



---

BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM  
VEGYÉSZMÉRNÖKI ÉS BIOMÉRNÖKI KAR  
OLÁH GYÖRGY DOKTORI ISKOLA

# FOLYÉKONY AMMÓNÍÁS KEZELÉS HATÁSA LEN ÉS LEN TARTALMÚ SZÖVETEK TULAJDONSÁGAIRA

Szerző: DORNYI BARBARA

Témavezető: Dr. Csiszár Emília

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem  
Fizikai Kémia és Anyagtudományi Tanszék  
Műanyag- és Gumiipari Laboratórium



2009

---

## NYILATKOZAT

Alulírott *Dornyai Barbara* kijelentem, hogy ezt a doktori értekezést magam készítettem és abban csak a megadott forrásokat használtam fel. Minden olyan részt, amelyet szó szerint, vagy azonos tartalomban, de átfogalmazva más forrásból átvettem, egyértelműen, a forrás megadásával megjelöltem.

Budapest, 2010. február 10.

.....

## Tartalomjegyzék

NYILATKOZAT .....	2
1. Bevezetés.....	6
2. Irodalom .....	8
2.1. A len .....	8
2.1.1. Fizikai tulajdonságok .....	9
2.1.2. Kémiai tulajdonságok.....	10
2.2. Folyékony ammóniás kezelés [VII].....	10
2.2.1. Technológiai megoldások, alkalmazott gépi berendezések [VII] .....	12
2.2.1.1. Folyamatos eljárások.....	12
2.2.1.2. Szakaszos eljárás.....	14
2.2.2. A folyékony ammóniás kezelés hatása a cellulóz jellemzőire .....	14
2.2.2.1. Molekuláris szintű változások.....	14
2.2.2.2. Kristályszerkezet [VI].....	15
2.2.2.3. Morfológia .....	19
2.2.2.4. Makroszkópos tulajdonságok.....	22
2.3. Cellulóz alapú szövetek végkikészítése.....	25
2.3.1. A műgyantás kikészítés elve .....	25
2.3.2. A műgyantás kikészítés vegyszerei.....	26
2.3.2.1. Formaldehid alapú kikészítőszerkes.....	26
2.3.2.2. Formaldehid szegény és formaldehidmentes kikészítőszerkes .....	27
2.3.3. Műgyantás kikészítési technológiák.....	28
2.3.4. A műgyantás kikészítést megelőző kezelések.....	29
2.3.4.1. Mercerezés .....	29
2.3.4.2. Folyékony ammóniás kezelés .....	30
2.4. Szakirodalom kritikai értékelése .....	30
3. Felhasznált anyagok, alkalmazott módszerek .....	32
3.1. Vizsgált szövetek.....	33
3.2. Mérési módszerek a folyékony ammóniával kezelt szövetek jellemzésére .....	34
3.3. Kémiai kikészítés.....	36
3.3.1. Műgyantás kikészítési technológiák.....	36
3.3.1.1. A kutatómunka során használt kikészítési paraméterek .....	36
4. Eredmények, értékelés .....	40
4.1. Folyékony ammóniás kezelés hatása len-, féllen és pamutszövetek tulajdonságaira.....	40
4.1.1. Molekuláris jellemzők.....	40
4.1.2. Kristályszerkezet változása .....	41

4.1.3.	Hozzáférhetőség .....	42
4.1.4.	A szál morfológiája .....	50
4.1.5.	A kelme mechanikai tulajdonságai .....	51
4.1.6.	Színváltozás.....	62
4.2.	Műgyantás kikészítés paramétereinek hatása a folyékony ammóniával kezelt szövetek tulajdonságaira .....	64
4.2.1.	A száraz és nedves kondenzálás hatása.....	65
4.2.2.	A kikészítőszer és a katalizátor együttes hatása.....	69
4.2.3.	A katalizátor koncentráció változtatásának hatása.....	72
4.2.4.	A katalizátor koncentráció és a kikészítőszer koncentráció változtatásának hatása.....	74
5.	Összefoglalás.....	77
6.	Tézisek .....	81
F.	Függelék.....	82
F.1.	Publikációk.....	82
F.1.1.	Az értekezés alapjául szolgáló publikációk és előadások .....	82
F.1.2.	Egyéb publikáció és előadás .....	84
F.2.	Irodalmi hivatkozások.....	85
F.3.	Mérési módszerek .....	92
F.3.1.	Molekuláris jellemzők.....	92
F.3.2.	A cellulóz komponens kristályszerkezete .....	92
F.3.3.	Cellulóz hozzáférhetősége .....	92
F.3.4.	A szál morfológiája.....	94
F.3.5.	A kelme mechanikai tulajdonságai .....	95
F.3.6.	Színváltozás .....	97
F.4.	Műgyantás kikészítés paramétere, vegyszerei .....	98
F.5.	Mért adatok .....	102
	Publikációk.....	115

## **Köszönetnyilvánítás**

Ezúton szeretném megköszönni témavezetőmnek Dr. Csiszár Emíliának a segítséget, türelmet és kitartást. Tanszékvezetőmnek Dr. Pukánszky Bélának a támogatást és a sok biztatást. A BME Fizikai Kémia és Anyagtudományi Tanszék Műanyag és Gumiipari Laboratóriumában dolgozó barátaimnak és volt kollégáimnak a segítségüket.

Somlai Péternek, Bors Anikónak és Pálfalviné Áginak, valamint a győri Pannonflax Lenzöví Rt. –nek a munkámhoz szükséges szöveteket és az ipari tapasztalatokat.

Szaktanárainak Dr. Borsa Juditnak és Dr. Víg Andrásnak a szakma szeretetét és az átadott szaktudást.

Dr. Sajó Istvánnak, Dr. László Krisztinának és Simon Kingának a mérésekhez nyújtott segítségüket.

Édesanyámnak, nővéremnek és Kovács Balázsnak a türelmet, támogatást, amellyel nagymértékben hozzájárultak a dolgozat elkészüléséhez.

Kis Andreának, Kustos Krisztinának és Losonczi Anitának a közös munka szép emlékét. Perényi Andreának, Mészáros Ágnesnek, Tomasovszki Csillának, Balla Erzsébetnek, Palkovics Tímeának, Dr. Fodor Katalinnak, Dr. Lévai Györgynek, Dr. Molnár Lászlónak, Dr. Borbély Sándornak, Dr. Demeter Ádámnak és Dr. Pázmány Tamásnak a barátságukat és támogatásukat.

## 1. Bevezetés

Napjainkban újból népszerűek a lenből készült ruhák, lakástextíliák. A len széleskörű felhasználása kedvező tulajdonságainak köszönhető. Jó nedvszívó képessége miatt kiválóan alkalmas háztartási textíliák alapanyagának. Kedvező mechanikai tulajdonságai lehetővé teszik bútorszövetként, vagy műszaki textíliaként történő alkalmazását is. Ruházati célú felhasználását az indokolja, hogy viselési komfortja rendkívül jó, a bőrrel érintkezve hűvös érzetet kelt és melegben is kellemes viselet. A pamutnál merevebb és fényesebb, ennek köszönhetően különleges effektusok valósíthatók meg a lenből készült konfekcionált termékekkel.

A lenszövetek fokozott gyűrődési hajlama, nem megfelelő mérettartása és merevsége nemkívánatos tulajdonságok, amelyek javítására vagy megszüntetésére számos kikészítési eljárás ismert. Leggyakrabban műgyantás kikészítést, sziloxános lágyítást, vagy enzimes fogásjavítást alkalmaznak az iparban. Hatásos módszer más szálanyagokkal (pl. pamuttal, poliészterrel) történő keverése is. A keverékszövetek megőrzik a len kedvező viselési tulajdonságait, miközben a hátrányos tulajdonságok mérséklődnek. Folyékony ammóniás kezelés beiktatása a technológiai sorba szintén ígéretes megoldás lehet a lenből készült termékek tulajdonságainak javítására.

Folyékony ammóniás kezelésem azt a folyamatot értjük, amely során a cellulóz alapú szálanyagokat  $-33 - -35$  °C-on folyékony ammóniával telítik. A kezelés hatására kristályszerkezeti és morfológiai változások következnek be, amelyek jelentősen befolyásolják a szálanyag makroszkopikus tulajdonságait. Főként a könnyű kezelhetőség, a simára száradás, a jó gyűrődésseloldó képesség és a mérettartás javítása, valamint a kopásállóság és a megfelelő szilárdsági tulajdonságok eléréséért alkalmazott környezetbarát eljárás. A folyékony ammóniás kezelést eddig leginkább pamutszöveteken alkalmazták és vizsgálták. A len folyékony ammóniás kezelésére a szakirodalomban csak kevés utalás található.

Munkámat egy alkalmazott kutatás-fejlesztési projekt keretein belül kezdtem. Doktori munkám célja a folyékony ammóniás kezelés hatására len és len tartalmú szövetek szupermolekuláris szerkezetében, morfológiájában és makroszkópos tulajdonságaiban bekövetkező változások megismerése, továbbá az elért pozitív változások rögzítése, illetve javítása műgyantás kikészítéssel. A nagyüzemi körülmények között végrehajtott folyékony ammóniás kezelés után csökkentett formaldehid tartalmú műgyantás kikészítést alkalmaztam. Vizsgáltam a száraz- és nedves kondenzálás hatása közötti különbséget, és összefüggést kerestem a vegyszer-koncentráció szilárdságra és gyűrődésseloldó képességre gyakorolt hatása között.

Általánosságban igaz, hogy nagyon kevés közlemény foglalkozik a len kikészítésével a szakirodalomban. A folyékony ammóniás kezelés hatását is elsősorban pamutszöveteken vizsgálták, és a len folyékony ammóniás kezelését csak néhány publikáció említi. Dolgozatom irodalmi részében ezért a pamutszövetek folyékony ammóniás kezelésével és műgyantás kikészítésével kapcsolatos, a szakirodalomban is megtalálható ismeretek lényegét foglalom össze, és kiegészítem azt a lenre vonatkozó publikált adatokkal és utalásokkal. A kísérleti részben pedig a len és len tartalmú szövetek folyékony ammóniás kezelésével és a műgyantás kikészítésével foglalkozom, és mérési eredményeimet összevetem a pamutra vonatkozó és a szakirodalomban megtalálható adatokkal.

## 2. Irodalom

A kutatás irodalmi előzményeinek összefoglalásában röviden bemutatom a lent és annak legfontosabb összetevőit. Részletesen ismertetem a folyékony ammóniás kezelést és az elérhető pozitív hatásait, továbbá a műgyantás kikészítés célját, a megvalósítás lehetőségeit.

### 2.1. A len

A len a háncsrostok közé tartozik. A feldolgozás során a növény szárból nyerik ki a textilipar számára fontos rostkötegeket, különböző feltáró eljárásokkal. A növényi szárból kinyert cellulóz mellett hemicellulóz, lignin és pektin is található (1. táblázat), valamint nyomnyi mennyiségben természetes színezékek, szerves savak, fehérjék, viaszok és ásványi anyagok is előfordulnak (Franck, 2005; Sharma and Sumere, 1988).

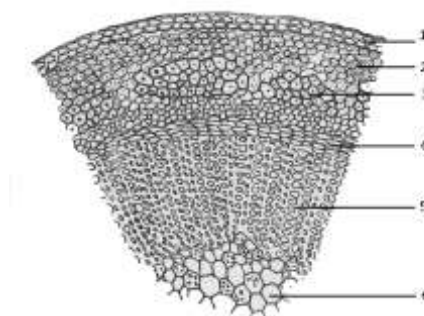
1. táblázat: A len összetétele (Sharma and Sumere, 1988)

Összetevők	Összetétel [%]
<i>Cellulóz</i>	<i>71-85</i>
Hemicellulóz	9-17
Lignin	3-15
Pektin	0-9
Zsírok és viaszok	0-5
Fehérje	0-3
Hamu	1-4

A lenszárban hat egymástól jól elhatárolható réteget különböztetünk meg a keresztmetszeti képet vizsgálva (1. ábra).

1. ábra: A lenszár keresztmetszeti képe (Rusznák, 1989)

- 1.-epidermisz, 2.-háncsréteg,
- 3.-rostköteg, 4.-kambium,
- 5.-fás rész, 6.-bélüreg



Ruházati és műszaki célra a rostkötegeket használják. A rostkötegeket alkotó sejtek elsődleges fala a primer fal, amely pektint és lignint tartalmaz, míg a másodlagos (szekunder) fal csak cellulózból áll. A primer fal egy nagyon vékony cellulóz réteg, amely a keresztmetszetben nehezen észrevehető, felülete rendkívül sima. Ez a sima felület eredményezi a fehérített

lenszövetek szép fényét, mivel a fehérités során is bomlik a közlamella<sup>1</sup>. A szekunder fal a rostfal keresztmetszetének 98 %-a, anyaga cellulóz és kissé elfásodott hemicellulóz. Az elemi sejt falának rétegei fibrilláris szerkezetűek. A fibrilláris szerkezetű sejt falban olyan rétegek észlelhetők, amelyek a fibrillák haladási irányában különböznek. A fibrillák a száltengelyhez képest szöget zárnak be, csavarvonalakat alkotnak. A csavarvonal alakjára vonatkozó értékek eltérőek. A kutatók többségének: Herzog, Reimers, Sontag és mások véleménye szerint két különböző csavarvonalatú réteget különböztetünk meg a szekunder falban. A külső réteg S csavarvonalat mutat és körülbelül 10 fokos szöget zár be a szál tengelyével, míg a belső réteg Z csavarvonalatú a száltengellyel bezárt szöge pedig körülbelül 5 foknak vehető. A kristályosság arányát lennél körülbelül 70 %-ban állapították meg (Meredith, 1956). A spirálisan tekeredett fibrillák több rétegben fordulnak elő, a csavarodás iránya Z spiráltól S spirálig, majd újra Z spirálig folyamatosan változik. A fibrillák hossza 5 nm-től néhány  $\mu\text{m}$ -ig változhat. A primer falban, valószínűleg vékonysága miatt csavarvonalas szerkezetet nem találtak (Batra, 1998). A len pamuttól eltérő szerkezetének köszönhetően a lenrost, illetve a lenből készült szövetek jellegzetes fizikai tulajdonságokkal rendelkeznek.

### 2.1.1. Fizikai tulajdonságok

A len fényessége a rost felületi simaságának és egyenletességének köszönhető. A rost sima felülete miatt kevésbé szennyeződik, nem bolyhosodik. Hőkapacitását a többi cellulózalapú szálanyaggal összehasonlítva nem tapasztalható lényeges eltérés, bár a len hővezetése kicsit nagyobb a pamuténál (2. táblázat). A sima felületű lenrostokból előállított fonalaknál és szöveteknél alig található légzárvány, ezért gyengén szigetelnek. Elektrosztatikus feltöltődése gyakorlatilag nincsen, mivel a rost állandó nedvességet tartalmaz.

2. táblázat: Len és pamut fizikai tulajdonságai (Salmon-Minotte és Franck, 2005)

	Len		Pamut	
Hővezetés [cal/(g · °C)]	0,322		0,292	
Vízgőzszorpció [%]	10-12		8,5	
Gyűrődésfeloldó képesség (°)	száraz: 48	nedves:100	száraz: 95	nedves: 100
Kopási ellenállás [fordulat]	10 000		25 000	
Polimerizációs fok [-]	3000-3200		-	

Nedvességfelvevő képessége – 65 % relatív légnedvesség esetén - 10 % körüli, gyors adszorpció és deszorpció jellemzi, tapintása hűvös, ezért kellemes nyári viselet. A vízmolekulák

<sup>1</sup> közlamella: az elemi sejteket összetartó, pektinből felépülő anyag, a növény beérésével részben elligninesedik

diffúziója a cellulóz kristályos régióiban nem megy végbe. A hemicellulózok nem kristályosak, így jelenlétük a szálban növeli a vízfelvételt. A lignin hidrofób, ezért a lignintartalom csökkenti a nedvességfelvételt. Az elemi sejteket összetartó pektinréteg miatt a len merevebb, mint a pamut (Salmon-Minotte és Franck, 2005).

A lenre jellemző magas kristályosság miatt a lenszövetek gyűrődnek, rugalmatlanok, rossz a kopási ellenállásuk (Salmon-Minotte és Franck, 2005). Nedves állapotban a len szakadási nyúlása és szakítószilárdsága nagyobb, mint szárazon. Az elemi sejtek szakítóhossza 60-65 km. Nedvesség hatására az elemi sejtek szakítószilárdsága (a fibrilláris szerkezetéből adódóan) 5-15 %-kal nő. A rostok szilárdsága azonban nedvesség hatására – a pektinréteg meglágyulása következtében – valamelyest csökken. Az elemi sejtek nyúlása 2-2,5 %, a rostoké 2,5-3 % (Kóczy, 1973). A lenre jellemző kis nyúlás a nagyfokú rendezettségnek tulajdonítható, rossz gyűrődésselődése is ebből adódik, ami speciális kikészítéssel javítható. (Peters, 1967; Lewin és Pearce, 1998; Booth, 1969).

### 2.1.2. Kémiai tulajdonságok

A len kémiai reakciói jellegüket tekintve szinte teljesen azonosak a pamutével, eltérés a reakciók mértékében és hatásában mutatkozik. Az ásványi savak a lent is károsítják, de nem sérül alkáliákkal történő kezelés során.

A len alkáli oldatokban történő duzzadása összetett jelenség a rost bonyolult szerkezete miatt. A szál hemicellulóz tartalma kioldódik, ezáltal néhány kémiai kötés felbomlik, a szerkezet így könnyebben hozzáférhetővé válik az alkáliák számára. A cellulóz duzzadása lehet interkrisztallitos és intrakrisztallitos. Interkrisztallitos duzzadásnál a víz, a NaOH vagy más duzzasztószer csak az amorf tartományban fejti ki hatását, míg ha a kristályos fázisba is belép a duzzasztószer, mint pl. a folyékony ammóniás kezelésnél, akkor beszélünk intrakrisztallitos duzzadásról. Mivel az amorf és a kristályos fázisban sokszor ugyanannak a cellulózláncnak a két vége található (Stepanik, 1998), ezért hiába veszi teljesen körbe az oldószer az amorf fázisban a molekulát, a cellulózlánc nem szakad el teljesen a kristályos fázistól, hiszen a kristályos tartományban levő rész ott tartja. A duzzasztás során a cellulózmolekulák mozgékonyságának fokozása megy végbe (Morton és Hearle, 1997). Ha megfelelő oldószert választva sikerül elérnünk a cellulóz határtalan duzzadását, akkor a cellulóz feloldódik.

## 2.2. Folyékony ammóniás kezelés [VII]

A folyékony ammóniás kezelést 1930-ban kezdték vizsgálni. Hess és Trogus (1935), Barry és társai (1936), Clark és Parker (1937) közel egy időben állapították meg, hogy folyékony

ammóniás kezelés hatására a pamutszálak duzzadtá és plasztikussá válnak és egy ún. polimorf változáson mennek keresztül, aminek eredménye a Cellulóz III szerkezet (Barry és társai, 1936, Warwicker és társai, 1966). Folyékony ammóniás kezelés után, amikor az ammóniát eltávolítják a pamutszálból, a natív Cellulóz I rács – az ammónia eltávolítás módjától függően – részben vagy teljes mértékben visszaalakul, közben csökken a cellulóz kristályossági foka, ezáltal nő a cellulóz reaktivitása, ami hatékonyabbá teszi a cellulóz feldolgozása során alkalmazott kémiai és fizikai kezeléseket (Lewin és Preston, 1996).

A folyékony ammóniás kezelést natív cellulóz alapú szálanyagokra alkalmazzák a textiliparban. A folyamat jelentősen módosítja a szálanyagok szupermolekuláris, morfológiai és makroszkópos tulajdonságait. Pamutszöveteknél a könnyű kezelhetőség, a simára száradás, a jó gyűrődésfeloldó képesség, a megfelelő szilárdsági tulajdonságok, a jó mérettartás, a fogás és a kopásállóság egyensúlyának elérésére alkalmazott gyors és környezetkímélő duzzasztó eljárás. Az ammóniás kezelés eredményeként kialakult kedvező szál tulajdonságokat általában enyhe műgyantás kikészítéssel rögzítik (Vigo, 1994; Stevens és Roldan-Gonzalez, 1984).

A szobahőmérsékleten gáz halmazállapotú, színtelen szúrós szagú ammónia könnyen cseppfolyósítható nyomás alatt. Atmoszférikus nyomáson  $-33,35\text{ °C}$ -on forr és  $-77,7\text{ °C}$ -on fagy meg. Folyékony ammóniás kezelés alatt azt a folyamatot értjük, amikor a szövetet folyékony ammóniával ( $-33\text{ - }-35\text{ °C}$ -on, 4-20 másodpercig) telítik, majd az ammóniát elpárologtatják, vagy kimossák a szövetből. A folyékony ammónia a folyamatban visszanyerhető így az eljárás gazdaságosnak és környezetbarátnak tekinthető (Lee, 1996).

A cellulózalapú szálanyagok folyékony ammóniás kezelésére Európában többféle eljárás terjedt el, amelyek az ammóniás duzzasztást követő ammóniaeltávolítás módjában jelentősen különböznek. A kezelés általános folyamatát a 2. ábra szemlélteti.



2. ábra: Folyékony ammóniás kezelés általános folyamata (Bertoniere és társai, 1986)

Az első lépés a szövet telítése folyékony ammóniával, majd ezt követi a nedves szövet duzzadása, végül az ammónia eltávolítása az alkalmazott eljárástípusnak megfelelően elpárologtatással vagy vizes mosással. A szárítást rámán vagy szivódobon végzik 100-120 °C-on. A kezelések végére gyakorlatilag nem marad folyékony ammónia a textíliában (Archwal, 1999; Bredereck és Commarmot, 1998a).

Bredereck és Blüher (1991) egyik összefoglaló tanulmányában száraz (dry) és nedves (wet) eljárásnak nevezte el a kétféle – ammónia eltávolításának módjában különböző – folyamatot, míg Heap (1978) a kétféle eljárást ADS-nek (ammonia-dry-steam) és AW-nek (ammonia-water) jelölte.

### **2.2.1. Technológiai megoldások, alkalmazott gépi berendezések [VII]**

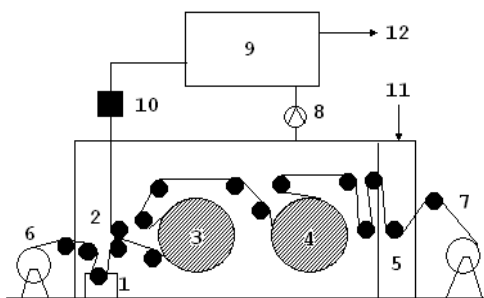
A pamut és len kikészítése során jelentős mennyiségű szennyvíz keletkezik. A folyékony ammóniás kezelés környezetbarát eljárás, hiszen a felhasznált folyékony ammóniát visszanyerik, így az nem okoz környezetszennyezést. Bár már 1930-ban elkezdték a folyékony ammóniás kezelést tanulmányozni, született néhány szabadalom is, de a folyamatban rejlő lehetőségeket több mint három évtizedig nem hasznosították. Később több folyamat is ipari megoldássá vált, amelyekből a ma alkalmazott eljárások kifejlődtek (Yatsu és társai, 1986). Az egyik a 70-es évek óta használt Sanfor-Set (Martini, Németország), a másik az 1984 óta alkalmazott Beau-Fixe (Veramtex, Belgium) eljárás. Az eljárások az ammóniás duzzasztást követő ammóniaeltávolítás módjában különböznek egymástól. A kétféle kezelés eltérő tulajdonságú szöveteket eredményez (Bertoniere és társai, 1986; Rousselle és társai, 1976; Yatsu és társai, 1986).

#### **2.2.1.1. Folyamatos eljárások**

A folyamatos eljárásokat főként a szövetek folyékony ammóniás kezelésére fejlesztették ki. Ezek mindegyike atmoszférikus vagy ahhoz közeli nyomáson játszódik le, ezért a kezelési hőmérséklet -33 és -34 °C között van. Az ammónia gáz szivárgásának megakadályozása érdekében az ammóniát tartalmazó szakaszok zártak. A szövet be- és elvezető nyílásánál, kívülről nyomás alatti levegőt áramoltatnak, ami a berendezésbe áramolva megakadályozza az ammónia kiáramlását. A zárt szakaszokhoz kondenzátor csatlakozik, ahol az ammónia kb. 90 %-át visszanyerik (Meyer, 1999a; Bredereck és Commarmot, 1998b). A nem visszanyerhető ammóniát vízben elnyeletik, és a vegyipar, vagy a mezőgazdaság hasznosítja.

A legrégebbi és valószínűleg ezért a máig legelterjedtebb folyamatos szövetkezelésre alkalmas módszert a norvég TEDECO cég fejlesztette ki, melynek elvén működik a **Sanfor-Set** eljárás is. A Sanfor-Set (3. ábra) eljárásban -33 °C-on, 4-8 másodpercig telítik a szövetet

folyékony ammóniával. Az ammóniával történő telítés után kipréselik a felesleget (100 % prérhatásfok), és kb. 10 másodpercig tart az ammónia-cellulóz kölcsönhatás lejátszódása a szövet nemez kalanderen tartózkodása alatt. Az ammónia eltávolítása szárítódobon, 130-145 °C-on történik, majd a maradék ammóniát túlhevített gőzzel távolítják el. A szövetben maradó kb. 0,1 % ammóniát a további kezelések (pl. műgyantás kikészítés) előtt vízzel mossák ki. A gyakorlatban ezt az eljárást nevezik **száraz ammóniás kezelésnek** (Coates és Parker, 1968).

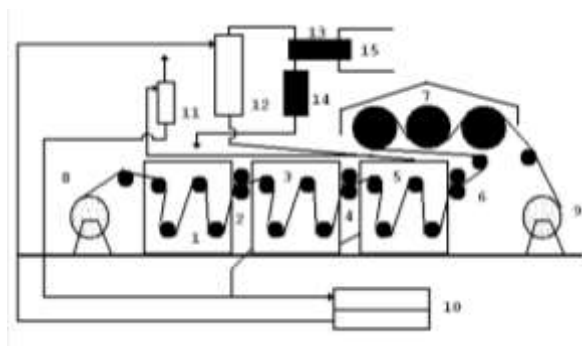


3. ábra: Szövetek folyékony ammóniás kezelésére szolgáló folyamatos berendezés – száraz ammónia eltávolítással (Meyer, 1999a)

Jelölések: 1-telítés, 2-préselés, 3-reakció zóna, 4-hőkezelés, elpárologtatás, 5-gőzölés, 6-letekereslés, 7-feltekereslés, 8-12-ammónia visszanyerő zóna

A Cellulóz I - Cellulóz III átalakulás mértéke függ az ammónia eltávolítás módjától (Yatsu és társai, 1986). Elsősorban a Sanfor-Set eljárásban keletkezik Cellulóz III a Cellulóz I mellett (Archwal, 1999; Bredereck és Commarmot, 1998a).

A **Beau-Fixe** eljárásban (4. ábra) a telítési idő 10-20 másodperc. A telítést követően az ammónia egy részét lefúvatják, majd a visszamaradó kb. 50-80 %-nyi ammóniát meleg vizes (70 °C) mosással távolítják el. Cél, hogy a szövet ammónia tartalma 1 % alá csökkenjen. A szárítást rámán vagy szivódobon végzik 100-120 °C-on. A kezelés végére gyakorlatilag nem marad folyékony ammónia a textíliában. Ezt az eljárást nevezik **nedves ammóniás eljárásnak** (Archwal, 1999; Bredereck és Commarmot, 1998b).



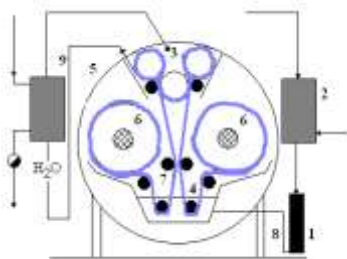
4. ábra: Szövetek folyékony ammóniás kezelésére szolgáló folyamatos berendezés – nedves ammónia eltávolítással (Meyer, 1999a)

Jelölések: 1-telítés, 2-préselés, 3-vezetőhengeres mosóegység, 4-préselés, 5-vezetőhengeres mosóegység, 6-préselés (Bicoflex rendszer), 7-dobszárítás, 8-letekereslés, 9-feltekereslés, 10-15-ammónia visszanyerő zóna

A folyékony ammóniás kezelésre szolgáló folyamatos rendszereket az óriási beruházási és működési költségei miatt csak néhány cégnél valósították meg. Ezek a vállalatok a folyamatos rendszer 700-1400 kg/h kapacitásának mind teljesebb kihasználására bér munkát vállalnak. Ennek köszönhető a folyékony ammóniás kezelés egyre szélesebb körben történő elterjedése.

### 2.2.1.2. Szakaszos eljárás

A szakaszos kezelést nyomás alatti autoklávban végzik (Meyer, 1999a; Meyer, 1999b). Mivel 6,5-10,3 bar túlnyomást alkalmaznak, az ammónia szobahőmérsékleten is folyékony. Az autokláv lezárása és a levegő kiszívása után ammónia gázzal töltik fel a rendszert, amíg a megfelelő nyomást el nem éri. A kondenzálódott folyékony ammóniával telítik a textíliát, majd elpárologtatják az ammóniát az anyagból. Az ammónia visszanyerése itt is kondenzálással történik. A rendszer alkalmas fonalak, kötött kelmék, darabárúk kezelésére is, megfelelően kiképzett anyagtartó rendszer alkalmazásával. A szövetek szakaszos kezelésére kifejlesztett fekvő autokláv belső elrendezése a jiggerhez hasonló (5. ábra). A folyékony ammóniába merítés (telítés) és a feltekerés között egy vezetőhengeres szakaszt iktattak be, így egyszeri áttekerés is elegendő a folyamat lejátszódásához.



5. ábra: Szövetek folyékony ammóniás kezelésére szolgáló szakaszos berendezés keresztmetszeti képe (Meyer, 1999a)

Jelölések: 1-ammónia tároló, 2-kondenzátor, 3-fűtött hengerek, 4-telítő, 5-nyomás alatti kazán, 6- szövethengerek, 7-vezetőhengerek, 8-szivattyú, 9-hőcserélő

A szakaszos technológia beruházási költsége és az egységek termelékenysége (300 kg/h) lényegesen kisebb, mint a folyamatos technológiáké, a berendezések előnye azonban, hogy a folyékony ammóniás kezelésen kívül HT színezésre és főzésre is alkalmasak.

### 2.2.2. A folyékony ammóniás kezelés hatása a cellulóz jellemzőire

Az ammónia különböző formái (gáz, oldat, cseppfolyós) közül csak a folyékony ammónia van hatással a cellulóz kristályszerkezetére. A száraz pamut például szobahőmérsékleten, normál nyomáson 4 % ammónia gázt vesz fel, anélkül, hogy a röntgendiffrakciós felvételeken bármilyen változás követhető lenne. Koncentrált ammónia oldatban a natív cellulóz enyhén megduzzad, de szerkezete nem változik.

#### 2.2.2.1. Molekuláris szintű változások

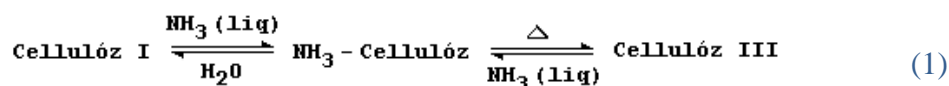
Lenszövetek folyékony ammóniás kezelése **polimerizációs fok** kismértékű csökkenést okoz, ami a szilárdsági tulajdonságok romlásával jár (3. táblázat) (Lambrinou, I. 1975; Kratz és Funder, 1987). A polimerizációs fok mérése háncrestoknál bonyolult, mert a cellulózhoz lignin, pektin és hemicellulóz is kapcsolódik. Emiatt a viszkozimetriás polimerizációs fok meghatározásához használt oldószerben nem oldódnak fel maradéktalanul, a kapott eredmények csak jó becslésnek tekinthetők (Lewin, 1998b).

3. táblázat: Lenzövek cellulóz tartalmának polimerizációs foka folyékony ammóniás kezelés előtt és után (Lambrinou, 1975)

Kezelés mértéke	Polimerizációs fok			
	len fonalból szőtt fonalfehérített len	len fonalból szőtt végfehérített len	lenkócból szőtt fonalfehérített len	lenkócból szőtt végfehérített len
kezeletlen	1500	2250	2050	2150
NH <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O	1400	1860	1970	1900

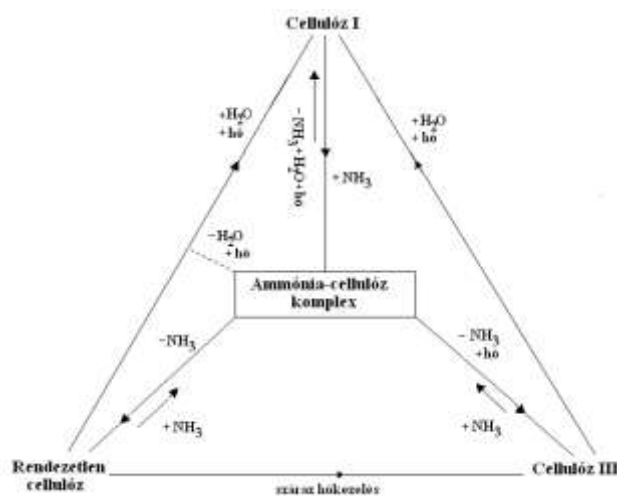
### 2.2.2.2. Kristályszerkezet [VI]

A folyékony ammónia nem elég bázikus ahhoz, hogy a cellulózt feloldja, ezáltal irreverzibilis változást okozzon a cellulózban, ahhoz azonban elég aktív, hogy megváltoztassa a Cellulóz I kristályszerkezetét, azáltal, hogy megnöveli a rendezett térrészekben a láncmolekula szegmensek közötti távolságot így növelve a hozzáférhetőséget (Lewin és Preston, 1996). A folyékony ammónia a cellulózalapú szálanyagok intrakristallitos duzzasztószere, vele hidrogénkötésben komplexet képez. Az „eredeti” OH $\cdots$ H kötések helyett OH $\cdots$ N kötésekkel tartalmazó duzzadási komplex alakul ki, melyet erős H-híd kötések tartanak össze (Nevell és Zeronian, 1985). A duzzadási komplex nem stabil, ha elpárologtatjuk, vagy vízzel kimossuk az ammóniát, elbomlik. A kísérleti körülményektől függően a komplex elbomlását részleges vagy teljes rácsátalakulás kíséri a Cellulóz I szerkezetből a Cellulóz III-ba. A Cellulóz I - Cellulóz III reverzibilis átalakulást a 1. egyenlet mutatja be.

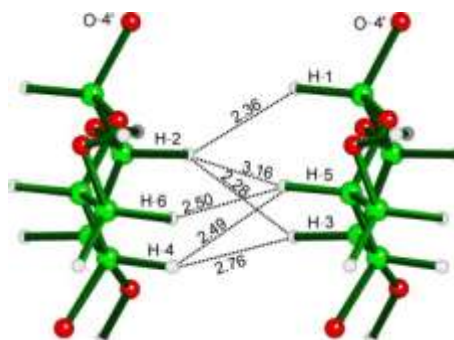


Stevens és Roldan-Gonzalez (1984) a natív cellulóz cseppfolyós ammóniás módosítása kapcsán fellépő egyensúlyi folyamatokról egy fázisdiagramot közölt (6. ábra) (Vigo, 1994). Egy tetraéder alapjainak három csúcsán a kiindulási Cellulóz I, a végtermék Cellulóz III, és egy közbenső rendezetlen állapot van ábrázolva, a síkból kiemelkedő negyedik csúcson pedig az ammónia-cellulóz komplex található, ami a kulcsfontosságú közbenső termék. Cellulóz I, Cellulóz III vagy rendezetlen cellulóz folyékony ammóniás kezelésekor egyaránt ammónia-cellulóz komplex képződik. A komplexből hő hatására bekövetkező ammónia elpárologtatásával Cellulóz III keletkezik (7. ábra). Rendezetlen cellulóz hő hatására ugyancsak Cellulóz III-má alakul, nedves hő (gőzölés) alkalmazásakor a rendezetlen cellulózból Cellulóz I lesz. Cellulóz III-ból víz és hő (gőzölés vagy forró vizes főzés) hatására szintén Cellulóz I keletkezik. A folyékony ammóniás duzzasztás hatására bekövetkező átalakulás, illetve a folyékony ammónia eltávolítása nem teljes, főleg nem az iparban, ezért a termékek széles skálája nyerhető, amint azt

a fázisdiagram is szemlélteti. Az átalakulásokat a hőmérséklet, az idő és a nedvességtartalom egyaránt befolyásolja.



6. ábra: A folyékony ammóniás kezelés hatása a cellulóz kristályszerkezetére (Vigo, 1994)



7. ábra: A Cellulóz III szerkezete és a benne található H kötések (Ford és társai, 2005)

A cellulóz III átalakulás aránya nő, ha a *hőmérséklet* csökken. A legnagyobb mértékű konverziót akkor mérték, mikor a folyékony ammóniát folyékony nitrogénnel távolították el,  $-196^{\circ}\text{C}$ -on (Jung és társai, 1977).

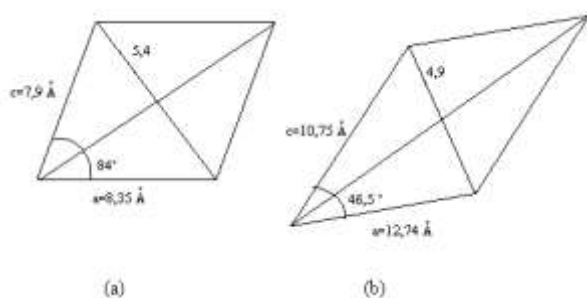
A folyékony ammóniás kezelés cellulózra gyakorolt hatásának *időfüggését*, a folyamat lejátszódásának gyorsaságát is többen vizsgálták. Lewin és Roldan-Gonzalez (1984) megfigyelései szerint a  $-30^{\circ}\text{C}$  körül 2 másodpercig tartó kezelés után már megindul a Cellulóz I - Cellulóz III átalakulás, 10 másodperc után már a Cellulóz III kristályszerkezet van túlsúlyban a rendszerben, 5 perc után pedig minimális a Cellulóz I mennyisége a mintában (Lewin és Preston, 1996). Jung és társai (1977) a kezelés hőmérsékletfüggését vizsgálva megállapították, hogy a Cellulóz I - Cellulóz III átalakulás 3-9 másodperc kezelési idő esetén annál teljesebb, minél alacsonyabb a hőmérséklet.

Clark és Parker (1937)  $-75^{\circ}\text{C}$ -on 1 óráig kezelt folyékony ammóniában rami szálakat. A folyamat során megfigyelték, hogy a szálvastagság a háromszorosára nőtt, majd a folyékony

ammónia eltávolítása után gyorsan visszaalakult az eredeti méret, miközben az ammónia-cellulóz komplex még kimutatható volt a rendszerben. Az ammónia tehát a nátrium-hidroxidhoz hasonló változást eredményez a rácscikok között, azzal a különbséggel, hogy a nagyméretű NaOH dipól hidrátként lényegesen nagyobb intrafibrilláris duzzasztást okoz, mint a relatíve kicsi NH<sub>3</sub> molekula. Az átalakulás mértéke – akár a folyékony ammóniás kezelést, akár a mercerezést<sup>2</sup> tekintjük – nagyban függ a kezelés körülményeitől.

A szálanyag *nedvességtartalma* is befolyásolja a folyékony ammóniás kezelés hatását, annak eredményességét fokozza. A nedvességtartalomnak a légtér nedvességtartalmához tartozó egyensúlyi értéknél nagyobb, de 30 %-nál kisebbnek kell lennie. A hatást úgy magyarázzák, hogy a víz előduzzasztja a cellulózt, és ez által növeli annak hozzáférhetőségét a folyékony ammónia számára. Ez figyelemreméltó megfigyelés, ha figyelembe vesszük az ammóniás kezelés rövid időtartamát (Lewin és Preston, 1996).

Mivel a fibrillák kristályos szerkezetűek, minden olyan duzzasztás, amely a fibrillák belsejében változást okoz **röntgendiffrakciós** vizsgálattal követhető. Hess és Gundermann (1957) rami folyékony ammóniás kezelését vizsgálták és a röntgendiffraktogram alapján arra a következtetésre jutottak, hogy két ammónia-cellulóz (AC) komplex jön létre a folyamat során. Az egyik komplexet ammónia-cellulóz I-nek (AC-I) nevezték el, amely szerintük -30 °C körül, vagy afölötti hőmérsékleten jön létre. A másik -30 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten, és ezt ammónia-cellulóz II-nek (AC-II) nevezték el. Az AC-II átalakul AC-I-gyé, ha a hőmérséklet -30 °C fölé emelkedik. Az AC-I 1 mól ammóniát tartalmaz anhidroglükóz egységenként [C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>(NH<sub>3</sub>)]. Az AC-II-ben két ammónia molekula jut minden egyes anhidroglükóz egységre, így a C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> képlettel jellemezhető. Mivel a folyékony ammóniás kezelés az ammónia forráspontján vagy a forráspontja felett játszódik le, ezért az AC-I komplex tekinthető a Cellulóz III-hoz vezető reakció intermedierének, így technológiai szempontból ez a fontos. A natív cellulóz és az AC-I elemi cellájának méretei a 8. ábrán láthatók (Stevens és Roldan-Gonzalez, 1984).



