pamuka i mješavina pamučnih i poliesterskih (PES) vlakana, a da bi se recikliranjem isko-

ristile kao sirovina u proizvodnji regeneriranih celuloznih (viskoznih i bakarnih) vlakana u laboratorijskim uvjetima. Otpadni ručnici izrađeni od 100 % pamuka i otpadne košulje izrađene od mješavine 60:40 % pamuk/PES korišteni su za pripremu obje vrste regeneriranih celuloznih vlakana. Glavna svrha istraživanja je procijeniti mogućnost iskorištenja otpadnih tekstilija od pamuka i mješavina pamuk/PES u proizvodnji regeneriranih celuloznih vlakana.

Zbog loših mehaničkih svojstava regeneriranih celuloznih vlakana u mokrom stanju moguća upotreba, na ovaj način dobivenih regeneriranih celuloznih vlakana, je u proizvodnji filtera za suhu filtraciju (npr. filteri za

klimatizaciju, filteri za cigarete i dr.). Kako bi se ispitala mogućnost dodavanja tvari s dobrim adsorpcijskim svojstvima regeneriranim celuloznim vlaknima dodan je aktivni ugljen [9] za vezivanje toksičnih spojeva, za slučaj da su regenerirana celulozna vlakna namijenjena npr. filtraciji.

Za optimizaciju viskoznosti otopine za ispredanje korišten je rotacijski viskozometar Fungilab. Regenerirana celulozna vlakna vrednovana su ATR IR FT spektroskopijom te pretražnom elektronskom mikroskopijom (SEM). Na temelju ovih rezultata dobivene su informacije o funkcionalnim skupinama novoformiranih regeneriranih celuloznih vlakana i njihovoj strukturi.

## 2. Materijali i metode

### 2.1. Materijali

Ručnici izrađeni od 100 % pamuka; masa jedinične površine 340 gm<sup>-2</sup> i košulje izrađene od mješavine pamuka i PES-a u omjeru 60:40; masa jedinične površine 120 gm<sup>-2</sup>; platneni vez su korišteni za izradu regeneriranih celuloznih (viskoznih i bakarnih) vlakana.

### 2.2. ATR IR FT spektroskopija

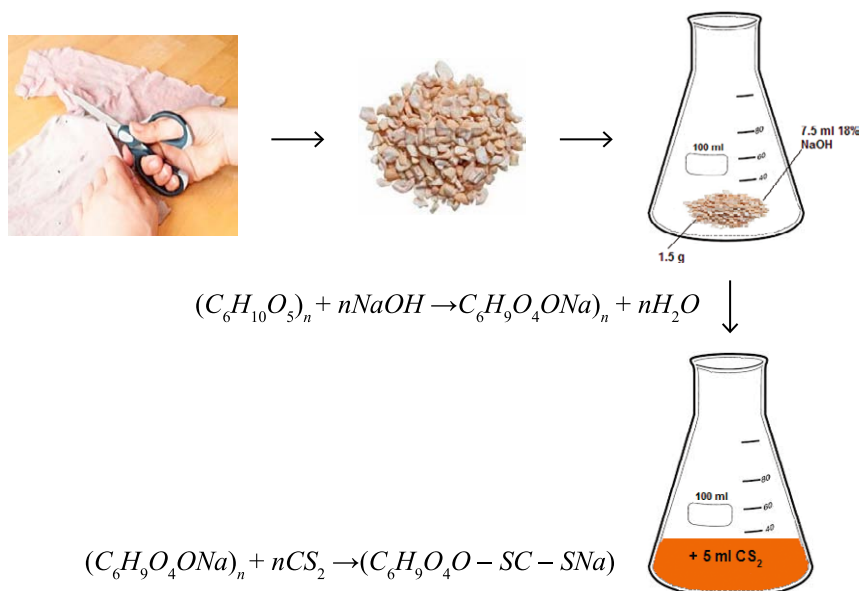
Za mjerenja spektara infracrvenog zračenja uzoraka korišten je uređaj Perkin Elmer 1600 uz sljedeće uvjete: rezolucija 4, skeniranje/pretraživanje 16; svaki spektar je snimljen 15 puta u intervalu između 4000 cm<sup>-1</sup> i 650 cm<sup>-1</sup> s rezolucijom 4 cm<sup>-1</sup>.

### 2.3. Mjerenja viskoznosti

Viskoznost ksantata i kompleksa celuloza-kuoksam određena je rotacionim viskozimetrom (Model Fungilab S. A., Španjolska).

