

# Has İpek Kumaşların Bir Redoks Sistemi Kullanarak Düşük Sıcaklıkta Boyanması\*

Çeviren: Ayfer ÇİFTÇİ  
SAGEM

*İpek lifleri bilimsel, teknolojik ve estetik bakımlardan uzun yıllardan beri insanların ilgisini çekmektedir. İpek liflerinin parlaklık, tutum ve dökümlülük özellikleri diğer bir çok tekstil lifinden üstündür. Ancak kaynar sıcaklıkta boyama ipek liflerine kolayca zarar verebilir. Bu nedenle, düşük sıcaklıkta boyama, bu potansiyel hasarı azaltmak için cazip bir imkandır. Burada anlatılan çalışma has ipek kumaşların bir redoks sistemi yardımıyla düşük sıcaklıkta boyanması ile ilgili bir araştırmadır.*

## LOW-TEMPERATURE DYEING OF REAL SILK FABRICS USING A REDOX SYSTEM

*Low-temperature dyeing of real silk fabrics using a redox system has been investigated. The system has shown considerable promise for use in practical dyeing*

### 1. DENEYSSEL ÇALIŞMALAR

#### 1.1. Materyaller

Boyama denemeleri için endüstriyel olarak zamkı giderilmiş ve ağartılmış bez ayağı dokulu Bombyx mori ipekli kumaşları kullanıldı. Boyama öncesi, kumaşlar 1 gr/lt asetik asit ve 2 gr/lt non-iyonik yüzey aktif madde (Detergent JU) ihtiva eden bir çözelti ile 10 dak. 90°C de, 60:1 banyo oranında muamele edildi. Sonra oda sıcaklığında iyice yıkandı.

Kullanılan hidrojen peroksit, glukoz, sodyum asetat, asetik asit ve sodyum klorür laboratuvar tipi kimyasal maddelerdi. Yüzey aktif madde olarak ise Detergent JU ve sabun kullanıldı.

Boyarmadde olarak daha fazla saflaştırma yapılmadan şu ticari boyarmaddeler kullanıldı. Acid Violet 4BNS (S, CI Acid Violet 49), Xylene Fast Red 2B (S, CI Acid Red 336), Polar Brilliant Red 10B (CGY, CI Acid Violet 54), Xylene Brilliant Blue 5GM (S, CI Acid Blue 142), Xylene Brilliant green 3GM (S)

\*Journal Of The Society Of Dyers And Colourists, Vol. 107, March 1991 Sayfa:117-120'nin çevirisi.

### 1.2. Boyama

Aksi belirtilmediği durumlarda, boyama şu şekilde yapıldı: Ağırlığı tartılan ipekli kumaş numuneleri istenen miktarda boya, sodyum klorür (2 gr/lt) ve redoks sistemini ihtiva eden 30:1 banyo oranlı bir boya banyosuna kondu. Boyama 40°C den 90°C ye kadar değişen sıcaklıklarda, değişik müddetlerde (10-30 dak.) yapıldı.

Sonra devamlı karıştırarak bir 60 dak. daha aynı sıcaklık muhafaza edildi. Boyama sonunda, boyalı numuneler banyodan çıkarıldı ve üç defa 50-100 ml soğuk su ile durulandı, 3 gr/lt sabun, 2 gr/lt sodyum karbonat ihtiva eden 150 ml soda-sabun çözeltisinde 95-100°C de 5-10 dak. sabunlandı. Durulama suyu orjinal banyosuna ilave edildi ve absorbans ölçümü başlamadan önce standart hacme getirildi. En son olarak numuneler yine durulandı ve mevcut ortamda kurutuldu.

### 1.3. Test Metodları:

Boya banyosundan çekilen boya yüzdesi, E (exhaustion), 1 nolu eşitliğe göre hesaplandı.

$$E = \frac{Ad-Ab}{Ad} \cdot 100 \quad \dots \dots \dots (1)$$

Burada Ad ve Ab sırasıyla başlangıçta ve boyama sonunda boya banyosunda bulunan boya miktarıdır.

Fiksaj oranı, F (Fixation) ise 2 nolu eşitliğe göre hesaplandı.

$$F = \frac{Ad-Ab-Ae}{Ad} \cdot 100 \quad \dots \dots \dots (2)$$

Burada Ae, yıkama ile uzaklaştırılan boya miktarıdır. Yıkama ve sürtme hashğı testleri sırasıyla GB 251-84 ve GB 250-84'e göre yapıldı.