8. ábra: A Cellulóz I (a) és az Ammónia-Cellulóz I (b) elemi cellájának méretei (Stevens és Roldan-Gonzalez, 1984)

<sup>2</sup> Mercerezés: 15 %-osnál töményebb NaOH-os duzzasztás

A Cellulóz I és Cellulóz III közötti szerkezeti különbség nem az elemi cellát alkotó acsíkokon belüli szerkezetben, hanem a köztük lévő távolságban van. A Cellulóz III krisztallitok kisebbek, mint a Cellulóz I krisztallitjai (1,4-2,3 nm a 4,5-4,7 nm-hez viszonyítva). A 4. táblázat a kutatók által az elemi cella paramétereire mért értékeket tartalmazza. Látható, hogy a kutatók egymástól eltérő eredményeket kaptak.

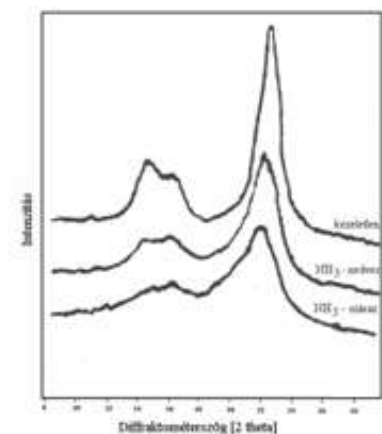
4. táblázat: Az elemi cella paramétereit

	Meyer és Misch <sup>a</sup>		Karmakar <sup>b</sup>		Stevens és Roldan-Gonzalez <sup>c</sup>		Wada és társai <sup>d</sup>		Krässig <sup>e</sup>	
	Cellulóz I	Cellulóz III	Cellulóz I	Cellulóz III	Cellulóz I	A-C I	Cellulóz I	A-C	Cellulóz I	A-C I
a [nm]	0,835	1,025	0,835	0,774	0,835	1,274	-	0,447	0,835	1,197
b [nm]	0,790	0,778	1,030	1,030	-	-	-	0,881	1,030	1,115
c [nm]	1,030	1,024	0,790	0,990	0,790	1,075	-	1,034	0,795	-
$\beta$ [°]	-	-	84	58	84	46,5	-	-	84	47
$\gamma$ [°]	96	122,4	-	-	-	-	-	92,7	-	-

Jelölések: A-C: ammónia-cellulóz komplex; A-C I: ammónia-cellulóz komplex I.; a,b,c: elemi cella oldalainak hossza,  $\beta$ ,  $\gamma$ : élek által bezárt szögek; a: (Meyer és Misch, 1937); b: (Karmakar, 1999); c: (Stevens és Roldan-Gonzalez, 1984); d: (Wada és társai, 2006); e: (Krässig, 1993)

A 9. ábrán a kezeletlen, a folyékony ammóniával kezelt (száraz és nedves eljárás) pamutra jellemző röntgen diffraktogramok láthatók (Rousselle és társai, 1976). A Cellulóz III jellemző röntgensugár szórás maximumai a  $2\theta=12,1^\circ$ -nál és a  $21,2^\circ$ -nál észlelhetők. A nedves folyékony ammóniás kezelés után kapott minta esetén ( $\text{NH}_3$ , nedves) megfigyelhető, hogy az ammónia

eltávolítása után a Cellulóz I szerkezet szinte teljesen visszaalakul, de a kisebb csúcsmagasságok, a szélesebb csúcsok és a  $18-20^\circ$  tartományban bekövetkező kismértékű változás az amorf fázis növekedésére utal a mintában. A száraz eljárással kezelt mintára jellemző görbe ( $\text{NH}_3$ , száraz) Cellulóz I és Cellulóz III kristályszerkezet jelenlétét bizonyítja. Ezt a  $12,1$  és  $21,2^\circ$ -nál jelentkező kismértékű intenzitásnövekedés mutatja és a lényegesen nagyobb amorf hányad (Rousselle és társai, 1976).



9. ábra: A kezeletlen és a folyékony ammóniával kezelt (száraz és nedves eljárás) pamut röntgen diffraktogramjai (Rousselle és társai, 1976)

Megbecsülték a kristályos Cellulóz I és III, valamint az amorf régió arányát (5. táblázat). Az eredmények azt bizonyítják, hogy a száraz eljárással kapott folyékony ammóniás mintában Cellulóz I és Cellulóz III is jelen van, és jelentősen nőtt az amorf hányad. A nedves kezelés után nyert minta 1/3 rész Cellulóz I-gyel és 2/3 rész rendezetlen frakcióval jellemezhető, Cellulóz III csak nyomokban kimutatható (Rousselle és társai, 1976).

5. táblázat: A pamut kristályszerkezetében bekövetkező változások folyékony ammóniás kezelés hatására (Rousselle és társai, 1976)

	kezeletlen	nedves eljárás	száraz eljárás
Cellulóz I	79 %	32-34 %	22-27 %
Cellulóz III	0 %	4-5 %	7-10 %
amorf tartomány	21 %	61-64 %	66-70 %

Az 5. táblázat alapján a kezelt pamutban az ammónia eltávolítás módjától függetlenül (párologtatás vagy vizes mosás) a kristályosság kevesebb, mint felére csökken a kezeletlen mintához képest, a duzzasztott ammónia-cellulóz komplex egy része nem a kristályos formába alakul vissza. Mindkét minta tartalmaz Cellulóz I-et és Cellulóz III-at is. A párologtatott mintában kissé több volt az amorf rész és a Cellulóz III, mint a duzzasztás után vízzel mosottban (Bredereck és Commarmot, 1998a; Nevell és Zeronian, 1985; Rousselle és társai, 1976). A Cellulóz III szerkezet nem stabil, az ammóniás kezelést követő nedves, magasabb hőmérsékleten végzett kezelésekre hatására Cellulóz I-gyé alakul vissza. A folyamat során a kevésbé rendezett részek re-kristallizációja is lejátszódhat (Bredereck és Commarmot, 1998a; Archwal, 1999; Rowland és társai, 1984).

Yanai és társai (2005) szintén a nedves és száraz ammónia eltávolítás hatására a cellulóz kristályszerkezetében bekövetkező változásokat röntgen diffraktogramok segítségével vizsgálták. A nedves eljárás után a diffraktogramokon ők csak a Cellulóz I-re jellemző csúcsot találták, míg a száraz eljárás után Cellulóz I-re és Cellulóz III-ra jellemző csúcsokat is találtak, valamint a pórusszerkezet eloszlásban is különbséget mértek a két eljárás hatása között.

Összefoglalva megállapítható, hogy a folyékony ammóniás kezelés csökkenti a cellulózszerkezet kristályosságát, növeli az amorf tartományt, ezért a szerkezetet nagyobb kémiai reaktivitás jellemzi (Shore, 1995).

### 2.2.2.3. Morfológia

Pamutban **elektronmikroszkópos vizsgálatok** szerint a fibrillák mérete kb. 35 %-kal csökken folyékony ammóniás kezelés hatására, 2,8-3,3 nm-ről 1,7-2,2 nm-re (Lewin és Preston, 1996; Rowland és társai, 1976). Más kutatók a következő fibrillaméreteket állapították meg kezeletlen és a folyékony ammóniával kezelt pamutra: 3,29 és 2,19 nm (Nevell és Zeronian, 1985).

Folyékony ammóniás kezelés hatására a pamutszálak gömbölyűbbé válnak, a sejtfal vastagsága megnő és a szálak hosszirányban kevésbé csavarodottak, a duzzadás hatására a lumen összeszűkül (Bredereck, 1991; Lewin 1984; Brederck és Blüher, 1991). Nedves eljárásnál a

lumen jobban összeszűkül, mint az elpárologtatás hatására. A szál keresztmetszetének módosulása és a szál felületén bekövetkező változások megváltoztatják a textília felületének csillogását, a szintartósságot és a fogást.

A folyékony ammóniás kezelés hatására a pamut szupermolekuláris és morfológiai szerkezetében végbemenő változásokat többen elemezték, és elsősorban a pórusszerkezet és a pórustérfogat változásaiból jelentős információkhoz jutottak. Méretkizárásos kromatográfia (gélkromatográfia) segítségével megállapították, hogy az ammónia eltávolításának módszere egyértelmű változásokat okoz a pórusszerkezetben, ami nagymértékben hat az azt követő színezési folyamatokra és a műgyantás kikészítésre (Bertoniere és King, 1989).

Bertoniere és társai háromféle ammóniázott pamutszövetet vizsgáltak, amelyek az ammónia eltávolításának módjában különböztek egymástól (NH<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O: ammónia eltávolítása vizes mosással; NH<sub>3</sub>/25 °C: ammónia elpárologtatása szobahőmérsékleten; NH<sub>3</sub>/96 °C: ammónia elpárologtatása 96 °C-on). Megállapították, hogy a nagyon kis molekulák számára (0,2 nm átmérő) hozzáférhető pórustérfogat mindhárom eljárás hatására nő. A növekedés mértéke attól függ, hogy az ammónia eltávolításakor volt-e jelen víz. Legnagyobb mértékű növekedés a NH<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O-nál, közepes a NH<sub>3</sub>/25 °C és a legkisebb a NH<sub>3</sub>/96 °C eljárásnál mutatkozott. NH<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O növeli a közepes pórusméretű (2-6 nm) molekulák számára hozzáférhető pórusok mennyiségét, NH<sub>3</sub>/25 °C és NH<sub>3</sub>/96 °C csökkenti. A nagy pórusok száma a NH<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O kezelést követően nőtt, a NH<sub>3</sub>/25 °C és NH<sub>3</sub>/96 °C kezeléseket után csökkent (Bertoniere és társai, 1986).

Más kutatók kétféle eljárás (száraz és nedves) hatását vizsgálták. Száraz eljárásnál a nagy pórusok számának csökkenése összefüggésben van a kis pórusok számának növekedésével, valamint a pórustérfogat csökkenésével (Rowland és társai, 1984; Yuichi és társai, 2006). Rowland és társai (1984) nagy pórus alatt az 1,6 nm-nél nagyobb molekula átmérőjű cukrok számára hozzáférhető pórusokat értették.

A pórusszerkezetben bekövetkező változások a sűrűség, szorpciós tulajdonságok (vízgőzszorpció, a jódszorpció) és a deutérium oxid hozzáférhetőség meghatározásával is jellemezhetők (Rousselle és társai, 1976). A cellulózban a kristályos részek között amorf részek is találhatóak, melyekben a hosszú távú rendezettség nem figyelhető meg. A kristályos fázisban rendezetten helyezkednek el a molekulák, és háromdimenziós rácyszerkezetet képeznek. A kristályos rész nagyon tömör, ezért a kémiai kezeléseket során a legtöbb vegyszer számára csak az amorf fázis és a kristályos tartomány felszíne hozzáférhető (Stepanik és társai, 1998). A korábban leírtak alapján a folyékony ammóniás kezelés csökkenti a rendezettséget, a krisztallitok méretét, valamint a pórusszerkezet egységesebbé válik (Bredereck és Blüher, 1991). Az amorf tartomány növekedése következtében a sűrűség csökken. A száraz eljárás nagyobb mértékű

sűrűségcsökkenést eredményez, mint a nedves ammónia eltávolítás (kezeletlen:  $1,554 \text{ g/cm}^3 > \text{NH}_3/\text{H}_2\text{O}$ :  $1,538 \text{ g/cm}^3 > \text{NH}_3/\text{száraz}$ :  $1,524 \text{ g/cm}^3$ ) (Rousselle és társai, 1976).

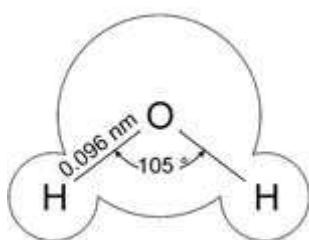
A folyékony ammóniás kezelést követően a hozzáférhetőségben növekedést mértek, amit alátámasztott a **vízgőzszorpciós kapacitás**ban mutatkozó növekedés is (Krässig, 1993; Yuichi és társai, 2006). A 0,2 nm átmérőjű vízmolekulák számára hozzáférhető belső térfogatot az irodalomban – az előzőekben leírtak szerint – a nagyon kis molekulák számára hozzáférhető pórustérfogatnak nevezik (Bertoniere és társai, 1986). Az 6. táblázat adatai alapján látszik, hogy az ammónia elpárologtatása nagyobb mértékben növelte a vízgőzszorpciós kapacitást, mint a nedves eljárás. A száraz és nedves folyékony ammóniás kezelés tehát növeli a 0,2 nm átmérőjű molekulák számára hozzáférhető pórustérfogatot.

A jód elsősorban a kevéssé rendezett cellulóz láncok közti szűk területeken, pl. a fibrillák felületén, az üregekben kötődik meg. Irányértékek a kezeletlen pamutra 40 mg/g (Hermanutz, 1994). A jód felületigénye  $1,5\text{-}4,2 \text{ nm}^2$ , gömb alakot feltételezve  $d = 0,22\text{-}0,37 \text{ nm}$ . Más irodalmakban a jód molekulamérete  $0,3 \text{ nm}^2$  (Tóth, 2003). Az 6. táblázatban látható, hogy a folyékony ammóniás kezelés nedves eljárás esetén kis mértékben, míg száraz eljárásnál jelentősen növelte a pamutszövet **jód**szorpciós kapacitását. A száraz eljárással ezért jelentősen növelhető a jódmolekulával megegyező méretű molekulák számára hozzáférhető (kb. 0,2-0,4 nm átmérőjű) pórusok száma.

6. táblázat: Folyékony ammóniás kezelés hatása pamutszövetek vízgőzszorpciós és jódszorpciós kapacitására és vízvisszatartására (Cheek és Ladish, 1984; Bredereck és Weckmann, 1978)

	kezeletlen	$\text{NH}_3/\text{H}_2\text{O}$	$\text{NH}_3/\text{levegő}$
vízgőzszorpció (%)	5,65	7,12	7,43
jódszorpció (%)	31,7	47,1	168,6
vízvisszatartás [%]	53	80	54

A vízmolekulára (10. ábra) az irodalomban leggyakrabban a  $0,125 \text{ nm}^2/\text{molekula}$  felületigényt alkalmazzák, de ettől eltérő adatokkal (pl.  $0,113 \text{ nm}^2$ ) is találkozhatunk (McCellan és Hansberger, 1967). Egyes kutatók véleménye szerint a folyékony ammóniás kezelés kis mértékben csökkenti a **vízvisszatartást** (Yuichi és társai, 2006). Mások nedves eljárást követően jelentős növekedést mértek a vízvisszatartó képességben (Bredereck, 1979).



10. ábra: A vízmolekula méretei:  $0,3226 \times 0,2917 \times 0,3888 \text{ nm}^3$  (Webster és társai, 1988)

A fajlagos felület vizes állapotban történő jellemzésére igen elterjedt a színezékmolekulák adszorpciója, elsősorban a koncentráció meghatározás egyszerűsége miatt (László és társai, 2000). A 2-6 nm átmérőjű pórusok számában bekövetkező változások összefüggésbe hozhatók a vizes oldatokból történő egyensúlyi **színezékfelvétellel** (Bredereck és Saafan, 1981; Saafan és Habib, 1988). A nagy pórusok száma a  $\text{NH}_3/\text{H}_2\text{O}$  kezelést követően nőtt, a  $\text{NH}_3/25\text{ }^\circ\text{C}$  és  $\text{NH}_3/96\text{ }^\circ\text{C}$  kezeléseket után csökkent, ebből adódóan a  $\text{NH}_3/\text{H}_2\text{O}$  kezelés növeli a színezékfelvételt (Bertoniere és társai, 1986; Yuichi és társai, 2006; Lewin és Preston, 1996). Mások is azt találták, hogy az ammóniás kezelés növeli a színezékfelvételt, a nedves eljárásnál a színezékfelvétel kicsit nagyobb mértékű, mint a száraz eljárásnál (Cheek és Ladish, 1984).

Színezett pamutszövetek esetén a folyékony ammóniás kezelést követően a szövetek színe sötétebb a kezeletlen szövethez viszonyítva (Cheek és Ladish, 1984), ezt részben az elektronmikroszkóppal jól látható simább szálfelület, valamint a szálak kicsavarodása eredményezi, továbbá a pórusszerkezet változás okozta belső fényszórás (S) csökkenésének köszönhető. A színezhetőség, színezett szövetek dörzssállósága javul folyékony ammóniás kezelés hatására (Strauß, 2000).

Nő a hozzáférhetőség és ebből következően a folyékony ammóniás kezelést követő vegyszeres kezelések (színezés, műgyantás kikészítés) eredményessége fokozódik. Javul a színezett szövetek színegyenletessége, és a szövetfelület fényesebb lesz (Yatsu és társai, 1986).

#### 2.2.2.4. Makroszkópos tulajdonságok

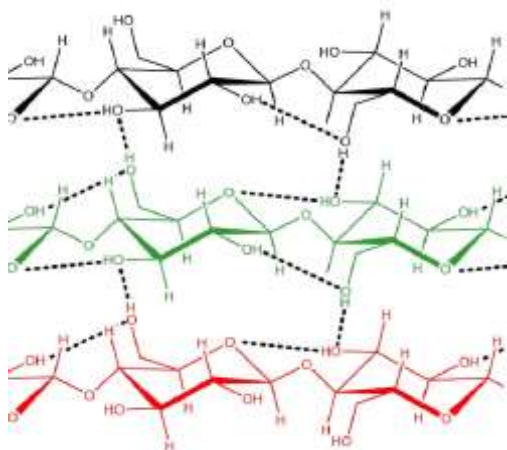
A kezelés során a pamutszálban csökkennek a feszültségek, a szál felülete egyenletesebbé válik, a sima felületek között csökken a súrlódás, az eredmény egy kellemes, lágy **fogású** termék (Krässig, 1993). Ez a kedvező változás nedves térhálósító kezeléssel rögzíthető (Bredereck és Blüher, 1991). A folyékony ammóniás kezelés javítja a szövetek **simára száradását** (7. táblázat) (Strauß, 2000). Javul a külső kép, mérséklődik a mosás utáni felületi gyűröttség (Bredereck és Blüher, 1991).

7. táblázat: Lenszövetek simára száradása folyékony ammóniás kezelés előtt és után

	Monsanto (Lambrinou, 1975)	Monsanto (Kratz és Funder, 1987)
kezeletlen	1-2	1-2
$\text{NH}_3/\text{H}_2\text{O}$	4	3-3,5

A nagy pórusok számának csökkenése összefüggésbe hozható a **gyűrődésfeloldó képesség**

javulásával (Lewin és Roldan, 1971). A nagy pórusok csökkenése miatt nő a kis pórusok száma, csökken a síkok közötti távolság, így a síkok között természetes keresztkötések kialakulására van lehetőség (11. ábra), aminek következtében javul a szövetek rugalmassága és gyűrődésfeloldó képessége. Ez a természetes javulás a nedves ammóniás eljárásnál nem jelentkezik, mert ott nő a nagy pórusok száma a kezelés eredményeképpen (Rowland és társai, 1984).



másodlagos kötések

11. ábra: A cellulóz-molekulán belüli és molekulák közötti

A száraz eljárást követően nagyobb mértékben nőtt a gyűrődésfeloldó képesség, míg keményebb fogás és jobb színezék szorpció jellemezte a nedves ammóniás kezeléssel kikészített szövetet (Yanai és társai, 2005).

Az előzőek alapján a folyékony ammóniás kezelés technológiája befolyásolja a szövetek gyűrődésfeloldó képességét. Ez a megfigyelés alátámasztja Bredereck tanulmányát, amelyben pamutszöveteket, folyékony ammóniával kezelték nedves eljárással, majd azt tapasztalták, hogy a szövetek nedves gyűrődésfeloldása jelentősen, míg a száraz állapotban mutatkozó gyűrődésfeloldó képesség csak kis mértékben nőtt (8. táblázat) (Bredereck és Buschle-Diller, 1989).

8. táblázat: Pamutszövet gyűrődésfeloldó képességének változása folyékony ammóniás kezelés hatására (Bredereck és Commarmot, 1998)

	Száraz gyűrődésfeloldó képesség [L+V;°]	Nedves gyűrődésfeloldó képesség [L+V;°]
kezeletlen	86	98
NH <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O	96	148
NH <sub>3</sub> /levegő	150	104

A szupermolekuláris szerkezetben bekövetkező változások jelentősen befolyásolják a szálanyag makroszkópos tulajdonságait. Röntgenvizsgálatokkal bizonyították, hogy a folyékony ammóniás kezelés orientáltabb szálakat eredményez, melynek köszönhetően a pamutban a fibrillák száltengely irányában mért rendezettsége jelentősen megnő, ami a szilárdsági tulajdonságok kedvező irányú változását eredményezi (Conference, 1970; Rousselle és társai, 1976; Lewin és Preston, 1996; Lewin és Pearce, 1998). A folyékony ammóniás kezelés javította a **szakítószilárdságot**, a száraz állapotban mért **kopásállóságot** és a **mérettartást**

(Raheel és Lien, 1982; Bredereck és Blüher, 1991). Többszöri mosás után a szakítóerő, a nedves dörzsállóság és a száraz gyűrődésfeloldó képesség nő a folyékony ammóniával kezelt áruk esetén (Vigo, 1994).

A folyékony ammóniás kezelés láncirányban javítja, míg vetülékirányban rontja a pamutszövet szakítószilárdságát. A **nyúlás** ellentétesen változik, láncirányban csökken, vetülékirányban nő (9. táblázat).

9. táblázat: Folyékony ammóniás kezelés hatása pamutszövet szakítószilárdságára (Raheel és Lien, 1982)

	Szakítóerő [N]		Nyúlás [%]	
	láncirány	vetülékirány	láncirány	vetülékirány
<b>főzött</b>	281,0	202,3	12,9	13,6
<b>NH<sub>3</sub></b>	308,5	181,1	10,8	14,1

A pamutszövetek **mérettartása** folyékony ammóniás kezelés hatására jelentősen javul, amely a szövetben levő feszültségek csökkenésével magyarázható (Bredereck és Blüher, 1991). Némiképp ellentmondva az előző megállapításnak Raheel és Lien (1982) azt tapasztalták, hogy láncirányban javult, vetülékirányban romlott a pamutszövetek mérettartása folyékony ammóniás kezelés hatására.

Összefoglalva: folyékony ammóniás kezelés után nő a szakítószilárdság, a kopásállóság, a hőállóság és javul a mérettartás. Jobb fogású, lágyabb szövetek nyerhetők (Stevens és Roldan-Gonzalez, 1984; Bertoniere és társai, 1986; Greenwood, 1987; Bredereck és Commarmot, 1998b; Meyer, 1999b; Rowland és társai, 1976). A folyamat eredménye 40 %-os szakítószilárdság növekedés, jelentős fényességjavulás, nagyobb affinitás színezéskor, jobban ellenálló szerkezet (Yatsu és társai, 1986). A 10. táblázatban Karmakar által tapasztalt változások találhatók, figyelembe véve az ammónia eltávolítás módját.

10. táblázat: Különböző folyékony ammóniás kezelések hatásának összehasonlítása (Karmakar, 1999)

	NH <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O	NH <sub>3</sub> /száraz-gőz
<b>fényesség</b>	javult	kis mértékben javult
<b>színezékfelvétel</b>	javult	kis mértékben javult
<b>szilárdság</b>	szöveteknél nem javult	szöveteknél nem javult
<b>mérettartás</b>	javult	javult
<b>fogás</b>	lágyabb	lágyabb és rugalmasabb
<b>száraz gyűrődésfeloldó képesség</b>	alig nő	jelentősen nő

Annak ellenére, hogy a folyékony ammóniás kezelés javítja a pamutszövetek fényét, mérettartását és szakítóerejét, azonban a kezelés önmagában nem elegendő a sima megjelenéshez, valamint a megfelelő mérettartáshoz (Raheel és Lien, 1982).

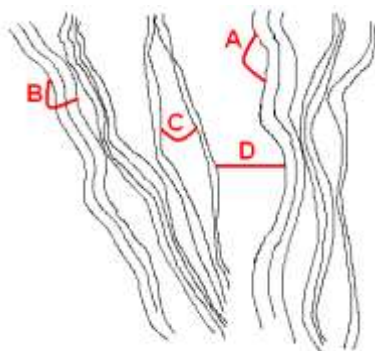
### 2.3. Cellulóz alapú szövetek végkikészítése

A cellulózalapú szövetek végkikészítésén szűkebb értelemben a méret- és formatartást, a jó gyűrődésfeloldó képességet és a könnyű kezelhetőséget szolgáló ún. *műgyantás* kikészítést értjük, melynek alapja a keresztkötés kialakítása a cellulóz szerkezeti elemei között. Egy kelme kikészítésének eredményét a keresztkötések típusa, az alkalmazott vegyszerek és technológiák, továbbá a műgyantás kikészítés előtt alkalmazott kezelések befolyásolják.

#### 2.3.1. A műgyantás kikészítés elve

A műgyantás kikészítéséhez általában bi- vagy polifunkciós keresztkötő ágenseket alkalmaznak, melyek a szupermolekuláris szerkezeti elemek felületén elhelyezkedő cellulózmolekulák hozzáférhető hidroxil csoportjaival kovalens keresztkötést alakítanak ki a polimer amorf tartományában, főként az elemi- és mikrofibrillák között. A kikészítőszerezrel reagáltatott cellulóz láncmolekulák mozgékonyasága csökken, illetve a szupermolekuláris szerkezet stabilizálódik (Rémi és társai, 1998).

A bifunkciós vegyületek különböző módokon alkothatnak keresztkötéseket duzzasztott pamutcellulózban (12. ábra).



12. ábra: Pamutcellulóz vázlatos szerkezete a feltételezett keresztkötések lehetőségeivel:

A- molekulán belüli kötés két glükózanhidrid között az elemi fibrilla felületén,

B- molekulák közötti kötés egyazon elemi fibrilla felületén,

C- szomszédos elemi fibrillák felületén levő molekulák közötti kötés,

D- szomszédos mikrofibrillák felületén levő molekulák közötti kötés (Rusznák, 1989)

Mivel a kikészítést vizes közegben végzik, ezért a cellulóz duzzasztott állapotban van, így a mikrofibrillák egymás közötti aránylag nagy távolsága miatt a „D”-kötések (szomszédos mikrofibrillák felületén levő molekulák közötti kötés) lehetősége kicsi. A kötések főként „B” (molekulák közötti kötés egyazon elemi fibrilla felületén) és „C” (szomszédos elemi fibrillák felületén levő molekulák közötti kötés) típusúak. Az „A” (molekulán belüli kötés két glükózanhidrid között az elemi fibrilla felületén) és „B” típusú kötések nem növelik a rugalmasságot (Rusznák, 1989).

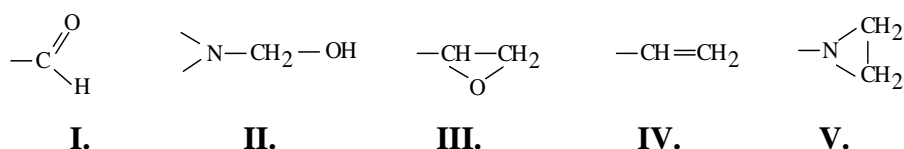
*Szakítóerő csökkenés és okai:*

A tartós szilárdságvesztés, a polimerizációs fok csökkenéséből adódó károsodás, egyes glükózidos kötések irreverzibilis bontásának következménye, mely jól kivitelezett kikészítési technológiával minimumra csökkenthető.

Az átmeneti jellegű szilárdságvesztés oka, hogy térhálósításkor a cellulóz egyébként mozgékony molekulaszegmensei egymáshoz rögzítettebb állapotba kerülnek, a szomszédos molekulák már kis igénybevételkor, együttes teherviselés nélkül, egymás után elszakadnak. Ez a szilárdságvesztés reverzibilis, mivel a merevséget okozó keresztkötések felhasításával a kiindulási szilárdság visszanyerhető.

**2.3.2. A műgyantás kikészítés vegyszerei**

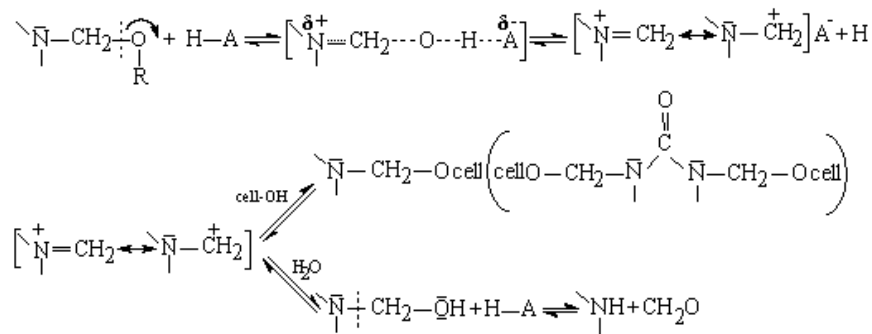
A kikészítés ipari körülményei között a cellulóz kémiai módosítására alkalmas vegyületek az ún. *műgyanták* a következő funkciós csoportokkal jellemezhetők: aldehidcsoport (I), N-hidroxi-metilcsoport (II), epoxics csoport (III), vinilcsoport (IV), etilén-imincsoport (V) (13. ábra). Ezek közül is különös jelentősége van az N-hidroxi-metil, vagy általánosságban N-alkoxi-metil funkciós csoportú vegyületeknek, amelyeket gyakran N-metilol vegyületeknek is neveznek (Reicher és Borsa, 2003).



13. ábra: A cellulóz kémiai módosítására alkalmas funkciós csoportok: aldehidcsoport (I), N-hidroxi-metilcsoport (II), epoxics csoport (III), vinilcsoport (IV), etilén-imincsoport (V)

**2.3.2.1. Formaldehid alapú kikészítőszerek**

A műgyantás kikészítéshez használt N-metilol vegyületek döntő többségükben karbamid-, karbamát-, karbonsav-amid és triazin-származékok formaldehid adduktumai, gyűrűs formaldehid vegyületek. Az N-metilol vegyületek reaktivitása az  $\alpha$ -pozícióban levő nitrogénatomtól függ, mely alkalmas kondenzációs reakciókra savas jellegű hidrogént tartalmazó vegyületekkel, például a cellulóz hidroxil-csoportjával, vagy a karbamid NH-csoportjával (14. ábra). A reakció sebességét meghatározó lépés a C-O kötés szakadása a karbo-kation keletkezése közben (Tesoro, 1983).



14. ábra: N-metilol vegyületek savkatalizált reakciója a cellulózzal (Tesoro, 1983)

Az >N-CH<sub>2</sub>-OH csoportot tartalmazó vegyületekkel keresztkötött cellulózból a formaldehid lehasadás lassú reakció, konfekcionáláskor, tároláskor, szállításkor és viseléskor egyaránt problémát jelent. A bomlás pH függő folyamat. A hagyományos kikészítőszerke közül – a formaldehid emissziót tekintve – legelőnyösebb az N-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilénkarbamid (DMDHEU) (Petersen, 1968). A formaldehid rákkeltő hatása miatt kezdtek el egyre inkább a formaldehidszegény<sup>3</sup> illetve formaldehidmentes eljárások iránt érdeklődni.

### 2.3.2.2. Formaldehid szegény és formaldehidmentes kikészítőszerke

A formaldehid szegény technológiákat relatíve kisebb költségük és az elérhető pozitívabb hatásuk miatt gyakrabban alkalmazzák, mint a formaldehidmentes eljárásokat (Lepénye és társai, 1997).

A cellulóz formaldehidmentes térhálósítására szóba jöhető vegyszerek (epoxi-, vinyl-, hidroxietil-szulfon csoportot tartalmazó vegyületek stb.) többségéről megállapították, hogy környezetvédelmi, egészségügyi és műszaki téren egyaránt kedvezőtlenebbek, mint a korábban használt formaldehid tartalmú kikészítőszerke (Geubtner, 1990). Formaldehidmentes kikészítésre alkalmas szerként jelenleg két vegyületcsoport terjedt el:

- 1) N-metilolkarbamidok helyett metilolcsoportot nem tartalmazó ciklikus etilénkarbamidok alkalmazása. Az ebbe a csoportba tartozó és kereskedelmi forgalomban is kapható dimetil-dihidroxi-etilénkarbamid (DMeDHEU) alapú szerke hatását összehasonlítva a formaldehid szegény kikészítést adó dimetilol-dihidroxi-etilénkarbamid (DMDHEU) hatásával, megállapították, hogy a szükséges hatás a formaldehidmentes szerrel csak nagyobb koncentrációval vagy egyáltalán nem érhető el. Ez azzal magyarázható, hogy a DMeDHEU esetén a keresztkötések a kisebb reakcióképességű hidroxietilén csoporton

<sup>3</sup> Formaldehidszegény kikészítés: az az eljárás, amely során a formaldehid emisszió maximálisan 1000 ppm, amit szeretnének a későbbiekben tovább korlátozni, 300 ppm alá csökkenteni (Bille és Petersen, 1976)

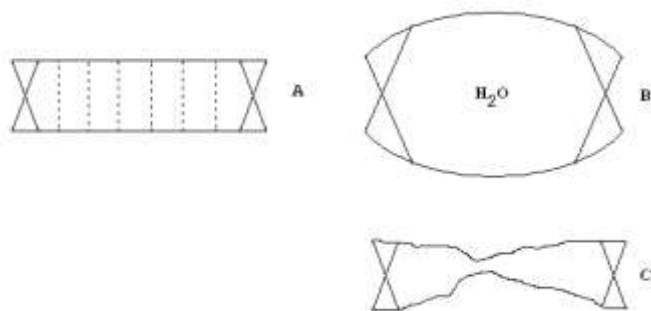
keresztül alakulnak ki. Tehát a formaldehid mentes kikészítőszer drágább, kisebb hatásfokkal térhálósít és csak korlátozottan alkalmazható (Geubtner, 1990).

- 2) Polikarbonsavak (pl. tetrabutyl-karbonsav, citromsav). A polikarbonsavak észteresítik a cellulóz hidroxilcsoportjait és így módon térhálósítanak. A reakció a hagyományos formaldehid tartalmú kikészítéseknél magasabb hőmérsékleten megy végbe (180 °C) jó hatásfokkal. Ugyanakkor a polikarbonsavak alkalmazása gyakran problémákat vet föl a szövetek színére gyakorolt kedvezőtlen hatásuk miatt (Andrews, 1992; Trask-Morell és társai, 1995; Lepenye és társai, 1997).

### 2.3.3. Műgyantás kikészítési technológiák

A szövetek nedves és száraz állapotban mért gyűrődéscsökkentő képessége eltérő, ami jelentősen függ attól, hogy a keresztkötés kialakulásakor milyen duzzadási fokú volt a cellulóz. A gyűrődéscsökkentő kikészítésnek többféle technológiai megoldása ismert az elérendő célnak megfelelően a kikészítést száraz vagy nedves kondenzálással végzik (Lewin és Sello, 1984).

Ha a szövetet a száraz térhálósítási technológiát alkalmazva készítik ki („pad-dry-cure”=telítés-szárítás-kondenzálás), a H-híd háló megmarad így hozzájárulva a jó száraz gyűrődéscsökkentéshez. Ezt mutatja a Marsh által felállított modell (15/A. ábra), ahol a folytonos vonal a cellulóz láncok közötti keresztkötéseket jelöli, a szaggatott vonal pedig a H-kötéseket szimbolizálja a láncok között. Nedves térhálósításnál azonban a H-híd kötések megbomlanak, így csak kovalens kötések kötik össze a láncokat (15/B. ábra). A nedves gyűrődéscsökkentés ettől javul, de száradáskor deformálódik a szál, amit a 15/C. ábra szemléltet (Marsh, 1962).



15. ábra: Az „A” ábra a száraz, a „B” ábra a nedves állapotban keresztkötött szál gyűrődéscsökkentését, a „C” az utóbbi gyűrődéscsökkentésének hiányát mutatja szárítás után (Marsh, 1962)

Az 1980-as évektől kezdtek el a pamutszövetekhez hasonlóan lenszövetekre is alkalmazni a gyűrődéscsökkentő kikészítést. Leginkább a ruházati és háztartási szöveteknél indokolt a len gyűrődéscsökkentő kikészítése. A lenszövetek kikészítésénél a fő nehézséget az okozza, hogy a kémiai reagensek a szálak csomóponti régióiban koncentrálnak. Nedvesség hatására a keresztkötő reagensek könnyen vándorolnak a szárítási folyamat közben, a vándorlást korlátozza a homopolimerizáció illetve a cellulózzal történt reakció. A len kikészítésének nehézsége abból adódik, hogy a kikészítésnél alkalmazott sav katalizátorok kis molekulák, melyek könnyen

behatolnak a kis pórusokba és ott felhalmozódnak, ezáltal a cellulózláncok degradációját idézik elő, rontva a szövetek szilárdsági jellemzőit (Lewin és társai, 1998).

A gyakorlatban lenszövetekre 3 féle kikészítési eljárást alkalmaznak (Salmon-Minotte és Franck, 2005):

- **Száraz kikészítés (pad-dry-cure)**

A cellulóz kémiai reakciója savas közegben játszódik le. Először a kikészítőszer és a katalizátor vizes oldatában telítik a szövetet, majd szárítják és kondenzálják magas hőmérsékleten. A kezelést folyamatos technológiával valósítják meg. Száraz kondenzálós technológiával jelentősen javítható a szövetek gyűrődésfelelő képessége és mérettartása (Salmon-Minotte és Franck, 2005).

- **„Nyirkos” kikészítés**

A kikészítőszer és a katalizátor keverékével telítik, majd részlegesen megszárazítják (a szövet nedvességtartalma 8 % körüli), ezt követően szobahőmérsékleten 15-20 órán keresztül kondenzálják a szövetet. A kondenzálás alatt a nedvességtartalmat állandó értéken kell tartani, ezért a szövetet fóliába csomagolják. Ezután a szövetet kiöblítik és mossák. A kivitelezés nehézsége miatt a gyakorlatban ez az eljárás nem terjedt el (Salmon-Minotte és Franck, 2005).

- **Nedves kikészítés**

A szövetet a kikészítőszer és a katalizátor oldatában telítik, majd nedvesen feltekerceslik, és szobahőmérsékleten forgatva kondenzálják 16-20 órán keresztül. Ezt követően kiöblítik, majd kimossák. Lenszöveteknél ez a fajta kikészítés vezet a legkedvezőbb eredményre, mert nincs a folyamatban szárítás, ami a lenrostok töredezéséhez, vagy kiporzásához vezet. A nedves kikészítés eredményezi a legkedvezőbb nedves gyűrődésfeloldási tulajdonságokat, ami a lenszövetek mosógépben történő mosásánál fontos követelmény (Salmon-Minotte és Franck, 2005).

## **2.3.4. A műgyantás kikészítést megelőző kezelések**

### **2.3.4.1. Mercerezés**

Mercerezés hatására a pamut fényessége nő, szakítószilárdsága – a duzzasztáskor alkalmazott feszítés függvényében – nő, műgyantás kezelés után szilárdságának (10-15 %-kal) nagyobb hányadát őrzi meg, mint a nem mercerezett pamut. Jobb lesz a mérettartás, egyenletesebb lesz a színezékfelvétel. A mercerezés a gyakorlatban elterjedt előkezelés pamutszövetek műgyantás kikészítése előtt (Raheel, 1983; Greenwood, 1987).

### 2.3.4.2. Folyékony ammóniás kezelés

Gogek (Gogek és társai, 1969) és Calamari (Calamari és társai, 1971) azt tapasztalták, hogy folyékony ammóniával előkezelt, majd keresztkötött pamutszövetek jobb fizikai tulajdonságokkal rendelkeznek, mint a hasonlóan keresztkötött, de nem előkezelt szövetek. (Calamari és Thibodeaux, 1988).

Lenszöveteknél a száraz folyékony ammóniás kezelés alkalmazása a műgyantás kikészítés előtt (11. táblázat) javítja a gyűrődésfeloldó képességet, a szövetek mérettartását, kopással szembeni ellenállását. Simább felületet, lágyabb, rugalmasabb fogást eredményez (Karmakar, 1999).

11. táblázat: Száraz folyékony ammóniás kezelés és műgyantás kikészítés hatása lenszövetek makroszkópos tulajdonságaira, 5 mosás után (Karmakar, 1999)

Tulajdonságok		Száraz kondenzálás		Nyirkos kondenzálás	
		NH <sub>3</sub> nélkül	NH <sub>3</sub>	NH <sub>3</sub> nélkül	NH <sub>3</sub>
Mérettartás [%]	lánc	-3,50	-1,10	-4,20	-1,20
	vetülék	-3,50	-2,00	-4,00	-1,50
Gyűrődésfeloldó képesség (L+V; °)	száraz	170	250	145	240
	nedves	165	235	170	265
Monsanto		3	4,3	3,5	4,5
Kopásállóság [%]		-32	-16	-26	-11

### 2.4. Szakirodalom kritikai értékelése

A folyékony ammóniás kezelés hatását többen vizsgálták. A szakirodalomban a pamutcellulóz folyékony ammóniás kezelésével több, mint 100 cikk foglalkozik, míg lenszövetek folyékony ammóniás kezelését csak néhány cikk tárgyalja, melyből kettő saját közlemény<sup>4</sup>. Az arányok jól mutatják, hogy indokolt a folyékony ammóniás kezelés lenre vonatkozó rendszerezett vizsgálata.