### 2.4. Pretražna elektronska mikroskopija (SEM)

Temeljem SEM-a ispitivanja (Karl Zeiss Supra, model 35 WP / I) procijenjena je površinska topografija regeneriranih celuloznih vlakana [10]. Uzorci su prije istraživanja nasloženi tankim filmom elektrovodljivog materijala (Au).



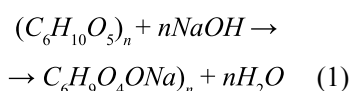
Sl.1 Priprava uzoraka za regeneraciju celuloze viskoznim procesom: a) rezanje otpadnog tekstila b) u manje djeliće, c) otapanje celuloze u 18 %-tnoj NaOH i d) ksantacija s ugljikovim disulfidom (CS<sub>2</sub>)

### 2.5. Priprava uzoraka

#### 2.5.1. Regeneriranje celuloze viskoznim procesom – viskozna vlakna

Postupak priprave uzoraka za dobivanje regeneriranih celuloznih vlakana od otpadnog tekstila viskoznim postupkom shematski je prikazan na sl.1.

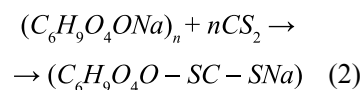
Ručnici i košulje (ulazna celuloza) izrezani su na male komade. 1,5 g ovih komada preneseno je u Erlenmeyerovu tikvicu od 100 ml, gdje je obrađeno sa 7,5 ml 18 %-tne vodene otopine natrijevog hidroksida (NaOH) na sobnoj temperaturi kako bi ulazna celuloza nabubrila i transformirala se u alkalnu celulozu prema jednadžbi (1).



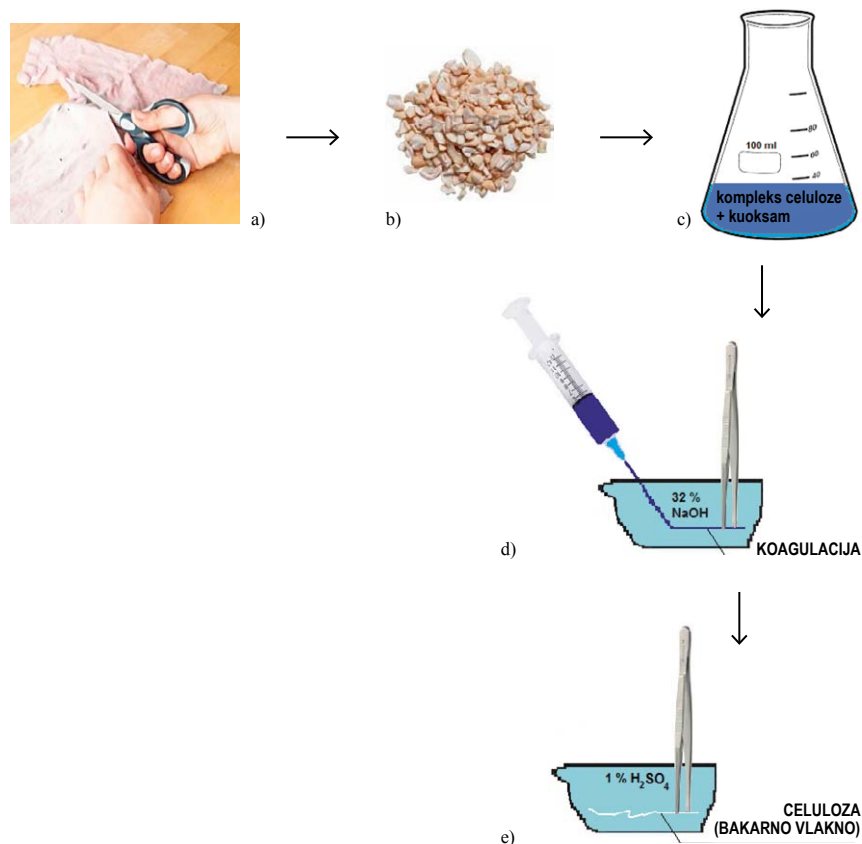
Tzv. postupak predzrenja nije proveden, pa je sljedeći korak bio ksantacija. U ovom koraku pripreme viskoznih vlakana, alkalna celuloza je prelivena s 5 ml ugljikovog disulfida (CS<sub>2</sub>) na sobnoj temperaturi i sve je dobro izmiješano pomoću staklenog štapića. Na taj način formiran je celulozni ksantat prema jednadžbi (2).