### 2. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

#### 2.1. İpekli Kumaşların Düşük Sıcaklıkta Boyanmasına Hidrojen Peroksit/Glukoz Sisteminin Etkisi

Bu çalışmanın en önemli amacı, ipekli kumaşların asit boyalarla düşük sıcaklıkta boyanmasında redoks sisteminin rolünü aydınlatma olduğu için, bir asit boya (Xylene Fast Red 2B) ipekli kumaşa içerisinde oksidan olarak hidrojen peroksit ve redüktif madde olarak glukoz bulunan bir boya banyosu ile uygulandı. Boya banyosundaki boya konsantrasyonu (kumaş ağırlığı üzerinden % 2.5, hidrojen peroksit konsantrasyonu 0.1 mol/lt, glukoz 0.1 mol/lt idi.

Tablo 1, ipekli kumaşların düşük sıcaklıkta boyanmasında, redoks sisteminin varlığı ile elde edilen çekme ve fiksaj değerlerinin redoks sistemi olmaması durumunda elde edilen değerlerden önemli ölçüde yüksek olduğunu göstermektedir.

Bu iki durumda, asit boyanın ile lif arasındaki etkileşim şeklinin önemli ölçüde farklı olduğu açıktır. Şöyle ki, redoks sisteminin olmadığı durumda, boyama boya

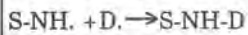
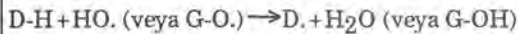
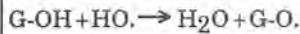
**Tablo 1.** Redoks Sistemin Etkisi (a)

Redoks Sistem	Çekme (%)	Fiksaj (%)	
		Ekstraksiyondan önce	Ekstraksiyondan sonra
Yok	57.35	50.5	9.4
Hidrojen peroksit/glükoz (Her ikisi de 0.1 mol/l)	94.32	90.2	43.21

(a) % 2 (Kumaş ağırlığı üzerinden) Xylene Fast Red 2B, 2 gr/lit NaCl; Banyo oranı: 30/1, 60 dak, 70 °C de boyama; dimetilformamid'le (DMF/Su=1/1) 30 dak, 50 °C'de ekstraksiyon

anyonu ile protonlanmış amino grubu arasındaki elektrostatik bağ, ipek elyafındaki amido, hidroksi, amino grupları ile boyadaki hidroksi ve amino grupları arasındaki hidrojen bağı ve/veya van der Waals kuvvetleri yoluyla ilerler. Redoks sisteminin olması (hidrojen peroksit/glükoz) durumunda ise gerek lifte, gerek boyada serbest radikallerin oluştuğu ve bu radikallerin karşılıklı etkileşiminin lif yüzeyindeki boyama yerlerinde (=dyeing sites) boyamayı kolaylaştırdığı tahmin edilmektedir. Bu durumda iyonik bağlara, hidrojen bağlarına ve van der Waals kuvvetlerine ilaveten muhtemelen kovalent fiksaj da meydana gelmektedir. Bu mekanizma, redoks sistemi kullanılarak yapılan boyamaların DMF ekstraksiyonundan sonra elde edilen yüksek fiksaj değeriyle desteklenmektedir.

Hidrojen peroksit/glükoz sisteminin boyama prosesinde rol aldığı açıktır. İpek ve asit boya arasında kovalent bağ oluşumu ile ilgili muhtemel mekanizma 1.no.lu şemada görülmektedir. Bu şemada S-NH<sub>2</sub>, D-H, ve G-OH sırasıyla ipeği, asit boyayı ve glükuzu temsil etmektedir.

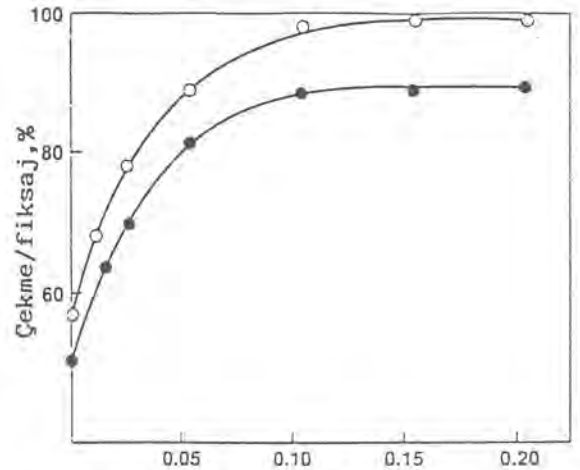
**Tablo 2.** Hidrojen peroksit ve glükoz konsantrasyonunun etkisi