A lenszövetek hátrányos tulajdonságai közé tartoznak a merevség, a gyenge gyűrődésfeloldó képesség, a kopásállóság és a rossz mérettartás. A folyékony ammóniás kezelés lágyítja a szövetek fogását, növeli a rugalmasságukat, a természetes keresztkötésekből adódó rugalmasság növekedés hozzájárul a kikészítőszer mennyiségének csökkentéséhez, megvédve a szövet szakítószilárdságát és kopásállóságát (Krässig, 1990). Pamutszöveteknél legjobb (1 % alatti) mérettartást mind lánc, mind vetülék irányban folyékony ammóniás kezelés és műgyantás

<sup>4</sup> Science Direct 2009.11.20.

kikészítés együttes alkalmazásával érték el (Raheel és Lien, 1982). Mindezek indokolják a folyékony ammóniás előkezelés alkalmazást lenszövetek esetén is.

Az irodalomban többször foglalkoznak a pamut pórusszerkezetében bekövetkezett változásokkal, leginkább a vízgőzszorpció és a jódszorpció változásán keresztül. Nem határozták azonban meg a pórusméretet és a pórusméret eloszlását. A folyékony ammóniás kezelés hatására a lenszövetek pórusszerkezetében történt változásokkal kapcsolatos irodalmat csak érintőlegesen találtam.

Kratz és Funder (1987) a műgyantás kikészítést követő folyékony ammóniás kezelés hatását vizsgálta len és rami szöveteken. Megállapították, hogy a kopásállóság jelentősen javítható, de a gyűrődésfeloldó képesség drasztikusan csökken. A folyékony ammóniával kezelt lenszövetek műgyantás kikészítéséről nem született átfogó tanulmány, jelentős cikk.

A folyékony ammóniás kezelés megvalósításának módja (feszítés mértéke, hőmérséklet, nyomás, kezelés időtartama, ammónia eltávolításának módja) befolyásolja a szövet kristályszerkezetét, morfológiáját, ezáltal a makroszkópos tulajdonságait. Az irodalomban azonban számtalanszor hiányoznak az ammónia eltávolításának pontos paraméterei, így a talált adatok nehezen összevethetők.

Összefoglalva megállapítható, hogy indokolt lenszövetek vegyszeres technológiáinak a vizsgálata, hiszen sok kérdés tisztázatlan még ezen a területen. Tudományos és gyakorlati szempontból is hasznos eredményeket hozhatnak azok a kutatások, amelyek lenszövetek hátrányos tulajdonságainak javítását célozzák. A folyékony ammóniás kezelés és a műgyantás kikészítés – Ph.D. dolgozatom két fő tématerülete - a viselési és használati tulajdonságok jelentős javulását eredményezhetik, ezért mindkét területen az eredmények hozzájárulhatnak a minőségi termékek előállításához, és a len felhasználási területeinek bővüléséhez.

#### *Célkitűzések*

A folyékony ammóniás kezelés hatásának jellemzése lenszövetek viselési és használati tulajdonságaira, valamint szupermolekuláris és morfológiai jellemzőire.

A folyékony ammóniás kezelést követő műgyantás kikészítés jellemzése és a kikészítési paraméterek hatásának vizsgálata.

### 3. Felhasznált anyagok, alkalmazott módszerek

Kutatómunkámban a **12. táblázat**ban látható szövettípusokat, kezelési eljárásokat és vizsgálati módszereket alkalmaztam, melyek részletes bemutatása a következő fejezetekben (3.1 – 3.3) található.

12. táblázat: Kutatómunka vázlata		Vizsgált szövettípusok					
		len	féllen		pamut		
<b>Kezelés</b>	<b>Folyékony ammóniás kezelés (ipari)</b>		+		+		+
<b>Vizsgálat</b>	polimerizáció fok	+	+	+	+	+	+
	röntgendiffrakció	+	+	+	+		
	vízgőzszorpció	+	+	+	+	+	+
	jódzszorpció	+	+	+	+	+	+
	vízvisszatartás	+	+	+	+	+	+
	színezékfelvétel	+	+			+	+
	nitrogénszorpció	+	+				
	pásztázó elektronmikroszkópos felvételek	+	+	+	+		
	szilárdsági jellemzők (szakítószilárdság; szakadási nyúlás; kopásállóság)	+	+	+	+	+	+
	mosás utáni simára száradás	+	+	+	+	+	+
	gyűrődésfeloldó képesség (száraz; nedves)	+	+	+	+	+	+
	méretváltozás	+	+	+	+	+	+
	hajlítási hossz, hajlítási merevség, esés	+	+	+	+		
	színváltozás	+	+	+	+	+	+
<b>Kezelés</b>	<b>Műgyantás kikészítés</b>	+	+	+	+		
<b>Változtatott paraméterek</b>	kondenzálás típusa (száraz vagy nedves)	+	+	+	+		
	kikészítőszer koncentrációja	+	+	+	+		
	katalizátor koncentrációja	+	+	+	+		
<b>Vizsgálat</b>	szilárdsági jellemzők (szakítószilárdság; szakadási nyúlás; kopásállóság)	+	+	+	+		
	gyűrődésfeloldó képesség (száraz; nedves)	+	+	+	+		
	mosás utáni simára száradás	+	+	+	+		

### 3.1. Vizsgált szövetek

Kutatómunkámban különböző négyzetméter-tömegű és kikészítettségi fokú, len-, féllen- (láncirányban pamut, vetülékirányban len) szöveteket vizsgáltam. Néhány esetben (pl. színezhetőség) a tulajdonságok összehasonlítása céljából pamutszöveteken is mértem a változásokat. Az általam vizsgált szöveteket a Pannonflax Győri Lenzövő Rt. bér munkában a VERAMTEX-MARLY cégnél Belgiumban Beau-Fixe (nedves) eljárással ammóniáztatta. A telítést -33 °C-on, 20 másodpercig végezték. Az ammónia kimosása nyolckádas mosógépen történt, ellenáramú vízzel 70 °C-on. A szárítást dobszárítón végezték – láncirányban feszítve a szövetet-, vetülékirányban nem alkalmaztak feszítést, ezért a vetülékirányú méretváltozás jelentős.

A természetes szálak kezelésének eredménye függ a szálak biológiai sajátosságaitól (fajta, termesztési körülmények). Különösen vonatkozik ez a komplex összetételű lenre, ezért vizsgálataimat sokféle, különböző eredetű szöveten (7 pár<sup>5</sup> len, 9 pár féllen és 2 pár gyakorlatilag tiszta cellulóz tartalmú pamut) végeztem el. A sokféle szöveten végzett vizsgálat olyan párhuzamos méréseknek tekinthető, amelyek eredményeinek egyezése azt jelenti, a tapasztalt jelenség a szál eredetétől független.

A vizsgált szövetek jellemzőit és az alkalmazott jelöléseket az 13. táblázatban foglaltam össze. Alkalmazott jelölések: **BC-d/x**

**B**= kezelés: A-folyékony ammóniával kezelt

**C**= összetétel: L-len, P-pamut, PL-féllen

**d**= előkezelés: f-fehérített, s-színezett, l-lúgos főzött

**x**= a kezeletlen szövet területi sűrűsége

pl.: az „**APL-f/203**”-as jelölés arra utal, hogy ez egy „A” ammóniázott „PL” féllen szövet, amely „f” fehérített és a kiindulási (ammóniázás előtti) négyzetmétertömege 203 g/m<sup>2</sup>.

13. táblázat: A vizsgált szövetek jellemzői és a használt jelölések

Jelölés	Összetétel	Kikészítés foka		Területi sűrűség [g/m <sup>2</sup> ]
<b>L-f/130</b>	100 % len	fehérített	kezeletlen	130
<b>AL-f/130</b>	100 % len	fehérített	ammóniával kezelt	157
<b>L-s/145</b>	100 % len	színezett (olív)	kezeletlen	145
<b>AL-s/145</b>	100 % len	színezett (olív)	ammóniával kezelt	174
<b>L-f/174</b>	100 % len	fehérített	kezeletlen	174

<sup>5</sup> pár: kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt egyazon szövet

Jelölés	Összetétel	Kikészítés foka		Területi sűrűség [g/m <sup>2</sup> ]
AL-f/174	100 % len	fehérített	ammóniával kezelt	191
L-s/201	100 % len	színezett (kék)	kezeletlen	201
AL-s/201	100 % len	színezett (kék)	ammóniával kezelt	228
L-f/220	100 % len	fehérített	kezeletlen	220
AL-f/220	100 % len	fehérített	ammóniával kezelt	254
L-f/226	100 % len	fehérített	kezeletlen	226
AL-f/226	100 % len	fehérített	ammóniával kezelt	257
L-l/242	100 % len	főzött	kezeletlen	242
AL-l/242	100 % len	főzött	ammóniával kezelt	290
PL-l/201	50% pamut (L) 50 % len (V)	főzött	kezeletlen	201
APL-l/201	50% pamut (L) 50 % len (V)	főzött	ammóniával kezelt	217
PL-s/189	50% pamut (L) 50 % len (V)	színezett (zöld)	kezeletlen	189
APL-s/189	50% pamut (L) 50 % len (V)	színezett (zöld)	ammóniával kezelt	204
PL-s/140	50% pamut (L) 50 % len (V)	színezett (tégla)	kezeletlen	140
APL-s/140	50% pamut (L) 50 % len (V)	színezett (tégla)	ammóniával kezelt	153
PL-l/144	50% pamut (L) 50 % len (V)	főzött	kezeletlen	144
APL-l/144	50% pamut (L) 50 % len (V)	főzött	ammóniával kezelt	156
PL-s/146	50% pamut (L) 50 % len (V)	színezett (olív)	kezeletlen	146
APL-s/146	50% pamut (L) 50 % len (V)	színezett (olív)	ammóniával kezelt	162
PL-f/148	50% pamut (L) 50 % len (V)	fehérített	kezeletlen	148
APL-f/148	50% pamut (L) 50 % len (V)	fehérített	ammóniával kezelt	169
PL-f/203	50% pamut (L) 50 % len (V)	fehérített (damaszt)	kezeletlen	203
APL-f/203	50% pamut (L) 50 % len (V)	fehérített (damaszt)	ammóniával kezelt	214
PL-l/204	50% pamut (L) 50 % len (V)	főzött	kezeletlen	204
APL-l/204	50% pamut (L) 50 % len (V)	főzött	ammóniával kezelt	215
PL-s/100	50% pamut (L) 50 % len (V)	színezett (olív)	kezeletlen	100
APL-s/100	50% pamut (L) 50 % len (V)	színezett (olív)	ammóniával kezelt	113
P-f/290	100% pamut	fehérített	kezeletlen	290
AP-f/290	100% pamut	fehérített	ammóniával kezelt	310
P-f/170	100% pamut	fehérített	kezeletlen	170
AP-f/170	100% pamut	fehérített	ammóniával kezelt	180

Jelölések: L: len; PL: féllen; P: pamut; f: fehérített; l: főzött; s: színezett

### 3.2. Mérési módszerek a folyékony ammóniával kezelt szövetek jellemzésére

Vizsgáltam a folyékony ammóniás kezelés hatását a következő tulajdonságokra (a vizsgálatok leírása a Függelék megfelelő fejezeteiben található).

#### 1. Molekuláris jellemzők (F.3.1)

- a. cellulóz komponens polimerizációs foka

#### 2. A cellulóz komponens kristályszerkezete (F.3.2.)

- a. röntgendiffrakciós vizsgálatok

#### 3. Cellulóz hozzáférhetősége (F.3.3.)

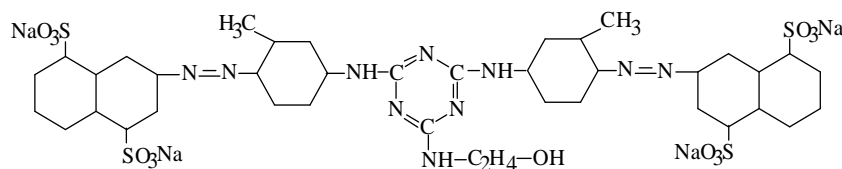
- a. egyensúlyi vízgőzszorpciós kapacitás
- b. jódszorpciós kapacitás
- c. vízvisszatartás

d. színezékfelvétel változása folyékony ammóniás kezelés után

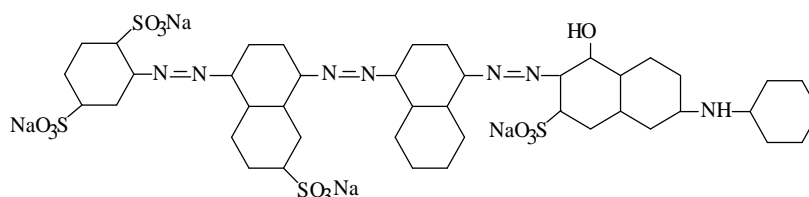
Színezékfelvétel: Mivel a direkt színezékek csak másodlagos kötőerőkkel kapcsolódnak a cellulózhoz, nem lépnek kölcsönhatásba a molekulával, nem változtatják meg a szerkezetét, így a pórusméretét sem. A szorbeált direkt színezékek mennyisége a szál színezék számára hozzáférhető felületével függ össze. A színezékfelvétel hasznos vizsgálati módszer, mivel információt nyújt a szál hozzáférhetőségéről és a belső felületek fényszórásáról is. A színezhetőség vizsgálatot különböző direkt színezékekkel végeztem (14. táblázat, 16. és 17. ábra).

14. táblázat: Alkalmazott színezékek

Megnevezés	Elnyelési maximum [nm]	Molekulatömeg [g/mol]
Direct Yellow 84	390	1082,07
Direct Blue 78	603	1075,07



16. ábra: C.I. Direct Yellow 84 színezék képlete



17. ábra: C.I. Direct Blue 78 színezék képlete

A színezékmolekulák méretének becsléséhez a Maestro/MacroModel (Schrödinger LLC.) programcsomagját használtuk, elvégeztük a molekulák konformáció analízisét Monte Carlo algoritmussal, OPLS 2005 erőter és GB/SA víz kontinuum szolvatációs modell alkalmazásával.

A színezés Mathis Labomat típusú laboratóriumi színező berendezésben történt az alábbi recept szerint: x % színezék (a szálanyag tömegére vonatkoztatva), x % Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 7,5x % NaCl. Kb. 2 g szövetet 1:50 fürdőarány mellett színeztem 90 °C-on 50/perc fordulatszám mellett 110 percig. A színezés után a szöveteket 100 cm<sup>3</sup> forró desztillált vízben, majd 4-szer 100 cm<sup>3</sup> hideg desztillált vízben mostam. A mosóleveket a mérésekhez összegyűjtöttem.

A felvett színezék mennyiségét UV-VIS spektrofotometriás módszerrel határoztam meg. A méréshez szükséges hígítás után a színezék elnyelési maximumához tartozó hullámhosszon (14. táblázat) mértem a kiindulási színező fürdő, valamint a mosólevelekkel kiegészített kimerült fürdő abszorbanciáját. A szálon levő színezék mennyiségét kalibrációs görbe segítségével a

kiindulási és a kimerült fürdő koncentrációjának és a színezett textilívia tömegének ismeretében számítottam ki.

A színezést a következő színezékkoncentrációk mellett végeztem: 0,2; 0,4; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0 [%] a szálanyag tömegére vonatkoztatva.

**4. A szál morfológiája (F.3.4.)**

- a. nitrogénszorpció
- b. pásztázó elektronmikroszkópia (SEM)

**5. A kelme mechanikai tulajdonságai (F.3.5.)**

- a. szilárdsági jellemzők (szakítószilárdság, szakadási nyúlás, kopásállóság)
- b. mosás utáni simára száradás (felületi gyűröttség)
- c. gyűrődésfeloldó képesség (száraz, nedves)
- d. méretváltozás
- e. hajlítási hossz, hajlítási merevség, és

**6. Színváltozás (F.3.6.)**

- a. színezett szövet színének változása

**3.3. Kémiai kikészítés**

**3.3.1. Műgyantás kikészítési technológiák**

A műgyantás kikészítéshez 3 különböző, forgalomban lévő műgyantát használtam [Stabitec ETR (Henkel), Reaknitt (Bezema), Knittex FA (CIBA)] nedves és száraz kondenzációs technológiát alkalmazva. Mindhárom műgyanta a formaldehid-szegény kikészítőszerk közé tartozik, a könnyű kezelhetőség elérésére alkalmazzák a textiliparban. Az elért hatásokat a gyűrődésfeloldó képesség és a szakítószilárdság változásán keresztül értékeltem.

Kutatómunkámban a műgyantás kikészítést a folyékony ammóniás kezelést követően alkalmaztam. Különböző kikészítőszer- és savkoncentrációk függvényében mértem a kikészítés hatására bekövetkező változásokat. A kémiai kikészítéseket száraz- vagy nedves- kondenzációs technológiával végeztem. A kikészítsek technológiája a függelékben (F.4.), a változtatott paraméterek és a használt jelölések pedig a mérési módszerek fejezetben (3.3) (15-21. táblázat) található.

**3.3.1.1. A kutatómunka során használt kikészítési paraméterek**

A műgyantás kikészítések eredményességét minden esetben a gyűrődés-feloldási szög és a szakítóerő értékekkel jellemeztem.

A gyári technológia paramétereinek változtatása a következő táblázatokban (15. – 21. táblázatok) bemutatottak szerint történt.

Használt jelölések:

**S**- Stabitex ETR műgyanta

**R**- Reaknitt műgyanta

**K**-Knittex ETS műgyanta

**1/1**: teljes, gyári műgyanta és katalizátor koncentráció

**3/4**: 75 % műgyanta és katalizátor koncentráció

**1/2**: 50 % műgyanta és katalizátor koncentráció

**1/4**: 25 % műgyanta és katalizátor koncentráció

**n**: nedves kondenzálás

**s**: száraz kondenzálás

pl.: S1/2-n: Stabitex ETR műgyantával, 50 %-os vegyszer-koncentrációval nedves kondenzálós technológiával végzett kikészítés.

Az eredmények bemutatásánál az alábbi sorrendet követem:

A **nedves és száraz kondenzálás, valamint a vegyszer-koncentráció hatásának vizsgálata**: az eredeti receptben megadott műgyanta-, sav- és segédanyag koncentrációt arányosan csökkentettem 1,  $\frac{3}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$ ,  $\frac{1}{4}$  arányban.

15. táblázat: A vegyszer-koncentráció csökkentése Stabitex ETR műgyantával történő nedves kondenzálás során

Jelölés	Kikészítőszer	Katalizátor	Egyéb segédanyagok
S1/1-n	300 g/l Stabitex ETR	30,0 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-
S3/4-n	225 g/l Stabitex ETR	22,5 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-
S1/2-n	150 g/l Stabitex ETR	15,0 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-
S1/4-n	75 g/l Stabitex ETR	7,5 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-

16. táblázat: A vegyszer-koncentráció csökkentése Stabitex ETR műgyantával történő száraz kondenzálás során

Jelölés	Kikészítőszer	Katalizátor	Egyéb segédanyagok
S1/1-s	60 g/l Stabitex ETR	25,7 g/l MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	30 g/l Adasil SM 10 g/l Adalin NI
S3/4-s	30 g/l Stabitex ETR	19,3 g/l MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	22,5 g/l Adasil SM 7,5 g/l Adalin NI
S1/2-s	20 g/l Stabitex ETR	12,8 g/l MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	15 g/l Adasil SM 5 g/l Adalin NI
S1/4-s	10 g/l Stabitex ETR	6,4 g/l MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	7,5 g/l Adasil SM 2,5 g/l Adalin NI

17. táblázat: A vegyszer-koncentráció csökkentése Reaknitt műgyantával történő nedves kondenzálás során

Jelölés	Kikészítőszer	Katalizátor	Egyéb segédanyagok
<b>R1/1-n</b>	180 g/l Reaknitt B-FV	70 g/l Reaknitt Katalysator FV	30,0 g/l Polyavin PEN 20,0 g/l Tubingal RWM 3,0 g/l Kollasol HV
<b>R3/4-n</b>	135 g/l Reaknitt B-FV	52,5 g/l Reaknitt Katalysator FV	22,5 g/l Polyavin PEN 15,5 g/l Tubingal RWM 2,25 g/l Kollasol HV
<b>R1/2-n</b>	90 g/l Reaknitt B-FV	35 g/l Reaknitt Katalysator FV	15,0 g/l Polyavin PEN 10,0 g/l Tubingal RWM 1,5 g/l Kollasol HV
<b>R1/4-n</b>	45 g/l Reaknitt B-FV	17,5 g/l Reaknitt Katalysator FV	7,5 g/l Polyavin PEN 5,0 g/l Tubingal RWM 0,75 g/l Kollasol HV

18. táblázat: A vegyszer-koncentráció csökkentése Reaknitt műgyantával történő száraz kondenzálás során

Jelölés	Kikészítőszer	Katalizátor	Egyéb segédanyagok
<b>R1/1-s</b>	180 g/l Reaknitt BC	36 g/l CHT-Katalysator BFM	30,0 g/l Polyavin PEN 20,0 g/l Tubingal RWM 30,0 g/l Tubingal FAM 3,0 g/l Kollasol HV
<b>R3/4-s</b>	135 g/l Reaknitt BC	27 g/l CHT-Katalysator BFM	22,5 g/l Polyavin PEN 15,0 g/l Tubingal RWM 22,5 g/l Tubingal FAM 2,3 g/l Kollasol HV
<b>R1/2-s</b>	90 g/l Reaknitt BC	18 g/l CHT-Katalysator BFM	15,0 g/l Polyavin PEN 10,0 g/l Tubingal RWM 15,0 g/l Tubingal FAM 1,5 g/l Kollasol HV
<b>R1/4-s</b>	45 g/l Reaknitt BC	9 g/l CHT-Katalysator BFM	7,5 g/l Polyavin PEN 5,0 g/l Tubingal RWM 7,5 g/l Tubingal FAM 0,75 g/l Kollasol HV

19. táblázat: A vegyszer-koncentráció csökkentése Knittex FA műgyantával történő nedves kondenzálás során

Jelölés	Kikészítőszer	Katalizátor	Egyéb segédanyagok
<b>K1/1-n</b>	150 g/l Knittex FA	120 ml/l cc HCl	50,0 g/l Turpex ACN
<b>K3/4-n</b>	112 g/l Knittex FA	90 ml/l cc HCl	37,5 g/l Turpex ACN
<b>K1/2-n</b>	75 g/l Knittex FA	60 ml/l cc HCl	25,0 g/l Turpex ACN
<b>K1/4-n</b>	40 g/l Knittex FA	30 ml/l cc HCl	12,5 g/l Turpex ACN

A **katalizátorkoncentráció hatása:** az eredeti receptben megadott katalizátor (HCl) koncentrációt csökkentettem az alább megadott módon (20. táblázat).

Használt jelölések:

**1:** teljes (gyári) műgyanta koncentráció

**a:** 100 % katalizátor (cc HCl) koncentráció a gyári recepthez képest

**b:** 75 % katalizátor (cc HCl) koncentráció a gyári recepthez képest

**c:** 50 % katalizátor (cc HCl) koncentráció a gyári recepthez képest

**d:** 25 % katalizátor (cc HCl) koncentráció a gyári recepthez képest

**n:** nedves kondenzálás

20. táblázat: A katalizátor (HCl) koncentráció csökkentése Knittex FA műgyantával történő nedves kondenzálás során

Jelölés	Kikészítőszerszer	Katalizátor	Egyéb segédanyagok
<b>K1a-n</b>	150 g/l Knittex FA	120 ml/l cc HCl	50 g/l Turpex ACN
<b>K1b-n</b>	150 g/l Knittex FA	100 ml/l cc HCl	50 g/l Turpex ACN
<b>K1c-n</b>	150 g/l Knittex FA	80 ml/l cc HCl	50 g/l Turpex ACN
<b>K1d-n</b>	150 g/l Knittex FA	60 ml/l cc HCl	50 g/l Turpex ACN

Megjegyzés: a táblázatban zölddel kiemeltem a változtatott paramétereket

A **kikészítőszerszer koncentráció és a katalizátor koncentráció hatása:** (21. táblázat)

21. táblázat: A vegyszer- és savkoncentráció csökkentése Stabitex ETR műgyantával történő nedves kondenzálás során

Jelölés	Kikészítőszerszer	Katalizátor
<b>S1/1-1/1n</b>	300 g/l Stabitex ETR	30,0 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>S3/4-3/4-n</b>	225 g/l Stabitex ETR	22,5 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>S3/4-1/2-n</b>	225 g/l Stabitex ETR	15,0 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>S3/4-1/4-n</b>	225 g/l Stabitex ETR	7,5 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>S1/2-1/2-n</b>	150 g/l Stabitex ETR	15,0 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>S1/2-1/4-n</b>	150 g/l Stabitex ETR	7,5 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>S1/4-1/4-n</b>	75 g/l Stabitex ETR	7,5 ml/l cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>

## 4. Eredmények, értékelés

A vizsgálatok során nyert eredményeimet két nagy fejezetre osztva tárgyalom. Az első részben folyékony ammóniás kezelés hatására a lenszövetek tulajdonságaiban bekövetkező változásokat értékelem, továbbá féllen szövetek esetén összehasonlítom a len és pamut összetevők viselkedését. A második részben a folyékony ammóniás kezelést követő műgyantás kikészítés eredményességét jellemzem.

### 4.1. Folyékony ammóniás kezelés hatása len-, féllen és pamutszövetek tulajdonságaira

A molekuláris szintű változásokat a polimerizációs fok meghatározásával kerestem. A cellulóz kristályszerkezetében bekövetkező változásokat röntgendiffrakció segítségével, a szálak felületén, keresztmetszetében történeteket elektronmikroszkópos felvételek alapján értékeltem. A folyékony ammóniás kezelés hatására megváltozott pórusszerkezetet a jód-, vízgőz- és nitrogénszorpcióval, valamint a vízvisszatartással jellemeztem. Vizsgáltam továbbá a lenszövet mechanikai tulajdonságaiban ammóniás kezelés hatására bekövetkező változásokat, valamint az ammóniázás hatását a színezett szövetek színére, valamint a szövetek színezhetőségére vonatkozóan.

#### 4.1.1. Molekuláris jellemzők

A komplex lenszál *kémiai összetétele* az ammóniában kioldódó kísérőanyagok hatására változhat. Az irodalomban a cellulóz polimerizációs fokának kismértékű csökkenéséről is jelent meg közlemény (Lambrinou, 1975; Kratz és Funder, 1987), ezért a cellulóz polimerizációs fokát is mértem. Lambrinou (1975), Kratz és Funder (1987) ammóniával végzett kezelés után a len cellulóz tartalmának károsodását, a polimerizációs fok csökkenését tapasztalták, ami a rövid idejű kezelést és az azt követő gyors mosást tekintve meglepő.

Valós polimerizációs fok értéket a féllen szövetek pamut komponensére kaptam, a len komponensre számított polimerizációs fok – a len komplex összetétele miatt – csak jó becslésnek tekinthető (22. és 23. táblázat). Féllen szövetek esetén a pamut komponens polimerizációs foka kb. 4 %-kal csökkent, a len komponensé kb. 2 %-kal csökkent folyékony ammóniás kezelés hatására. A szórás értékeket figyelembe véve az eltérés egyik komponens esetében sem utal cellulóz-degradációra.

22. táblázat: Félien szövetek cellulóztartalmának polimerizációs foka folyékony ammóniás kezelés előtt és után

Minta jele	POLIMERIZÁCIÓ FOK			
	Pamut komponens		Len komponens	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
PL-s/140	1760 ± 90	1630 ± 100	1690 ± 80	1720 ± 20
PL-l/144	2200 ± 170	2020 ± 60	2260 ± 90	2130 ± 180
PL-s/146	2310 ± 30	2350 ± 10	2190 ± 150	2140 ± 100
PL-f/148	2120 ± 110	2020 ± 120	2110 ± 80	2100 ± 80
PL-f/203	2010 ± 60	1980 ± 160	1950 ± 60	1880 ± 30
PL-l/204	1970 ± 30	1880 ± 80	1880 ± 30	1850 ± 80

Lenszöveteknél nem mutatkozik szignifikáns különbség a cellulóz polimerizációs fokában folyékony ammóniás kezelés hatására, tehát **a duzzasztó kezelés nem okoz lánctöredezést a cellulózban** (23. táblázat).

23. táblázat: Lenszövetek cellulóztartalmának polimerizációs foka folyékony ammóniás kezelés előtt és után

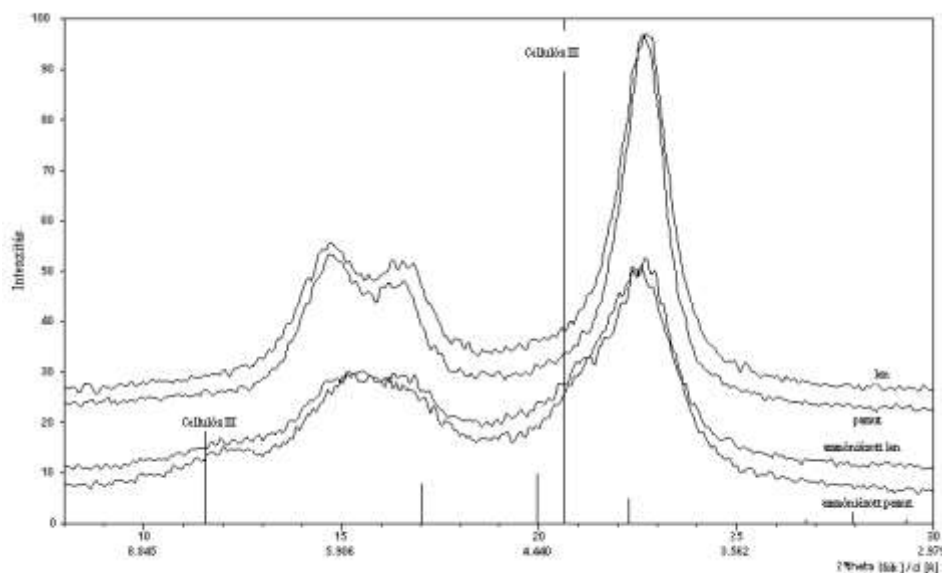
Minta jele	POLIMERIZÁCIÓ FOK	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
L-f/130	2030 ± 10	2000 ± 10
L-s/145	1690 ± 60	1730 ± 10
L-f/174	1980 ± 90	1900 ± 50
L-s/201	1810 ± 20	1830 ± 10
L-f/220	2280 ± 150	2270 ± 140
L-l/242	2060 ± 110	2010 ± 60

Az ammóniás kezelés egyik esetben sem változtatta meg a mért polimerizációs fokot. A pamut esetében ez megfelel a várakozásnak. A len esetében a kismolekulájú kísérőanyagok kioldódása elvileg növelhette volna az átlagos polimerizációs fokot.

#### 4.1.2. Kristályszerkezet változása

Az elméleti bevezetőben már említett (Cellulóz I – Cellulóz III) szerkezetátalakulást **röntgendiffrakció** segítségével jellemeztem. Egy kiválasztott (PL-s/140- APL-s/140) féllen szövetpár len és pamut komponenseinek folyékony ammóniás kezelés előtti és utáni röntgendiffraktogramjai a 18. ábrán láthatók. A Cellulóz III kristályrácsára jellemző intenzitás a  $2\theta$   $12^\circ$  és  $2\theta$   $21^\circ$  értékeknél jelentkeznek. A folyékony ammóniával kezelt szövetből származó pamut és len alkotók röntgendiffraktogramjai bizonyítják, hogy a Cellulóz III  $\rightarrow$  Cellulóz I visszaalakulás nem volt teljes, ezért megfigyelhetők a Cellulóz III-ra jellemző reflexiók helyek

(csúcsok) mindkét szubsztrátumban. Az intenzitás csökkenés és a kiszélesedő csúcsok jelzik a kevésbé kristályos cellulóz jelenlétét a végtermékben. A pamut és a len viselkedése hasonló, a röntgen-diffraktogramokon nem figyelhető meg jelentős eltérés. Az ábrán az is látható, hogy Cellulóz III mennyisége 15-30 % mind a pamut (lánc) mind a len (vetülék) komponensnél azonos, az intenzitás 10 körüli, valamint az amorf és kristályos arány is nagyon hasonló.



18. ábra: Féllen szövet pamut (láncfonal) és len (vetülékfonal) alkotóinak röntgendiffraktogramjai folyékony ammóniás kezelés előtt (PL-s/140) és után (APL-s/140)

Az általam vizsgált szöveteket nedves eljárással (Beau-Fixe) kezelték, így az ammóniás telítés után vízzel mosták ki az ammóniát a szövetből. A szakirodalom szerint (Rousselle, 1976) nedves eljárás után a szövetben nyomokban (4-5 %) találtak Cellulóz III-at (5. táblázat). A **kristályos rész csökkenését**, az **amorf rész növekedését** a saját eredményeim is alátámasztják.

#### 4.1.3. Hozzáférhetőség

Nedvesség hatására a szál megduzzad, a cellulóz intermolekuláris hidrogénkötéseinek egy része felszakad, a cellulóz hidroxilcsoportjai és a víz között alakulnak ki hidrogénkötések. A cellulózmolekulák hozzáférhetősége vizes állapotban a különböző vizes kezelések során jelentős, ezért fontos, hogy a hozzáférhetőségről különböző módszerekkel információt nyerjünk (Tóth, 2003).

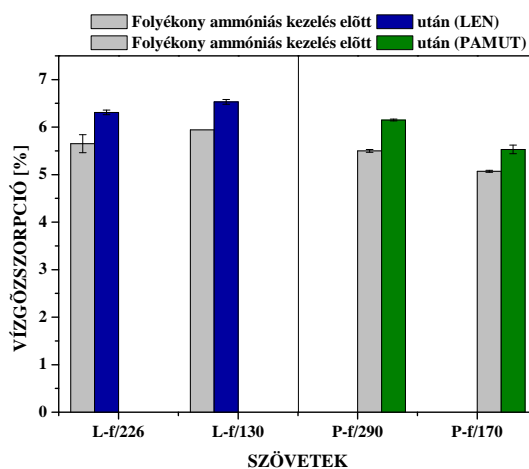
A pamutszál gyakorlatilag tiszta cellulóz, a hozzáférhetőségi adatok a cellulózra jellemzőek, míg a lenszálak esetén a cellulóz nagyobb mennyiségben jelenlevő kísérőanyagai (hemicellulóz, pektin, lignin) is befolyásolják a komplex rendszer hozzáférhetőségét. A rendezetlen szerkezetű kísérő szénhidrátok hozzáférhetősége nagyobb, mint a cellulózé, míg a rostok falába beépült, illetve rostközi (apoláris) ligniné kisebb. A hozzáférhetőség különböző módszereivel a komplex

rendszer eredő hozzáférhetőségét mértem. A hozzáférhetőség változásának jellemzése során először két pár fehérített len- és két pár fehérített pamutszövetet (folyékony ammóniás kezelés előtt és után) vizsgáltam. Ezt követően 6 féllen szövetpár esetén vizsgáltam a pamut és len komponensek szorpciós tulajdonságait. A vizsgált len (F.5./37. táblázat) és pamutszövetek (F.5./38. táblázat) szorpciós- és vízvisszatartási értékei a függelékben találhatóak.

*A hozzáférhetőség jellemzésére a következő vizsgálati módszereket alkalmaztam:*

#### a. egyensúlyi vízgőzszorpciós kapacitás

Folyékony ammóniás kezelés hatására a lenszövetek vízgőz szorpciója nőtt (5,65-ről 6,31-re; illetve 5,94-ről 6,53-ra) (19. ábra). Pamutszöveteknél is hasonló mértékű növekedés mértem (5,50-ről 6,15-re; illetve 5,07-ről 5,53-ra). A vízgőzszorpció növekedése összefügg a cellulóz kristályosságának csökkenésével és az amorf fázis növekedésével. A röntgen-diffraktogramokon (19. ábra) len és pamut komponens esetén is látható volt a kristályos rész csökkenése és az amorf fázis növekedése. Az amorf fázis kismértékű növekedését tehát alátámasztja a len- és pamutszövetek esetén (F.5./37-38. táblázat) mért kb. 10 %-os vízgőzszorpciós kapacitásnövekedés.



19. ábra: Len és pamutszövetek vízgőzszorpciója folyékony ammóniás kezelés előtt és után

A kiindulási féllen szöveteknél a pamut összetevő vízgőzszorpciós kapacitása kicsit nagyobb (5,1-5,6 %), mint a len komponensé (4,8-4,9 %) (24. táblázat). A folyékony ammóniás kezelés mindkét komponens vízgőzszorpciós képességét növelte: pamutnál 14 – 25 %-kal, lennél 8 – 12 %-kal. A féllen szöveteknél mért eredmények összhangban vannak a len- illetve pamutszövetekre mért eredményekkel.

24. táblázat: Féllen szövetek pamut- és len komponensének vízgőzszorpciós kapacitása a folyékony ammóniás kezelés előtt és után

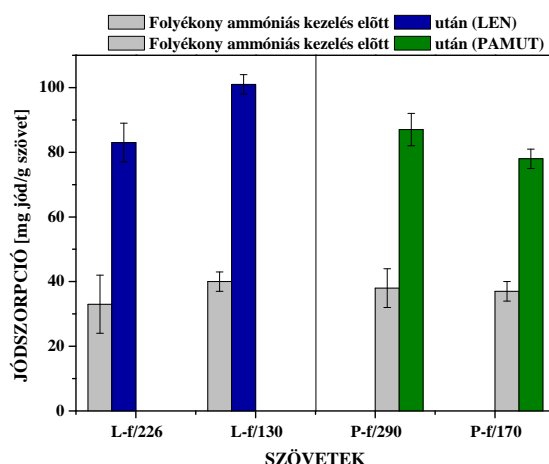
Minta jele	VÍZGŐZSZORPCIÓ [%]			
	Pamut (lánc)		Len (vetülék)	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
PL-s/140	5,4 ± 0,1	6,4 ± 0,1	4,8 ± 0,1	5,2 ± 0,1
PL-l/144	5,6 ± 0,1	6,2 ± 0,1	4,8 ± 0,1	5,3 ± 0,1
PL-s/146	5,1 ± 0,1	6,4 ± 0,1	4,8 ± 0,1	5,3 ± 0,1
PL-f/148	5,4 ± 0,1	6,3 ± 0,3	4,9 ± 0,1	5,5 ± 0,1
PL-f/203	5,4 ± 0,1	6,3 ± 0,2	4,8 ± 0,1	5,2 ± 0,1

Bredereck és Buschle-Diller (1998) szerint a vízmolekula helyigénye  $0,118 \text{ nm}^2$ , amiből a becsült molekula-átmérője kb.  $0,19 \text{ nm}$ . Zeronian és társai (1983) szerint a vízmolekula helyigénye  $0,148 \text{ nm}^2$ ,  $d = 0,22 \text{ nm}$ . Ezek alapján jó közelítéssel megadható, hogy **folyékony ammóniás kezelés hatására a  $0,2 \text{ nm}$  körüli átmérőjű molekulák számára hozzáférhető pórusok száma kb. 10 %-kal nőtt.**

#### b. jódszorpciós kapacitás

A cellulóz hozzáférhetőségének általánosan elfogadott másik mérési módszere a **jódszorpciós kapacitás**. (Nelson és társai, 1982; Schwertassek és Hochmann, 1974; Rowland és Bertoniere, 1985). Kipling szerint (1965) a jód adszorpciója jodid ionok jelenlétében analóg a gázok monomolekuláris adszorpciójával, és felhasználható a felület nagyságának meghatározására. A jód molekulaformában jodid ionok jelenlétében is csak van der Waals erővel kötődik, elsősorban a kevésbé rendezett cellulóz láncok közti szűk területeken, pl. a fibrillák felületén, illetve az üregekben. Az irodalom szerint megfelelő körülmények között tömör molekuláris réteg alakul ki a cellulóz felületén. Szoros illeszkedést feltételezve a jódmolekula helyigénye ( $0,3 \text{ nm}^2$ ) ismeretében a minta felülete kiszámítható (Bredereck és társai, 1990) (Tóth, 2003).

Lenszöveteknél kb. 150 %-os, pamutszöveteknél 110-130 %-os növekedés tapasztaltam a jódszorpciós kapacitásban folyékony ammóniás kezelés hatására (20. ábra). A kezeletlen szövetek 30-40 mg jód/g szövet adszorbeáltak, ami ammóniás kezeléssel 80-100 mg jód/g szövet értékre nőtt.



20. ábra: Len és pamutszövetek jódszorpciója folyékony ammóniás kezelés előtt és után

Féllen szövetekre is (25. táblázat) az előzőekben tett megállapítások érvényesek, vagyis a **folyékony ammóniás kezelés növelte mindkét komponens jódszorpciós kapacitását**. A kikészítettség foka, illetve a négyzetmétertömeg változása és a jódszorpciós kapacitás nagysága között nem találtam összefüggést az általam vizsgált szöveteknél.

