



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ทุนวิจัย  
กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช

รายงานผลการวิจัย  
เรื่อง

การดัดแปรสมบัติการรับสีของผ้าฝ้าย  
ในขั้นตอนการเตรียมผ้า

โดย

สถาบันวิจัยบริการ  
ภาววิ ศรีกุลกิจ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

กันยายน ๒๕๔๔

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ทุนวิจัย

กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช

รายงานผลการวิจัย

การดัดแปรสมบัติการรับสีของผ้าฝ้ายในขั้นตอนการเตรียมผ้า

โดย

กาวี ศรีกุลกิจ

กันยายน 2544

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณกองทุนรัชดาภิเษกสมโภช จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้สนับสนุนโครงการวิจัยนี้ให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ขอขอบคุณบริษัทไมเดิร์น ไดस्टัฟส์และพิคเมนท์ จำกัดที่อนุเคราะห์สีย้อมและสารเคมี ตลอดจนขอขอบคุณส่วนอุตสาหกรรมพัฒนาสิ่งทอ ที่ให้ความอนุเคราะห์การทดสอบความคงทนของสี ต่อแสง มา ณ โอกาสนี้ด้วย และสุดท้ายขอขอบคุณภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ที่ให้สถานที่ในการทำวิจัยจนสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เลขหมู่

เลขทะเบียน 011433

วัน,เดือน,ปี 19 กพ, 40

ชื่อโครงการวิจัย                      การดัดแปรสมบัติการรับสีย้อมของผ้าฝ้ายในขั้นตอนการเตรียมผ้า  
ชื่อผู้วิจัย                                ผศ. ดร. กาวี ศรีภูลกิจ  
เดือนและปีที่ทำวิจัยเสร็จ            กันยายน 2544

#### บทคัดย่อ

สารดัดแปรสมบัติการดูดติดสีรีแอคทีฟของผ้าฝ้าย 3-amino-2-hydroxypropyltrimethylammonium-(3,5)-dichlorotriazine ได้ถูกสังเคราะห์และได้ใช้เทคนิคทางสเปกโทรสโคปีเพื่อวิเคราะห์โครงสร้างของสารดัดแปรที่เตรียมได้ หลังจากนั้นนำสารดัดแปรไปผนึกลงบนผ้าฝ้ายในกระบวนการฟอกขาวผ้า ผ้าที่ผ่านการดัดแปรแล้วได้นำมาวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ไนโตรเจนและทดสอบความขาวของผ้า เปอร์เซ็นต์ธาตุไนโตรเจนในผ้าฝ้ายดัดแปรจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณความเข้มข้นของสารดัดแปรที่ใช้ ในขณะที่ความขาวของผ้าจะลดลงเล็กน้อย แสดงว่าสามารถผนึกสารดัดแปรไปพร้อมกับการทำฟอกขาวผ้าได้ และประสิทธิภาพการฟอกขาวของสารไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในขณะที่มีสารดัดแปรอยู่ด้วยลดลงเล็กน้อย

ผลการย้อมผ้าฝ้ายดัดแปรด้วยสีรีแอคทีฟในภาวะไร้ออกซิเจน ทำให้ผ้าฝ้ายมีการติดสีสูงขึ้นตามปริมาณของสารดัดแปรที่ใช้ และสูงกว่าผ้าฝ้ายที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปร ทั้งนี้เนื่องจากประจุบวกที่อยู่บนสารดัดแปรจะดึงดูดประจุลบของสีรีแอคทีฟให้ดูดซึมเข้าไปภายในเส้นใย และจากผลการย้อมทำให้สรุปได้ว่าสมบัติการย้อมผ้าฝ้ายที่ผ่านการดัดแปรจะขึ้นอยู่กับประสิทธิภาพในการผนึกสารดัดแปรลงบนเส้นใยเซลลูโลส

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Project Title            Modification of Cellulose in Preparation Process to Improve its  
Dyeability  
Name of Investigator    Asst. Prof. Dr. Kawee Srikulkit  
Year                        September 2001

#### Abstract

The reactive dyeability modifying agent of cotton fabric, 3-amino-2-hydroxypropyltrimethylammonium-(3,5)-dichlorotriazine, was prepared. Spectroscopic technique ( $^1\text{H}$  NMR) was employed to characterize the chemical structure of the modifying agent. After that, the modifying agent was applied onto scoured cotton during bleaching process, aiming at modifying dyeability of the fiber using single-bath. Modified cotton fabric was analyzed for nitrogen content by an elemental analyzer and subjected to whiteness evaluation. The results showed that nitrogen content in modified cotton increased as the amount of the modifying agent concentrations increased whereas whiteness index slightly decreased. Based on the finding results, it was possible that the dyeability modification and bleaching could be carried out in single bath process with slight decrease in the performance of hydrogen peroxide.

The dye uptake and color strength of dyed modified fabric was markedly increase with an increase in the concentration of the modifying agent. In addition, those properties obtained from modified cotton were higher than those obtained from the dyeing of unmodified cotton. This was attributed to the presence of cationic groups of the modifying agent that played a crucial role in attracting the anionic dyes from the dyebath. The finding results tended to suggest that the dyeing properties of modified cotton were exactly dependent on the efficiency of the modifying agent fixation on cellulose during concurrent modifying and bleaching of cotton.