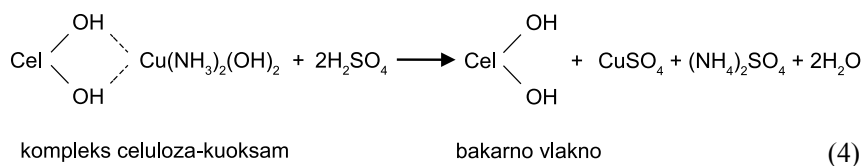
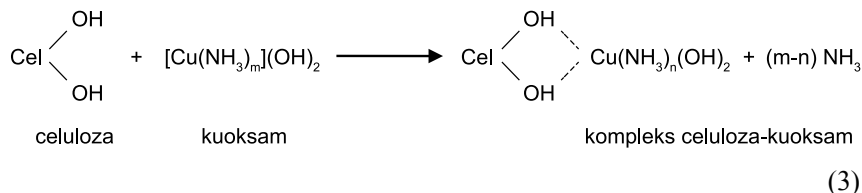
Sl.2 Shema ispredanja viskoznih vlakana postupkom mokrog ispredanja-istiskivanjem ksantata kroz hipodermalnu injekcijsku iglu u kupelj za ispredanja (koagulaciju)



Nastali narančasti celulozni ksantat se zatim otopi u razrijeđenoj otopini natrijevog hidroksida ( $w_{(NaOH)} = 2,5 \%$ ) pri sobnoj temperaturi uz snažne uvjete miješanja, kako bi se dobila viskozna narančasta otopina, zvana “viskoza”, a koja je osnova za proizvodnju viskoznih vlakana. Čini se da je narančasta boja ksantata posljedica usporednih reakcija uz reakciju pretvorbe alkalne celuloze u celulozni ksantat. Ova obojena otopina je podvrgnuta takozvanoj fazi zrenja, tj. odležavanja na sobnoj temperaturi 24 sata, da bi se depolimerizirala celuloza, što rezultira smanjenjem pro-



Sl.3 Priprava uzoraka za regeneraciju celuloze procesom otapanja u kuoksamu – bakar-amonijačni postupak: a) rezanje otpadnog tekstila b) u manje djeliće, c) otapanje nastajanjem kompleksa celuloze i kuoksama, d) ispredanje – istiskivanje injekcijskom iglom u koagulacijsku kupelj i e) obrada u 1 %-tnoj otopini H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



sječne molekule mase izvorne pulpe. Redukcijom celuloze dolazi do stvaranja viskozne otopine odgovarajuće viskoznosti. Svi mjehurići zraka zarobljeni u otopini moraju se ukloniti prije ispredanja vlakana kako bi se izbjegle šupljine ili slabe točke na finim viskoznim vlaknima, što se naziva otplinjavanje.

Mokro ispredanje provodi se istiskivanjem ksantata kroz hipodermalnu injekcijsku iglu u kupelj za ispreda-

nje, odnosno koagulacijsku kupelj zagrijanu do 50 °C, volumena 50 ml koja sadrži 10 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (za zakiseljavanje natrij-celuloznog ksantata), 1 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (kupelj treba visok udio soli potreban za brzu koagulaciju viskoznih vlakana) i 1 g ZnSO<sub>4</sub> (radi stvaranja cinkovog ksantata za umrežavanje molekula celuloze).

Ovakav postupak rezultira brzim koagulacijom viskoznih filamenata, nakon čega slijedi istovremeno iste-

zanje i pretvorba celuloznog ksantata u regenerirana celulozna vlakna (viskozna vlakna). Svježe regenerirana viskozna vlakna sadrže mnogo soli i drugih nečistoća topivih u vodi, a koje se uklanjaju temeljitim ispiranjem u destiliranoj vodi.

### 2.5.2. Regeneriranje celuloze procesom otapanja u kuoksamu – bakarna vlakna

Ručnici i košulje (ulazna celuloza) su izrezani u male komade. 1,0 g tih uzoraka preneseno je u Erlenmeyerovu tikvicu gdje su na sobnoj temperaturi, uz energično potresivanje, obrađeni kuoksamom kako bi se otopila ulazna celuloza.