25. táblázat: Féllen szövetek jódszorpciós képessége pamut és len komponensre külön meghatározva

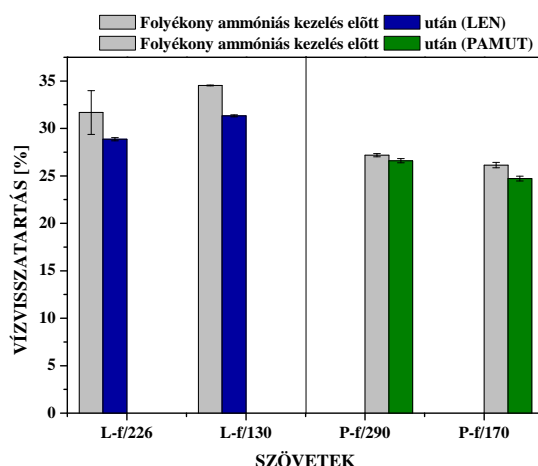
Minta jele	JÓDSZORPCIÓ [mg I <sub>2</sub> /g szövet]			
	Pamut (lánc)		Len (vetülék)	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
PL-s/140	26 ± 3	60 ± 2	14 ± 2	49 ± 2
PL-l/144	34 ± 2	61 ± 1	34 ± 2	83 ± 2
PL-s/146	18 ± 1	48 ± 4	29 ± 3	54 ± 3
PL-f/148	31 ± 2	72 ± 6	30 ± 1	60 ± 2
PL-f/203	19 ± 1	41 ± 4	24 ± 2	43 ± 2
PL-l/204	23 ± 2	54 ± 3	42 ± 3	45 ± 3

A szakirodalomban ellentmondó eredményeket találtam a jódszorpció változására vonatkozóan. Cheek és Ladish (1984) pamutra csak kismértékű jódszorpció növekedést mért a nedves folyékony ammóniás kezelést követően, és lényegesen nagyobb volt a változás a száraz eljárás hatására (6. táblázat). Bredereck és Blüher (1991) is talált különbséget az ammónia eltávolítás módjától függően, ők azonban nedves eljárást követően is jelentős, az általam mért adatokkal egyezően kb. 100 %-os növekedést mértek.

### c. vízvisszatartás

Vízvisszatartás alatt azt a vízmennyiséget értjük, amely definiált körülmények között végzett duzzasztás és mechanikai víztelenítés után a szövetben marad. A vízvisszatartás a cellulózvizsgálatok körében elterjedten alkalmazott módszer a szálanyag szerkezeti

tulajdonságaival összefüggő „hozzáférhetőség” jellemzésére (Jayme és Roffach, 1970). Bredereck szondamolekulákkal végzett kizárásos kromatográfiás mérései szerint a vízvisszatartás-értékek megegyeznek a vízbe merült cellulóz 0,5-20 nm átmérőjű pórusainak ösztérfogatával (Bredereck és társai, 1990). A folyékony ammóniás kezelés lenszöveteknél csökkentette, pamutszöveteknél gyakorlatilag nem változtatta meg a vízvisszatartást (21. ábra).



21. ábra: Len és pamutszövetek vízvisszatartása folyékony ammóniás kezelés előtt és után

Féllen szövetek (26. táblázat) vizsgálatánál azt tapasztaltam, hogy a láncirányban található pamut komponens vízvisszatartása a folyékony ammóniás kezelést követően gyakorlatilag nem változott, míg a vetülékirányban található len komponens vízvisszatartása átlagosan 12 %-kal csökkent.

26. táblázat: Féllen szövetek vízvisszatartása a pamut és len komponensre külön meghatározva

Minta jele	VÍZVISSZATARTÁS [%]			
	Pamut (lánc)		Len (vetülék)	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
PL-s/140	35,2 ± 1,5	35,6 ± 1,0	42,6 ± 2,2	39,6 ± 1,1
PL-l/144	37,7 ± 0,1	35,5 ± 0,8	44,6 ± 1,8	40,2 ± 0,7
PL-s/146	34,4 ± 0,6	35,0 ± 0,7	47,5 ± 0,1	40,2 ± 2,2
PL-f/148	33,0 ± 0,8	34,2 ± 0,5	49,3 ± 0,7	43,5 ± 0,6
PL-f/203	33,6 ± 0,6	34,6 ± 0,7	51,2 ± 1,7	41,8 ± 0,5
PL-l/204	36,9 ± 0,5	35,1 ± 0,2	49,9 ± 1,1	44,7 ± 1,9

A szakirodalomban azt találtam, hogy a száraz eljárás nem változtatja meg a szövetek vízvisszatartását, míg a nedves eljárás jelentősen növeli. Az általam vizsgált pamutszöveteknél nem változott a vízvisszatartás a szakirodalomban leírtakkal ellentétben.

Megállapítható, hogy a folyékony ammóniás kezelés lennél jelentősen csökkenti, míg pamutnál nem változtatja meg a vízvisszatartási képességet. A vízvisszatartás mérésével

0,5-20 nm átmérőjű pórusok összterületét jellemezve folyékony ammóniás kezelés hatására **lenszöveteknél a 0,5-20 nm átmérőjű pórustérfogat csökkent, pamutszöveteknél közel állandó maradt.**

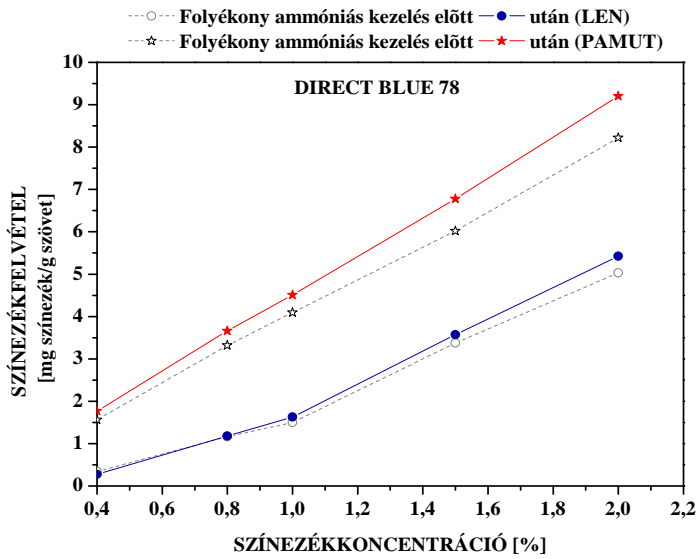
#### **d. színezékszorpció változása folyékony ammóniás kezelés után**

A direkt színezékek nagy molekulatömegű, két dimenzióban kiterjedt koplánáris vegyületek, amelyek elektrolit jelenlétében lúgos közegben közvetlenül megszínezik a cellulóz alapú szálanyagokat. Adszorpció során H-kötések (a cellulóz OH-csoportjai és a színezék elektronegatív N,O,S atomjai között (Shore, 1995)) és Van der Waals féle erők segítségével kötődnek meg, és nem alakul ki primer kémiai kötés. A másodlagos kötőerőkkel történő kapcsolat miatt a direkt színezékek alkalmasak a cellulóz alapú szövetek szorpció tulajdonságainak vizsgálatára.

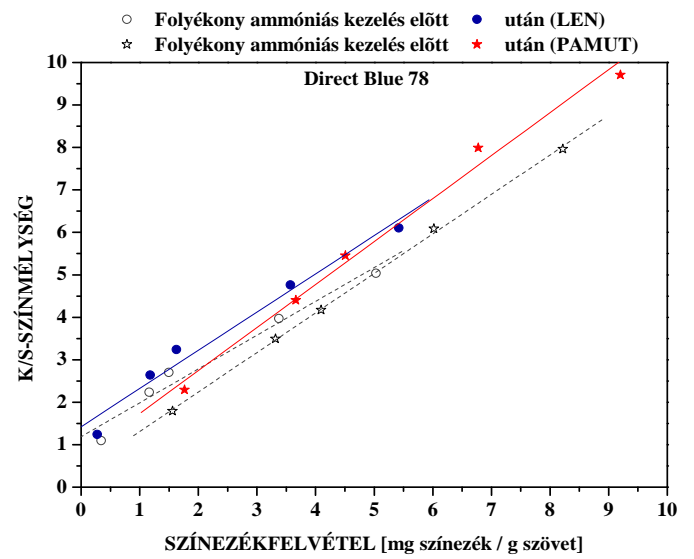
A szakirodalom szerint a szövetek 2-6 nm átmérőjű pórusaiban lejátszódó változások jellemezőek a szövetek **színezékfelvételére**. A szorbeált színezék mennyisége a szál színezék számára hozzáférhető felületével, az elért színhatás (K/S) pedig a színezék tartalommal és a belső fényszórással függ össze (Mátyus és társai, 1982).

Az általam vizsgált színezékkoncentrációknál meghatározott színezékfelvétel értékek a F.5./39.-40. táblázatban találhatóak, szemléltetésre egy len és egy pamut szövetpárt választottam (22-23. ábra). A színezés 90 °C-on, 110 percig tartott.

Két színezéssel végeztem színezést, majd mértem a színezékfelvételt. A színezékek koncentrációját növelve a színezékfelvétel nő. A pamutszövetek mindkét színezékből többet vettek fel, mint a lenszövetek. A színezékfelvétel a sárga színezék esetén jelentősebb, mint a kék színezéknél. Lenszöveteknél a kezeletlen és a folyékony ammóniával kezelt szövetek között a színezékfelvételben átlagosan 9-17 %-os különbség mérhető, míg pamutszöveteknél 9-11 % körüli, tehát kisebb mértékű a különbség. 0,8 % színezékkoncentráció felett **a folyékony ammóniával kezelt szövet több színezéket vett fel, mint a nem ammóniázott párja.**



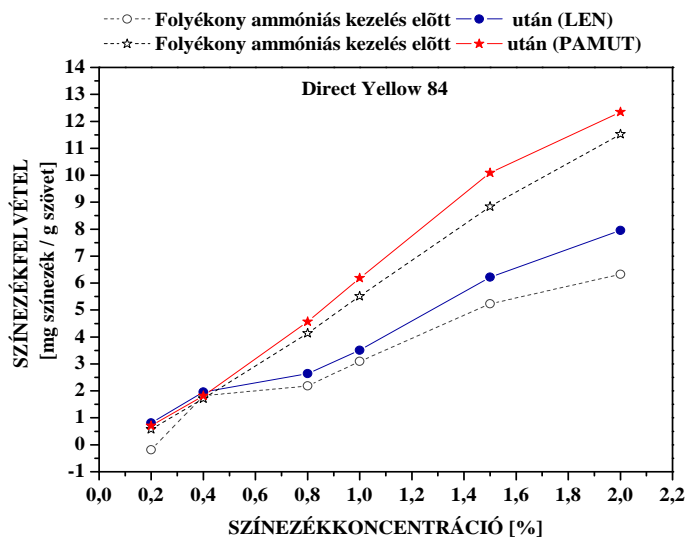
(a)



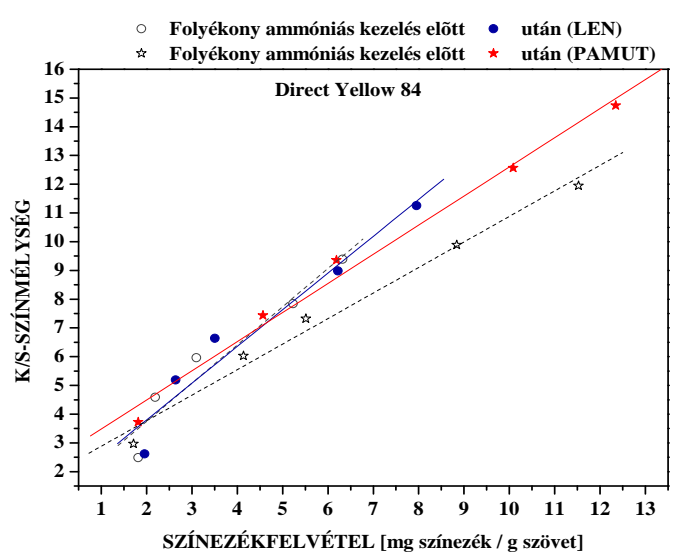
(b)

22. ábra: Len (L-f/226 – AL-f/226) és pamut (P-f/290 – AP-f/290) szövetek Direct Blue 78 (a) színezékvétele a színezékkoncentráció függvényében és (b) színmélysége a színezékvétel függvényében, folyékony ammóniás kezelés előtt és után

A K/S értékeket a színezékvétel függvényében ábrázolva (22b., 23b. ábra) a következő megállapítások tehetők: azonos színezéktartalom esetén a **folyékony ammóniával kezelt pamutszövet színmélysége nagyobb, mint a kiindulási pamutszöveté**. Lenszöveten az effektus kisebb mértékű.



(a)

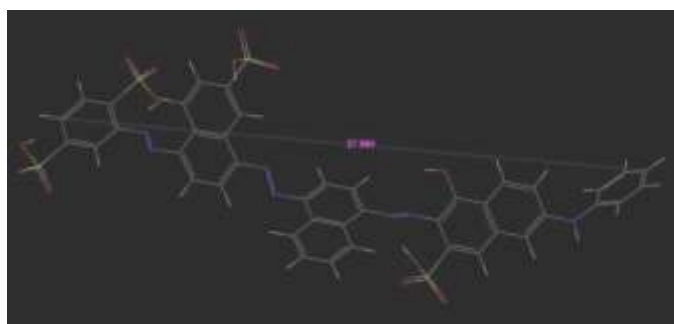


(b)

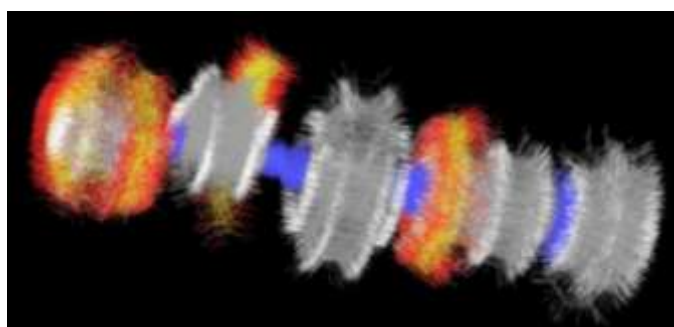
23. ábra: Len (L-f/226 – AL-f/226) és pamut (P-f/290 – AP-f/290) szövetek Direct Yellow 84 (a) színezékvétele a színezékkoncentráció függvényében és (b) színmélysége a színezékvétel függvényében, folyékony ammóniás kezelés előtt és után

A pórus szerkezet és színezékszorpció közötti kapcsolat meghatározásához szükséges volt a színezékek méretét, illetve a molekulamodellzés segítségével a rotációját meghatározni (Maekawa és társai, 1984).

A kapott konformerek egymásra helyezésével vizuálisan is jól követhető, hogy a Direct Blue 78 színezékmolekula (24.-25. ábra) torziói viszonylag gátoltak, a molekula legnagyobb kiterjedése szinte semmit nem változik a konformerek között, így a molekula átlagos térbeli befoglaló méretei kis szórással megadhatók:  $2,8 \text{ nm} \pm 3\%$ . A Direct Blue 78-as színezék egy kb.  $3,0 \text{ nm}$  átmérőjű molekulák számára hozzáférhető pórusba fér be.

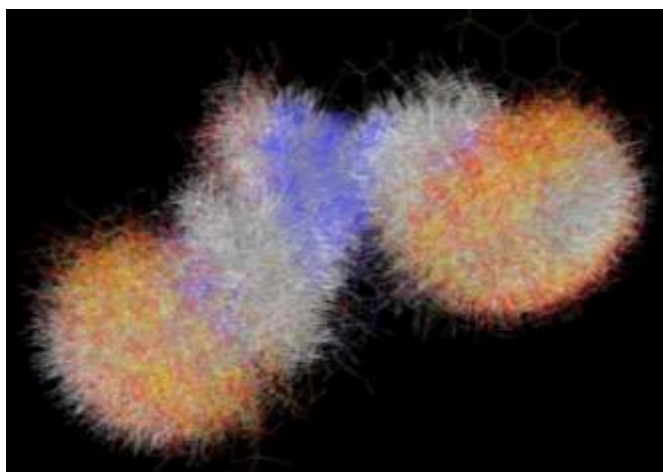


24. ábra: Direct Blue 78 színezékmolekula pálcikamodellje



25. ábra: Direct Blue 78 színezékmolekula térbeli modellje

Ezzel szemben a Direct Yellow 84 molekula (26. ábra) lényegesen flexibilisebb, így legnagyobb kiterjedése csak nagy szórás mellett lenne megadható, ami az adat mért értékekkel való összevetését lehetetlenné teszi.



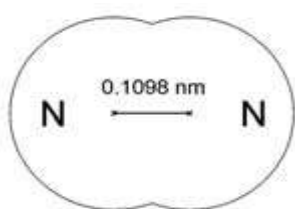
26. ábra: Direct Yellow 84 színezékmolekula térbeli modellje

A Direct Blue 78 színezék színezékfelvétele alapján elmondható, hogy **a folyékony ammóniás kezelés növelte a 2,5-3 nm átmérőjű molekulák számára hozzáférhető pórusok számát**. A színezékfelvétel a flexibilisebb sárga színezék esetén jelentősebb, mint a kék színezéknél.

#### 4.1.4. A szál morfológiája

##### a. fajlagos felület, nitrogén abszorpció

Ismert, hogy a cellulózrostok fajlagos felülete vízmentes állapotban kicsi,  $1 \text{ m}^2/\text{g}$  körül van. A nitrogénmolekula (27. ábra) helyigénye megállapodás szerint  $0,162 \text{ nm}^2$ , az irodalmi értékek  $0,129\text{-}0,177 \text{ nm}^2$  közt változnak (McCellan és Hansberger, 1967).



27. ábra: A nitrogénmolekula méretei:  $0,3054 \times 0,2991 \times 0,4046 \text{ nm}^3$  (Webster és társai, 1988)

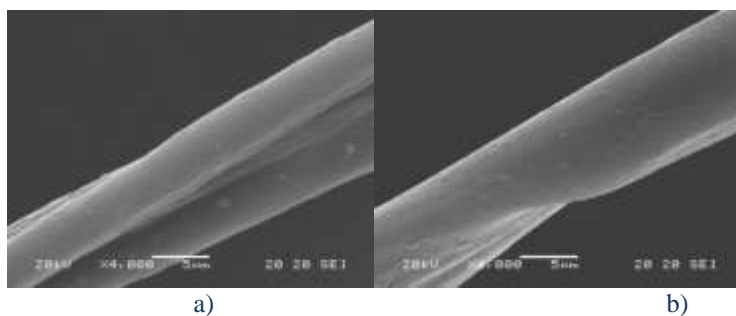
A pórusos rendszer nitrogén-gőzzel szembeni viselkedését vizsgáltam alacsony hőmérsékleten. A 27. táblázat nitrogénabszorpciós értékei azt mutatják, hogy **a lenszövetek fajlagos felülete folyékony ammóniás kezelés hatására a vizsgált szöveteknél nő**.

27. táblázat: Lenszövetek nitrogénabszorpciós képessége

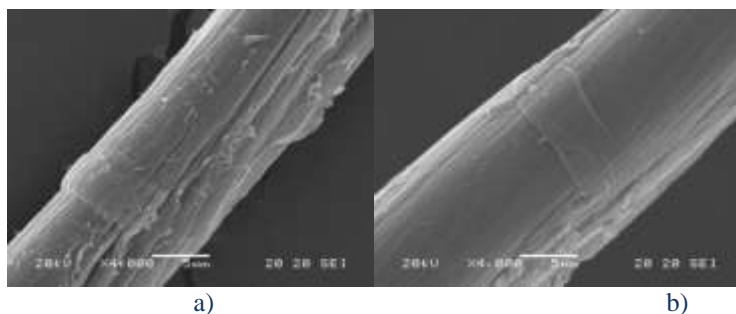
Minta jele	NITROGÉNABSZORPCIÓ [ $\text{m}^2/\text{g}$ ]	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
L-f/226	2,2	2,8
L-f/130	1,9	2,0

##### b. szárfelületi tulajdonságok

Az elektronmikroszkópos felvételeket (28.-29. ábrák) elemezve megállapítható, hogy a folyékony ammóniás kezelés egyaránt pozitív változást okoz a pamut és len szálak felületi tulajdonságaiban. A kezelés hatására a szál felülete egyenletesebbé, simábbá válik, keresztmetszete pedig kerekesebb lesz. Eltűnnek a felületi egyenetlenségek mindkét szálasanyagánál. Az elektronmikroszkóppal készült felvételeken látszik, hogy **az ammóniával kezelt lenrostok felülete simább, a megvastagodások belesimulnak a felületbe**.



28. ábra: Kezeletlen (a) és folyékony ammóniával kezelt (b) féllen szövetből származó pamut elemi szál pásztázó elektronmikroszkópos felvétele (4000x)



29. ábra: Kezeletlen (a) és folyékony ammóniával kezelt (b) féllen szövetből származó lenrost pásztázó elektronmikroszkópos felvétele (4000x)

A szálak, illetve rostok felületén bekövetkező változások a szakirodalom szerint (Bredereck és Blüher, 1991; Yatsu és társai, 1986) hatással vannak a szövetek kopásállóságára, fényességére és a színezett szövetek színkoordinátaira, illetve dörzsállóságára.

#### 4.1.5. A kelme mechanikai tulajdonságai

##### a. szövetszerkezet [I-IV]

A folyékony ammóniás kezelés jelentős változásokat okoz a szövetszerkezetben. Először a szövetek egy-egy jellemző paraméterét mértem (szövetszélességének, területi sűrűség és fonalszám), majd meghatároztam a légáteresztőképességet, amely komplexen jellemzi a szövettestben lejátszódó változások hatását. A mért eredmények átlagértékei a függelékben található (F.5./41-42. táblázat).

A százalékban kifejezett eredmények azt mutatják (28.-29. táblázat), hogy a szövetek jelentős zsugorodása következik be a duzzasztási folyamatban. **A szövetszélesség len és féllen szöveteknél azonos mértékben, kb. 8-11 %-kal csökkent.**

Lenszöveteknél a **fonalszám** lánc- és vetülékirányban is nőtt. A vetülékirányú zsugorodás nagyobb mértékű volt, mint a hosszirányú, a folyékony ammóniás kezelés során alkalmazott láncirányú feszítésnek köszönhetően. Vetülékirányban a duzzadás okozta szövetszugorodást a berendezés nem tudja hatékonyan befolyásolni, mert nem alkalmaznak vetülékirányú feszítést

illetve rögzítést. A fonalszám láncirányban a pamutfonalaknál nagyobb mértékben nőtt, vetülékirányban a lenfonalak száma közel azonos mértékben nőtt.

A lenszövetek területi sűrűsége folyékony ammóniás kezelés hatására nagyobb mértékben nőtt, mint a féllen szöveteké. A folyékony ammóniás kezelés hatására bekövetkező zsugorodás (tömörebb szövetszerkezet) okozza a szövetek légáteresztő képességének csökkenését. A légáteresztő képesség lenszöveteknél kisebb mértékben csökkent, mint a féllen szöveteknél.

28. táblázat: Lenszövetek szélességének, fonalszámának, területi sűrűségének és légáteresztő képességének változása %-ban kifejezve folyékony ammóniás kezelés hatására, a nem ammóniázott szövet (100%) értékeihez viszonyítva

Minta jele	SZÖVET-SZÉLESSÉG [%]	FONALSZÁM [%]		NÉGYZETMÉTER-TÖMEG [%]	LÉGÁTERESZTŐ KÉPESSÉG [%]
		Lánc-irány	Vetülék-irány		
AL-f/130	-11,2	9,8	4,5	20,8	-16,3
AL-s/145	-8,0	9,3	3,2	20,0	-20,3
AL-f/174	-9,2	5,6	2,2	9,8	-6,2
AL-s/201	-8,0	8,7	2,2	13,4	-22,4
AL-f/220	-9,9	9,7	2,1	15,5	-5,0
AL-l/242	-10,1	13,6	1,7	19,8	-41,1

29. táblázat: Féllen szövetek szélességének, fonalszámának, területi sűrűségének és légáteresztő képességének változása %-ban kifejezve folyékony ammóniás kezelés hatására, a nem ammóniázott szövet (100%) értékeihez viszonyítva

Minta jele	SZÖVET-SZÉLESSÉG [%]	FONALSZÁM [%]		NÉGYZETMÉTER-TÖMEG [%]	LÉGÁTERESZTŐ KÉPESSÉG [%]
		Lánc-irány	Vetülék-irány		
APL-s/140	-8,1	7,8	2,7	9,3	-23,2
APL-l/144	-9,4	7,6	1,3	8,3	-26,3
APL-s/146	-10,1	10,2	1,9	11,0	-32,0
APL-f/148	-10,0	10,1	0,9	14,2	-45,7
APL-f/203	-7,7	14,6	3,9	5,4	n.a.
APL-l/204	-8,7	7,6	0,0	5,4	-25,7

n.a.: nincs adat

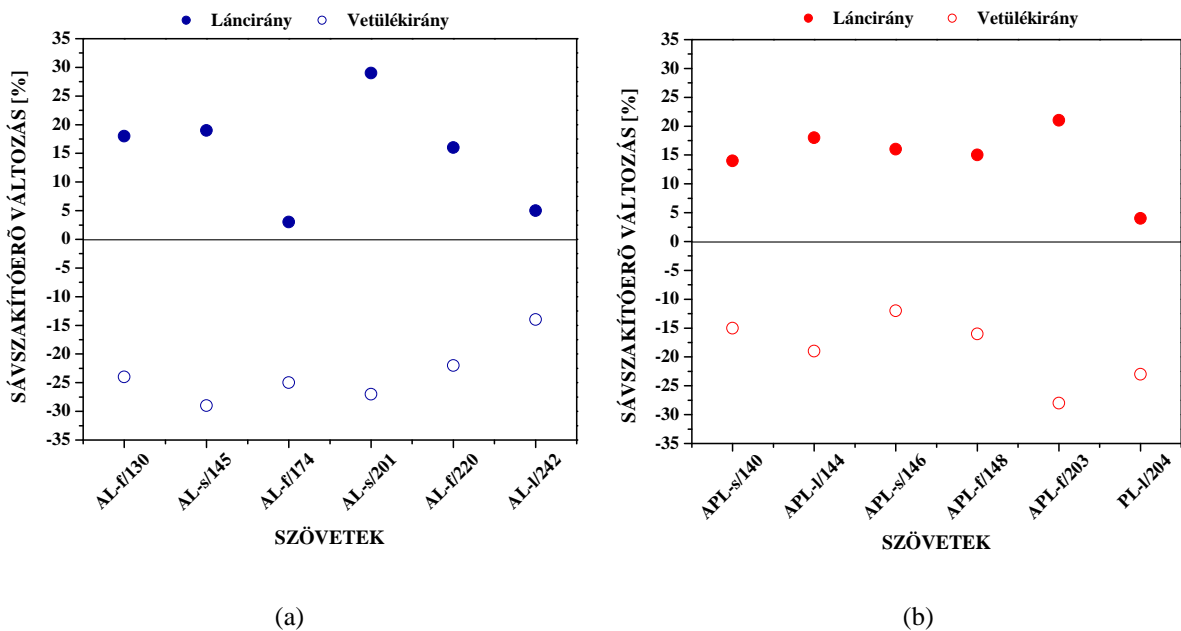
A szövetszerkezetben ammóniás kezelés hatására bekövetkező változások és a kikészítettség foka, illetve a négyzetmétertömeg között nem mutatkozott egyértelmű összefüggés.

#### b. szilárdsági jellemzők (szakítószilárdság, szakadási nyúlás, kopásállóság) [I, IV]

A folyékony ammóniás kezelés hatása jelentkezik a len és féllen szövetek szilárdsági jellemzőiben. A szilárdsági jellemzők meghatározásánál a szövetek sávszakítóerejét, nyúlását mértem, a relatív szakítóerőt számolással határoztam meg. Mértem továbbá a szövetek kopásállóságát.

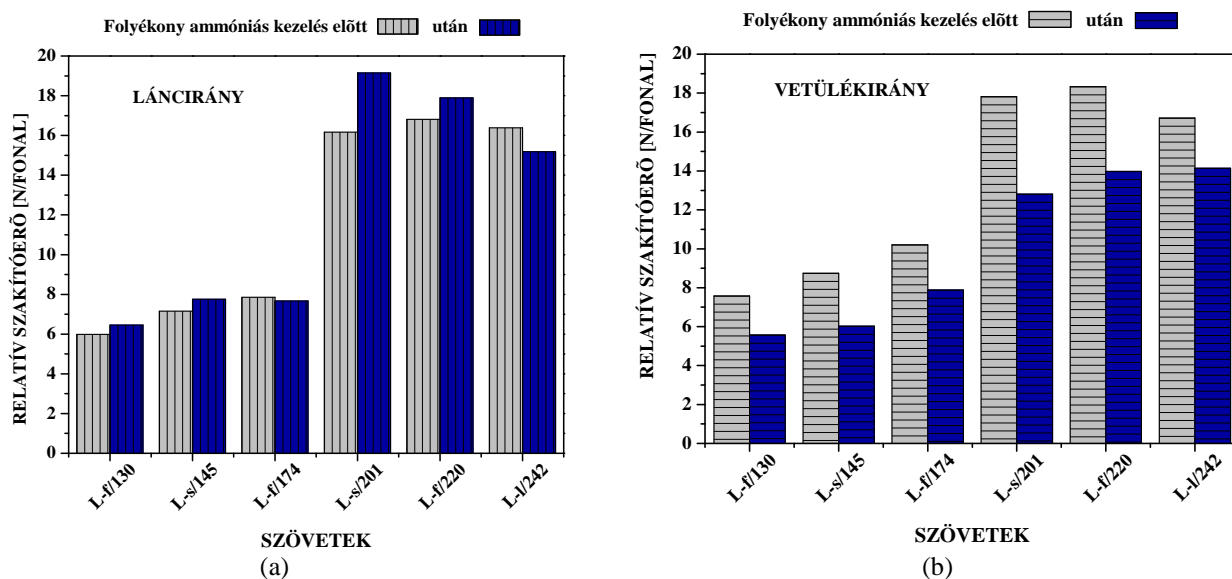
A lencszövetekre általánosan jellemző a nagy szakítóerő. Láncirányban a kiindulási értékek (600-1200 N), vetülékirányban (700- 1450 N). Folyékony ammóniás kezelés hatására a sávszakítóerő láncirányban (5-29 %-kal) nő, vetülékirányban pedig (14-29 %-kal) csökken (30a. ábra). A vetülékirányban mért szakítóerő csökkenés után is elég magas a szövetek szakítóereje (500-850 N). A láncirányban megfigyelhető javulás döntően a szövet tömörödésének tulajdonítható (nő a fonalszám 5,6-14,6 %-kal), de pozitívan befolyásolja a folyékony ammóniás kezelés során alkalmazott feszítés is, amely segíti a cellulóz orientációját (Gailey, 1970).

Féllen szövetek esetén a kiindulási láncirányban mért sávszakítóerő (450-670 N) folyékony ammóniás kezelés hatására átlagosan 15 %-kal nő (30b. ábra). Vetülékirányban a kiindulási értékek (470-810 N) kb. 18 %-kal csökkennek.



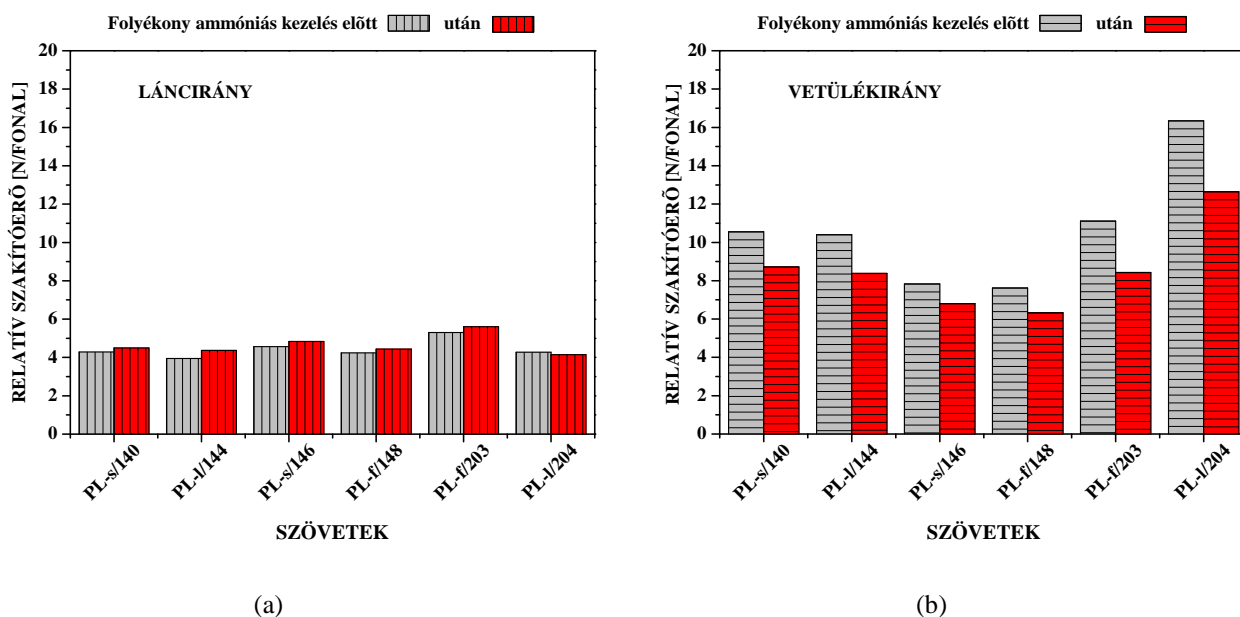
30. ábra: A sávszakítóerő százalékos változása folyékony ammóniás kezelés hatására len (a) és féllen (b) szövetek esetén a kiindulási nem ammóniázott szövetekhez viszonyítva, %-ban kifejezve

Lencszöveteknél az egy fonalra eső **relatív szakítóerő** (31a. ábra) láncirányban kismértékben nő. A folyékony ammóniás kezelés és a kezelés során alkalmazott feszítés hatására a láncfonalak szilárdsága a kezeletlenhez viszonyítva lencszöveteknél átlagosan 10 %-kal javult. Vetülékirányban átlagosan 25 %-os relatív szakítóerő romlást mértem (31b. ábra).



31. ábra: A relatív szakítóerő változása lánc (a)- és vetülékirányban (b) folyékony ammóniás kezelés hatására lenszövetek esetén

Féllen szövetek esetén láncirányban a relatív szakítóerő 6 %-kal javult (32a. ábra). Vetülékirányban átlagosan 19 %-os relatív szakítóerő romlást tapasztaltam (32b. ábra).



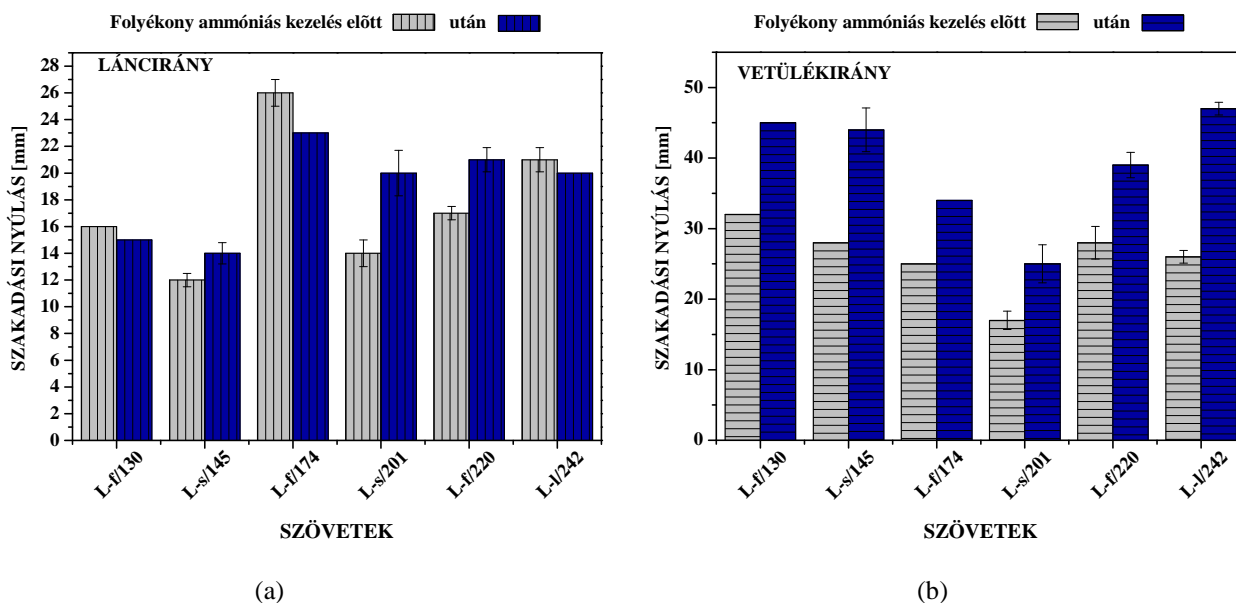
32. ábra: A relatív szakítóerő változása lánc (a)- és vetülékirányban (b) folyékony ammóniás kezelés hatására féllen szövetek esetén

Az előzőek azt mutatják, hogy a **tendencia (láncirányban kismértékű növekedés, vetülékirányban csökkenés) mindkét szövettípusra azonos, azonban az eltérés mértéke különböző.**

Az előző fejezetben bemutattam a folyékony ammóniás kezelés hatását a cellulóz kristályszerkezetére. A duzzasztás hatására a kristályosságban bekövetkező változások hatással

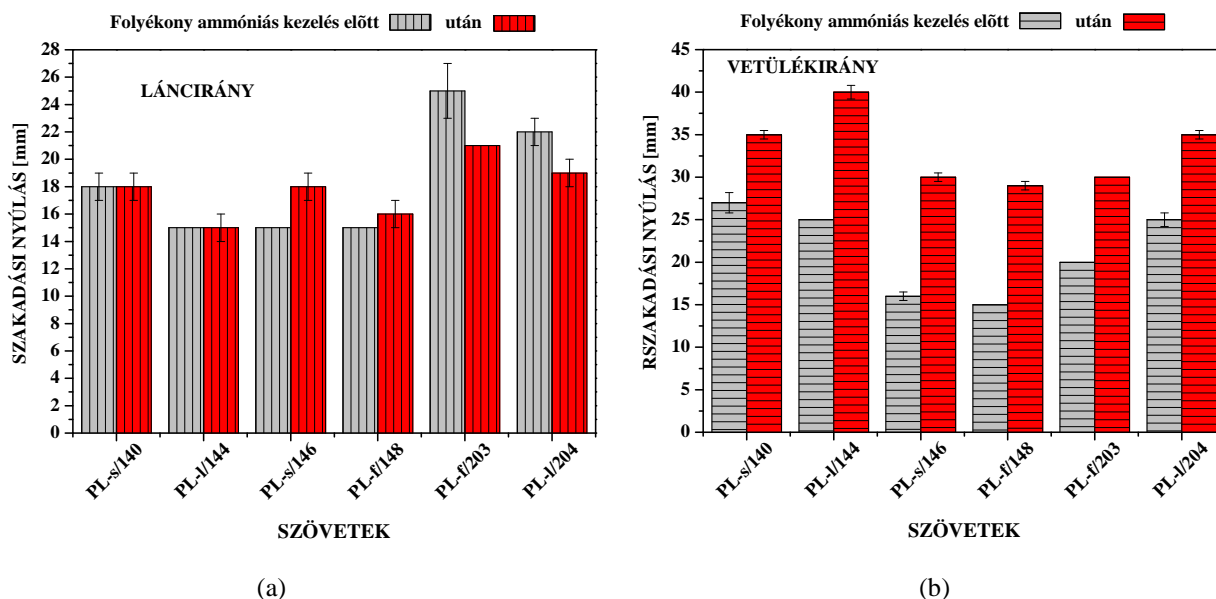
vannak a szövetek szilárdsági jellemzőire (Buschle-Diller és Zeronian 1992). Esetünkben nőtt az amorf tartomány, ami okozhatja a szilárdsági tulajdonságok csökkenését, amit némileg kompenzál a láncirányban alkalmazott feszítés hatására kialakult orientáltabb szálszerkezet.

Lenszövetek **szakadási nyúlás** értékeinek elemzésekor megállapítható, hogy **láncirányban** általában **kismértékben nő** vagy nem változik a szakadási nyúlás (33a. ábra). **Vetülékirányban** viszont minden esetben **jelentős szakadási nyúlás növekedést tapasztaltam** (33b. ábra).



33. ábra: A szakadási nyúlás változása lác (a) és vetülékirányban (b) folyékony ammóniás kezelés hatására lenszövetek esetén

Féllen szövetek láncirányban mért szakadási nyúlását vizsgálva általános érvényű, a folyékony ammóniás kezelés hatásának tulajdonítható megállapítás nem tehető (34a. ábra). Vetülékirányban viszont - a lenszövetekhez hasonlóan - jelentősen nő a szakadási nyúlás (34b. ábra).



34. ábra: A szakadási nyúlás változása lác (a) és vetülékirányban (b) folyékony ammóniás kezelés hatására féllen szövetek esetén

A kezeletlen lencszövetekre jellemző viszonylag gyenge **kopásállóság** folyékony ammóniás kezeléssel átlagosan 23 %-kal javult (30. táblázat). (Az egyes szövetek kopásállóság értékei között mutatkozó eltérések oka adódhat az eltérő szövetszerkezetből, finomságból, előkezelésekből, stb.) Az elektronmikroszkóppal készült felvételeken - melyet az előző fejezetben mutattam be - látszik, hogy az ammóniával kezelt lenrostok felülete simább, a megvastagodások belesimulnak a felületbe, ami hozzájárul a jelentős kopásállóság növekedéshez.