Hidrojen Peroksit (mo/lit)	Glükoz (mol/lit)	Çekme (%)	Fiksaj (%)
0	0.1	55.0	49.1
0.1.	0	50.5	50.4
0.1.	0.01	91.7	86.0
0.1.	0.05	90.5	84.6
0.1.	0.1	93.7	88.2
0.1.	0.15	90.8	85.4
0.1.	0.2	92.4	85.2
0.01	0.1	89.1	84.0
0.05	0.1	93.5	88.0
0.15	0.1	91.4	85.4
0.2	0.1	91.0	84.2
0	0	57.4	50.5

Tablo 2 Hidrojen peroksit veya glüközün tek başına kullanılmasının çekmeyi veya fiksajı geliştirmediğini göstermektedir.

Oysa her iki madde birlikte kullanıldığında çekme ve fiksaj önemli ölçüde gelişmektedir. Verilen bu redoks sistemi için, çekme ve fiksaj değerleri oksidasyon maddesi (Hidrojen peroksit) konsantrasyonunun 0'dan 0.1 mol/lit ye artmasıyla birlikte artar. 0.1. mol/lit ötesinde bir artış ise boyama performansının düşmesine sebep olur. 0.1 mol/lit hidrojen peroksit ve 0.1. mol/lit glüköz konsantrasyonlarında optimum çekme ve fiksajın elde edildiği görülmüştür.

Şekil 1, boya banyosundaki hidrojen peroksit/glüköz konsantrasyonunun çekme ve fiksaj değerleri üzerine olan etkilerini göstermektedir.



Hidrojen peroksit/glüköz kons.mol/lit  
O Çekme ● Fiksaj

**Şekil 1.** Redoks Sistemin Çekme ve Fiksaj Üzerine Etkisi

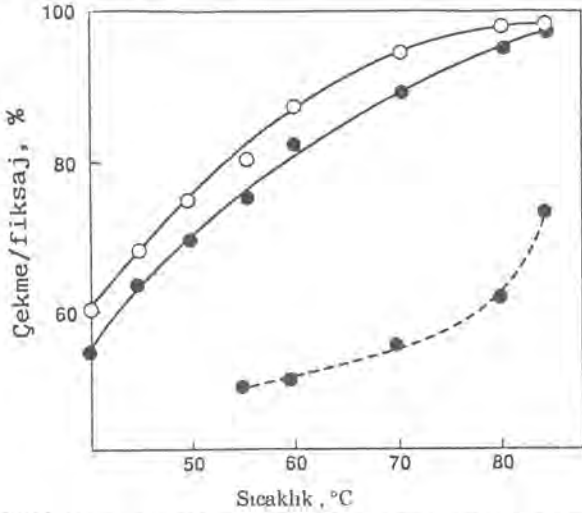
Şekil 1'deki boyamaların koşulları başlangıçta anlatılanlar gibidir. Sadece redoks sistemin konsantrasyonu 0 dan 0.20 mol/lit'ye değişmiştir. Redoks sistem komponentlerinin konsantrasyonunun 0.1 mol/lit'ye kadar artmasıyla çekme ve fiksajda belirgin bir artma ve daha sonra azalma olması açıktır. Hidrojen peroksit/glüköz redoks sisteminin konsantrasyonu arttığı zaman çok sayıda HO. ve G O. radikali oluşur. Bu radikaller

boyamanın başlamasına ve ilerlemesine katkıda bulunurlar. Serbest radikallerin, ipeğin moleküler yapısıyla karşılıklı etkileşerek S-NH<sub>2</sub> ve D. radikallerini oluşturdıkları düşünülmektedir. Böylece yeni adsorpsiyon yerleri oluşur; boya moleküllerinin çözünürlükleri ve dağılımları da artar. Boya banyosu hafif asidikleşerek asit boyanın ipek üzerine çekilmesini geliştirir.

0.1 mol/lit üzerindeki bir redoks sistemi konsantrasyonu, muhtemelen çok miktarda radikal taneciğinin oluşumuyla bir self-terminasyon prosesine yol açar. Bu proses ile ipek lifi oksidasyona uğrar ve/veya daha az aktif tanecikler meydana gelir. Bu olaylar çekmede meydana gelen azalmayı açıklamaktadır.

## 2.2. Boyama Sıcaklığı

İpekli kumaşlar 0.1 mol/lit hidrojen peroksit ve 0.1 mol/lit glukoz eşliğinde, 40°C den 80°C ye kadar değişen farklı sıcaklıklarda, 60 dak. müddetle boyandığında, boyama sıcaklığının çekme ve fiksaj üzerine olan etkisi Şekil-2'de görülmektedir.