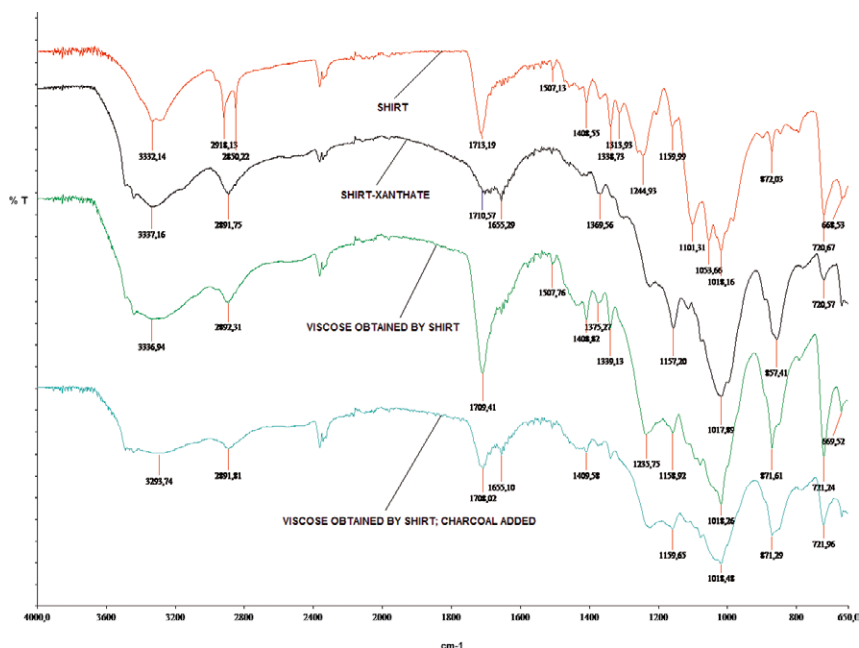
Kuoksam je pripremljen otapanjem 6,5 g bakrovog sulfata (CuSO<sub>4</sub>·x5H<sub>2</sub>O) u 20 ml destilirane vode. Pri hlađenju otopine bakrovog sulfata do sobne temperature, dodano je 20 ml 25 % vodene otopine amonij-hidroksida (NH<sub>4</sub>OH) i 4,3 ml 32 % vodene otopine natrij-hidroksida (NaOH). Prema ovoj metodi nastaje kompleks ulazne celuloze i kuoksama, jednadžba (3).

Slijedila je koagulacija (ispredanje) u 32 % NaOH (sl.3d) i obrada u otopini 1 %-tne H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (sl.3e) pri čemu dolazi do regeneriranja celuloze, odnosno oblikovanja celuloznog - bakarnog vlakna, jednadžba (4). Nečistoće topljive u vodi uklonjene su temeljitim ispiranjem regenerirane celuloze u destiliranoj vodi, a u nekim slučajevima (kada se provodio postupak filtracije) u koagulacijsku kupelj dodavan je i aktivni ugljen [11].

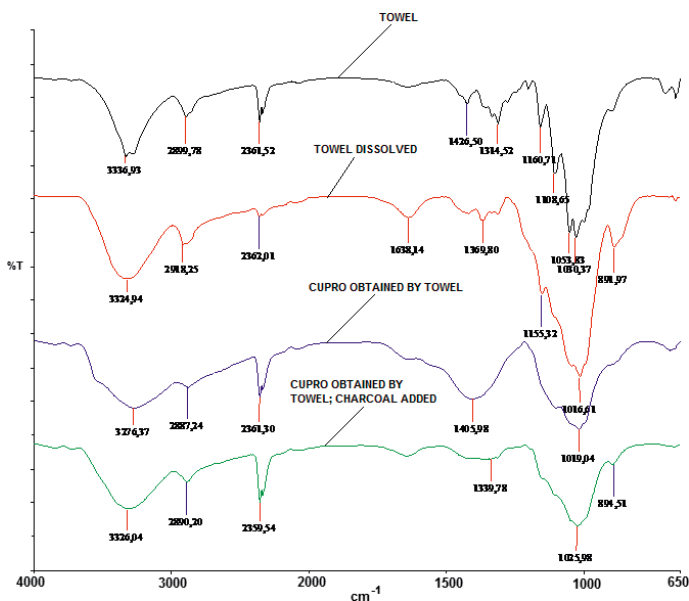
## 3. Rezultati i rasprava

### 3.1. ATR FT-IR spektroskopija

Na sl.4 prikazani su ATR FT-IR spektri: viskoznih vlakana dobivenih otapanjem košulja od mješavine pamuk/PES (zeleni spektar), viskoznih vlakana dobivenih otapanjem košulja od mješavine pamuk/PES uz dodatak aktivnog ugljena (plavi spektar), košulje (crveni spektar) i dobovenog ksantata od košulje (crni spektar). ATR FT-IR spektar košulje (crveni spektar) pokazuje tipične značajke