30. táblázat: A kopásállóság változása folyékony ammóniás kezelés hatására lencszövetek esetén

Minta jele	KOPÁSÁLLÓSÁG [fordulat]	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
L-f/130	3900 ± 2000	3200 ± 400
L-s/145	17600 ± 300	20000 ± 200
L-f/174	4100 ± 400	8500 ± 100
L-s/201	n.a.	n.a.
L-f/220	5600 ± 100	5700 ± 200
L-l/242	25800 ± 300	28100 ± 400

n.a.: nincs adat

A féllen szövetek kopásállósága is jelentősen nőtt (25-60 %) (31. táblázat). **A féllen szöveteknél nagyobb mértékű javulás mutatkozott az ammóniás kezelés hatására, mint a lencszöveteknél.**

31. táblázat: A kopásállóság változása folyékony ammóniás kezelés hatására féllen szövetek esetén

Minta jele	KOPÁSÁLLÓSÁG [fordulat]	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
PL-s/140	4000 ± 200	5200 ± 600
PL-l/144	5900 ± 2000	8000 ± 1200
PL-s/146	5200 ± 400	8500 ± 400
PL-f/148	5000 ± 1500	7900 ± 1100
PL-f/203	7600 ± 300	9500 ± 200
PL-l/204	7200 ± 100	9600 ± 100

### c. mosás utáni simára száradás (felületi gyűröttség) [II]

A szakirodalom szerint a lenszövetek hátrányos tulajdonságai – a mosás utáni felületi gyűröttség (gyenge simára száradás), fokozott gyűrődési hajlam, mérettartás - folyékony ammóniás kezeléssel javíthatók (Vigo, 1994; Lambrinou, 1975). A mosás utáni felületi gyűröttség mértékét az AATCC Smoothness Appearance Replicas (MONSANTO sablonok) segítségével határoztam meg. A sablonok 1-től 5-ig vannak számozva, az 1-es a leggyűröttebb, az 5-ös a gyakorlatilag sima felületet szimbolizálja (F.3. ábra). Habár a kiértékelés szubjektív, a gyakorlatban mégis jól alkalmazható a módszer, és jól reprodukálható eredmények nyerhetők.

A felületi gyűröttséget minősítő adatok a függelékben (F.5. /43-44. táblázat) találhatóak. Két vizsgált szövetpár fotóit a 35. ábrán mutatom be. Az adatok és a képek alapján megállapítható, hogy a szövetek mosás utáni felületi gyűröttsége jelentős mértékben függ a szövetek területi sűrűségétől. A könnyű lenszövetek mosás utáni simára száradás értéke gyengébb (1-es fokozat), mint a nehezebb szöveteké (2-es fokozat). A nehezebb szöveteknél az ammóniás kezelés hatása jelentősebb (2-ről 4-re változik), mint a könnyű szövetek esetén (1-ről 2-re változik). A kapott értékek megegyeznek az irodalomban talált eredményekkel (Lambrinou, 1975).

A féllen szövetek (F.5. /44. táblázat) már kezeletlen állapotban is jobb simára száradási fokozattal jellemezhetők, ami a pamut komponens pozitív hatásának köszönhető. Folyékony ammóniás kezelés hatására féllen szöveteknél 4-es, 5-ös értékeket állapítottam meg.

**Összességében elmondható, hogy a folyékony ammóniás kezelés jelentősen csökkenti a szövetek mosás utáni gyűröttségét és simább szövetfelületet eredményez. A jelenség legvalószínűbb oka a natív cellulóz alapú szálasanyagokban jelenlévő és a mechanikai feldolgozás során növekvő belső feszültség csökkenése az ammóniás kezelés hatására.**

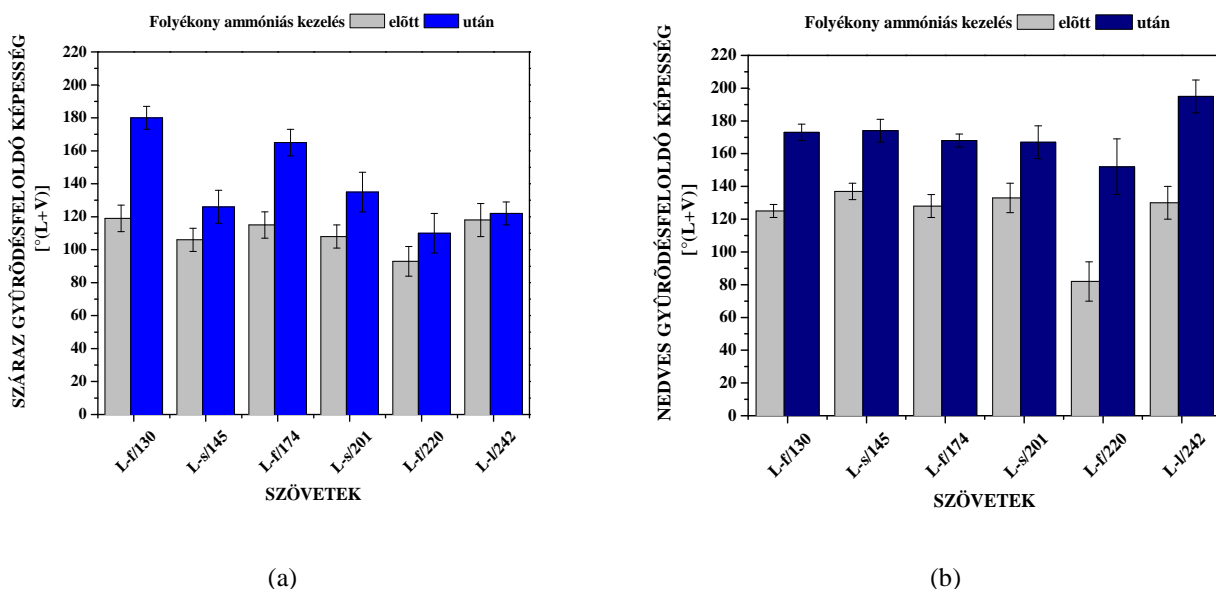


35. ábra: Kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt szövetek fotói a szövetek mosása után

**d. gyűrődésfeloldó képesség (száraz, nedves) [II]**

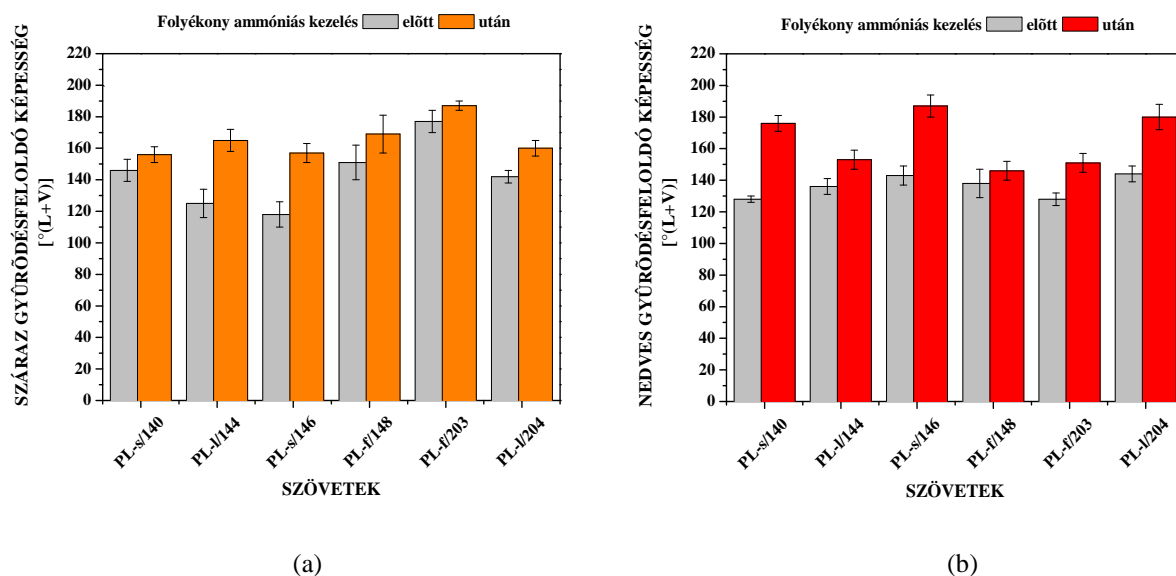
A lenszövetekre jellemző fokozott gyűrődési hajlam valószínűleg a cellulóz magas fokú orientációjának az eredménye (Booth, 1969). Ez a kedvezőtlen tulajdonság sok esetben gátolja, hogy a lenszövetekből kiváló minőségű ruházat készüljön.

A 36. ábrán bemutatom a lenszövetek (a) száraz és (b) nedves állapotban mért gyűrődésfeloldó képességét a folyékony ammóniás kezelés előtt és után. Jól látszik, hogy a szövetek **gyűrődésfeloldó képessége** folyékony ammóniás kezelés hatására jelentősen javul. A száraz állapotban mért gyűrődésfeloldó képességben bekövetkező javulás átlagosan 27 %, ami azt jelenti, hogy a 90-120 fokos kiindulási értéket 110-180 fokig sikerült növelni. A nedves állapotban mért gyűrődésfeloldási szögek átlagosan 43 %-kal, nőttek (kiindulási: 80-140; ammóniázott: 150-195).



36. ábra: Lenszövetek száraz (a) és nedves (b) állapotban mért gyűrődésfeloldó képességének változása folyékony ammóniás kezelés hatására

Folyékony ammóniás kezelés hatására a féllen szövetek száraz állapotban mért gyűrődésfeloldó képességben bekövetkező javulás átlagosan 17 % (kiindulási: 120-180; ammóniázott: 155-190). A nedves állapotban mért érték átlagosan 22 %-ot javultak (kiindulási: 130-145; ammóniázott: 145-180) (37. ábra).



37. ábra: Féllen szövetek száraz (a) és nedves (b) állapotban mért gyűrődésfeloldó képességének változása folyékony ammóniás kezelés hatására

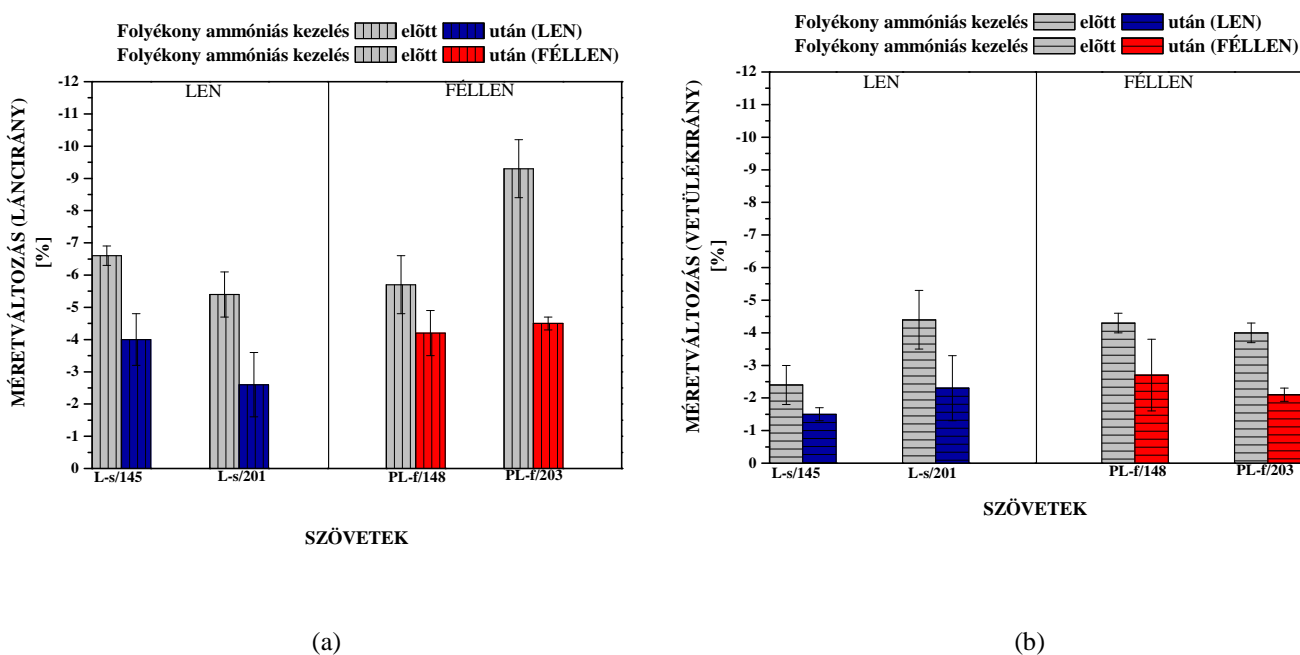
A szakirodalom szerint a „száraz” folyékony ammóniás kezelés a kis pórusok számának növekedése, így a természetes keresztkötések kialakulása miatt a száraz gyűrődésfeloldást javítja elsősorban (Rowland és társai, 1984), míg „nedves” ammóniás kezeléssel a nedves gyűrődésfeloldó képességben érhető el javulás (Bredereck, 1998). Az általam vizsgált szöveteket „nedves” eljárás szerint ammóniázták. A vizsgált szöveteknél **mind a száraz, mind a nedves gyűrődésfeloldás javul, de a nedves gyűrődésfeloldás nagyobb mértékben.** A szorpciós eredmények alapján a kis pórusok száma nőtt, a száraz állapotban mérhető javulás tehát ennek lehet a következménye. A folyékony ammóniás kezelés eredményeképpen a lenszövetek gyűrődésfeloldó képessége elérte vagy meghaladta a féllen szövetek kiindulási értékeit. A nedves gyűrődésfeloldó képességben várt javulást is alátámasztják a mérési eredményeim.

### e. méretváltozás [II]

A lenszövetek másik kedvezőtlen tulajdonsága a szövetek mosás hatására bekövetkező méretváltozása, zsugorodása.

A mért eredmények a függelékben (F.5. /47-48. táblázat) találhatóak, a jellemző tendenciát a 38. ábrán szemléltetem 2 kiválasztott len és féllen szövetpáron. Lenszöveteknél a kiindulási láncirányú átlagos 6-11 %-os zsugorodást az ammóniás kezelés 2,6-4,1 %-ra mérsékli. A kiindulási vetülékirányú zsugorodás kisebb mértékű (1,2-4,9 %), ami az ammóniás kezelés hatására nem módosul jelentősen (1,5-5,0 %). Féllen szöveteknél a kiindulási láncirányú

zsugorodás értékek a 4,5-9,3 % intervallumban vannak. Az ammóniázásnak köszönhetően jelentős javulás érhető el (3,2-4,6 %). Vetülék irányban a változás nem ennyire számottevő, a 0,3-4,6 %-os kiindulási zsugorodás 0,7-2,7 % körüli értékre javítható.



38. ábra: Len és féllen szövetek mérettartása láncirányban (a) és vetülékirányban (b) folyékony ammóniás kezelés előtt és után

Méréseim során megállapítottam, hogy **mind a len, mind a féllen szövetek mérettartása folyékony ammóniás kezelés hatására láncirányban jelentősen javult**, akár 50 %-os pozitív irányú változás is elérhető. Vetülékirányban a mosás során bekövetkező zsugorodás – a folyékony ammóniás kezelés alatt lejátszódó nagymértékű keresztirányú zsugorodásnak köszönhetően – nem jelentős. A láncirányban bekövetkező kedvező változás oka a folyékony ammóniás kezelés és a kezelés közben alkalmazott feszítés, aminek következtében szupermolekuláris szintű átalakulások történnek, csökkennek a szövetben lévő belső feszültségek, valamint egy homogénebb szálszerkezet alakul ki. Vetülékirányban nem alkalmaznak a kezelés során feszítést, ezért a rendezettebb szerkezet nem minden esetben alakul ki.

#### f. fogás, esés és külső megjelenés [IV]

A lenszövetek hátrányos tulajdonságai közé tartozik– más szálanyagokkal összehasonlítva – a durva fogás, ami kapcsolatban van a szövetek merevségével. A tulajdonság kvantitatív jellemzése többek között a hajlítási merevség értékekkel és az esési tényezővel lehetséges.

Az eredmények (32-33. táblázatok) alapján arra a megállapításra jutottam, hogy a folyékony ammóniás kezelés hatására a lenszövetek hajlítási merevsége átlagosan 39 %-kal nő, míg a féllen szöveteknél kb. 30 %-os csökkenés mérhető. A lenszövetek láncirányban, a féllen szövetek vetülékirányban (len vetülékfonalak) merevebbek.

A lác- és vetülékirányt külön vizsgálva azt tapasztaltam, hogy lácirányban a lenczövetek hajlítási merevsége jelentősen nő (11-150 %-kal), vetülékirányban nem változik, vagy csökken (~ 40%-kal), tehát a lenczövetek hajlítási merevségében bekövetkező növekedés a lácirányú növekedéséből adódik.

32. táblázat: Lenczövetek hajlítási merevségének változása lác- és vetülék irányban folyékony ammóniás kezelés hatására

Minta jele	HAJLÍTÁSI MEREVSÉG [mg×cm]					
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Lácirány		Vetülékirány	
			Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
L-f/130	780	960	960 ± 38	2460 ± 80	640 ± 17	380 ± 11
L-s/145	1110	1800	1600 ± 71	4070 ± 74	770 ± 81	800 ± 80
L-f/174	950	1790	570 ± 60	1920 ± 88	1590 ± 61	1660 ± 130
L-s/201	3110	2610	4400 ± 118	4900 ± 122	2200 ± 62	1390 ± 52
L-f/220	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	3690 ± 127	2040 ± 50
L-l/242	n.a.	3060	n.a.	6060 ± 106	3010 ± 142	1550 ± 65

n.a.: nincs adat

Féllen szöveteknél (33. táblázat) lácirányban - a lenczövetekhez hasonlóan - növekedést (24 % körüli) mértem, vetülékirányban a hajlítási merevség csökkent (átlagosan 52 %-kal). Féllen szöveteknél a szövetek „lágulását” a vetülékirányban mérhető merevség csökkenés eredményezi.

33. táblázat: Féllen szövetek hajlítási merevségének változása lác- és vetülék irányban folyékony ammóniás kezelés hatására

Minta jele	HAJLÍTÁSI MEREVSÉG [mg×cm]					
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Lácirány		Vetülékirány	
			Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
PL-s/140	430	360	139 ± 11	177 ± 16	1311 ± 47	736 ± 37
PL-l/144	710	320	387 ± 16	143 ± 11	1297 ± 56	726 ± 37
PL-s/146	610	410	190 ± 10	227 ± 10	1959 ± 101	732 ± 40
PL-f/148	460	350	85 ± 4	167 ± 11	2442 ± 67	726 ± 13
PL-f/203	1790	1580	715 ± 43	821 ± 42	4489 ± 124	3041 ± 153
PL-l/204	690	540	128 ± 7	192 ± 11	3718 ± 115	1512 ± 104

Irodalmi adatok alapján akkor beszélhetünk jó esési tulajdonságról, ha az esési koefficiens 40-60 % között található (Kaswell, 1953). Az általam vizsgált szövetek esési értékei (34. táblázat) 74,8-97,3 % közé esnek, ami gyenge esési tulajdonságra utal. Az adatokból jól

látható, hogy a folyékony ammóniás kezelés tovább rontja a szövetek esését, bár az eltérés nem jelentős. A len és féllen szövetek esési jellemzői között nem mutatkozik szignifikáns eltérés.

34. táblázat: Len és féllen szövetek esésének változása folyékony ammóniás kezelés hatására

Minta jele	ESÉS [%]		Minta jele	ESÉS [%]	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után		Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
L-f/130	82,4	87,7	PL-s/140	81,8	82,6
L-s/145	90,4	90,2	PL-l/144	84,6	97,1
L-f/174	85,3	90,6	PL-s/146	78,5	81,9
L-s/201	91,2	90,7	PL-f/148	74,8	77,5
L-f/220	97,3	95,3	PL-f/203	86,7	88,5
L-l/242	94,4	92,5	PL-l/204	80,9	81,8

Minél magasabb a hajlítási merevség érték annál kedvezőtlenebb a szövetek esési tulajdonsága (Kaswell, 1953), tehát a kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt szövetek esése egyaránt gyenge. A hajlítási merevség értékek alapján az ammóniázott lencszövetek merevebbek. Ez azzal magyarázható, hogy ammóniázást követően nő a négyzetmétertömeg, ami jelentősen befolyásolja a hajlítási merevség értékeket ( $G = w \cdot c^3$ ; ahol:  $w$ : a kelme négyzetméter tömege [ $\text{mg}/\text{cm}^2$ ] és  $c$ : pedig a mért hajlítási hossz érték [ $\text{cm}$ ]). A lencszövetek hajlítási merevség értékei lényegesen nagyobbak, mint a féllen szöveteké. Pamutszöveteknél a folyékony ammóniás kezelés jelentősen javította a szövetek fogási jellemzőit (Troope, 1970). Lencszöveteknél ezt a javulást nem tapasztaltam, féllen szöveteknél mutatkozott javulás, de a mértéke nem jelentős.

Bár a mért jellemzők szerint a folyékony ammóniás kezelés rontja a lencszövetek esését és növeli azok merevségét, a szubjektív megítélés során azt tapasztaltuk, hogy **az ammóniával kezelt szövetek tapintása kellemesebb, a szövetszerkezet egyenletesebb, megjelenése mutatósabb. A kezelés pozitív hatással van a szövetek megjelenésére, kevésbé bolyhosak, nagyon szép a fényük és kellemes a fogásuk.**

#### 4.1.6. Színváltozás

##### a. színezett szövet színének változása

A folyékony ammóniás kezelést az iparban döntően a színezés után alkalmazzák annak ellenére, hogy a kezelés javítja a szövetek színezhetőségét. Problémát jelenthet azonban, hogy a folyékony ammóniás kezelés hatására megváltozik a színezett szövetek színe (Greenwood, 1987), amit nehéz előre megjósolni, illetve figyelembe venni. Színváltozás várható a nem színezett (főzött és fehéritett) szövetek esetén is. A folyékony ammóniás kezelés szövetszínre

gyakorolt hatásának jellemzéséhez főzött, fehérített és csáva színezékekkel színezett szöveteket választottam. A színmérés eredményei a 35. táblázatban találhatók.

35. táblázat: Lenszövetek színének változása folyékony ammóniás kezelés hatására a nem ammóniázott szövethez viszonyítva

Minta jele	szín	$\Delta E_{ab}^*$	$\Delta C_{ab}^*$	$\Delta H_{ab}^*$	$\Delta L^*$	$\Delta WI$	$\Delta YI$
AL-s/145	olív	0,6	-0,5	-0,2	0,3	-	-
AL-s/201	kék	1,9	-0,3	0,2	-1,9	-	-
AL-f/130	fehér	1,8	1,6	0,1	-0,9	-10,2	3,4
AL-f/174	fehér	2,3	1,9	0,4	-1,27	-12,3	3,1
AL-f/220	fehér	1,8	0,8	0,1	-1,6	-4,3	1,4
AL-l/242	főzött	5,6	1,2	-0,3	-5,5	-4,3	3,8

A folyékony ammóniás kezelés valamennyi vizsgált lenszövetnél szabad szemmel észrevehető színváltozást okoz. Az ammóniás kezelést csavaszínezékekkel színezett olív és kék színű szövetekre alkalmazva  $\Delta E_{ab}^* = 0,6$  és  $1,9$  értékek mérhetők. Az olív szövet esetén a színváltozás nem számottevő. A kék szövetszín viszont - döntően a világosságban bekövetkező változás (sötétedés) miatt – jelentősen módosul. A színárnyalatban bekövetkező változás elhanyagolható mértékű ( $\Delta H_{ab}^*$  nulla közeli érték) mindkét színezett szövet esetén.

Színezett szövetek esetén a folyékony ammóniás kezelés növeli a színmélységet ( $\Delta(K/S)$ : L-s/201=3,12; PL-s/140=1,54). Mivel a színezék koncentráció nem változott meg a kezelés során, a hatás optikai – simább szálfelület – és szerkezeti változások következménye.

A fehérített szöveteknél a folyékony ammóniás kezelés kismértékű sárgulást eredményezett, a szövetek „színesebbek” ( $\Delta YI$  pozitív érték), és kevésbé fehérek ( $\Delta WI$  negatív érték) a kezeletlen párjukhoz viszonyítva.

A len és féllen (függelék 55., 56. táblázat) szövetek között nem mutatkozik jelentős eltérés. A színezett szöveteknél közel azonos színkülönbség mérhető, amit vagy a világosságcsökkenés, vagy a krómakülönbség okoz.

Összességében elmondható, hogy a színezett, majd **folyékony ammóniával kezelt szövetek sötétebbek**. Ez a jelenség valószínűleg a kristályszerkezetben bekövetkező változásokból, főként az egyenletesebb szövetszerkezetből és a szálak, rostok felületi simaságából adódik, amit a színmélység (K/S) értékek alátámasztanak.

#### 4.2. Műgyantás kikészítés paramétereinek hatása a folyékony ammóniával kezelt szövetek tulajdonságaira

Az előzőekben bemutatott eredmények szerint a folyékony ammóniás kezelés megváltoztatta a vizsgált len és féllen szövetek kristályszerkezetét. Csökkent a kristályos rész mennyisége, nőtt az amorf hányad és a kis pórusok száma. A kristályszerkezeti és morfológiai változások következtében a viselési és használati tulajdonságok jelentősen javultak. A kezelést követően a lenszövetek számos vizsgált jellemzője elérte vagy meghaladta a féllen szövetek kiindulási értékeit. Javult a szövetek száraz és nedves gyűrődésseljáró képessége. A folyékony ammóniás kezelés eredményeként elért javulás kétségtelenül számottevő, de nem elegendő ahhoz, hogy kiváló minőségű ruházati és háztartási textíliákat állítsunk elő. Elsősorban a száraz és nedves gyűrődésseljáróást kell tovább javítani, amelyet hagyományosan műgyantás kikészítéssel végzünk.

Kutatómunkámban a folyékony ammóniás kezelést követően műgyantás kikészítést alkalmaztam. Különböző kikészítőszer- és savkoncentrációk függvényében mértem a kikészítés hatására bekövetkező változásokat. A kémiai kikészítéseket száraz- vagy nedves- kondenzációs technológiával végeztem. A kikészítések technológiája a függelékben (F.4), a változtatott paraméterek és a használt jelölések pedig a mérési módszerek fejezetben (3.3) (15-21. táblázat) találhatóak.

A műgyantás kikészítések eredményességét minden esetben a gyűrődésseljáróási szög és a sávszakítóerő értékekkel jellemzem. Az eredmények bemutatásánál az alábbi sorrendet követem:

1. A **nedves és száraz kondenzálás hatását** egy kiválasztott féllen szövetpáron (PL-f/203-APL-f/203) két különböző műgyanta (Stabitex és Reaknitt) hatásán keresztül mutatom be.
2. A **vegyszer-koncentráció hatását** egy kiválasztott műgyantával (Stabitex) végzett nedves kondenzációs kikészítéssel a kikészítőszer- és savkoncentrációt arányosan csökkentve mutatom be egy len (L-f/226-AL-f/226) és egy féllen (PL-f/203-APL-f/203) szöveten.
3. A **katalizátorkoncentráció hatását** egy kiválasztott műgyantával (Knittex) végzett nedves kondenzálással történő kikészítésnél a katalizátor koncentrációt változtatva mutatom be egy lenszöveten (L-f/130-AL-f/130).

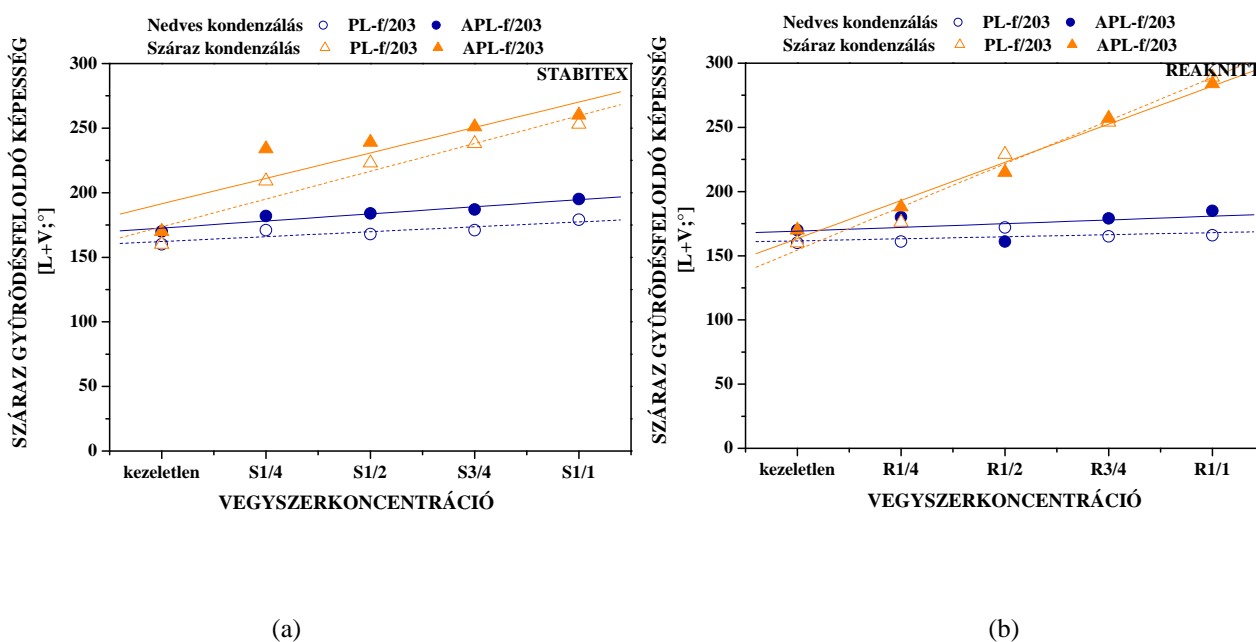
4. A **kikészítőszer koncentráció** és a **katalizátor koncentráció hatását** Stabitex műgyantával, nedves kondenzálással kezelt lencszöveten (L-f/226-AL-f/226) mutatom be.

#### 4.2.1. A száraz és nedves kondenzálás hatása

A száraz és nedves kondenzálás hatását egy féllen szövetpáron (PL-f/203-APL-f/203) mutatom be, két különböző kikészítőszer (Stabitex és Reaknitt) alkalmazva. Az eredmények bemutatásánál **kék** színnel jelöltem mindkét kikészítőszer esetén a nedves kondenzálás után mért értékeket, míg **narancssárgával** a száraz kondenzálás után kapott értékeket.

A **száraz gyűrődésfeloldó képességre** a Stabitex műgyantával (39a. ábra), **nedves kondenzálással** végzett kikészítés nincs jelentős hatással, kismértékű, néhány %-os növekedés mérhető. **Száraz kondenzálással** jelentős javulást értem el. A **folyékony ammóniával kezelt szövet gyűrődésfeloldó képessége jobb**.

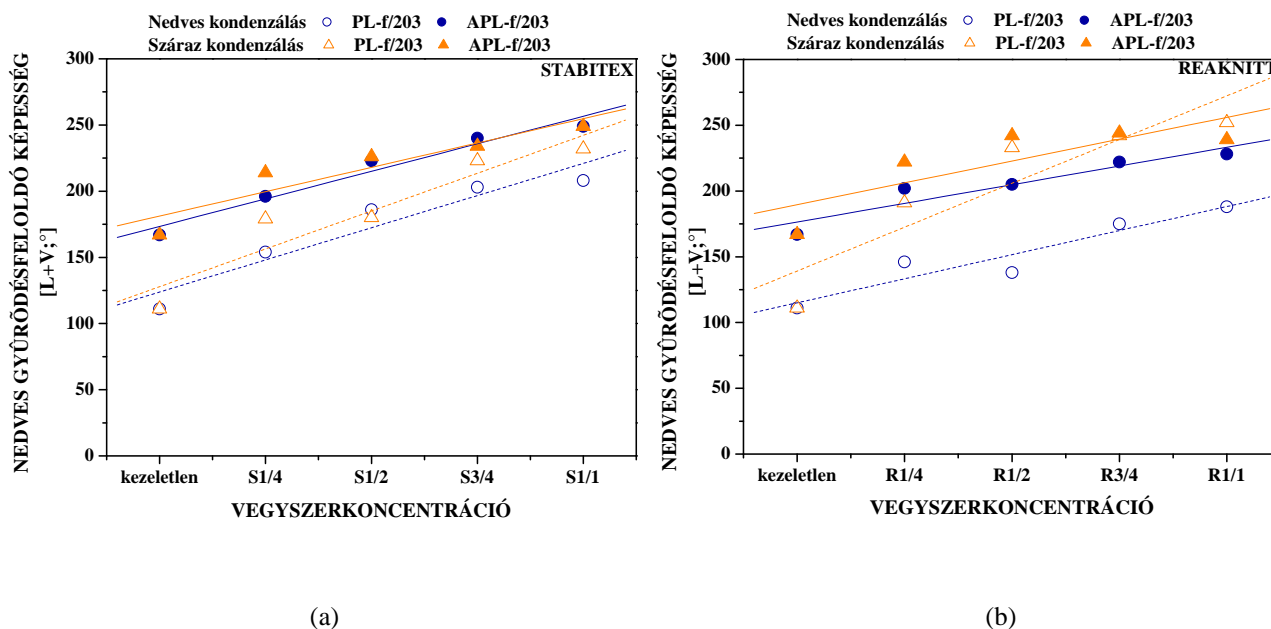
**Nedves kondenzálást** Reaknitt műgyantával végezve (39b. ábra), a szövetek száraz gyűrődésfeloldó képességét kis mértékben sikerült javítani. **Száraz kondenzálással** a növekedés jelentős.



39. ábra: PL-f/203-APL-f/203 féllen szövetpár száraz gyűrődésfeloldó képességének változása (a) Stabitex műgyantával (nedves és száraz kondenzálás) és (b) Reaknitt műgyantával (nedves és száraz kondenzálás) történő kikészítés hatására, a kikészítőszer és a katalizátor koncentrációjának arányos növelése mellett

A **nedves gyűrődésfeloldó képességet** a folyékony ammóniás kezelés önmagában is jelentősen kb. 50 %-kal javítja. Stabitex **nedves kondenzálással** kikészítéssel (40a. ábra) a nedves gyűrődésfeloldó képesség tovább javítható. A **száraz kondenzálással** technológia hatására is javult a nedves gyűrődésfeloldó képesség.

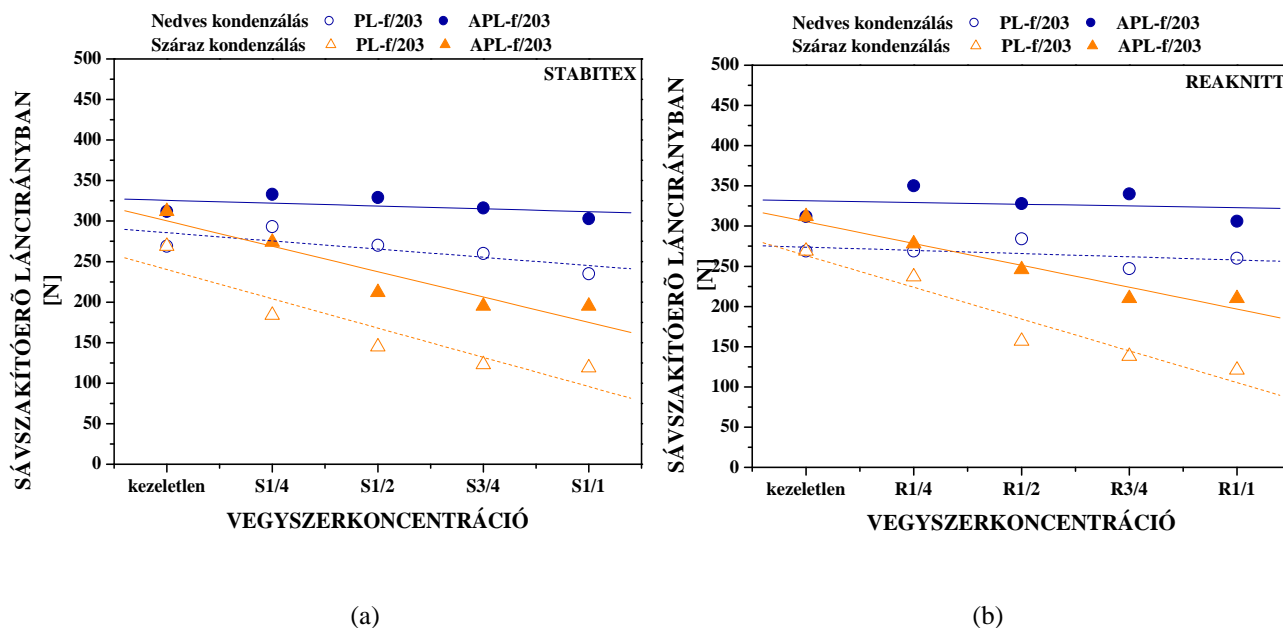
Reaknittal végzett **nedves kondenzálás** hatására a nedves gyűrődésfeloldó képesség nő (40b. ábra). **Száraz kondenzálással** a javulás hasonló mértékű. A kezeletlen szöveteknél nagyobb mértékű javulást mértem, mint a folyékony ammóniával kezelt szöveteknél.



40. ábra: PL-f/203-APL-f/203 féllen szövetpár nedves gyűrődésfeloldó képességének változása (a) StabiteX műgyantával (nedves és száraz kondenzálás) és (b) Reaknitt műgyantával (nedves és száraz kondenzálás) történő kikészítés hatására, a kikészítőszer és a katalizátor koncentrációjának arányos növelése mellett

A **sávszakítóerő láncirányban mért változása** a 41a. és 41b. ábrákon található. A 41a. ábrán látható, hogy StabiteX műgyantával **nedves kondenzálás** mellett a sávszakítóerő kis mértékben csökken. A folyékony ammóniával kezelt szövet értékei jobbak. **Száraz kondenzálással** a sávszakítóerő csökkenés nagyobb mértékű.

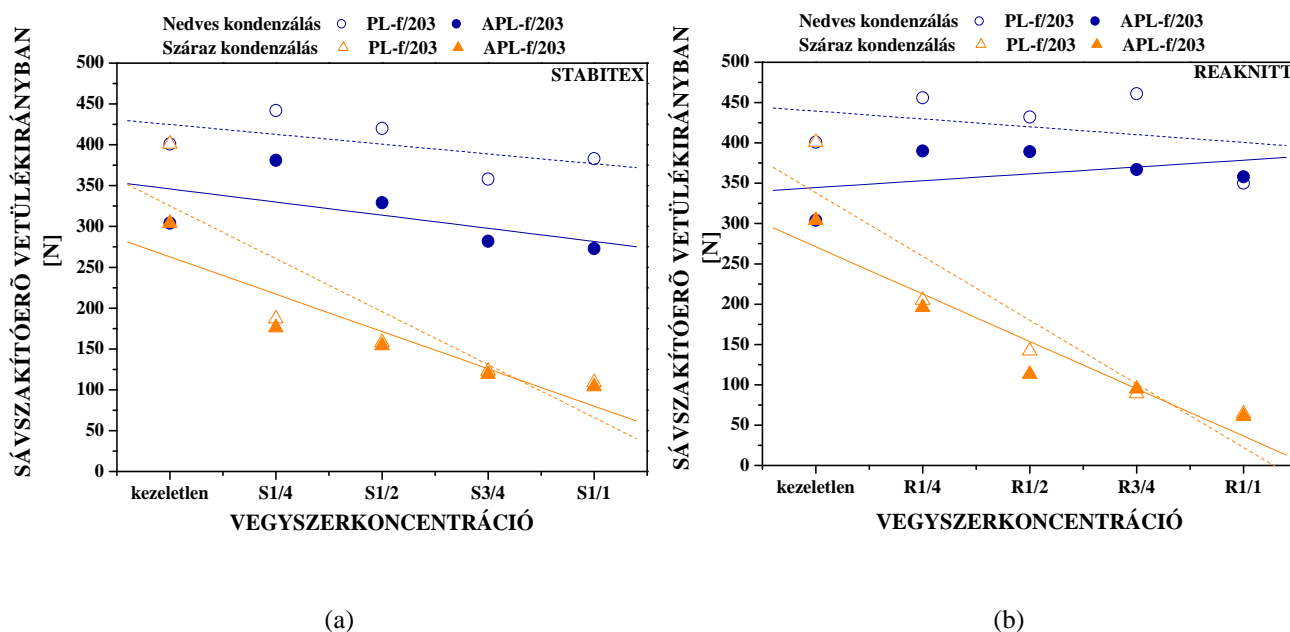
Reaknitt műgyantával (41b. ábra) végzett **nedves kondenzálás** eredményeképpen a sávszakítóerő láncirányban kismértékben csökken. A **száraz kondenzálás** hatása jelentősebb, a sávszakítóerőt több mint 30 %-kal csökkenti. **A folyékony ammóniával kezelt szövetek sávszakítóereje a kikészítés után is jobb, mint a kezeletlené.**



41. ábra: PL-f/203-APL-f/203 féllen szövetpár sávszakítóerejének változása láncirányban (a) StabiteX műgyantával (nedves és száraz kondenzálás) és (b) Reaknitt műgyantával (nedves és száraz kondenzálás) történő kikészítés hatására, a kikészítőszer és a katalizátor koncentrációjának arányos növelése mellett

A **vetülékirányban mért sávszakítóerő** (42a. ábra) a StabiteX műgyantával végzett **nedves kondenzálásos** kikészítés hatására romlik. **Száraz kondenzálással** a szakítóerő csökkenés jelentősebb, a teljes koncentrációval kikészített szöveteknél a sávszakítóerő csökkenés akár 80 %-os is lehet. **A folyékony ammóniával kezelt szövetek sávszakítóereje vetülékirányban gyengébb.**

Reaknitt műgyantával (42b. ábra) végzett kikészítés hatása nedves és száraz kondenzálás esetén megegyezik a StabiteX műgyantánál tapasztaltakkal. **Nedves kondenzálás** után a szakítóerő csökkenés kismértékű, az ammóniával kezelt szövetnél kisebb mértékű romlás mutatkozott, a végső értékek közel azonosak. A **száraz kondenzálásos** eljárás jelentős mértékben rontja a szakítóerőt. Mind a kezeletlen, mind az ammóniával kezelt szövetek végső értékei rendkívül gyengék, a mért értékek közel azonosak.