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	I
บทคัดย่อภาษาไทย	II
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	III
บทที่ 1 : บทนำ	1
บทที่ 2 : วารสารปริทรรศน์	2
บทที่ 3 : วิธีการทดลอง	7
3.1    วัสดุการทดลอง	7
3.2    อุปกรณ์วิเคราะห์และทดสอบ	7
3.3    ขั้นตอนการสังเคราะห์สารดัดแปรตัวที่ 1	7
3.4    ขั้นตอนการสังเคราะห์สารดัดแปรตัวที่ 2 จากอินเตอร์มีเดียต 3-chloro-2-hydroxylpropyl trimethylammonium chloride	9
3.5    การสังเคราะห์สารดัดแปรตัวที่ 2 จากอินเตอร์มีเดียต glycidyltrimethylammonium chloride	10
3.6    ขั้นตอนการทำการดัดแปรเส้นใยเซลลูโลสพร้อมกับการทำฟอกขาว	10
3.7    ขั้นตอนการทำการย้อมผ้าฝ้ายดัดแปรด้วยสีรีแอคทีฟในภาวะไร้ออกซิเจน	11
3.8    การวัดเปอร์เซ็นต์การดูดซึมของสีย้อม	12
3.9    การคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การผืนสี	12
บทที่ 4 : ผลการทดลองและวิจารณ์ผล	14
4.1    การสังเคราะห์สารดัดแปรตัวที่ 1	14
4.2    การสังเคราะห์สารอินเตอร์มีเดียตเพื่อใช้เตรียมสารดัดแปรตัวที่ 2	14
4.3    การสังเคราะห์สารดัดแปรตัวที่ 2 จากอินเตอร์มีเดียตที่เตรียมจาก glycidyltrimethyl ammonium chloride	18
4.4    ผลของการเติมสารดัดแปรต่อความขาวของผ้าฟอกขาวดัดแปร	19
4.5    ผลการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ธาตุไนโตรเจนในผ้าฟอกขาวดัดแปร	20
4.6    ผลของความเข้มข้นของสารดัดแปรต่อความสามารถในการดูดซึมของสี และความเข้มของสีบนผ้า	21
4.7    ผลของการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสีต่อเปอร์เซ็นต์การดูดซึม และเปอร์เซ็นต์การผืนสี	22
4.8    ผลของชนิดของสีย้อมต่อเปอร์เซ็นต์การดูดซึมสีและต่อเปอร์เซ็นต์การผืนสี	23
4.9    ผลการย้อมผ้าฝ้ายฟอกขาวด้วยกระบวนการย้อมแบบดั้งเดิม (ย้อมโดยการเติมเกลือช่วยย้อม)	24
4.10    ผลของความคงทนของสีต่อแสง	25
4.11    สรุปผลการทดลอง	26

บทที่ 5 : ข้อเสนอแนะ  
เอกสารอ้างอิง  
ภาคผนวก

27  
28  
29



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

น้ำเสียหลังกระบวนการย้อมเส้นใยเซลลูโลสจะมีสีขมตกค้างและมีความเข้มข้นของเกลือในปริมาณสูง ซึ่งเป็นต้นเหตุสำคัญของปัญหาสิ่งแวดล้อม ปัจจุบันปัญหานี้ได้ถูกนำมาเชื่อมโยงกับการค้าระหว่างประเทศไปแล้ว ซึ่งหมายความว่าความจำเป็นที่การผลิตสินค้าจะต้องได้ตามมาตรฐานสิ่งแวดล้อมเป็นเครื่องหมายการค้า การเพิ่มประสิทธิภาพการรับสีย้อมจึงเป็นหนทางหนึ่งซึ่งสามารถทำได้โดย 3 วิธีใหญ่ ๆ คือ การเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเครื่องย้อม การเลือกสีย้อมที่มีสมบัติให้เปอร์เซ็นต์การผนึกสีสูงโดยอาศัยเกลือช่วยย้อมในปริมาณต่ำ หรือจะทำได้โดยการดัดแปรเส้นใยเซลลูโลสก่อนทำการย้อม