SI.4 ATR FT-IR spektri proizvoda u viskoznom procesu: vlakana košulje - mješavina pamuk/PES (crveni spektar), ksantata dobivenog od vlakana košulje (crni spektar), viskoznih vlakana dobivenih otapanjem vlakana košulje pamuk/PES (zeleni spektar) i viskoznih vlakana dobivenih otapanjem vlakana košulje mješavine pamuk/PES uz dodatak aktivnog ugljena (plavi spektar)



SI.5 ATR FT-IR spektri proizvoda u postupku dobivanja bakarnih vlakana: ručnika (crni spektar), otopljenog ručnika u kuksamu (crveni spektar), bakarnih vlakana (plavi spektar) i bakarnih vlakana s dodanim aktivnim ugljenom (zeleni spektar)

polietilentereftalata i celuloze. U području između 2918-2850  $\text{cm}^{-1}$  prisutan je signal -CH skupina, dok je kod valnog broja 1713  $\text{cm}^{-1}$  registriran signal koji se pripisuje C=O skupinu; a vidljiv je i signal tipičan za

hidroksilne skupine celuloze (-OH) kod valnog broja 3332  $\text{cm}^{-1}$ . ATR FT-IR spektar viskoze (zeleni spektar) također iskazuje tipične signale za polietilentereftalat; signali u području između 2918 i 2850  $\text{cm}^{-1}$

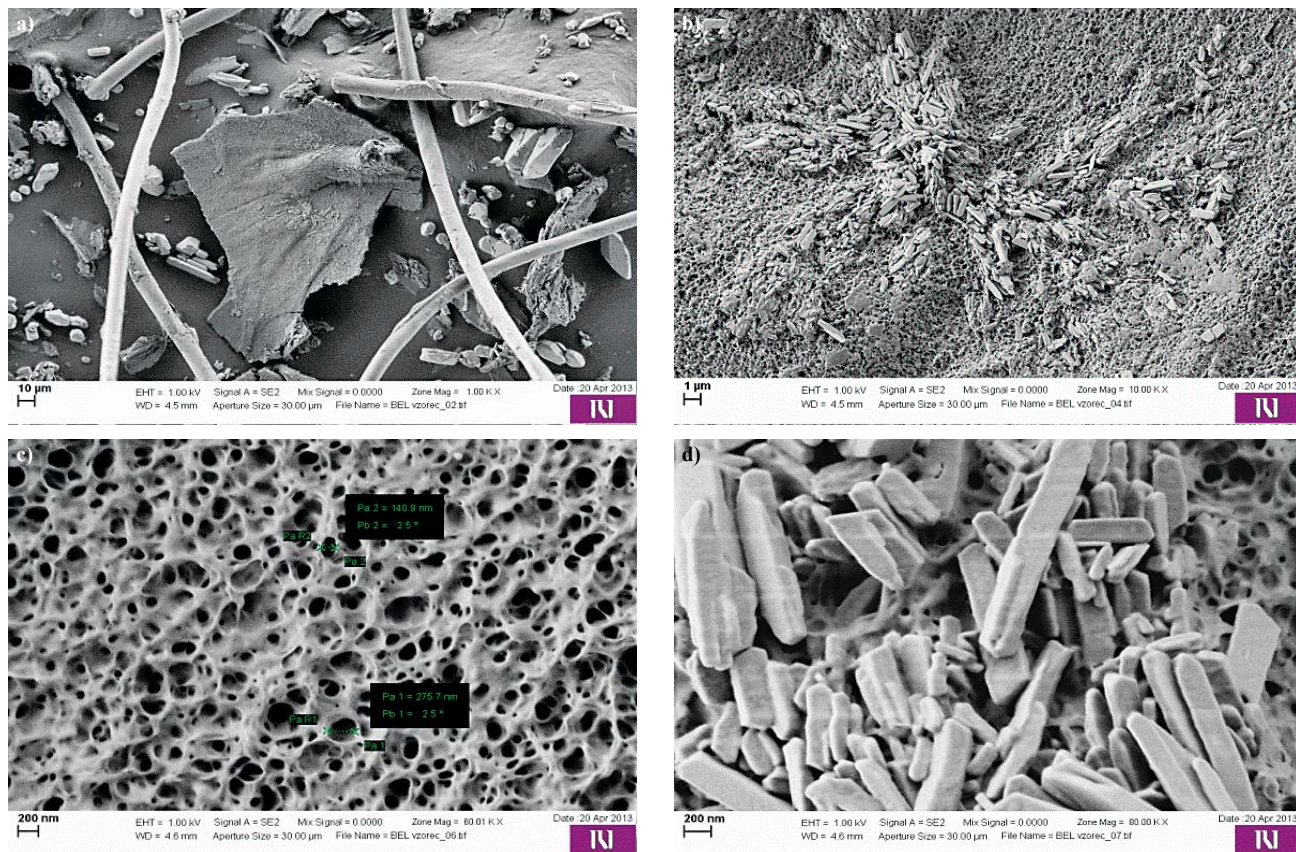
1713  $\text{cm}^{-1}$  kao i signale za celulozu na 3332  $\text{cm}^{-1}$ .