Şekil 2. Boyama Sıcaklığının, 30/1 Banyo Oranlı 60 dakikalık Boyamada Çekme ve Fiksaj Üzerine Etkisi

(Anahtar olarak, Şekil-1'e bakınız; Kesikli çizgi redoks sisteminin kullanılmadığı durumu göstermektedir.)

Sonuçlar fiksajın başlangıçta hızla arttığını ve sonra yavaşladığını göstermektedir. Bununla beraber çekme, redoks sisteminin olmadığı duruma göre çok daha iyidir. Sıcaklık arttıkça redoks sisteminin bozulması daha fazla radikal tanecik oluşmasına yol açmaktadır. Bu durum, genel olarak boya-lif sisteminin moleküler aktivite seviyesini arttırmaktadır.

## 2.3. Tampon Sisteminin Etkisi

Boya banyosundaki PH değerinin boya üzerinde büyük bir etkisi vardır. Banyo PH'nın azalmasına, çekmede önemli bir gelişme eşlik etmiştir. PH'ı kontrol etmek için bir asetik asit/sodyum asetat tamponu kullanılmıştır. Sonuçlar Tablo 3'de görülmektedir.

Tablo 3. Asetik Asit/Sodyum Asetat Tamponunun Boyama Üzerine Etkisi

Sıcaklık (°C)	Tampon Kons. (mol/lit)	Çekme (%)	Fiksaj (%)	LPD derecesi (a)
50	Yok	73.7	68.8	2
50	0.1/0.1	76.4	68.6	1
60	Yok	88.9	83.6	2
60	0.1/0.1	94.9	92.2	1
70	Yok	93.2	88.7	1
70	0.1/0.1	96.1	96.1	1
75	Yok	95.7	91.8	1
75	0.1/0.1	95.7	93.1	1

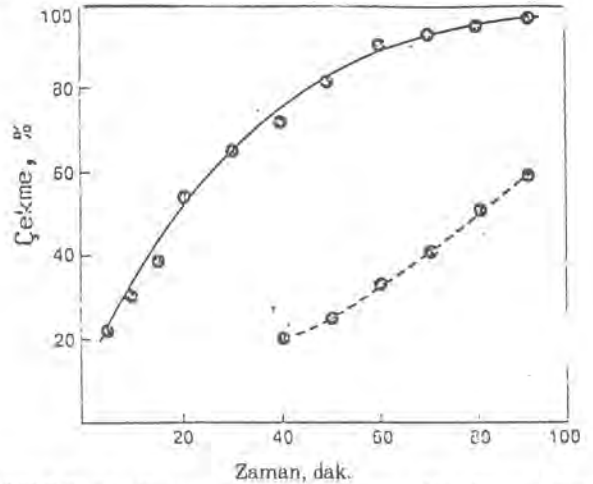
(a) LPD -Düzgün boyama özelliği (=Level dyeing property)

1 Δ E < 0.55

2 Δ E = 0.55-1.00

## 2.4. Boyama Hızı

Şekil 3. Redoks sisteminin varlığında ve yokluğunda ipekli kumaşlar üzerine Xylene Fast Red 2B ile yapılan boyamalarda boyama hızını göstermektedir.



Şekil 3. Redoks Sisteminin Varlığının Boyama Hızı Üzerine Etkisi (Anahtar olarak Şekil 1 ve 2'ye bakınız)

Sonuçlar boyamanın başlangıçta çok hızlı ilerlediğini, sonra yavaşladığını göstermektedir. Bununla beraber, boyama hızı, redoks sistemin varlığında, redoks sistemin yokluğundakinden daha fazladır. Bu durum meydana gelen serbest radikallerin rolünü yansıtmaktadır. Öte yandan boyanın lifin yüzeyine konvektif transferi, lif yüzeyinde adsorpsiyonu, lifin için nüfuz etmesi ve lifle karşılıklı etkileşmesi için yeterli zamana ihtiyaç vardır.

## 2.5. Konsantrasyon ve Boyanın Yapısı

Şekil 4 redoks sistemin varlığında ve yokluğunda, 30/1 banyo oranında, 60 dak müddetle, 70 °C sıcaklıkta ipekli kumaş üzerinde yapılan boyamalarda kumaş ağırlığı üzerinden % 0-10 arasında değişen asit boya konsantrasyonunun çekme ve fiksaj üzerindeki etkisini göstermektedir.