42. ábra: PL-f/203-APL-f/203 féllen szövetpár sávszakítóerejének változása vetülékirányban (a) StabiteX műgyantával (nedves és száraz kondenzálás) és (b) Reaknitt műgyantával (nedves és száraz kondenzálás) történő kikészítés hatására, a kikészítőszer és a katalizátor koncentrációjának arányos növelése mellett

#### A száraz- és nedves kondenzálás hatása a következőképpen foglalható össze:

- A száraz kondenzálással végzett műgyantás kikészítés mindkét műgyantánál jelentős mértékben növelte a szövetek száraz gyűrődéssel való feloldó képességét, a nedves kondenzálás hatása nem jelentős. A kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt szövet értékei között nincs jelentős különbség.
- A száraz illetve a nedves kondenzálással végzett műgyantás kikészítés egyaránt javítja a szövetek nedves gyűrődéssel való feloldó képességét.
- A folyékony ammóniával kezelt szövetek láncirányban mért sávszakítóerje bármely kondenzálás után jobb, mint a hasonlóan kezelt, nem ammóniázott szöveteké. A nedves kondenzálással végzett kikészítés kevésbé rontja a láncirányú sávszakítóerőt, mint a száraz kondenzálással végzett kezelés.
- A folyékony ammóniás kezelés rontja a szövetek sávszakítóerejét vetülékirányban. A nedves kondenzálással végzett kikészítés kevésbé rontja a vetülékirányú sávszakítóerőt, mint a száraz kondenzálással végzett kezelés.

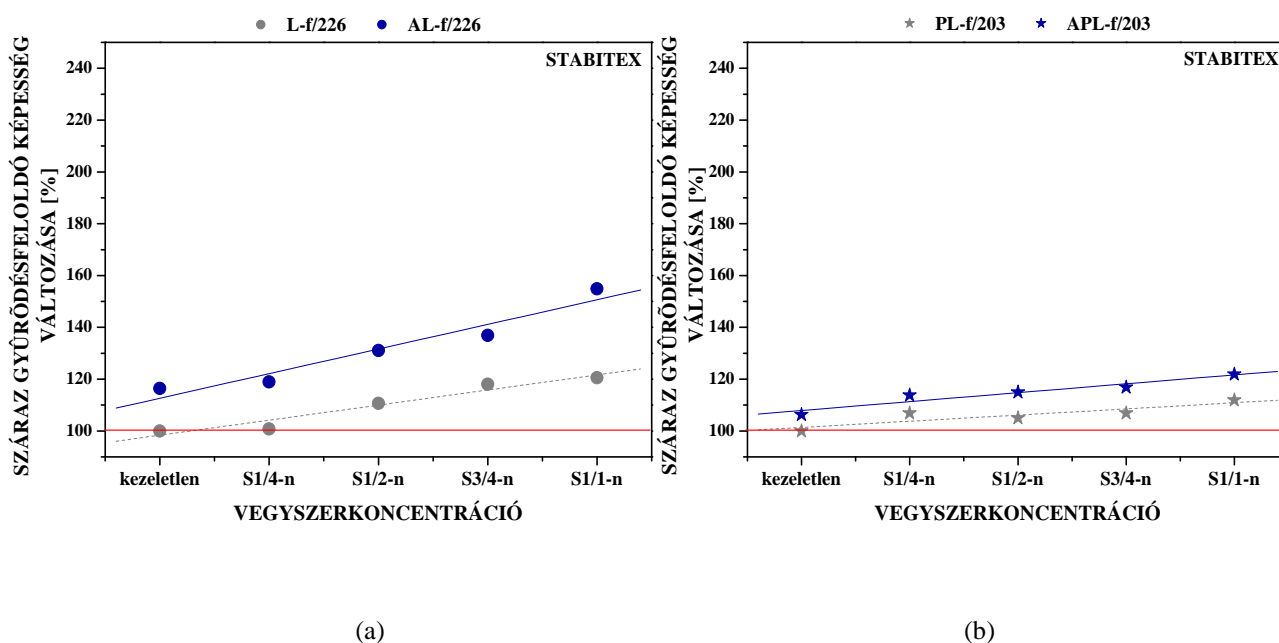
A kondenzálások pozitív és negatív hatásait összegezve a **nedves kondenzálás hatását tartom kedvezőbbnek** mind kezeletlen, mind folyékony ammóniával kezelt lencszövetek esetén. Ennek megfelelően a vegyszer-koncentráció hatását nedves kondenzálással végzett kikészítéseken keresztül mutatom be a következő fejezetekben.

#### 4.2.2. A kikészítőszer és a katalizátor együttes hatása

Nedves kondenzálást alkalmazva a vegyszergyártó cég által megadott receptben a vegyszerek mennyiségét növeltem 1/4-1/2-3/4-1/1 sorrendben. A 43-46. ábrákon a kiindulási, nem ammóniázott szövet értékét 100 %-nak vettem (ábrákon piros vonal), a változásokat ehhez képest adtam meg %-ban kifejezve.

Lenszöveteknél (43a. ábra) a folyékony ammóniás kezelés 20 %-kal javítja a szövetek **száraz gyűrődésseloldó képességét**. A hatás tovább javítható műgyantás kikészítéssel. Nedves kondenzálósos technológiával a vegyszer-koncentrációt arányosan növelve akár 50 %-os javulás is elérhető a kiindulási 100 %-os értékhez (122 °) képest.

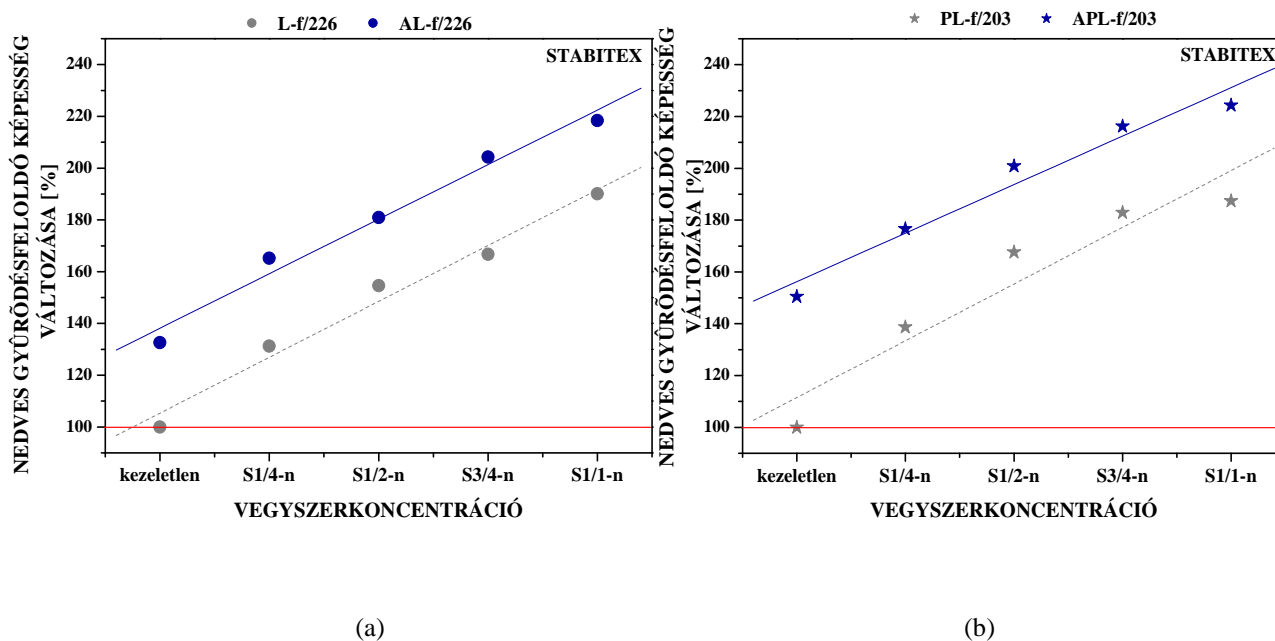
Féllen szöveteknél (43b. ábra) is sikerült akár 20 %-kal növelni a száraz gyűrődésseloldó képességet (S1/1-n) gyári kikészítőszer koncentrációval a kiindulási 100 %-os értékhez (160 °) képest.



43. ábra: Kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt len (a) és féllen (b) szövetek száraz állapotban mért gyűrődésseloldó képességének változása StabiteX ETR műgyantával végzett nedves kondenzálósos kikészítés hatására, a kikészítőszer koncentrációját növelve (100 % kiindulási, kezeletlen szövetre mért érték)

Lenszöveteknél (44a. ábra) a folyékony ammóniás kezelés kb. 35 %-kal javítja a szövet **nedves gyűrődésseloldó képességét**. Műgyantás kikészítéssel, teljes (S1/1-n) vegyszer-koncentrációt alkalmazva tovább növelhető a szövetek nedves gyűrődésseloldó képessége. A kiindulási 100 %-os értékhez (141 °) képest 120 %-os javulást mértem.

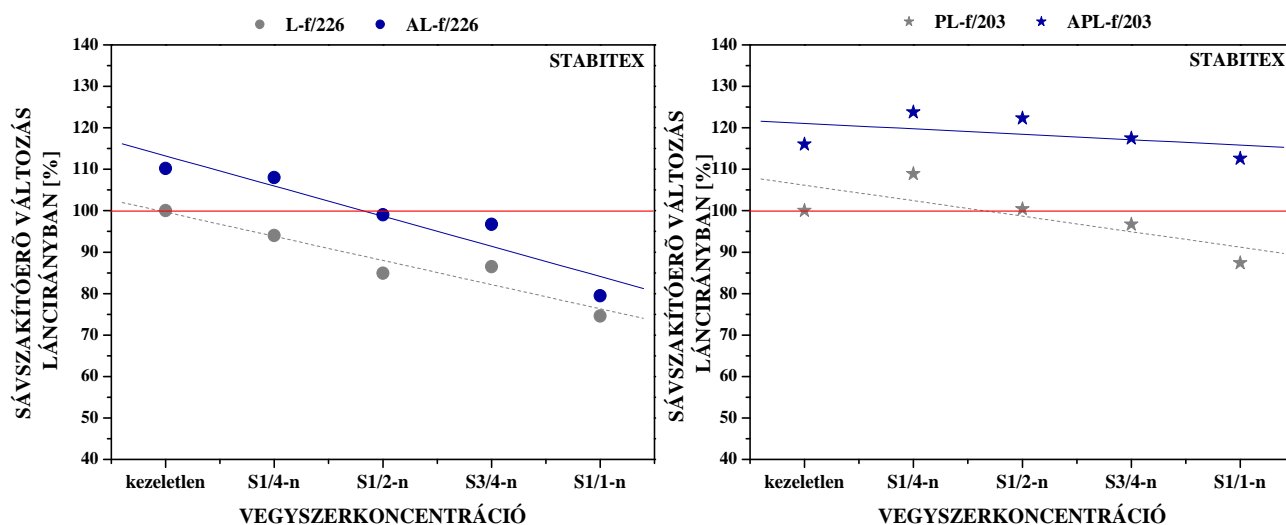
Féllen szöveteknél (44b. ábra) a lenszövetekhez hasonlóan 120 %-kal növelhető a nedves gyűrődésfeloldó képesség (S1/1-n) gyári kikészítőszer koncentrációjánál a kiindulás 100 %-os értékhez (111 °) képest.



44. ábra: Kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt (a) len és (b) féllen szövetek nedves állapotban mért gyűrődésfeloldó képességének változása StabiteX ETR műgyantával végzett nedves kondenzálós kikészítés hatására, a kikészítőszer koncentrációját növelve (100 % kiindulási, kezeletlen szövetre mért érték)

A lenszöveteknél (45a. ábra) a vegyszer-koncentrációt arányosan növelve a **sávszakítóerő láncirányban** romlik, kb. 30 %-os csökkenés tapasztalható. A folyékony ammóniával kezelt szövet sávszakítóereje az 1/2-es vegyszer-koncentrációnál érte el a kiindulási 100 %-os (1181 N) értéket. A folyékony ammóniával kezelt lenszövetek láncirányban mért sávszakítóereje kedvezőbb, mint a nem ammóniázott párjáé.

Féllen szöveteknél (45b. ábra) a hatás megegyezik a lenszöveteknél tapasztaltakkal, a %-os csökkenés kisebb mértékű, 10-15 %. Az ammóniával kezelt szövet nem éri el a kiindulási szövet 100 %-os értékét (269 N), értékei jobbak a kezeletlennél.

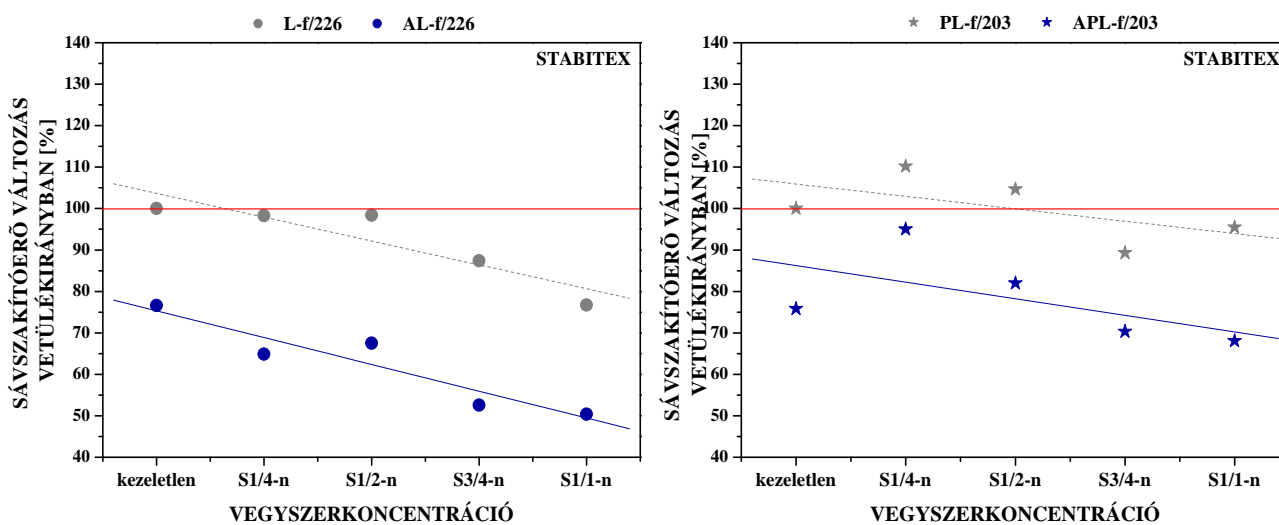


(a)

(b)

45. ábra: Kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt (a) len és (b) fëllen szövetek sávszakítóerejének változása láncirányban StabiteX ETR műgyantával végzett nedves kondenzálós kikészítés hatására, a kikészítőszer koncentrációját növelve (100 % kiindulási, kezeletlen szövetre mért érték)

A lencszöveteknél (46a. ábra) a vegyszer-koncentrációt arányosan növelve a **vetülékirányban mért sávszakítóerő** 50 %-kal romlik. A sávszakítóerő már a folyékony ammóniás kezelés hatására is csökkent. A folyékony ammóniával kezelt lencszövetek vetülékirányban mért sávszakítóereje gyengébb, a kiindulási 100 %-os érték (1321 N) alatt helyezkednek el.



(a)

(b)

46. ábra: Kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt (a) len és (b) fëllen szövetek sávszakítóerejének változása vetülékirányban StabiteX ETR műgyantával végzett nedves kondenzálós kikészítés hatására, a kikészítőszer koncentrációját növelve (100 % kiindulási, kezeletlen szövetre mért érték)

Féllen szöveteknél (46b. ábra) a sávszakítóerő vetülékirányban a lencszövetekhez hasonlóan romlik, átlagosan 30 %-kal. A folyékony ammóniás kezelés már önmagában rontja a vetülékirányú szakítóerőt, a kikészítést követően is az ammóniázott szövetek sávszakítóereje rosszabb.

#### **A vegyszer-koncentráció hatásának összefoglalása:**

- Lencszöveteknél a vegyszer-koncentráció növelésével a kiindulási értékhez képest nagyobb mértékű javulást mértem a száraz gyűrődésseljáró képességben, mint féllen szöveteknél. Teljes vegyszer-koncentrációval a len- és féllen szöveteknél kb. azonos értéket kaptam. (AL-f/226: 189 °; APL-f/203: 195 °).
- Len és féllen szövetek esetén nem mutatkozik jelentős különbség a folyékony ammóniás kezelés és a kikészítés együttes hatásában a szövetek nedves gyűrődésseljáró képességére. Az elért maximális értékek: AL-f/226: 249 °; APL-f/203: 249 °.
- A láncirányban található len és pamut komponensek viselkedését összehasonlítva azt tapasztaltam, hogy a lencnél nagyobb mértékű sávszakítóerő veszteség mutatkozik láncirányban nedves kondenzációs kikészítés hatására, mint pamutnál.
- Lencszöveteknél a vegyszer-koncentráció növelése a kiindulási 100 %-os értékhez (1321 N) képest nagyobb mértékben rontja a szövetek vetülékirányú szakítóerejét, mint féllen szöveteknél (100 %: 401 N).

A gyűrődésseljáró képesség nagyobb mértékben javult a lencszöveteknél, így a kikészítést követően a mért értékek megközelítették a féllen szövetek értékeit. A vegyszer-koncentráció nagyobb mértékben rontja a lencszövetek szakítóerejét, mint a féllen szövetekét, a mért értékek azonban lencszöveteknél kedvezőbbek, mint féllen szöveteknél. **A gyári vegyszer koncentrációt kis mértékben (~ 25 %-kal) csökkentve a gyűrődésseljáró képesség növekedés már jelentős, a szakítóerő csökkenés még elfogadható mértékű.**

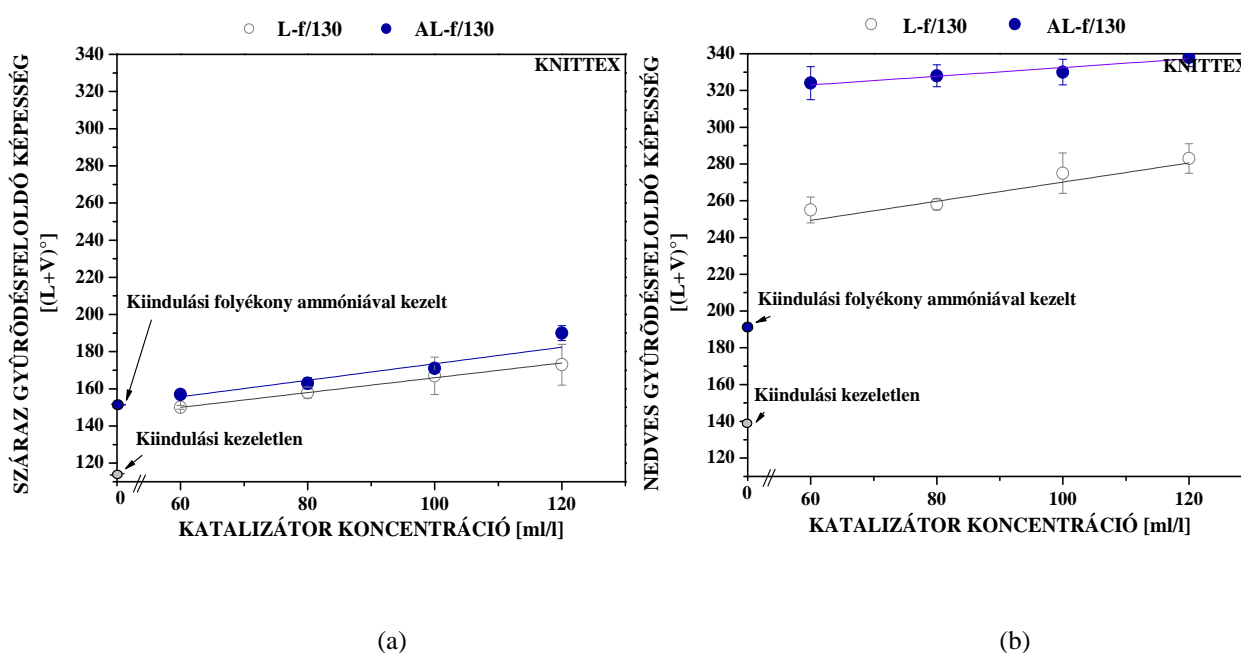
#### **4.2.3. A katalizátor koncentráció változtatásának hatása**

A Knittex FA műgyanta „gyári” koncentrációját változatlanul hagyva, a katalizátor koncentrációját változtatva próbáltam következtetéseket levonni a katalizátor koncentrációjának hatásáról a gyűrődésseljáró képességre, illetve a relatív szakítóerőre vonatkozóan, nedves kondenzálás esetén.

A következő ábrákon (47-48. ábrák) szürkével a kezeletlen, késsel a folyékony ammóniával kezelt szövet értékeit jelöltem. A kiindulási értékek az Y tengelyen vannak feltüntetve. A száraz (47a. ábra) és nedves (47b. ábra) állapotban mért **gyűrődésseljáró képesség** egyaránt javul a

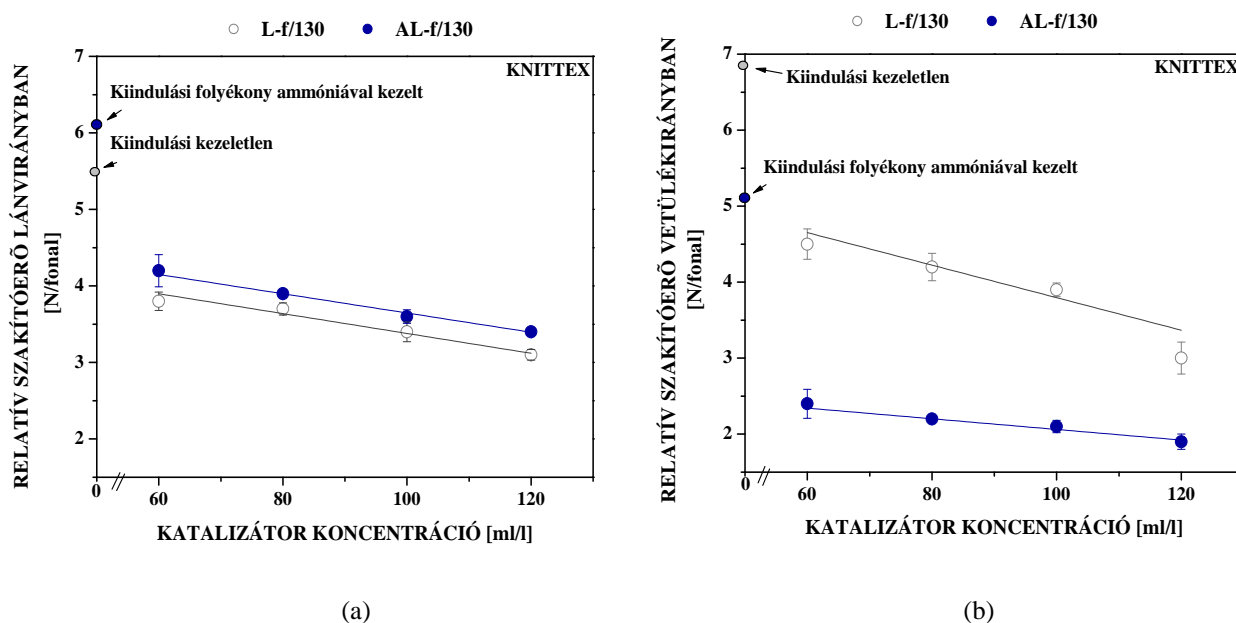
katalizátor koncentráció növelésével. A számított értékekre illesztett egyenesek meredeksége között nincs jelentős eltérés, tehát a folyékony ammóniás kezelés nem befolyásolja a kikészítőszer szövetre gyakorolt hatását a gyűrődésfeloldó képesség vonatkozásában.

Megállapítható, hogy a száraz gyűrődésfeloldó képességben folyékony ammóniás kezelés eredményeként mutatkozó különbség csökken a kikészítés hatására, míg a nedves gyűrődésfeloldó képességnél ez közel egyező marad a kiindulási különbséggel. A 47. ábra is jól szemlélteti, hogy a katalizátorként alkalmazott sav valóban a kikészítőszer hatékonyságát növeli, a koncentrációnövelés arányosan javítja a gyűrődésfeloldó képességet. Csökkentett savkoncentrációval (3/4) is jelentős gyűrődésfeloldás javulás érhető el.



47. ábra: A katalizátor koncentráció változtatásának hatása kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt szövetek (a) száraz és (b) nedves gyűrődésfeloldó képességére

A katalizátor koncentráció növelése állandó kikészítőszer koncentráció mellett jelentős mértékben csökkenti a szövet **relatív, egy fonlra jutó szakítóerejét**. Láncirányban (48a. ábra) a becsült szórás értékekkel korrigált egyenes a kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt szöveteknél szépen együtt fut, nem mutatkozik különbség a sav hatásában, a folyékony ammóniával kezelt szövet szakítóereje jobb, mint kezeletlen szöveté. Vetülékirányban (48b. ábra) ellentétes a tendencia, mivel a folyékony ammóniás kezelés hatására romlik a szövetek vetülékirányban mért szakítóereje. Megfigyelhető azonban, hogy a kezeletlen szövetnél a sav katalizátor koncentrációjának növelése nagyobb mértékben rontja a szövet szakítószilárdságát, mint a folyékony ammóniával előkezelt szövet esetén, az egyenes meredeksége a kezeletlennél nagyobb.



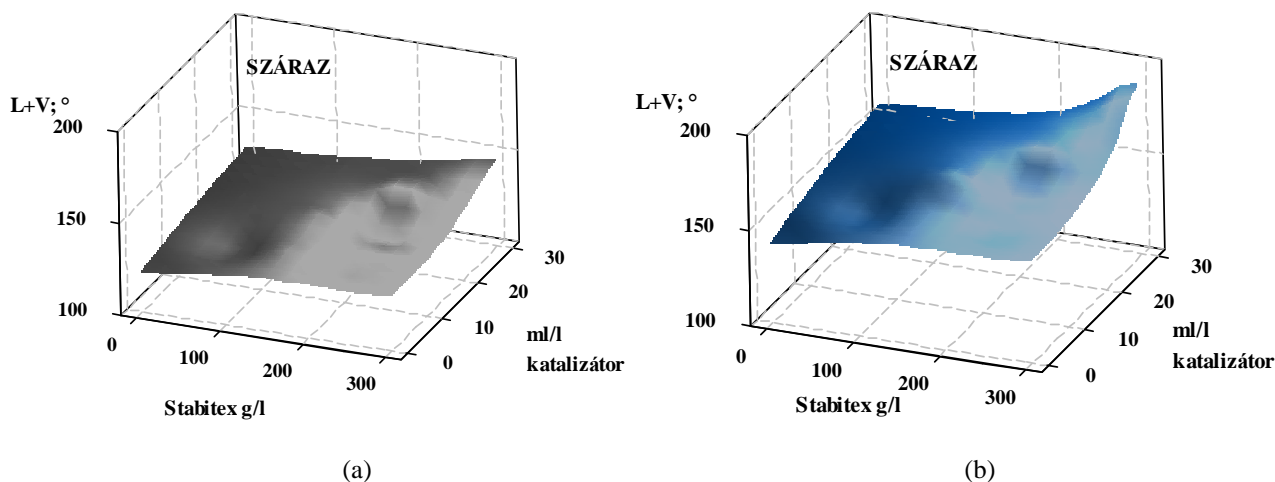
48. ábra: A katalizátor koncentráció változtatásának hatása kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt szövetek (a) lácirányban és (b) vetülékirányban meghatározott relatív szakítóerejére

A mérési eredmények jól mutatják, hogy a katalizátorként használt sav valóban degradálja a cellulózt, ezért romlik a szövetek szakítószilárdsága a kikészítések során. Lácirányban a folyékony ammóniás előkezelés kedvezően befolyásolja a katalizátor szakítóerő rontó hatását,  $\frac{3}{4}$ -es katalizátor koncentrációnál a vetülékirányban mért szakítóerő csökkenés még elfogadható mértékű, ezért **a savkoncentráció csökkentése javasolt.**

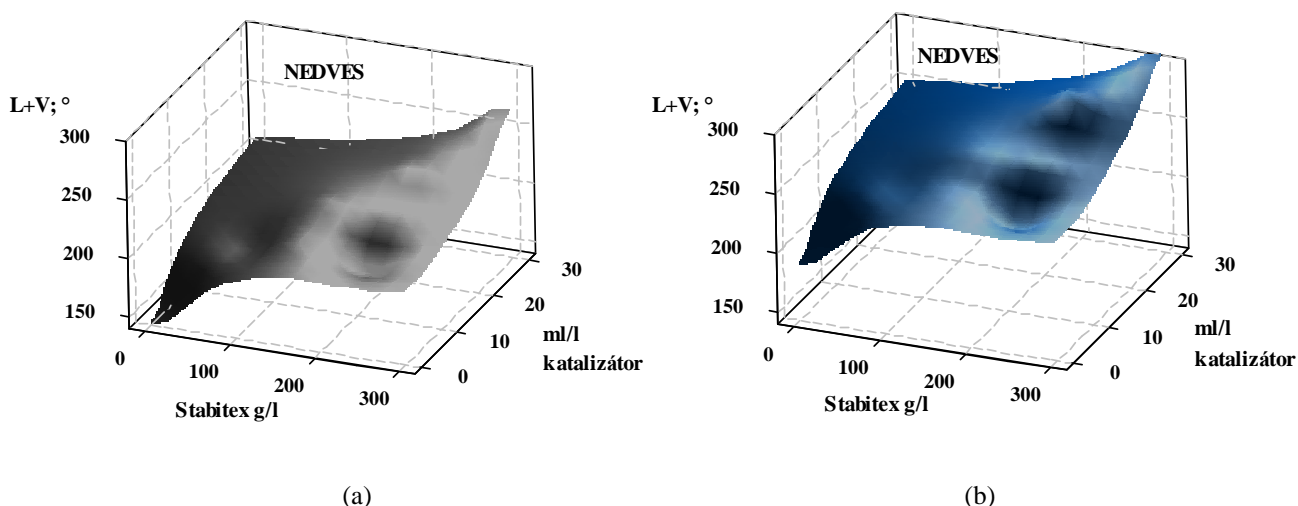
#### 4.2.4. A katalizátor koncentráció és a kikészítőszer koncentráció változtatásának hatása

Kísérleteket végeztem különböző szöveteken (L-f/130, L-f/175, Lf-226), melyben a kikészítőszer és a katalizátor koncentrációját különböző mértékben változtattam. A mérések során kapott adatokat kiértékeltem, kiszámítottam a gyűrődésfeloldó képességet és a relatív szakítóerőt. Az eredményeket MINITAB 15 program segítségével ábrázoltam, 3 dimenziós felületet képezve az adatokból. A kapott ábrák alapján elemeztem a kikészítőszer és savkoncentráció hatását.

A folyékony ammóniás kezeléssel elérhető száraz (49. ábra) és nedves (50. ábra) gyűrődésfeloldó képesség javulás jól követhető az alábbi ábrákon (49.-50. ábra) is. A folyékony ammóniával kezelt szövetek felületi görbéje magasabban helyezkedik el. A görbék lefutása hasonló, a műgyanta- illetve savkoncentráció hatása azonosnak mondható. A legjelentősebb gyűrődésfeloldó képesség növekedés láthatóan a teljes kikészítőszer- és katalizátorkoncentráció mellett érhető el.



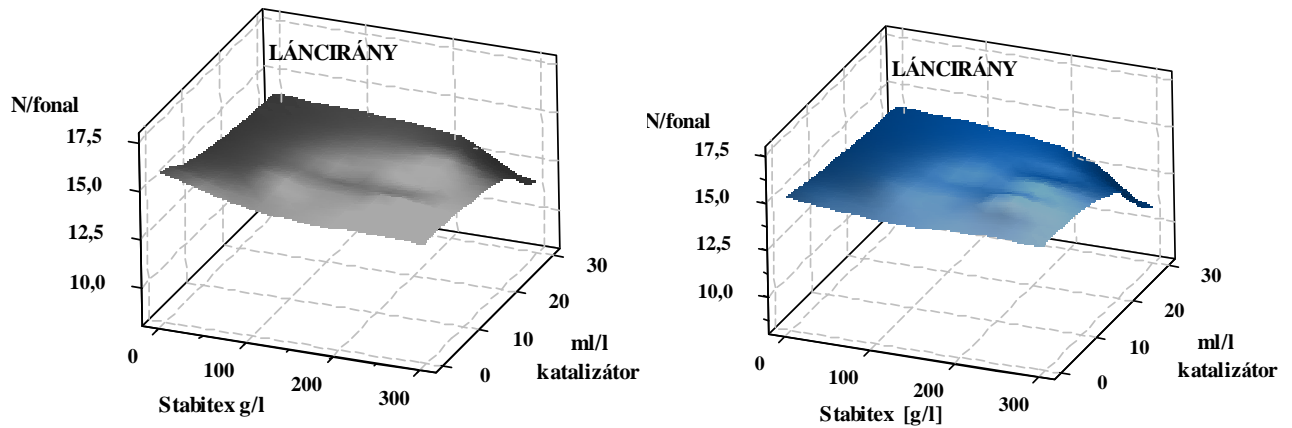
49. ábra: A kikészítőszer- és a katalizátorkoncentráció hatása (a) kezeletlen szövet (L-f/226) és a (b) folyékony ammóniával kezelt szövet (AL-f/226) száraz gyűrődésfeloldó képességére



50. ábra: A kikészítőszer- és a katalizátorkoncentráció hatása (a) kezeletlen szövet (L-f/226) és a (b) folyékony ammóniával kezelt szövet (AL-f/226) nedves gyűrődésfeloldó képességére

A kikészítőszer- és a katalizátorkoncentráció hatása a láncirányú relatív szakítóerőre az 51a.-51b. ábrákon látható. A kezeletlen (51a. ábra) és a folyékony ammóniával kezelt (51b. ábra) szövetekre kapott felületeket összehasonlítva megállapítható, hogy láncirányban a két felület hasonló görbületű, jelentős relatív szakítóerő esés a legmagasabb (300 g/l) kikészítőszer-koncentrációnál és a legnagyobb (30ml/l) savkoncentrációnál mutatkozik.

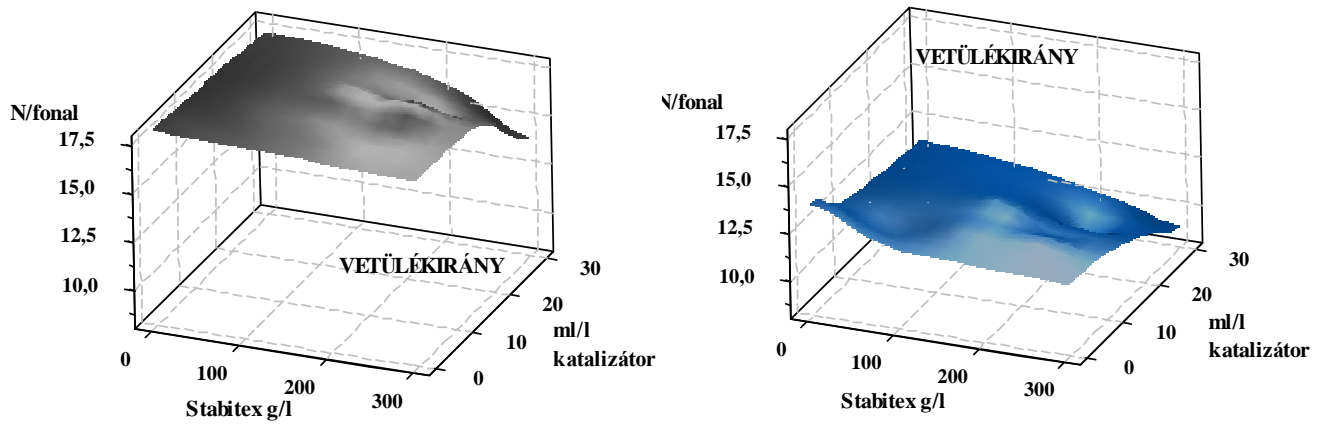
A vetülékirányban mért értékek alapján leírt felületek (52. ábra) jól mutatják a kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt szövetek közti relatív szakítóerőbeni különbséget. A folyékony ammóniás kezelés hatására bekövetkező vetülékirányú szakítóerő romlás miatt a felület lejjebb helyezkedik el. A két felület azonban hasonló görbületű, láthatóan a maximális koncentrációnál jelentkezik jelentős esés.



(a)

(b)

51. ábra: A kikészítőszer- és a katalizátorkoncentráció hatása a (a) kezeletlen szövet (L-f/226) és a (b) folyékony ammóniával kezelt szövet (AL-f/226) láncirányú relatív szakítóerejére



(a)

(b)

52. ábra: A kikészítőszer- és a katalizátorkoncentráció hatása (a) kezeletlen szövet (L-f/226) és a (b) folyékony ammóniával kezelt szövet (AL-f/226) vetülékirányú relatív szakítóerejére

## 5. Összefoglalás

A textilkikészítési eljárások közül – elérhető hatásai miatt – az egyik leginkább ígéretes kezelés a folyékony ammóniás duzzasztás, melyet natív cellulóz alapú szálanyagokra alkalmaznak. A folyamat jelentősen módosítja a szálanyagok szupermolekuláris és morfológiai jellemzőit és a makroszkópos tulajdonságait. Főként a könnyű kezelhetőség, a simára száradás, a jó gyűrődéssel való képesség, a mérettartás, a megfelelő szilárdsági tulajdonságok, a fogás és a kopásállóság egyensúlyának elérésére alkalmazott gyors és környezetbarát duzzasztó eljárás. Az ammóniás kezelés eredményeként kialakult kedvező száltulajdonságokat általában enyhe műgyantás kezeléssel rögzítik. Számos publikáció részletesen tárgyalja a pamut folyékony ammóniás kezelését, de rendkívül szerény a hancsrostok folyékony ammóniás kezelésével foglalkozó szakirodalom. A morfológiai és makroszkópos tulajdonságokban elérhető pozitív változások miatt különösen indokolt, hogy a folyékony ammóniás kezelést lenszövetekre is alkalmazzuk.

Ph.D. munkámban – üzemi körülmények között a Beau-Fixe (nedves) eljárással folyékony ammóniázott – len- és féllen szövetek jellemzésével és műgyantás kikészítésével foglalkoztam. Összehasonlítás céljából számos esetben hasonló módon folyékony ammóniázott pamutszövet tulajdonságait is meghatároztam. A kutatómunka első részében a folyékony ammóniás kezelés szupermolekuláris és morfológia szerkezetre valamint a makroszkópos jellemzőkre gyakorolt hatását vizsgáltam.

Kísérleti eredményeim alapján a következő megállapítások tehetők:

- Folyékony ammóniás kezelés hatására a szövetek polimerizációs foka nem változott, a kezelés nem degradálta a cellulóz láncokat.
- A Cellulóz III → Cellulóz I visszaalakulás nem volt teljes, a folyékony ammónia eltávolítását követően. A röntgendiffrakciós felvételeken az intenzitás csökkenés és a szélesedő csúcsok kevésbé kristályos cellulóz jelenlétét jelzik a végtermékben. A len és a pamut viselkedése hasonló, a felvételeken nem figyelhető meg számottevő eltérés.
- A folyékony ammóniás kezelés hatása a szálak felületi tulajdonságaiban is megmutatkozik. A kezelés a szálfelületet egyenletesebbé, simábbá teszi, a szálkérszmetset kerekébbé válik. Lennél és pamutnál egyaránt eltűnnek a felületi egyenetlenségek.
- Folyékony ammóniás kezelés hatására megváltozik a hozzáférhetőség. A vízgőz- és jódszorpciós kapacitás mindkét szálanyagnál nő a kezelés hatására, a vízvisszatartás pamutnál gyakorlatilag nem változott, lenszöveteknél csökkent.

- A 3 nm átmérőjű színezékmolekulák számára hozzáférhető pórusok száma, a színezékfelvétel nő folyékony ammóniás kezelés hatására.
- A folyékony ammóniás kezelés módosítja a szövetszerkezetet. A szövetek elsősorban vetülékirányban zsugorodnak, melynek következtében a négyzetméter-tömeg szignifikánsan nő.
- A folyékony ammóniás kezelés merevebbé teszi a kezelt szöveteket, ami elsősorban a négyzetméter-tömeg növekedéséből adódik. A kezeletlen és ammóniával kezelt szövetek esése egyaránt gyenge.
- A folyékony ammóniás kezelés kismértékben javítja a szövetek simára száradó képességét, a nagyobb négyzetméter tömegű szöveteknél jelentősebb javulás érhető el.
- A folyékony ammóniás kezelés javítja a len és féllen szövetek mérettartását, láncirányban nagyobb mértékben, mint vetülékirányban.
- Az alkalmazott nedves folyékony ammóniás kezelés elsősorban a nedves gyűrődésfeloldó képességet javítja. A nedves állapotban mért gyűrődés feloldási szög átlagosan 30-40 %-kal, míg a száraz állapotban mért javulás átlagosan csak 10-20 %-kal javult. Lenzöveteknél a javulás nagyobb mértékű, mint féllen szöveteknél.
- Folyékony ammóniás kezelés hatására láncirányban nő, vetülékirányban csökken a szakítóerő. A láncirányban tapasztalt javulás oka egyrészt a szövet kezelés alatti tömörödése, másrészt a kezelés során alkalmazott feszítés hatására kialakult orientáltabb szálszerkezet.
- A szövetek szakadási nyúlása vetülékirányban nő, ami elsősorban a vetülékirányban bekövetkező zsugorodás következménye. Láncirányban folyékony ammóniás kezelés hatására csökken a láncfonalak rugalmassága, ezért csökken a szakadási nyúlása.
- A lenszövetek gyenge kopásállósága folyékony ammóniás kezeléssel javítható. Féllen szöveteknél jelentősebb kopásállóság növekedés érhető el.
- A folyékony ammóniás kezelés megváltoztatja a lenszövetek színét, szabad szemmel észlelhető színváltozást okoz. Fehér szöveteknél enyhe sárgulás következik be, főzött és színezett szövetek esetén pedig elsősorban a világosság csökken. A színezett szöveteknek jelentősen nő a színmélysége.