Iz ATR FT-IR spektra uzorka ksantata košulje (crni spektar) i viskoze (košulja + aktivni ugljen) (plavi spektar) uočava se prisutnost vode u signalu u području 3330 i 1655  $\text{cm}^{-1}$ .

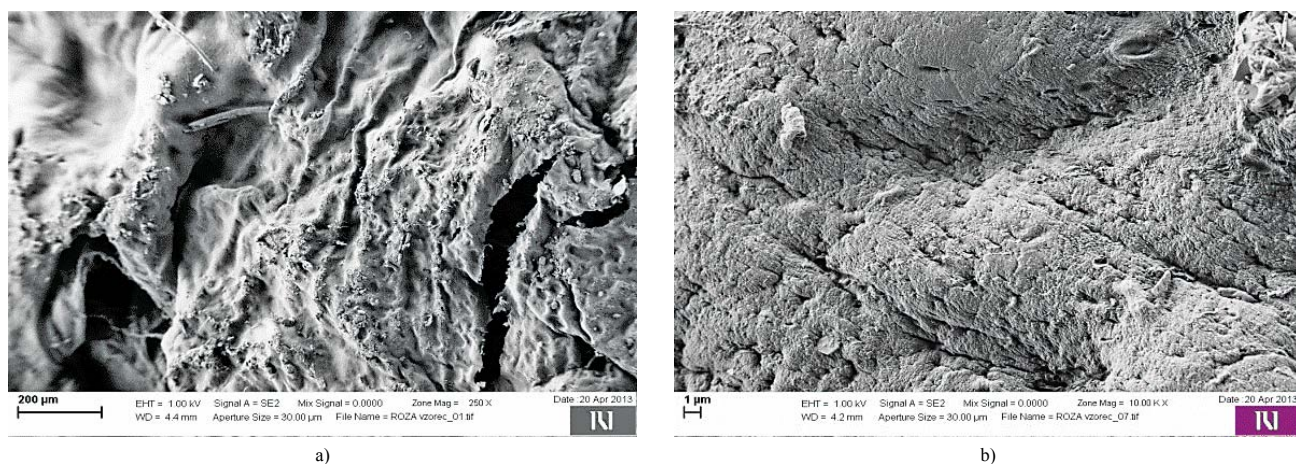
ATR FT-IR spektar ručnika (crni spektar) prikazuje tipičan signal za celulozu, hidroksilne skupine (-OH) pri valnom broju 3336  $\text{cm}^{-1}$  i signal za -CH skupine u području oko 2899  $\text{cm}^{-1}$ . Oba spektra, spektar bakarnih vlakna (plavi spektar), dobivenih otapanjem ručnika od 100 % pamuka i spektar dobivenog otapanjem uz dodatak aktivnog ugljena (zeleni spektar) imaju tipične signale za celulozu na 3336  $\text{cm}^{-1}$  i signale u području oko 2899  $\text{cm}^{-1}$ . U slučaju bakarnih vlakana nije bilo moguće dobiti isti tip regenerirane celuloze korištenjem otpadnih tekstilija od mješavine pamuka i PES-a (tj. košulja) kao što je to bio slučaj s viskoznim vlaknima (sl.5). Važno je napomenuti da PES nije bio ostranjen prije ispredanja kod procesa pripreme viskoznih i kod bakarnih vlakana.