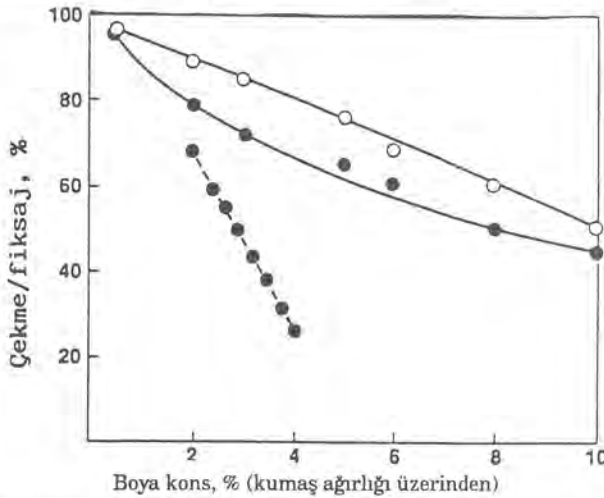
Tablo 4. Boya Yapısının Çekme, Fiksaj, Yıkama ve Sürtünme Haslıkları Üzerine Etkisi

Asit Boya	Çekme	Fiksaj	Yıkama Haslığı, 90°C		Sürtünme Haslığı	
			Renk Değişimi	Akma (Pamağa)	Kuru	Yaş
Polar Brilliant Red 10B	95.7	84.8.	3	3-4	5	4-5
Xylene Fast Red 2B	92.6	90.0	3	3	5	4
Xylene Brilliant Blue 5GM	99.3	70.1	3	4	5	4
Acid Violet 4bns	98.1	88.9	2	4	5	3-4
Xylene Brilliant Green 3GM	98.2	91.4	2	4	4	4

% 2.5 (kumaş ağırlığı üzerinden) asit boya  
0.1 mol/lt hidrojen peroksit/0.1 mol/lt glukoz

Banyo oranı :30/1  
Boyama müddeti: 60 dak.

Boyama sıcaklığı: 70 C



Şekil 4. Boya Konsantrasyonunun Çekme ve Fiksaj Üzerine Etkisi (Anahtar olarak Şekil-1 ve 2'ye bakınız)

Boya konsantrasyonunun % 2 de % 10'a artması gerek çekme, gerek fiksaj seviyesini arttırmaktadır. Yine, gerek fiksaj, gerek çekme redoks sisteminin varlığında daha yüksektir. Tablo 4 incelenen asit boyalar dizisinin davranışlarını göstermektedir.

#### 4.SONUÇ

Bu çalışma, ipekli kumaşların düşük sıcaklıkta boyanmasında bir hidrojen peroksit/glukoz redoks sistemi bulunmasının asit boyalarının çekme ve fiksajını geliştirdiğini göstermektedir. Redoks sistemi serbest radikallerin etkisiyle ipek üzerindeki boyama yerlerinin sayısında bir artışa sebep olur. Bu durumun İyonik bağlara, hidrojen bağlarına ve vander Waals kuvvetlerine ilaveten kovalent bağlanma da sağladığı kabul edilmektedir.

#### Ayfer ÇİFTÇİ



1946 yılında İzmir'de doğdu. 1969 yılında OD-TÜ Mühendislik Fak. Kimya Mühendisliği Bölümü'nden mezun oldu. 1971 yılından başlayarak Sümerbank'ın muhtelif müesseselerinde çalıştı. Halen aynı kuruluşa bağlı SAGEM'de Mamul Geliştirme Müdürü olarak görevini sürdürmektedir. Tekstil terbiyesi ile ilgili kitap halinde ve meslek dergilerinde yayınlanmış muhtelif özgün ve tercüme çalışmaları vardır.

## ABONE OLDUNUZ MU?

1991 YILI ABONE BEDELİMİZ 180.000 TL'DİR

1992 YILI NORMAL SAYILARI DIŞINDA ITMA 91 ÖZEL SAYISI VE VI. TEKSTİL SEMPOZYUMU I. ve II. ÖZEL SAYILARI BU BEDELE DAHİLDİR TMMOB'ye BAĞLI ODALARIN ÜYELERİNE, MÜHENDİSLİK EĞİTİMİ YAPAN ÖĞRENCİ, ARAŞTIRMA VE ÖĞRETİM GÖREVLİLERİNE

YILLIK ABONE BEDELİ ÖZEL SAYILAR DAHİL 100.000 TL'DİR.

Banka Hesap No: Yapı ve Kredi Bankası Bursa Şubesi 054951-9

Posta Çeki Hesap No:213837