A kutatómunka második részében a folyékony ammóniával kezelt len és féllen szövetek műgyantás kikészítésével foglalkoztam. Összehasonlítottam a száraz és nedves kondenzálás hatását, valamint vizsgáltam a vegyszer-koncentráció hatását a szövetek makroszkópos jellemzőire.

Kísérleti eredményeim alapján a következő megállapítások tehetők:

- A száraz kondenzálással végzett kikészítés mind a száraz, mind a nedves állapotban mért gyűrődésfeloldó képességet jelentősen, közel azonos mértékben javítja. A kezeletlen és folyékony ammóniával kezelt szövetek gyűrődés-feloldási szög értékei között nincs jelentős különbség, az elérhető értékek: száraz gyűrődésfeloldó képesség: ~250-290 fok; nedves gyűrődésfeloldó képesség: ~230-250 fok.
- A nedves kondenzálással végzett kikészítés a nedves gyűrődésfeloldó képességet nagyobb mértékben, a száraz gyűrődésfeloldó képességet kevésbé javítja. Lenszöveteknél a javulás jelentősebb, mint féllen szöveteknél. A folyékony ammóniás előkezelés kedvezően hat a szövetek gyűrődésfeloldó képességére, az előkezelt szöveteknél a mért értékek magasabbak. Az elért értékek nem ammóniázott szöveteknél: ~190-210 fok, ammóniázott szöveteknél: ~230-250 fok.
- A „gyári” vegyszer-koncentrációt 25 %-kal csökkentve még jelentős a gyűrődésfeloldó képesség növekedés a kiindulási szövethez viszonyítva, a szilárdságveszteség pedig mérséklődik.
- A száraz kondenzálással végzett műgyantás kikészítés mindkét műgyanta esetén számottevő szakítóerő csökkenést okozott mind lánc-, mind vetülékirányban. A csökkenés mértéke kisebb a folyékony ammóniával előkezelt szövetek esetén.
- A nedves kondenzálással végzett műgyantás kikészítések mérsékelt szakítóerő csökkenést eredményeztek mind lánc-, mind vetülékirányban. A szakítóerő romlása kismértékű és elfogadható technológiai szempontból.
- Nedves kondenzálásos kikészítés esetén lennél láncirányban nagyobb mértékű szakítóerő veszteség mutatkozik, mint pamutnál. A folyékony ammóniával előkezelt szövetek szakítóereje kedvezőbb. Vetülékirányban a kezeletlen szövetek szakítóereje jobb. A „gyári” vegyszer-koncentrációt kb. a felére csökkentve a szakítóerő veszteség még nem jelentős.
- A száraz és nedves kondenzálás szakítóerőre gyakorolt hatását összehasonlítva megállapítható, hogy a vizsgált koncentrációtartományban a száraz kondenzálás nem alkalmas len tartalmú szövetek műgyantás kikészítésére a jelentős szakítószilárdság csökkenés miatt. A nedves kondenzálással végzett műgyantás kikészítés a kis mértékben csökkentett vegyszer-koncentráció mellett javasolt technológia len tartalmú szövetek kikészítésére.

Folyékony ammóniás előkezelést és műgyantás kikészítést alkalmazva elmondható, hogy len tartalmú szövetek esetén kizárólag nedves kondenzációs eljárással, a gyártó által javasolt vegyszer-koncentrációt kis mértékben csökkentve célszerű a szöveteket kikészíteni. A folyamat során elsősorban a nedves gyűrődésfeloldó képesség és a simára száradás javulása várható. A folyékony ammóniás előkezelés mérsékli a szilárdsági jellemzők romlását és javítja a gyűrődésfeloldást.

## 6. Tézisek

1. Röntgendiffrakciós vizsgálatokkal bebizonyítottam, hogy lencszövetek nagyüzemi körülmények között nedves eljárás szerint végrehajtott folyékony ammóniás kezelését követően a Cellulóz III  $\rightarrow$  Cellulóz I visszaalakulás nem teljes, a Cellulóz III mennyisége 15-30 %. Az eredmények szerint nincs különbség a kristályszerkezetben a lánc és vetülék lenfonalak között, valamint – féllen szövetek esetén – a lánc pamut és vetülék lenfonalak között.
2. Többfajta szorpciós vizsgálattal bizonyítottam, hogy a nedves eljárással végrehajtott folyékony ammóniás kezelés jelentősen módosítja a szövetek hozzáférhetőségét: nő a vízgőzszorpció, a jódszorpció és a nitrogénaszorpció. A színezékszorpció is nő, flexibilisebb molekulaszervezettel rendelkező színezék esetén nagyobb mértékben. A lencszövetek, valamint a féllen szövetek len vetülékfonalainak vízvisszatartása csökken, ugyanakkor a féllen szövetek pamut láncfonalainak vízvisszatartása nem változik számottevően.
3. Nagyszámú szövetvizsgálattal bebizonyítottam, hogy a nedves eljárás szerint végrehajtott folyékony ammóniás kezelés számottevően javítja a len és féllen szövetek viselési és használati tulajdonságait (gyűrődésfeloldás, mérettartás, mosás utáni simára száradás). Szubjektív megítélés alapján jelentősen javul a szövetek megjelenése, javulnak a felületi jellemzők. Lényegesen jobb a szövetek fogása is annak ellenére, hogy a fogás kvantitatív jellemzésére szolgáló hajlítási merevség lencszöveteknél általában nő, ami a nagyobb területi sűrűséggel magyarázható.
4. Nagyszámú szövetvizsgálattal bebizonyítottam, hogy a nedves eljárás szerint végrehajtott folyékony ammóniás kezelés hatására láncirányban nő, vetülék irányban pedig csökken a len és féllen szövetek szakítószilárdsága. Folyékony ammóniás kezeléssel a szövetek viszonylag gyenge kopásállósága számottevően javítható.
5. Különböző kikészítettségi fokú len és féllen szövetek szintani jellemzőinek vizsgálatával bebizonyítottam, hogy a nedves eljárással végrehajtott folyékony ammóniás kezelés szemmel észrevehető mértékben módosítja a szövetek színét: fehér szöveteknél enyhe sárgulás következik be, főzött és színezett szövetek esetén pedig elsősorban a világosság csökken. A színezett szöveteknek jelentősen nő a színmélysége.
6. Nagyszámú szövetvizsgálattal bebizonyítottam, hogy len és féllen szövetek nedves folyékony ammóniás előkezelése jelentősen mérsékli a szilárdsági jellemzők műgyantás kikészítésekor bekövetkező romlását. A nedves folyékony ammóniás kezelés és az azt követő nedves kondenzációs kikészítés elsősorban a lencszövetek nedves gyűrődésfeloldási képességét javítja.

## F. Függelék

### F.1. Publikációk

#### F.1.1. Az értekezés alapjául szolgáló publikációk és előadások

##### Publikációk

- I. Dornyai, B., Csiszár, E., Somlai, P. (2007) Improving Quality of Linen-Cotton Fabrics with Liquid Ammonia Treatment, *Journal of Natural Fibers*, 4(4) 41-57
- II. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai, P., Sajó, I. (2007) Liquid Ammonia Treatment of Linen and Cotton/Linen Fabrics. in *Textiles for Sustainable Development* (eds. R. Anandjiwala, L. Hunter, R. Kozlowski, G. Zaikov). Nova Science Publishers, Inc. pp. 173-179. ISBN: 978-1-60021-559-9
- III. Dornyai, B., Csiszár, E., Somlai P., Sajó I. (2006) Effect of Liquid Ammonia on the Fine Structure of Linen Fabric, *Textile Research Journal*, 76(8) 629-636
- IV. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai, P., Bors, A. (2006) Liquid Ammonia Treatment of Linen Fabrics, *AATCC Review*, 6(7), 44-49
- V. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai, P., Bors, A (2005) Liquid Ammonia Treatment of Linen Fabrics, Proceedings, Book 1, 506-510, AUTEK 2005 - 5th World Textile Conference, 27-29 June 2005, Portorož, Slovenia
- VI. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai, P., Bors, A. (2004) Cellulóz alapú szálanyagok folyékony ammóniás kezelése. 2. rész. A folyékony ammóniás kezelés hatása a cellulóz szupermolekuláris szerkezetére, *Magyar Textiltechnika*, LVII(1), 181-183
- VII. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai P., Bors A. (2002) Cellulóz alapú szálanyagok folyékony ammóniás kezelése, a folyékony ammóniás kezelés megvalósítása, *Magyar Textiltechnika*, LV(3), 85-87
- VIII. Csiszár, E., Somlai, P., Dornyai, B. (2002) Lenzövetek folyékony ammóniás kezelése, *IN-TECH-ED'02 Konferencia Kiadvány Műszaki Fejlesztés és Oktatás a textil- és ruházati iparban*, Textilipari Műszaki és Tudományos Egyesület, 138-142

##### Előadások

1. Kis, A., Dornyai, B., Somlai, P., Csiszár, E.: Len és fél-len szövetek folyékony ammóniás kezelése és műgyantás kikészítése, Nyílt Nap, BME, 2006. február 28.

2. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai, P., Sajó, I.: Liquid Ammonia Treatment of Linen and Cotton/Linen Fabrics, 2005 FAO/SCORENA International Conference, Port Elizabeth, South Africa, 23-27 October, 2005
3. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai, P., Bors, A.: Liquid Ammonia Treatment of Linen Fabrics, 5th World Textile Conference AUTEX 2005, 27-29 June, 2005, Portorož, Slovenia
4. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai, P., Bors, A.: Liquid Ammonia Treatment of Linen Fabrics, IN-TECH-ED'05 5. Nemzetközi Konferencia, Budapest 2005. szeptember 8-9.
5. Dornyai B.: Folyékony ammóniával kezelt lenszövetek műgyantás kikészítése, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Vegyészmérnöki Kar II. doktoráns konferenciája /2nd conference of PhD students at faculty of chemical engineering, Per. Pol. Chem. Eng., 49/1 (2005), 25-89./ 2004. november 24.
6. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai, P., Bors, A.: Liquid Ammonia Treatment of Linen Fabrics, The Fiber Society's Fall 2004 Annual Meeting and Technical Conference, Cornell University, October 11–13. Ithaca, NY, USA
7. Csiszár, E., Dornyai, B., Somlai, P., Bors, A.: Len és len típusú szövetek technológiai fejlesztése lágy fogású és könnyen kezelhető ruházati szövetek előállítására céljából, Nyílt Nap, BME, 2004. március 3.
8. Csiszár, E., Somlai, P., Dornyai, B.: Improving Quality of Linen and Linen-Containing Fabrics with Different Finishing Methods, Flax and Allied Fibre Plants for Human Welfare, FAO/SCORENA, Cairo, December 8-11, 2003, Egypt
9. Dornyai B.: Lenszövetek folyékony ammóniás kezelése, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Vegyészmérnöki Kar I. doktoráns konferenciája /First conference of PhD students at faculty of chemical engineering, Per. Pol. Chem. Eng., 47/1 (2003), 47-95./ 2003. november 26.
10. Dornyai, B., Csiszár, E., Somlai, P.: Lenszövetek folyékony ammóniás kezelése, IN-TECH-ED 02 -4. Nemzetközi Konferencia, Budapest, 2002. április 25-26.
11. Dornyai, B., Csiszár, E.: A Cellulóz alapú szálanyagok folyékony ammóniás kezelése, MTA Természetes Polimerek Munkabizottság ülése, Sopron, 2001. november 20.
12. Dornyai, B.: Folyékony ammóniás kezelés hatása len és fél-len szövetek tulajdonságaira, Tudományos Diákköri Konferencia, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Vegyészmérnöki Kar, 2001. november 14.

### **F.1.2. Egyéb publikáció és előadás**

1. Csiszár, E., Somlai, P., Bors, A., Dornyi, B. (2003) Improving Quality of Linen and Linen-Containing Fabrics with Different Finishing Methods, Flax and Allied Fibre Plants for Human Welfare, FAO/SCORENA, Book of Papers, Cairo, December 8-11, 2003, Egyp
2. Dornyi, B., Csiszár, E.: Hand-related and wearing properties of linen and linen-containing fabrics after biofinishing, COST Action 847, WG 3 and WG 5 Meeting, November 11-12, 2004, Pova de Varzim, Portugal

## F.2. Irodalmi hivatkozások

- Andrews B. A. K. (1992) Safe, comfortable, durable press cottons: A natural progression for a natural fiber. *Textile Chemist and Colorist*, 24(11) 17-22
- Archwal, W. B. (1999) Liquid ammonia treatment of cellulosics fibers. *Colourage*, 46(11), 37-40
- Barry, A. J., Peterson, F. C., King, A. J. (1936) X-ray Studies of Reactions of Cellulose in Non Aqueous Systems. Interaction of Cellulose and Liquid Ammonia. *Journal of American Chemical Society*, 58, 333-337
- Batra, S. K. (1998) Other Long Vegetable Fibers. in: *Handbook of Fiber Chemistry*, (eds. Lewin, M., Pearce, E. M.) 2nd edition, Marcell Dekker Inc., New York-Basel-Hong Kong, 535-568
- Bertoniere, N. R., King, W. D., Rowland, S. P. (1986) Effect of Mode of Agent Removal on Pore Structure of Liquid Ammonia Treated Cotton Cellulose. *Journal of Applied Polymer Science*, 31(8), 2769-2777
- Bertoniere, N. R., King, W. D. (1989) Effect of Scouring/Bleaching, Caustic Mercerization and Liquid Ammonia Treatment on the Pore Structure of Cotton Textile Fibers. *Textile Research Journal*., 59(2), 114-121
- Bertoniere, N. R., King, W. D. (1990) Residual Pore Volume, Resilience, and Strength of Crosslinked Cotton Cellulose, *Textile Research Journal*, 60(10), 606-612
- Bille H., Petersen H. (1976) Formaldehyde in textile finishing. Possibilities for a formaldehyde-free or a low-formaldehyde textile finish. *Melliand Textilberichte*, 57(2), 155-156
- Booth, J. E. (1969) Principles of Textile Testing, Chemical Publishing Company, Inc., New York, , pp287-289
- Bredereck, K. (1979) Die Fixierung von Baumwollgewebe durch Mercerisation und Flüssigammoniak-Behandlung, II: Beeinflussung der Deformationseigenschaften. *Melliand Textilberichte*, 60, 1027-1031
- Bredereck, K., Buschle-Diller, G. (1998) *Melliand Textilberichte*, 79(1),64-68
- Bredereck, K., Buschle-Diller, G. (1989) Liquid ammonia treatment of cotton fabric-relationship between structural changes and variations in properties. *Melliand Textilberichte*, 70, 116-117
- Bredereck, K., Commarmot, A. (1998) Ammonia Treatment of Cellulosic Fibers. *Melliand International*, 1, 54-58
- Bredereck, K., Commarmot, A. (1998) Ammoniakbehandlung von cellulosischen Fasern. *Melliand Textilberichte*, 79(1-2), 64-68
- Bredereck, K., Blüher, A., Hoffmann-Frey, A. (1990) Die Bestimmung der Porestruktur von Cellulosefasern durch Ausschlussmessungen. *Das Papier*, 44, 648

- Bredereck, K., Blüher, A. (1991) Die Ammoniak-Vorbehandlung und ihre Auswirkung auf die Veredlung. *Melliand Textilber.* 72 pp. 446–454.
- Bredereck, K., Saafan, A. (1981) Faserstruktur und färbeeigenschaften von cellulosefasern, 1. Zusammenhänge zwischen veränderungen der faserstruktur und der farbstoffadsorption bei baumwolle durch mercerisation und flüssigammoniak-behandlungen, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie* 95, 13-33
- Bredereck, K., Weckmann, R. (1978) Färbeeigenschaften und Struktur von Baumwollmaterialien nach Flüssigammoniak-behandlung und NaOH-Mercerisation, *Melliand Textilberichte*, 2, 137-142
- Brunauer, S., Emmett, P. H., Teller, E. (1938) Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American Chemical Society*, 60, 309-319
- Buschle-Diller, G., Zeronian, S. H. (1992) Enhancing Reactivity and Strength of Cotton Fibers. *Journal Applied Polymer Scienced*, 45, 967-979
- Calamari, Jr. T. A., Thibodeaux, D. P. (1988) The effect of Swelling Agents on Liquid Ammonia Mercerezing Solutions. *Textile Chemist and Colorist*, 20(12), 13-16
- Calamari, Jr. T. A., Schreiber, S. P., Cooper, Jr. S. S., Reeves, W. A. (1971) Liquid ammonia modification of cellulose in cotton and polyester/cotton textiles. *Textile Chemist and Colorist*, 3(10), 61-65
- Cheek, L., Ladish, C. (1984) Liquid Ammonia Pretreatment of Cellulosic Fabrics, Part I. Effect on Sorption and Dyeability of HWM Rayon, Viscose, Cotton, *Cellulose Chemistry and Technology*, 18, 313-321
- Clark, G. L., Parker, E. A. (1937) An X-ray Diffraction Study of the Action of Liquid Ammonia on Cellulose and its Derivates, *Journal of Physical Chemistry* 41, 777-786
- Coates, J. P., Parker, E. A. (1968) Method of Treating Cellulosic Materials, *British Patent* 1136417
- Conference on the Liquid Ammonia Treatment of Cellulosic textiles. (1970) *Shirley Institute*, Didsbury, Manchester, 1-46
- Csiszár, E., Somlai, P. (2004) Improving Softness and Hand of Linen and Linen-Containing Fabrics with Finishing. *AATCC Review*, 4(3), 17-21
- French, A. D. (1985) *Cellulose Chemistry and its Application*. eds.: Nevell, T. P., Zeronian, S. H., John Wiley and Sons Inc., New York, 84-103
- Salmon-Minotte, J., Franck, R. R. (2005) Flax. in: *Bast and other plant fibres*, (eds. Franck, R. R.) Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 95-137
- Ford, Z. M., Stevens, E. D., Johnson, P. G., French, A. D. (2005) Determing the crystal structure of Cellulose III, by modelling, *Carbohydrate Research*, 340(5), 827-833

- Gailey, R. M. (1970) Conference on the Liquid Ammonia Treatment of Cellulosic Textiles. *Book of Papers*, Disbury, Manchester, England, 9-20
- Geubtner, M., (1990) Modern formaldehyde-free easy-care finishing for a handle in line with modern trends. *Melliand Textilberichte*, 71(5), 394-397
- Gogek, C. J., Olds, W. F., Valko, E. I., Shanley, E. S. (1969) Effect of preswelling on durable-press performance of cotton. *Textile Research Journal*, 39(6), 543-547
- Greenwood, P. F (1987) Mercerization and liquid ammonia treatment of cotton. *JSDC*, 103(10), 342-349
- Heap, S. A. (1978) Liquid Ammonia Treatment of Cotton Fabrics as a Pretreatment for Easy-Care Finishing, *Textile Inst. Ind.* 6, 387-390
- Hess, K., Trogus, C. (1935) Über Ammoniak-Cellulose, *Berstein, Deutsches Chem. Ges.* 68B, 1986-1988
- Hess, K., Gundermann, J. (1957) *Berstein, Deutsches Chem. Ges.* 70 1788
- Jayme, G., Knolle, H. (1964) *Das Papier*, 78, 24
- Jayme, G., Roffach, E. (1970) *Das Papier*, 24, 181
- Jung, H. Z., Benerito, R. R., Berni, R. J., Mitcham, D. (1977) Effect of Low Temperatures on Polymorphic Structures of Cotton Cellulose. *Journal of Applied Polymer Science*, 21, 1981-1988
- Karmakar, S. R. (1999) Chemical technology in the pre-treatment processes of textiles, *Elsevier, Textile Science and Technology*, 12, 309-315
- Kaswell, E. R. (1953) *Textile Fibers, Yarns, and Fabrics*, Reinhold Publishing Corporation, New York, 449-462
- Kim, E., Csiszár, E. (2005) Chemical Finishing of Linen and Ramie Fabrics. *Journal of Natural Fibres*, 2(3), 35-48
- Kipling, J. J. (1965) Adsorption from solutions of non-electrolytes. *Academic Press*, London
- Kóczy, I. (1973) Anyagismeret, *Műszaki Könyvkiadó, Budapest*, 29-35
- Kozłowski, R., Manys, S. (1996) The Properties of Liquid Ammonia Treated Linen Fabric. *Natural Fibers*, 40, 75-79
- Kozłowski, R., Manys, S. (1997) Latest bast fibre achievements. *Textile Asia*, 28(8), 55-58
- Krässig, H. (1990) Cellulose: Morphologie, Struktur, Zugänglichkeit und Reaktivität. *Das Papier*. 44(12), 617-624
- Krässig, H. (1993) Cellulose: Structure, accessibility and Reactivity, *Gordon and Breach Science Publishers, Polymer Monographs 11*, 246-253
- Kratz, G., Funder, A. (1987) Finishing of woven linen and ramie fabrics with liquid ammonia. *Melliand Textilberichte*, 68(10), 775-780

- Ladish, C. M., Cheek, L. (2005) *Cellulose Chemistry and Technology*, 18, 535
- Lambrinou, I. (1975) Leinen und Alkali/Teil.1. *Melliand Textilberichte*, 4, 277-278
- László, K., Annus, S., Erdélyi, J., Rohrsepter, S. (2000) Cellulózrostok fejlagos felületének meghatározása molekulaadszorpcióval, *Magyar Kémiai Folyóirat* 106(7), 262-269
- Lee, J. M. (1996) Process for ammonia recovery in ammonia production, J. Cleaner Prod, Volume 4, Number 1TX, United States Patent 5484582
- Lee, M., Wakida, T., Tokuyama, T., Doi, C., Lim, Y. L., and Jeon, S. K. (1984) Liquid Ammonia Treatment of Regenerates Cellulosic Fabrics. *Textile Research Journal*, 75(1), 13-18
- Lepenye G., Víg A., Rémi E., Vabrik R., Rusznák I. (1997) Formaldehid a pamutkikészítésben. *Magyar Textiltechnika*, 1, 35-38
- Lewin, M., Roldan, L. G. (1971) The Effect of Liquid Anhydrous Ammonia in the structure and Morphology of Cotton Cellulose. *Journal of Polymer Science*, 36, 213-229
- Maekawa, M., Nango, M., Katayama, A., Kuroki, N. (1984) Adsorption of Direct Dye on Cellulose in the Presence of Sodium Alginate; The Effect of Molecular Size of Sodium Alginate on Dye Adsorption. *Journal of Polymer Science, Polymer Letters Edition*, 22(44), 221-227
- Marsh J. T. (1948) An Introduction to Textile Finishing. *Chapman and Hall Ltd.* London
- Marsh J. T. (1962) Self-smoothing Fabrics, *Chapman and Hall Ltd.*, 3, 359, London
- Mátyus, H., Rusznák, I., Hirschler, R., Iványi, M. (1982) Swelling as a way of influencing the colour yield on cotton fabrics. *Textilveredlung*, 17, 161
- McClellan, A. L., Hansberger, H. F. (1967) *J. Coll. Int. Sci.*, 23, 577
- Meredith, R. (1956) Mechanical Properties of Textile Fibers. *Interscience*, New York
- Meyer, C. (1999) Comparative description of finishing process with liquid ammonia. *Melliand International*, 3, 243-244
- Meyer, C. (1999) Improved Textile Wear Properties through the Liquid Ammonia Process. *International Textile Bulletin*, 45(1), 68-70
- Morton, W. E., Hearle, J. W. S. (1997) Physical Properties of Textile Fibers. *The Textile Institute*, 229-264, Manchester
- Nelson, M. L., Rousselle, M. A., Cangerni, S., Trouard, P. (1982) The Iodine Sorption Test. Factors Affecting Reproducibility and a Semimicro Adaptation. *Textile Research Journal*, 40, 872-880
- Nevell, T.P., Zeronian, S. H. (1985) Cellulose Chemistry and its Applications. Ellis Harwood Ltd, Chicester, England, 159-180

- Peters R. H., (1967) *Textile Chemistry*. Volume II. Impurities in fibers; Purification of Fibers, Elsevier Publishing Company, Amsterdam, London, New York, 91-95, 148-149, 247-253
- Petersen H. (1968) *Textilveredlung*, 3, 160-179
- Petersen H., Pai P. S. (1981) Reagents for Low-Formaldehyde Finishing of Textiles. *Textile Research Journal*, 51(4), 282-302
- Peterson H. (1987) The chemistry of crease-resist crosslinking agents. *Review of Progress in Coloration and Related Topics*, 17, 7-22
- Raheel, M., Lien, M. D. (1982) Modifying wear life of all-cotton fabrics. Part I: Liquid ammonia treatment and durable press finish, *Textile Research Journal* 52(8), 493-502
- Raheel, M. (1983) Modifying wear life of all-cotton fabrics. Part III: Liquid ammonia in conjunction with caustic soda as a pretreatment for durable press finish. *Textil Research Journal*, 53(9), 557-566
- Reicher J. (1983) Duzzasztás hatása pamutcellulóz szerkezeti és technológiai tulajdonságaira, *Kandidátusi értekezés*, Budapest
- Reicher J., Borsa J. (2003) Cellulóz tartalmú kelmék formaldehid-szegény és formaldehid-mentes kikészítése I. rész. *Magyar Textiltechnika*, 6, 155-158
- Rémi E., Perdi S., Lepenye Gy., Rusznák I., Víg A. (1998) Formaldehidmentes kikészítés reaktív ciklodextrinekkel. *Magyar Textiltechnika*, 1, 19-22
- Ross-Murphy, S. B. (1985) Intracrystalline swelling of cellulose. in *Cellulose Chemistry and its Application*. (eds.: Nevell, T. P., Zeronian, S. H.) John Wiley and Sons Inc., New York 202-221.
- Rousselle, M. A., Nelson, M. L., Hassenboehler, C. B., Legendre, D. C. (1976) Liquid Ammonia and Caustic Mercerization of Cotton Fibers; Changes in Fine Structure and Mechanical Properties, *Textile Research Journal*, 46, 304-310
- Rowland, S. P., Bertoniere, N. R. (1985) Chemical methods of studying supramolecular structure in cellulose chemistry and its application. *Ellis Harwood*, Chichester, West Sussex, UK. 112-137
- Rowland, S. P., Nelson, M. L., Welch, C. M., Hebert, J. J. (1976) Cotton Fiber Morphology and Textile Performance Properties. *Textile Research Journal*, 3, 194-205
- Rowland, S. P., Wade, C. P., Bertoniere, N. R. (1984) Pore Structure Analysis of Purified, Sodium Hydroxide-Treated and Liquid Ammonia-Treated Cotton Celluloses. *Journal of Applied Polymer Science*, 29, 3349-3357
- Rusznák István (1989) *Textilkémia I-II.*, Tankönyvkiadó, Budapest
- Safan, A. A., Habib, A. M. (1988) Pore structure of modified cotton and its effects on fiber reactive dyeing properties, *Colloids and Surfaces*, 34(1), 75-80

Schwertassek, K., Hochmann, U. (1974) Determination of the degree of mercerization of cotton mercerized with ammonia. *Melliand Textilberichte*, 55, 544-547

Sentralinstitut für Industriell Forskning und Nors. Tekstilforskningsinstitut (1967) Process for the Treatment of Fabrics Containing Cellulosics Fibers with Liquid Ammonia, *British Patent* 1084612

Sharma, H. S. and Van Sumere, C. F. (1988) The Biology and Processing of Flax, *M Publication*, Belfast, UK

Shore, J. (1995) Cellulose Structure, Properties and Behaviour in the Dyeing Process. in: *Cellulosics Dyeing, Society of Dyers and Colourists*, (eds. Shore. J.) Bradford 62-234

Stepanik, T. M., Rajagopal, S., Ewing, D., Whitehouse, R. (1998) Electron processing technology a promising application for the viscose industry. *Radiation Physics and Chemistry*, 52, 505-509

Stevens, C. V., Roldan-Gonzalez, L. G. (1984) Liquid Ammonia Treatment of Textiles, in Lewin, M., Sello, S. B.: *Handbook of Fiber Science and Technology: Vol. II. Part A., Chap. 4.* 167-203, Marcel Dekker, Inc., New York and Basel

Stevens, C. V., Roldan (-Gonzalez) L, G. (1996) Liquid Ammonia Treatment of Textiles. Effect of liquid ammonia on structure and morphology of cotton. in *Handbook of Fiber Science and Technology* (eds. Lewin, M., Preston, J.. ) Marcel Dekker, Inc., New York and Basel Vol. III. 168-180.

Stevens, C. V., Roldan (-Gonzalez) L, G. (1984) Liquid Ammonia Treatment of Textiles. in *Handbook of Fiber Science and Technology* (eds. Lewin, M., Sello, S. B. ) Marcel Dekker, Inc., New York and Basel Vol. II. 167-203.

Strauß F. (2000) Grundlegende Aspekte der Reibechtheit von reaktivgefärbten Cellulosematerialien, *Doktors der Naturwissenschaften genehmigte Dissertation, Institut für Textil- und Faserchemie der Universität Stuttgart*

Tesoro, G. C. (1983) Crosslinking of Cellulosics, in: *Handbook of Fiber Science and Technology*, (eds. Lewin, M., Sello, S. B.) Vol. II., Chemical Processing of Fibers and Fabrics, Marcel Dekker, New York, 1-47

Tóth, T. (2003) A tetrametil-ammonium-hidroxid hatása a cellulózra a nátrium-hidroxiddal összehasonlítva, Ph.D. értekezés, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem

Trask-Morrell B. J., Andrews B. A. K., Pakarinen D. R., Linton S. (1995) Measurement of formaldehyde transport using the dynamic chamber test. *Textile Chemist and Colorist*, 27(5), 25-29

Troope, W. (1970) „The Liquid Ammonia Treatment of Fabrics. Areas of Application.” Liquid Ammonia Treatment of Cellulosic Textile, Belle Vue, Manchester, England, *Cotton Silk and Man-made Fibres Research Assoc., Shirley Inst., Didsbury*, 40-46

Vigo, T. L. (1994) Preparatory Processes: Mercerization and Liquid Ammonia Treatment of Textiles. in *Textile Science and Technology, Textile Processing and Properties*, Elsevier, Amsterdam, (11) 221-291

- Wada, M., Nishiyama, Y., Langan, P. (2006) X-ray structure of ammonia-cellulose I: New insights into the conversion of cellulose I to cellulose III, *Macromolecules* 39(8), 2947-2952
- Wakelyn, P. J., Bertoniere, N. R., French, A. D., Zeronian, S.H., Nevell, T. P., Thibodeaux, D. P., Blanchard, E. J., Calamari, T. A., Triplett, B. A., Bragg, C. K., Welch, C. M., Timpai, J. D., Goynes, W. R., Jr., Franklin, W. E., Reinhardt, R. M., Vigo, T. L. (1998) Cotton Fibers. in *Handbook of Fiber Chemistry*, (eds. Lewin, M., Pearce, E. M.) Marcel Dekker, inc., New York, 577-721
- Wakida, T., Kida, K., Lee, M., Bae, S., Yoshioka, H., Yanai, Y. (2000) Dyeing and Mechanical Properties of Cotton Fabrics Treated with Sodium Hydroxide/Liquid Ammonia and Liquid Ammonia/Sodium Hydroxide. *Textile Research Journal*, 70(4), 328-332
- Warwicker, J. O., Jeffries, R., Colbran, R. L. (1966) A Review of the Literature on the effect of Caustic Soda and Other Swelling Agents on the Fine Structure of Cotton, Shirley Institute Pamphlet, No. 93. *The Cotton silk and man-made fibres research association*, 174-175
- Webster, C. E., Drago, R. S., Zerner, M. C. (1988) *J. Am. Chem. Soc.* **120**, 5509
- Xiao, B., Sun, X. F., Run-Cang Sun (2001) Chemical, structural, and thermal characterizations of alkali-soluble lignins and hemicelluloses from maize stems, rye straw, and rice straw. *Polymer Degradation and Stability*, 74, 307-319
- Yanai, Y., Hamada, K., Shimizu, Y. (2005) The liquid ammonia treatment of cotton fibers – The structural changes of cotton fibers under different methods of liquid ammonia removal, *Sen-I Gakkaishi* 61(11), 294-302
- Yang, C.Q., Zhou, W., Lickfield, G. C., Parachura, K. (2003) Cellulase treatment of durable press finished cotton fabric: Effects on fabric strength, abrasion resistance, and handle. *Textil Research Journal*, 73(12), 1057-1062
- Yatsu, L. Y., Calamari, T. A. Jr., and Benerito, R. R. (1986) Conversion of Cellulose I to Stable Cellulose III. *Textile Research Journal*, 56(7), 419-424
- Yuichi Yanai, Kunihiro Hamad, Yoshio Shimuzu (2006) The Liquid Ammonia Treatment of Cotton Fibers, *SEN'I GAKKAISHI* 62(4) 81-88

### F.3. Mérési módszerek

#### F.3.1. Molekuláris jellemzők

##### ◆ Polimerizációs fok

Textíliák polimerizációs fokának meghatározására az MSZ 14301/1-76 szabványt használtam.

#### F.3.2. A cellulóz komponens kristályszerkezete

##### ◆ A röntgendiffrakciós felvétel paraméterei

A cellulóz kristálytípusának és kristályos hányadának meghatározására legalkalmasabb módszer a röntgendiffrakciós vizsgálat (Jayme és Knolle, 1964). Alapja, hogy az atomok mérete és a röntgensugár hullámhossza nagyságrendben megegyezik, mivel az atomok mérete az angström (0,1 nm) nagyságrendjébe esik. A röntgensugárzás szóródik az atomokon; az anyag szerkezetére vonatkozó információkhoz a szóródás jellegéből, a hullámok interferenciaképéből jutunk. A Cellulóz III kristályrácsára a  $2\theta$   $12^\circ$  és  $2\theta$   $21^\circ$  értékeknél mért intenzitás jellemző.

A röntgendiffrakciós mérések Philips PW 3710/PW 1050 Bragg-Brentano röntgendiffraktométerrel történtek (Cu  $K\alpha$  sugárzás, 45 kV, 30 mA, grafit monokromátor, proporcionális számláló).  $2\theta = 5-30^\circ$

#### F.3.3. Cellulóz hozzáférhetősége

##### ◆ Egyensúlyi vízgőzszorpciós kapacitás

Nyitott bemérő edényben a mintákból kb. 0,5 g–ot foszfor-pentoxidot tartalmazó exszikkátorba helyeztem, és öt nap szárítás után megmértem a minták „száraz” tömegét. Ezután áthelyeztem a mintákat 65 % relatív nedvességtartalmú exszikkátorba foszfor-pentoxid sóoldat fölé, majd öt nap kondicionálás után megmértem a minták „nedves” tömegét. Az egyensúlyi vízgőz szorpciós kapacitást a száraz tömeg % - ában adtam meg a következő egyenlet alapján:

$$[(g_n - g_{sz}) / g_{sz}] \cdot 100$$

ahol  $g_n$ : a textília nedves tömege [g]

$g_{sz}$ : a textília száraz tömege [g]

##### ◆ Jód-szorpciós kapacitás

A jód-szorpciót Schwertassek (Schwertassek, 1931) módszere alapján Nelson és Rouselle (Nelson és társai, 1970) által kidolgozott eljárás szerint határoztam meg. Az előre lemért szálakra bűrettáblából  $1,2 \text{ cm}^3$  jódoldatot csepegtettem. Háromperces kezelés után  $100 \text{ cm}^3$   $22,5^\circ\text{C}$ -os

telített nátrium-szulfát oldatot adtam hozzá. Az oldatot 1 órán keresztül 22,5 °C-on termosztáltam. Ebből az oldatból 50 cm<sup>3</sup>-t titráltam meg 0,02 N nátrium-tioszulfát oldattal. Végpontjelzésre keményítő oldatot használtam. Az öt párhuzamos mérés és a vakpróba eredményeiből számítottam ki a jódszorpciós kapacitást, amit mg jód/g szövet értékben adtam meg.

$$I = \frac{(a - b) \cdot 2 \cdot f \cdot 2,538}{\text{bemérés}}$$

ahol: **a**: fogyás a vakpróbára [cm<sup>3</sup>]

**b**: fogyás [cm<sup>3</sup>]

**f**: faktor

**I**: jódszorpciós kapacitás [mg I<sub>2</sub>/g szálasanyag]

#### ◆ **Vízvisszatartás**

A mintából 0,5 g-ot vízben 24 óráig áztattam, majd n=5500 1/perc fordulatszámmal 10 percig centrifugáltam, ezután mértem a nedves minták tömegét ( $g_n$ ). A mintákat szárítószekrényben tömegállandóságig szárítottam, majd mértem a száraz minta tömegét ( $g_{sz}$ ). Három párhuzamos mérést végeztem. A vízvisszatartási értékeket a következő képlet alapján számítottam ki:

$$WRV = [(g_n - g_{sz}) / g_{sz}] \cdot 100$$

ahol **WRV**: a vízvisszatartás mértéke [%]

**$g_n$** : a textília nedves tömege [g]

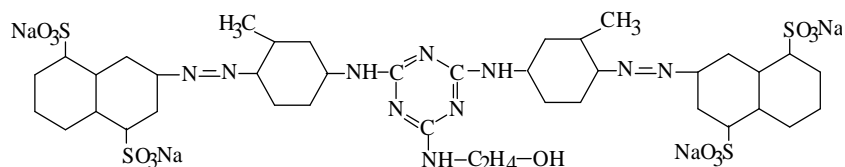
**$g_{sz}$** : a textília száraz tömege [g]

#### ◆ **Színezékszorpció**

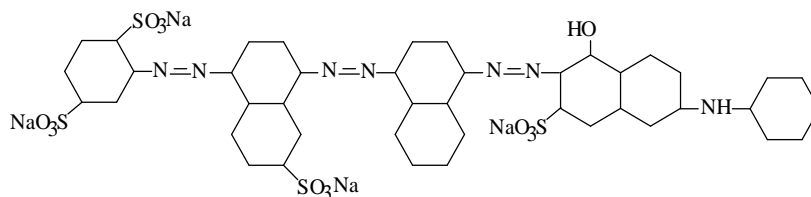
A színezék szorpciós vizsgálatot különböző méretű direkt színezékekkel végeztem (36. táblázat, F.1. és F.2. ábra). Mivel a direkt színezékek csak másodlagos kötőerőkkel kapcsolódnak a cellulózhoz, nem lépnek kölcsönhatásba a molekulával, nem változtatják meg a szerkezetét, így a pórusméretét sem.

36. táblázat: Alkalmazott színezékek

Megnevezés	Elnyelési maximum [nm]	Molekulatömeg [g/mol]
Direct Yellow 84	390	1082,07
Direct Blue 78	603	1075,07



F.1. ábra: C.I. Direct Yellow 84 színezék képlete



F.2. ábra: C.I. Direct Blue 78 színezék képlete

A színezés Mathis Labomat típusú laboratóriumi színező berendezésben történt az alábbi recept szerint: x % színezék, x % Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 7,5x % NaCl. Kb. 2 g szövetet 1:50 fürdőarány mellett színeztem 90 °C-on 50/perc fordulatszám mellett 110 percig. A színezés után a szöveteket 100 cm<sup>3</sup> forró desztillált vízben, majd 4-szer 100 cm<sup>3</sup> hideg desztillált vízben mostam. A mosóleveket a mérésekhez összegyűjtöttem.

A felvett színezék mennyiségét UV-VIS spektrofotometriás módszerrel határoztam meg. A méréshez szükséges hígítás után a színezék elnyelési maximumához tartozó hullámhosszon (36. táblázat) mértem a kiindulási színező fürdő, valamint a mosólevelekkel kiegészített kimerült fürdő abszorbanciáját. A szálon levő színezék mennyiségét kalibrációs görbe segítségével a kiindulási és a kimerült fürdő koncentrációjának és a színezett textilálya tömegének ismeretében számítottam ki.

A színezést a következő színezékkoncentrációk mellett végeztem: 0,2; 0,4; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0 [%] a szálanyag tömegére vonatkoztatva.

### F.3.4. A szál morfológiája

#### ◆ Nitrogénszorpció

A pórusos rendszer nitrogén-gőzzel szembeni viselkedését vizsgáltam alacsony hőmérsékleten. A mérést Quantachrome gyártmányú AUTOSTORB-1 készülékkel (Quantachrome, USA) végeztük. Az automatizált berendezés statikus volumetrikus elven működik, számítógépes vezérléssel és kiértékelési lehetőséggel. Alsó méréshatára 0,05 m<sup>2</sup>/g.

Vizsgálatom során az adszorbeátum nitrogén gáz volt, az adszorpciót a cseppfolyós nitrogén hőmérsékletén (77K) mértük.