### 3.2. Optimizacija viskoznosti otopine za ispredanje vlakana

Optimizacija mase polaznog materijala i otapala odabrana je kao glavni cilj predstavljenog istraživanja, jer se samo uz pravilnu kombinaciju ovih sastojaka može uspostaviti sustav odgovarajuće viskoznosti za optimalno ispredanje ksantata kroz mlaznice i stvaranje regeneriranog celuloznog vlakna. Ova optimizacija bila je potrebna zbog toga što je kao polazni materijal korišten tekstilni materijal od mješavine celuloznih vlakana i vlaknotvornog sintetskog polimera, a pri čemu je potrebno uzeti u obzir i činjenicu da se sintetska komponenta ne može otopiti korištenjem otapala potrebnih za proizvodnju regeneriranih celuloznih vlakana (viskoznih i bakarnih). Kao mjera viskoznosti kupelji za ispredanje odabrana je viskoznost koja osigurava dobro ispredanje ksantata kroz mlaznice (u ovom slučaju igla pričvršćena na injekcijski klip). Na temelju optimizacije polaz-



Sl.6 SEM slike regeneriranih celuloznih – viskoznih vlakana od otpadne košulje pri različitim uvećanjima: a) 1000 x, b) 10 000 x, c) 60 010 x i d) 80 000 x



Sl.7 SEM slika regeneriranih celuloznih – viskoznih vlakana od pamučnog ručnika pri uvećanjima: a) 250 x; b) 10 000 x

nih komponenta (postojećih tekstilnih materijala u kombinaciji s otapalima) i rezultata metoda korištenih u ovom istraživanju, utvrđeno je da je 15 i 17 Pa s najpovoljnija viskoznost, obzirom na dobro ispredanje ksantata kroz mlaznicu (iglu) u laboratorijskim uvjetima. S ovakvom viskoznosti može se zajamčiti dobar protok kupelji za ispredanje kroz mlaznicu i potom neposrednu regeneraciju celu-

loze odnosno oblikovanje regeneriranih celuloznih vlakna, bez obzira proizvode li se viskozna ili bakarna vlakna u laboratorijskim uvjetima.

### 3.3. Analiza pomoću pretražne elektronske mikroskopije

Na sl.6 prikazane su slike uzoraka dobivene pretražnom elektronskom mikroskopijom pri različitim povećanjima (SEM slike) regeneriranih ce-

luloznih (viskoznih) vlakana proizvedenih od otpadnih košulja mješavine pamuk/PES u omjeru 60:40 %. Na sl.6a vidljiva je regenerirana celuloza u kombinaciji s poliesterom pri uvećanju od 10 000 puta, uočljiva su područja sa slojem adsorbiranih poroznih čestica, sl. 6b. Porozna, relativno homogena struktura može se uočiti na sl. 6c pri uvećanju od 60 010 puta. Na sl.6c vidljive su pore veliči-

ne 141 i 276 nm, a na SEM slici pri povećanju od 80 000 puta (sl.6d) vidljive su adsorbirane čestice relativno ujednačenog i sličnog oblika. Pretpostavlja se da je takva slika rezultat prisustva suspendiranih ili istaloženih čestica pomoćnih spojeva koji se koriste u proizvodnji viskoznih vlakana. SEM slika regenerirane celuloze (viskoznih vlakana) čija je ishodišna sirovina otpadni ručnik od pamuka (sl.7) pokazuje drugačiji trend, tj. u ovom slučaju nema prisutnosti adsorbiranih čestica kao u uzorcima dobivenih recikliranjem kođulja od mješavine pamuka i PES-a.

#### 4. Zaključak

Recikliranje otpadnog tekstila nužno je kako bi se izbjeglo odlaganje takvog otpada.

Posebno problematični su tekstilni materijali izrađeni od mješavina različitih vlakana.

U laboratorijskim uvjetima je potvrđena mogućnost proizvodnje viskoznih vlakana uz odabranu viskoznost otopine za ispredanje, čak i kad se radi od otpadne sirovine od mješavine pamuk/PES.

Mogućnost proizvodnje bakarnih vlakana ograničena je na sirovine od 100 % pamučnih vlakana. Laboratorijski proces dobivanja bakarnih vla-

kana od mješavina pamuk/PES nije bio uspješan.