Mérési körülmények: a minta előkészítése, azaz leszívása szobahőmérsékleten, kb. 10-5 Hgmm végvákuumra, min. 20 órán keresztül történt. Ezt követően határoztuk meg a teljes adszorpciós-deszorpciós izotermát.

Kiértékelés: Az 1 g mintára számított adszorbeált gázmennyiséget az egyensúlyi relatív nyomás függvényében ábrázoltuk. Az adszorpciós izoterma kezdeti szakaszának felvétele a 0,05-0,35 relatív nyomás tartományban történt. Az izoterma közelítésére a BRUNAUER, EMMETT és TELLER által kidolgozott ún. BET egyenletet használtam (Brunauer és társai, 1938). A fajlagos felületet az ún. többpontos módszerrel számítottam. Az alkalmazott mérési és kiértékelési eljárás a fajlagos felület meghatározásának standard módszere.

#### ◆ **Az elektronmikroszkópos felvétel paraméterei**

Az elektronmikroszkópos felvételek elkészítése pásztázó elektronmikroszkóppal történt. A használt berendezés típusa: Hitachi S – 570 pásztázó elektronmikroszkóp. Előkészítés: Au gőzölés, 20 kV gyorsító feszültséggel, 0° dőléssel nézve, fotózva.

### **F.3.5. A kelme mechanikai tulajdonságai**

#### ◆ **Szakítószilárdság, szakadási nyúlás**

Instron Tester Model 5566 berendezésen az ASTM D1682 szabványnak megfelelően, 2 cm-es mintákon mértem lánc- és vetülékirányban a szövetek sávszakítóerejét és szakadási nyúlását. A szilárdsági vizsgálatokat szobahőmérsékleten, 65 %-os relatív páratartalom mellett végeztem. A szövetek relatív szakítóerejét a 2 cm-re eső sávszakítóerő és a fonalszám hányadosaként számítottam ki.

#### ◆ **Kopásállóság**

A kopásállóságot Martindale Tester Model 404 berendezésen vizsgáltam, szobahőmérsékleten, 65 % relatív páratartalom mellett, az ISO 12947-2:1998 szabványnak megfelelően. A kopásállóság meghatározásánál azt a fordulatszámot jegyeztem fel mért értéknek, amikor a mintában min. 2 szövetzál elszakadt.

#### ◆ **Mosás utáni simára száradás (felületi gyűröttség)**

A szövetek mosás utáni felületi gyűröttségének vizsgálatát a MSZ 93/16-87 szabvány alapján végeztem. A mintákat 40 °C-on, 1 órán keresztül, automata mosógépben mostam, majd fektetve szárítottam, szobahőmérsékleten, a minősítést ezután végeztem el. A MONSANTO sablonok (műanyagból készült, különböző felületi gyűröttségű sablonok) segítségével állapítottam meg a

szövetminták felületi gyűröttségét (F.3. ábra). A MONSANTO sablonokat az iparban is alkalmazzák a felületi gyűröttség minősítésére. A MONSANTO képek segítségével a szövet 1-től 5-ig értékelhető a minták felületi képe alapján; az 1-es a leggyűröttebb mintát, az 5-ös a legszebb, legsimább mintát jelöli.



F.3. ábra: 1-es és 2-es számú MONSANTO sablon képe

◆ **Gyűrődésfeloldó képesség**

A gyűrődésfeloldó képesség vizsgálatát az ISO 2313:1972 szabvány alapján végeztem. Minden szövetből - száraz és nedves állapotban (5 db láncirányú, 5 db vetülékirányú minta) - összesen 20 mintát vizsgáltam.

◆ **Méretváltozás**

A méretváltozás vizsgálatát az ISO 5077:1984 szabvány szerint végeztem. A szöveteken 50x50 cm-es négyzeteket jelöltem be, amelyeket újrámértem mosás és száradás után. A mért és az eredeti értékek különbségéből a következő képlet alapján számítottam a méretváltozást ( $\delta_L$  [%]):

$$\delta_L = \frac{L_1 - L_0}{L_0} \cdot 100$$

Ahol:  $L_1$ : mosott minta, a bejelölt lánc- vagy vetülékirányú távolságok átlagos hossza [mm]

$L_0$ : a kiindulási mintán bejelölt lánc- vagy vetülékirányú távolságok átlagos hossza [mm] (500 mm)

ha  $L_1 < L_0 \rightarrow \delta_L$  negatív előjelű, vagyis méretcsökkenés, zsugorodás következik be,

ha  $L_1 > L_0 \rightarrow \delta_L$  pozitív előjelű, vagyis méretnövekedés, nyúlás történt.

◆ **Hajlítási hossz, hajlítási merevség**

A kezelt textíliákból 3 db 10x2 cm méretű mintát vágtam ki, majd a MSZ 101/12-64 szabványnak megfelelően Shirley Stiffness Tester mérőberendezésen (F.4. ábra) mértem a

hajlítási hosszt és számítottam ki a hajlítási merevséget. A hajlítási hossz mérésének célja, annak a hosszának a megállapítása, amelynél a minta a vezetőlapról leeresztve eléri azt a hajlási szöveget (41,5 °), amit egy vonal jelez a műszeren. Ez az érték láncirányban és vetülékirányban eltérhet, ezért mindkét irányban elvégeztem a mérést. A kapott értékekből a textíliák négyzetmétertömegét figyelembe véve a következő képlettel számoltam a hajlítási merevséget ( $G$  [ $\text{mg} \cdot \text{cm}$ ]):

$$G = w \cdot c^3$$

ahol:  $w$ : a kelme négyzetméter tömege [ $\text{mg}/\text{cm}^2$ ]

$c$ : pedig a mért hajlítási hossz érték [ $\text{cm}$ ]

Lánc- és vetülékirányban kapott  $G$  értékekből a kelme átlagos fogására jellemző  $G_{\text{over-all}}$  [ $\text{mg} \times \text{cm}$ ] a következő képlettel számítható ki:

$$G_{\text{over-all}} = \sqrt{G_{\text{lánc}} \cdot G_{\text{vetülék}}}$$



F.4. ábra: Shirley Stiffness Tester

#### ◆ Légáteresztő képesség

A légáteresztő képesség mérést Metefém FF2 légáteresztőképesség mérő készüléken az ISO 9237:1995 szabványnak megfelelően végeztem.

### F.3.6. Színváltozás

#### ◆ Színmérés

A szövetek színét Hunterlab Color QUEST típusú (Hunterlab Associates Laboratory INC, Reston, Virginia, USA) színmérő berendezésen mértem, D65/10 ° fényforrással.

A mintákat az X, Y, Z színíngert-összetevőkkel, valamint a standardnak választott szövethez viszonyított – a színmérő berendezéshez kapcsolt számítógép Universal programja segítségével kiszámolt -  $\Delta E_{ab}^*$ , CIELAB színíngertkülönbség,  $\Delta C_{ab}^*$  krómakülönbség és  $\Delta L_{ab}^*$  világosságkülönbség és a  $\Delta H_{ab}^*$  színezetkülönbség értékekkel jellemeztem.

#### F.4. Műgyantás kikészítés paramétereit, vegyszerei

##### ◆ **Eredeti Henkel technológia (nedves kondenzálás):**

*Kikészítés:*

Kikészítőszer: 300 g/l Stabitex ETR (műgyanta)

Katalizátor: 30 ml/l cc H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

*Mosás:*

1. fürdő: 1 ml/l NaOH 38 °Be
2. fürdő: hideg öblítő
3. fürdő: 1 g/l Foryl 197, 40 °C
4. fürdő: hideg öblítő
5. fürdő: hideg öblítő
6. fürdő: hideg öblítő
7. fürdő: hideg öblítő

##### ◆ **Eredeti Henkel technológia (száraz kondenzálás):**

*Kikészítés:*

Kikészítőszer: 60 g/l Stabitex ETR (műgyanta)

Katalizátor: 12 g/l MgCl<sub>2</sub>

Segédanyagok: 30 g/l Adasil SM  
10 g/l Adalin NI

*Szárítás:*

110°C 120 sec

*Kondenzálás:*

150°C 90 sec

*Mosás:*

1. fürdő: 40°C-os desztillált víz
2. fürdő: 40°C-os desztillált víz
3. fürdő: 40°C-os desztillált víz

##### ◆ **Eredeti Bezema technológia (nedves kondenzálás):**

*Kikészítés:*

Kikészítőszer: 180 g/l Reaknitt BF-V (műgyanta)

Katalizátor: 70 g/l Reaknitt Katalysator FV

Segédanyagok: 30 g/l Polyavin PEN  
20 g/l Tubingal RWM  
3 g/l Kollasol HV

*Mosás:*

1. fürdő: hideg desztillált víz
2. fürdő: 50 °C –os desztillát víz
3. fürdő: 40-80 °C-os desztillált víz + 3g/l Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
4. fürdő: 40 °C-os desztillált víz + 8 ml/l ecetsav

5. fürdő: hideg desztillált víz
6. fürdő: 50 °C –os desztillát víz
7. fürdő: hideg desztillált víz

◆ **Eredeti Bezema technológia (száraz kondenzálás):**

*Kikészítés:*

- Kikészítőszer: 180 g/l Reaknitt BC  
Katalizátor: 36 g/l CHT-Katalysator BFM  
Segédanyagok: 30 g/l Polyavin PEN  
20 g/l Tubingal RWM  
30 g/l Tubingal FAM  
3 g/l Kollasol HV

*Szárítás:*

100°C 120 sec

*Kondenzálás:*

150°C 180 sec

*Mosás:*

1. fürdő: 40°C-os desztillált víz
2. fürdő: 40°C-os desztillált víz
3. fürdő: 40°C-os desztillált víz

◆ **Eredeti CIBA technológia:**

*Kikészítés:*

- Kikészítőszer: 150 g/l Knittex FA (műgyanta)  
Katalizátor: 120 ml/l cc HCl  
Segédanyagok: 50 g/l Turpex ACN (lágýító, adalin típusú)

*Mosás:*

1. fürdő: 2,5 g/l szóda (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)  
0,5 g/l KEMO TC
2. fürdő: 1,5 g/l szóda (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)  
0,6 g/l KEMO TC
3. fürdő: semlegesre mosás desztillált vízben

• **Nedves technológia:**

A kikészítés során a szövetet kétszer (1 percig) telítettem 1000 ml kikészítő oldatban. A telítések után kipréseltem a szöveteket, a préshatásfok 70-90 % volt. A kikészített szöveteket feltekercseltem, fóliába becsomagoltam és 24 órát pihentettem, majd a receptben leírt módon kimostam és szűrőpapírra fektetve szárítottam.

• **Száraz technológia:**

A kikészítés során a szövetet kétszer (1 percig) telítettem 1000 ml kikészítő oldatban. A telítések után kipréseltem a szöveteket, a préshatásfok 70-90 % volt. A kikészített szöveteket

feszítőrámán az előírt hőfokon szárítottam, majd kondenzáltam megadott ideig. Kondenzálás után a receptben leírt módon kimostam, majd szűrőpapírra fektetve szárítottam.

◆ **A műgyantás kikészítés vegyszerei**

• **Kémiai kikészítőszer:**

Stabitex ETR: N-metilol-dihidroxid-etilén-karbamid alapú műgyanta, könnyen kezelhető szövetek kikészítéséhez ajánlják. Savas közegben alkalmazható, anionos, kationos és nem ionos segédanyagokkal egyaránt. Formaldehid tartalma nagyon alacsony.

Reaknitt BC: módosított DMDHEU alapú, CHT-Katalysator FS-sel és CHT-Katalysator-BFM-mel kombinálva kiváló „Easy-Care” tulajdonságot eredményez, speciálisan a „CHT-Comfort-Finish” eljárásra lett kifejlesztve. A textilია könnyen kezelhetővé válik kikészítés után.

Reaknitt B-FV: módosított DMDHEU alapú, CHT-Katalysator-BFM katalizátorral alkalmazva kiváló „Easy-Care” tulajdonság érhető el. A textilία könnyen kezelhetővé válik kikészítés után.

Knittex FA: módosított glioxál-karbamid származék, formaldehid-szegény műgyanta cellulóz alapú és szintetikus szállal kevert szövetek gyűrődésmentes, könnyen kezelhető kikészítéséhez. Vízzel tetszés szerint hígítható. Optimális a mosásállósága, kitűnő a hidrolízis-stabilitása, nagyon jó a színtartása.

• **Katalizátorok:**

Reaknitt Katalysator FV: savas katalizátor, vizes közegben, cellulóz alapú textíliák műgyantás kikészítésekor alkalmazzák.

CHT-Katalysator BFM: cellulózalapú szálanyagok és keverékeiből előállított textíliák kétfázisú „CHT-Comfort-Finish” kikészítésének speciális katalizátora. Alkalmazásával a szálkárosodás és a szakítószilárdság veszteség kisebb, továbbá a súrlódási tulajdonságok jobbak, mint a hagyományos katalizátorok esetén.

MgCl<sub>2</sub>, HCl: analitikai tisztaságú vegyszerek.

• **Segédanyagok:**

Adalin NI: nemionos lágyítószer, amely adalékanyagként, vagy önállóan hagyományos kikészítőszerként használható fel. Puha, lágy fogást kölcsönöz a textíliának. Csökkenti a gyűrődésre való hajlamot is.

Adasil SM: aminofunkciós szilikonemulzió, amelyet kiváló minőségű textíliák előállításakor használnak lágyítószerként. Valamennyi szálanyagra használható, de különösen cellulózalapú szálanyagokra és azok keverékeire alkalmazzák. Vegyi hatásokkal és tisztítószerekkel

szemben ellenállóvá teszi a textíliát. Puha, lágy fogást kölcsönöz, továbbá csökkenti a gyűrődésre való hajlamot és növeli a rugalmasságot.

Tubingal FAM: textillágyító, amely lágy fogást, sima szálfelületet, könnyebb varrhatóságot, jobb szakító- és tépőszilárdságot ad a textíliának. Mosással szemben is ellenállóbbá teszi a szövetet.

Tubingal RWM: lágyítószer, mely egyesíti a nemionos és kationaktív szerek előnyeit. Lágy fogást, felületi simaságot, nyíróerővel szemben jobb ellenállást biztosít, a textília könnyen kezelhetővé válik.

Kollasol HV: textil segédanyag, zsíralkohol-etoxilát és zsíralkohol-alkoxilát kombinációja.

Foryl 197: Nagy hatékonyságú nedvesítő- és mosószer. Minden száltípusra alkalmazható, jó tisztítást, zsírtalanítást, utómosást eredményez.

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>: analitikai tisztaságú vegyszerek.

Turpex ACN: nemionos polietilén diszperzió. Javítja a dörzsállóságot, szakítószilárdságot, hozzáférhetőséget. Hideg vízzel tetszés szerint hígítható.

KEMO TC: nagy hatékonyságú anionaktív nedvesítő- és mosószer. Vegyszerállósága jó. HT körülmények között is alkalmazható. Hideg vízben könnyen oldódik, kemény víz állósága jó. Kiváló diszpergáló- és emulgeálószer.

Foryl 197: Nagy hatékonyságú nedvesítő- és utánmosószer. Jó tisztítás, zsírtalanítás és utómosás érhető el vele valamennyi száltípuson.

## F.5. Mért adatok

37. táblázat: Lenzövetek szorpciós képessége folyékony ammóniás kezelés előtt és után

Minta jele	Vízgőz-szorpció	Jód-szorpció	Nitrogén-szorpció	Vízvisszatartás	Színezék-felvétel (kék)	Színezék-felvétel (sárga)
	%	mg I <sub>2</sub> / g szövet	m <sup>2</sup> /g	%	mg színezék / g szövet	mg színezék / g szövet
L-f/226	5,65 ± 0,19	33 ± 9	2,2	31,68 ± 2,30	5,0326	6,3244
AL-f/226	6,31 ± 0,05	83 ± 6	2,8	28,87 ± 0,17	5,4212	7,9533
L-f/130	5,94 ± 0,00	40 ± 3	1,9	34,53 ± 0,04	7,6905	12,0385
AL-f/130	6,53 ± 0,05	101 ± 3	2,0	31,33 ± 0,10	10,7550	12,0085

38. táblázat: Pamutszövetek szorpciós képessége folyékony ammóniás kezelés előtt és után

Minta jele	Vízgőz-szorpció	Jód-szorpció	Nitrogén-szorpció	Vízvisszatartás	Színezék-felvétel (kék)	Színezék-felvétel (sárga)
	%	mg I <sub>2</sub> / g szövet	m <sup>2</sup> /g	%	mg színezék / g szövet	mg színezék / g szövet
P-f/290	5,50 ± 0,03	38 ± 6	n.a.*	27,18 ± 0,17	8,2203	11,5247
AP-f/290	6,15 ± 0,02	87 ± 5	n.a.*	26,60 ± 0,22	9,2020	12,3475
P-f/170	5,07 ± 0,02	37 ± 3	n.a.*	26,14 ± 0,29	6,5791	7,1162
AP-f/170	5,53 ± 0,09	78 ± 3	n.a.*	24,72 ± 0,26	7,3358	7,4640

n.a.\* - nincs adat

39. táblázat: A szövetek színezékfelvétele (Direct Yellow 84), különböző színezékkoncentrációk mellett

Színezék-koncentráció [%]	SZÍNEZÉKFELVÉTEL [mg színezék/g szövet]							
	L-f/130	AL-f/130	L-f/226	AL-f/226	P-f/170	AP-f/170	P-f/290	AP-f/290
0,2	0,3670	1,2060	-0,1877	0,8099	0,3314	0,5384	0,5715	0,7084
0,4	1,2485	1,4245	1,8179	1,9572	1,2168	1,4011	1,7098	1,8150
0,8	3,4115	3,8665	2,1893	2,6438	3,1953	3,5471	4,1388	4,5661
1,0	4,7695	4,8405	3,0983	3,5049	4,8233	5,3362	5,5149	6,1853
1,5	7,6780	8,8350	5,2302	6,2178	5,4670	5,7628	8,8382	10,0876
2,0	12,0385	12,0085	6,3244	7,9533	7,1162	7,4640	11,5247	12,3475

40. táblázat: A szövetek színezékfelvétele (Direct Blue 78), különböző színezékkoncentrációk mellett

Színezék-koncentráció [%]	SZÍNEZÉKFELVÉTEL [mg színezék/g szövet]							
	L-f/130	AL-f/130	L-f/226	AL-f/226	P-f/170	AP-f/170	P-f/290	AP-f/290
0,2	0,4975	0,8670	-0,0390	-0,0195	0,3354	0,4280	0,7941	0,9235
0,4	1,0300	1,5620	0,3422	0,2771	1,0533	1,2039	1,5606	1,7666
0,8	2,5210	3,0555	1,1607	1,1778	2,3373	2,6203	3,3162	3,6622
1,0	2,6800	3,9580	1,4984	1,6290	3,1551	3,4318	4,0957	4,5104
1,5	4,8700	6,1325	3,3762	3,5703	4,8916	5,3031	6,0200	6,7768
2,0	7,6905	10,7550	5,0326	5,4212	6,5791	7,3358	8,2203	9,2020

41. táblázat: Lenszövetek jellemzői folyékony ammóniás kezelés előtt és után

Minta jele	Szövetszélesség [cm]	Fonalszám [db/5 cm]		Négyzetméter [g/m <sup>2</sup> ]	Légáteresztő képesség [%]
L-f/130	152 ± 1	102 ± 0	89 ± 2	130 ± 2	5720 ± 261
AL-f/130	135 ± 1	112 ± 0	93 ± 2	157 ± 2	4790 ± 456
L-s/145	150 ± 0	107 ± 2	95 ± 2	145 ± 3	4000 ± 100
AL-s/145	138 ± 0	117 ± 2	98 ± 1	174 ± 3	3190 ± 143
L-f/174	152 ± 0	108 ± 1	90 ± 0	174 ± 2	3560 ± 182
AL-f/174	138 ± 1	114 ± 2	88 ± 3	191 ± 2	3340 ± 219
L-s/201	150 ± 0	69 ± 2	46 ± 1	201 ± 6	5230 ± 120
AL-s/201	138 ± 1	75 ± 1	47 ± 3	228 ± 4	4060 ± 251
L-f/220	152 ± 1	72 ± 0	48 ± 1	220 ± 1	4160 ± 422
AL-f/220	137 ± 0	79 ± 1	49 ± 0	254 ± 4	3950 ± 395
L-l/242	148 ± 0	66 ± 1	59 ± 1	242 ± 7	4380 ± 593
AL-l/242	133 ± 0	75 ± 1	60 ± 2	290 ± 3	2580 ± 268

42. táblázat: Féllel szövetek jellemzői folyékony ammóniás kezelés előtt és után

Minta jele	Szövetszélesség [cm]	Fonalszám [db/5 cm]		Négyzetméter [g/m <sup>2</sup> ]	Légáteresztő képesség [%]
PL-s/140	161 ± 1	115 ± 1	73 ± 1	140 ± 3	4060 ± 134
APL-s/140	148 ± 0	124 ± 3	75 ± 1	153 ± 2	3120 ± 144
PL-l/144	160 ± 1	118 ± 1	75 ± 2	144 ± 1	4380 ± 67
APL-l/144	145 ± 1	127 ± 2	76 ± 2	156 ± 3	3230 ± 97
PL-s/146	159 ± 0	137 ± 1	106 ± 3	146 ± 3	4470 ± 157
APL-s/146	143 ± 0	151 ± 3	108 ± 1	162 ± 1	3040 ± 182
PL-f/148	160 ± 0	139 ± 2	107 ± 0	148 ± 1	5030 ± 268
APL-f/148	144 ± 1	153 ± 2	108 ± 0	169 ± 3	2730 ± 172
PL-f/203	182 ± 1	126 ± 2	113 ± 3	203 ± 1	-
APL-f/203	168 ± 0	144 ± 5	107 ± 2	214 ± 2	-
PL-l/204	150 ± 1	105 ± 1	67 ± 1	204 ± 3	3620 ± 110
APL-l/204	137 ± 1	113 ± 1	67 ± 1	215 ± 6	2690 ± 195

43. táblázat: A mosás utáni simára száradás változása folyékony ammóniás kezelés hatására lenszövetek esetén

Minta jele	MOSÁS UTÁNI SIMÁRA SZÁRADÁS [-]	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
L-f/130	1	2
L-s/145	1	2
L-f/174	1	2
L-s/201	2	3,5
L-f/220	2	3,5
L-l/242	2	4

44. táblázat: A mosás utáni simára száradás változása folyékony ammóniás kezelés hatására féllen szövetek esetén

Minta jele	MOSÁS UTÁNI SIMÁRA SZÁRADÁS [-]	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
PL-s/140	2	4
PL-l/144	2	5
PL-s/146	2	5
PL-f/148	2	5
PL-f/203	2	4
PL-l/204	3	5

45. táblázat: A gyűrődésfeloldó képesség változása folyékony ammóniás kezelés hatására lenszövetek esetén

Minta jele	GYŰRÖDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
L-f/130	119 ± 8	180 ± 7	125 ± 4	173 ± 5
L-s/145	106 ± 7	126 ± 10	137 ± 5	174 ± 7
L-f/174	115 ± 8	165 ± 8	128 ± 7	168 ± 4
L-s/201	108 ± 7	135 ± 12	133 ± 9	167 ± 10
L-f/220	93 ± 9	110 ± 12	82 ± 12	152 ± 17
L-l/242	118 ± 10	122 ± 7	130 ± 10	195 ± 10

46. táblázat: A gyűrődésfeloldó képesség változása folyékony ammóniás kezelés hatására féllen szövetek esetén

Minta jele	GYŰRÖDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
PL-s/140	146 ± 7	156 ± 5	128 ± 2	176 ± 5
PL-l/144	125 ± 9	165 ± 7	136 ± 5	153 ± 6
PL-s/146	118 ± 8	157 ± 6	143 ± 6	187 ± 7
PL-f/148	151 ± 11	169 ± 12	138 ± 9	146 ± 6
PL-f/203	177 ± 7	187 ± 3	128 ± 4	151 ± 6
PL-l/204	142 ± 4	160 ± 5	144 ± 5	180 ± 8

47. táblázat: Lenszövetek méretváltozása folyékony ammóniás kezelés hatására

Minta jele	MÉRETVÁLTOZÁS [%]			
	Folyékony ammóniás kezelés előtt		Folyékony ammóniás kezelés után	
	láncirány	vetülékirány	láncirány	vetülékirány
L-f/130	-6,6 ± 0,9	-2,4 ± 0,9	-3,0 ± 2,2	-5,0 ± 0,2
L-s/145	-6,6 ± 0,3	-2,4 ± 0,6	-4,0 ± 0,8	-1,5 ± 0,2
L-f/174	-9,0 ± 0,9	-1,4 ± 0,3	-4,1 ± 0,6	-1,6 ± 0,2
L-s/201	-5,4 ± 0,7	-4,4 ± 0,9	-2,6 ± 1,0	-2,3 ± 0,7
L-f/220	-11,0 ± 0,9	-1,2 ± 0,4	-4,2 ± 0,7	-2,8 ± 0,4
L-f/242	-8,1 ± 1,1	-4,9 ± 1,1	-2,9 ± 1,0	-4,4 ± 0,4

48. táblázat: Féllel szövetek méretváltozása folyékony ammóniás kezelés hatására

Minta jele	MÉRETVÁLTOZÁS [%]			
	Folyékony ammóniás kezelés előtt		Folyékony ammóniás kezelés után	
	láncirány	vetülékirány	láncirány	vetülékirány
PL-s/140	-7,6 ± 0,5	-0,4 ± 1,0	-3,6 ± 0,5	-2,1 ± 0,7
PL-l/144	-7,7 ± 1,1	-0,3 ± 0,6	-3,2 ± 0,5	-2,3 ± 1,0
PL-s/146	-4,5 ± 0,7	-4,6 ± 2,3	-3,3 ± 1,2	-1,9 ± 0,5
PL-f/148	-5,7 ± 0,9	-4,3 ± 0,3	-4,2 ± 0,7	-2,7 ± 1,1
PL-f/203	-9,3 ± 0,9	-4,0 ± 0,3	-4,5 ± 0,2	-2,1 ± 0,2
PL-l/204	-8,5 ± 0,8	-0,9 ± 0,7	-4,6 ± 0,5	-0,7 ± 1,2

49. táblázat: Lenszövetek hajlítási merevségének változása lánc és vetülék irányban folyékony ammóniás kezelés hatására

Minta jele	HAJLÍTÁSI MEREVSÉG [mg×cm]			
	Folyékony ammóniás kezelés előtt		Folyékony ammóniás kezelés után	
	láncirány	vetülékirány	láncirány	vetülékirány
L-f/130	960 ± 38	640 ± 17	2460 ± 80	380 ± 11
L-s/145	1600 ± 71	770 ± 81	4070 ± 74	800 ± 80
L-f/174	570 ± 60	1590 ± 61	1920 ± 88	1660 ± 130
L-s/201	4400 ± 118	2200 ± 62	4900 ± 122	1390 ± 52
L-f/220	n.a.	3690 ± 127	n.a.	2040 ± 50
L-l/242	n.a.	3010 ± 142	6060 ± 106	1550 ± 65

n.a.: nincs adat

50. táblázat: Féllen szövetek hajlítási merevségének változása lác és vetülék irányban folyékony ammóniás kezelés hatására

Minta jele	HAJLÍTÁSI MEREVSÉG [mg×cm]			
	Folyékony ammóniás kezelés előtt		Folyékony ammóniás kezelés után	
	lácirány	vetülékirány	lácirány	vetülékirány
PL-s/140	139 ± 11	1311 ± 47	177 ± 16	736 ± 37
PL-l/144	387 ± 16	1297 ± 56	143 ± 11	726 ± 37
PL-s/146	190 ± 10	1959 ± 101	227 ± 10	732 ± 40
PL-f/148	85 ± 4	2442 ± 67	167 ± 11	726 ± 13
PL-f/203	715 ± 43	4489 ± 124	821 ± 42	3041 ± 153
PL-l/204	128 ± 7	3718 ± 115	192 ± 11	1512 ± 104

51. táblázat: Használati tulajdonságok változása folyékony ammóniás kezelés hatására lenszövetek esetén

Minta jele	Monsanto [%]	Sávszakítóerő [%]		Gyűrődésfeloldó képesség [%]		Terület
		Lácirány	Vetülékirány	száraz	nedves	
AL-f/130	100	18	-24	51	38	762
AL-s/145	100	19	-29	19	27	508
AL-f/174	100	3	-25	43	31	462
AL-s/201	75	29	-27	25	26	416
AL-f/220	75	16	-22	18	85	1069
AL-l/242	100	5	-14	3	50	707

52. táblázat: Használati tulajdonságok változása folyékony ammóniás kezelés hatására féllen szövetek esetén

Minta jele	Monsanto [%]	Sávszakítóerő [%]		Gyűrődésfeloldó képesség [%]		Terület
		Lácirány	Vetülékirány	száraz	nedves	
APL-s/140	100	14	-15	7	38	642
APL-l/144	150	18	-19	32	13	520
APL-s/146	150	16	-12	33	31	952
APL-f/148	150	15	-16	12	6	354
APL-f/203	100	21	-28	6	18	409
APL-l/204	67	4	-23	13	25	240

53. táblázat: Lenzövetek sávszakítóerejének változása lánc és vetülék irányban folyékony ammóniás kezelés hatására

Minta jele	SÁVSZAKÍTÓERŐ [N]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
L-f/130	611 ± 48	724 ± 40	676 ± 30	516 ± 60
L-s/145	763 ± 17	907 ± 19	830 ± 36	590 ± 29
L-f/174	848 ± 64	874 ± 30	920 ± 31	692 ± 34
L-s/201	1116 ± 79	1436 ± 21	820 ± 7	602 ± 95
L-f/220	1214 ± 76	1413 ± 76	880 ± 118	685 ± 32
L-l/242	1087 ± 75	1143 ± 42	987 ± 126	853 ± 39

54. táblázat: Féllen szövetek sávszakítóerejének változása lánc és vetülék irányban folyékony ammóniás kezelés hatására

Minta jele	SÁVSZAKÍTÓERŐ [N]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
PL-s/140	493 ± 29	560 ± 14	773 ± 76	657 ± 40
PL-l/144	467 ± 33	553 ± 9	783 ± 26	637 ± 25
PL-s/146	627 ± 5	730 ± 0	833 ± 17	733 ± 12
PL-f/148	590 ± 8	680 ± 22	815 ± 35	683 ± 74
PL-f/203	670 ± 50	808 ± 55	1252 ± 19	900 ± 86
PL-l/204	450 ± 8	470 ± 8	1090 ± 24	843 ± 38

55. táblázat: Lenzövetek színének változása folyékony ammóniás kezelés hatására a nem ammóniázott szövethez viszonyítva

Minta jele	szín	$\Delta E_{ab}^*$	$\Delta C_{ab}^*$	$\Delta H_{ab}^*$	$\Delta L^*$	$\Delta WI$	$\Delta YI$
AL-s/145	olív	0,6	-0,5	-0,2	0,3	-	-
AL-s/201	kék	1,9	-0,3	0,2	-1,9	-	-
AL-f/130	fehér	1,8	1,6	0,1	-0,9	-10,2	3,4
AL-f/174	fehér	2,3	1,9	0,4	-1,27	-12,3	3,1
AL-f/220	fehér	1,8	0,8	0,1	-1,6	-4,3	1,4
AL-l/242	főzött	5,6	1,2	-0,3	-5,5	-4,3	3,8

56. táblázat: Fellen szövetek színének változása folyékony ammóniás kezelés hatására a nem ammóniázott szövethez viszonyítva

Minta jele	szín	$\Delta E_{ab}^*$	$\Delta C_{ab}^*$	$\Delta H_{ab}^*$	$\Delta L^*$	$\Delta WI$	$\Delta YI$
APL-s/140	téglavörös	1,9	0,4	-0,6	-1,7	-	-
APL-l/144	főzött	1,5	0,2	-0,4	-1,4	-1,8	0,5
APL-s/146	olív	1,4	0,5	-0,5	-1,2	-	-
APL-f/148	fehér	1,7	1,5	-0,7	-0,1	-10,6	3,1
APL-f/203	fehér	1,5	0,9	0,2	-1,1	-8,2	1,7
APL-l/204	fehér	3,3	0,4	-0,2	-3,2	-	-

57. táblázat: Stabitex ETR nedves kondenzálás hatása L-f/130 –AL-f/130 szövetek gyűrődésfeloldó képességére

Minta jele	GYŰRŐDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	114	152	140	193
S1/4-n	126	154	180	254
S1/2-n	137	158	248	275
S3/4-n	144	161	260	289
S1/1-n	148	168	292	316

58. táblázat: Stabitex ETR nedves kondenzálás hatása L-f/226 –AL-f/226 szövetek gyűrődésfeloldó képességére

Minta jele	GYŰRŐDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	122	142	141	187
S1/4-n	123	145	185	233
S1/2-n	135	160	218	255
S3/4-n	144	167	235	288
S1/1-n	147	189	268	308

59. táblázat: Stabitex ETR nedves kondenzálás hatása PL-s/100 –APL-s/100 szövetek gyűrődésfeloldó képességére

Minta jele	GYŰRŐDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	119	135	140	207
S1/4-n	172	199	211	229
S1/2-n	167	193	230	243
S3/4-n	181	190	229	261
S1/1-n	170	197	242	287

60. táblázat: Stabitex ETR nedves kondenzálás hatása PL-f/203–APL-f/203 szövetek gyűrődésfeloldó képességére

Minta jele	GYŰRŐDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	160	170	111	167
S1/4-n	171	182	154	196
S1/2-n	168	184	186	223
S3/4-n	171	187	203	240
S1/1-n	179	195	208	249

61. táblázat: Reaknitt nedves kondenzálás hatása PL-f/203–APL-f/203 szövetek gyűrődésfeloldó képességére

Minta jele	GYŰRŐDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	160	170	111	167
R1/4-n	161	180	146	202
R1/2-n	172	161	138	205
R3/4-n	165	179	175	222
R1/1-n	166	185	188	228

62. táblázat: Stabitex ETR száraz kondenzálás hatása PL-f/203–APL-f/203 szövetek gyűrődésfeloldó képességére

Minta jele	GYŰRŐDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	160	170	111	167
S1/4-s	209	234	179	214
S1/2-s	223	239	180	226
S3/4-s	238	251	223	234
S1/1-s	253	260	232	249

63. táblázat: Reaknitt száraz kondenzálás hatása PL-f/203–APL-f/203 szövetek gyűrődésfeloldó képességére

Minta jele	GYŰRŐDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	160	170	111	167
R1/4-s	176	188	191	222
R1/2-s	229	215	233	242
R3/4-s	254	257	242	244
R1/1-s	289	284	252	239

64. táblázat: Stabitex ETR nedves kondenzálás hatása L-f/130 –AL-f/130 szövetek sávszakítóerejére

Minta jele	SÁVSZAKÍTÓERŐ [N]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	580 ± 24	761 ± 38	652 ± 79	512 ± 49
S1/4-n	584 ± 46	709 ± 64	625 ± 5	478 ± 43
S1/2-n	544 ± 79	686 ± 22	581 ± 34	425 ± 38
S3/4-n	515 ± 62	668 ± 33	569 ± 88	392 ± 25
S1/1-n	449 ± 37	554 ± 27	468 ± 51	330 ± 26

65. táblázat: Stabitex ETR nedves kondenzálás hatása L-f/226 –AL-f/226 szövetek sávszakítóerejére

Minta jele	SÁVSZAKÍTÓERŐ [N]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
<b>kezeletlen</b>	1181 ± 35	1302 ± 145	1321 ± 81	1012 ± 45
<b>S1/4-n</b>	1110 ± 68	1275 ± 34	1298 ± 17	857 ± 29
<b>S1/2-n</b>	1003 ± 61	1169 ± 121	1300 ± 61	892 ± 37
<b>S3/4-n</b>	1022 ± 56	1142 ± 55	1155 ± 149	695 ± 29
<b>S1/1-n</b>	881 ± 41	939 ± 159	1013 ± 111	666 ± 4

66. táblázat: Stabitex ETR nedves kondenzálás hatása PL-s/100 –APL-s/100 szövetek sávszakítóerejére

Minta jele	SÁVSZAKÍTÓERŐ [N]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
<b>kezeletlen</b>	123 ± 5	150 ± 1	160 ± 35	129 ± 21
<b>S1/4-n</b>	137 ± 11	151 ± 10	181 ± 8	142 ± 8
<b>S1/2-n</b>	115 ± 5	141 ± 11	141 ± 15	139 ± 17
<b>S3/4-n</b>	115 ± 5	127 ± 12	146 ± 21	108 ± 11
<b>S1/1-n</b>	108 ± 6	127 ± 7	121 ± 30	108 ± 17

67. táblázat: Stabitex ETR nedves kondenzálás hatása PL-f/203–APL-f/203 szövetek sávszakítóerejére

Minta jele	SÁVSZAKÍTÓERŐ [N]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
<b>kezeletlen</b>	269 ± 16	312 ± 6	401 ± 15	304 ± 34
<b>S1/4-n</b>	293 ± 20	333 ± 20	442 ± 18	381 ± 53
<b>S1/2-n</b>	270 ± 31	329 ± 4	420 ± 57	329 ± 28
<b>S3/4-n</b>	260 ± 12	316 ± 20	358 ± 61	282 ± 57
<b>S1/1-n</b>	235 ± 19	303 ± 32	383 ± 12	273 ± 52

68. táblázat: Reaktiv nedves kondenzálás hatása PL-f/203–APL-f/203 szövetek sávszakítóerejére

Minta jele	SÁVSZAKÍTÓERŐ [N]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	269 ± 16	312 ± 6	401 ± 15	304 ± 34
R1/4-n	269 ± 39	350 ± 32	456 ± 25	390 ± 44
R1/2-n	284 ± 8	328 ± 39	432 ± 78	389 ± 51
R3/4-n	247 ± 44	340 ± 24	461 ± 23	367 ± 28
R1/1-n	260 ± 14	306 ± 23	350 ± 32	358 ± 39

69. táblázat: Stabitex ETR száraz kondenzálás hatása PL-f/203–APL-f/203 szövetek sávszakítóerejére

Minta jele	SÁVSZAKÍTÓERŐ [N]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	269 ± 16	312 ± 6	401 ± 15	304 ± 34
S1/4-s	184 ± 16	274 ± 8	187 ± 2	176 ± 21
S1/2-s	145 ± 16	212 ± 7	158 ± 5	154 ± 14
S3/4-s	123 ± 11	195 ± 14	123 ± 11	119 ± 4
S1/1-s	119 ± 13	195 ± 10	109 ± 11	104 ± 5

70. táblázat: Reaktiv száraz kondenzálás hatása PL-f/203–APL-f/203 szövetek sávszakítóerejére

Minta jele	SÁVSZAKÍTÓERŐ [N]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	269 ± 16	312 ± 6	401 ± 15	304 ± 34
R1/4-s	237 ± 6	278 ± 4	205 ± 11	196 ± 9
R1/2-s	157 ± 6	246 ± 3	142 ± 6	113 ± 19
R3/4-s	138 ± 9	210 ± 20	89 ± 2	95 ± 8
R1/1-s	121 ± 2	210 ± 22	64 ± 16	61 ± 13

71. táblázat: Knittex nedves kondenzálás hatása L-f/130–AL-f/130 szövetek relatív szakítóerejére

Minta jele	RELATÍV SZAKÍTÓERŐ [N/fonal]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	5,5	6,2	6,7	5,2
K1/4-n	3,8	4,1	5,1	2,8
K1/2-n	3,6	3,8	4,7	2,7
K3/4-n	3,4	4	4	2,5
K1/1-n	3,1	3,4	3	1,9

72. táblázat: Knittex nedves kondenzálás hatása L-f/130–AL-f/130 szövetek gyűrődésfeloldó képességére

Minta jele	GYŰRÖDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Nedves	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	114	152	140	193
K1/4-n	105	123	205	252
K1/2-n	165	180	245	292
K3/4-n	172	188	264	323
K1/1-n	173	191	283	338

73. táblázat: StabiteX nedves kondenzálás hatása L-f/226–AL-f/226 szövetek gyűrődésfeloldó képességére

Minta jele	GYŰRÖDÉSFELOLDÓ KÉPESSÉG [L+V; °]			
	Szárász		Szárász	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	122	142	141	187
S1/4-1/4-n	123	145	185	233
S1/2-1/4-n	132	152	209	243
S1/2-1/2-n	135	160	218	255
S3/4-1/4-n	127	149	187	221
S3/4-1/2-n	126	152	217	256
S3/4-3/4-n	144	167	235	288
S1/1-1/1-n	147	189	268	308

74. táblázat: Stabitec nedves kondenzálás hatása L-f/226–AL-f/226 szövetek relatív szakítóerejére

Minta jele	RELATÍV SZAKÍTÓERŐ [N/fonal]			
	Láncirány		Vetülékirány	
	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után	Folyékony ammóniás kezelés előtt	Folyékony ammóniás kezelés után
kezeletlen	15,7	15,1	18,1	13,9
S1/4-1/4-n	14,8	14,8	18,0	11,7
S1/2-1/4-n	14,2	14,5	18,0	12,3
S1/2-1/2-n	13,7	14,1	18,3	12,2
S3/4-1/4-n	14,5	15,3	17,6	12,2
S3/4-1/2-n	13,8	14,6	18,3	11,1
S3/4-3/4-n	14,0	13,6	16,0	9,5
S1/1-1/1-n	11,7	11,0	14,1	9,1

## **Publikációk**