Laboratorijska istraživanja provedena u ovom radu pokazala su uspješan pristup recikliranju otpadne odjeće od pamuka i mješavine pamuka i poliesteru sa svrhom dobivanja regeneriranih celuloznih vlakana.

#### Literatura:

- [1] Sandina G, G.M. Peters: Environmental impact of textile reuse and recycling, A review, *Journal of cleaner production* 184 (2018) 353-365
- [2] Joy A., J.F. Sherry, A. Venkatesh, J. Wang, R. Chan: Fast Fashion, Sustainability, and the Ethical Appeal of Luxury Brands, *Fashion Theory* 16 (2012) 3, 273-295
- [3] The Global Fiber Market in 2016, Lenzing (2017), Available at: <http://www.lenzing.com/en/investors/equity-story/global-fiber-market.html>, (Accessed January 2019)
- [4]. EC, 2008. Directive 2008/98/EC of the European Parliament and of the Council of 19 November 2008 on Waste and Repealing Certain Directives (Text with EEA Relevance). Available at: <http://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/?uri=CELEX:32008L0098>, (Accessed January 2019)
- [5] Nunes L.J.R., R. Godinac, C.O. João et al.: Economic and environmental benefits of using textile

waste for the production of thermal energy, *Journal of Cleaner Production* 171 (2018), 1353-1360

- [6] Piontek F.M., M. Müller: Life Cycle Assessment in the Context of Product-Service Systems and the Textile Industry, *Procedia CIRP* 69 (2018) 758-763
- [7] Shen L., E. Worrell, M.K. Patel: Environmental impact assessment of man-made cellulose fibres, *Resources, Conservation and Recycling* 55 (2010) 260-274
- [8] Röder T., J. Moosbauer, G. Kliba, S. Schlader, G. Zuckerstätter, H. Sixt: Comparative Characterisation Of Man-Made Regenerated Cellulose Fibres, *Lenzinger Berichte* 87 (2009) 98-105
- [9] Bansal R.C., Goyal M.: Activated carbon adsorption, CRC press, Taylor and Francis group, International standard group Number-13: 978-1-4200-2881-2 (e-book-PDF), 2005
- [10] Goldstein J., Newbury D.E., Echlin P., et al., Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis, New York: Plenum Press 1984, 479-483
- [11] Dutta S., A. Mukhopadhyay, A.K. Chourdary, C.C. Reddy: Filtration Behaviour of Polyester Conductive Filter Media on Pulse Jet Test Rig Assisted with Pre-Charger, *Journal of The Institution of Engineers (India) Series E*, Published online: 27 March 2019

## SUMMARY

### **Cotton/polyester textiles as a possible source for viscose and cupro fibers production**

*O. Šaupperl, J. Tompa, J. Volmajer Valh*

The textile industry is confronted with several types of waste. Regarding this problem, waste towels made of 100 % cotton and waste shirts made of 60:40 % cotton/PES way the possibility of converting cotton and cotton-polyester blends waste into regenerated fibers was estimated. Preparation of viscose under laboratory conditions at the selected viscosity of the spinning solution was possible even if the input raw material was cotton shirts in combination with polyester which is not the case with cupro.

**Key words:** waste textile, viscose, cupro, regenerated cellulose

*University of Maribor, Faculty of Mechanical Engineering*

*Maribor, Slovenia*

*e-mail: olivera.saupperl@um.si; julija.volmajers@um.si*

*Received April 3, 2019*

### **Baumwoll- und Baumwoll/Polyester-Abfalltextilien als mögliche Quelle für die Viskose- und Kupferfaserherstellung**

Die Textilindustrie ist mit verschiedenen Arten von Abfällen konfrontiert. Im Hinblick auf dieses Problem sollten Abfallhandtücher aus 100 % Baumwolle und Abfallhemden aus 60 bis 40 % Baumwolle verwendet werden: PES wurden zur Vorbereitung von Viskose und Cupro unter Laborbedingungen verwendet. Auf diese Weise wurde die Möglichkeit geschätzt, Abfälle aus Baumwolle und Baumwoll-Polyester-Mischungen in regenerierte Fasern umzuwandeln. Die Vorbereitung von Viskose unter Laborbedingungen bei der gewählten Viskosität der Spinnlösung war auch dann möglich, wenn es sich bei dem Eingangrohstoff um Baumwollhemden in Kombination mit Polyester handelte, was bei Cupro nicht der Fall ist.