การดัดแปรที่ตัวเส้นใยนั้นนับว่าเป็นทางเลือกใหม่ที่น่าสนใจ ซึ่งมีวิธีการดัดแปรคล้ายๆกับการย้อมสีจึงสามารถกระทำได้โดยไม่จำเป็นต้องติดตั้งอุปกรณ์ใหม่เพิ่มเติม ในปัจจุบันได้มีสารดัดแปรที่ผลิตออกมาขายในเชิงพาณิชย์แล้ว ลักษณะทั่วไปของสารดัดแปรเหล่านี้คือจะมีหมู่ควอเตอร์นารีแอมโมเนียมเป็นองค์ประกอบหลักซึ่งจะทำหน้าที่คอยดูดสีย้อมให้เข้าไปภายในโครงสร้างของเซลลูโลสให้ได้มากที่สุด การผนึกสารดัดแปรให้ติดกับเส้นใยเซลลูโลสจะอาศัยหลักการใหญ่ๆ 2 หลักการคือการผนึกโดยอาศัยพันธะทางเคมี และการผนึกโดยการทำพอลิเมอร์ไรเซชันสารดัดแปรภายในโครงสร้างเซลลูโลส แม้ว่าการดัดแปรจะได้เซลลูโลสที่มีสมบัติรับสีย้อมได้เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเจน แต่เทคนิคนี้ก็กลับไม่ค่อยได้รับการยอมรับในการนำไปใช้ในภาคปฏิบัติ เนื่องจากการดัดแปรเป็นการเพิ่มขึ้นตอนเข้าไปในกระบวนการผลิตเดิม ทำให้ต้องใช้พลังงานและน้ำเพิ่มขึ้น และเป็นการสูญเสียเวลาทำให้ผลผลิตโดยรวมลดลง หรือที่พบเป็นประจำโดยเฉพาะในกรณีสารดัดแปรชนิดรีแอกทีฟพอลิเมอร์คือส่งผลให้ความคงทนของสีต่อแสงแดดลดลง

ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยจะนำเสนอวิธีการดัดแปรเส้นใยเซลลูโลสในขั้นตอนการกำจัดสิ่งสกปรกออกจากผ้าฝ้าย ซึ่งเป็นกระบวนการแรกที่จะต้องทำก่อนทำการย้อม จากการศึกษาวิจัยในอดีตยังไม่พบว่ามีงานนำเสนอเทคนิคการดัดแปรเซลลูโลสในขั้นตอนการกำจัดสิ่งสกปรกมาก่อน โดยงานวิจัยจะมุ่งเน้นไปที่การศึกษาประสิทธิภาพการทำงานของสารฟอกขาวต่อการกำจัดสิ่งสกปรกในสภาวะที่มีสารดัดแปรผสมอยู่ และจะทำการศึกษาความเสถียรของสารดัดแปรและประสิทธิภาพสารดัดแปรในขั้นตอนการฟอกผ้า การดัดแปรเซลลูโลสในขั้นตอนการเตรียมผ้านี้คาดว่าจะเป็นการนำเสนอที่สามารถเป็นที่ยอมรับของผู้ใช้งานเนื่องจากไม่จำเป็นต้องมีการเพิ่มขึ้นตอนใดๆเข้าไปในกระบวนการผลิต ไม่ได้ใช้พลังงานและน้ำเพิ่มขึ้น ในขณะที่เดียวกันก็คาดว่าจะสามารถลดการสูญเสียย้อมและลดการใช้เกลือและด่าง อันจะเป็นการช่วยลดค่าใช้จ่ายในการบำบัดน้ำเสียลงได้อีกด้วย ซึ่งผู้วิจัยคาดว่าจะจะเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมฟอกย้อมของประเทศไทยให้สามารถเพิ่มความสามารถในการแข่งขันกับต่างประเทศได้



## บทที่ 2 วารสารปริทรรศน์

ปัญหาสีย้อมตกค้างในน้ำทิ้งที่ปลดปล่อยออกจากโรงงานอุตสาหกรรมฟอกย้อมเป็นปัญหาที่ส่งผลกระทบต่อระบบนิเวศวิทยาโดยตรง ซึ่งปัญหานี้ในปัจจุบันได้ถูกนำมาเชื่อมโยงกับการค้าระหว่างประเทศไปแล้ว เช่นสินค้าที่ส่งไปขายในต่างประเทศโดยเฉพาะในซีกโลกตะวันตกจำเป็นต้องได้รับใบรับรองมาตรฐาน ISO จึงจะได้รับอนุญาตให้นำเข้าไปขายได้ มาตรฐาน ISO นั้นเป็นมาตรฐานรับรองว่าสินค้านั้นมีกระบวนการจัดการผลิตที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม มีความปลอดภัยต่อผู้บริโภค ดังนั้นการพัฒนาปรับปรุงการผลิตจึงมีความสำคัญอย่างยิ่งที่จะนำไปสู่การลดของเสียรวมทั้งสีย้อมที่ต้องปลดปล่อยลงสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ สีย้อมตกค้างในน้ำเสียหลังย้อมส่วนใหญ่มาจากการย้อมเส้นใยเซลลูโลสทั้งนี้เนื่องจากเส้นใยเซลลูโลสมีสมบัติการรับสีย้อมต่ำซึ่งในกระบวนการย้อมจำเป็นต้องใช้เกลือเป็นสารช่วยเพิ่มความสามารถในการดูดซึมของสีย้อมด้วย เกลือที่ใช้ย้อมเส้นใยเซลลูโลสนั้นโดยทั่วไปจำเป็นต้องใช้ในปริมาณมากซึ่งเป็นการเพิ่มปัญหามลพิษทางน้ำมากขึ้นไปอีก สีย้อมตกค้างที่ปนเปื้อนอยู่กับเกลือไฮโดรไลต์จะถูกไฮโดรไลต์ด้วยต่าง เป็นสีย้อมหมดสภาพ (inactive dye) ทำให้ไม่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้อีก

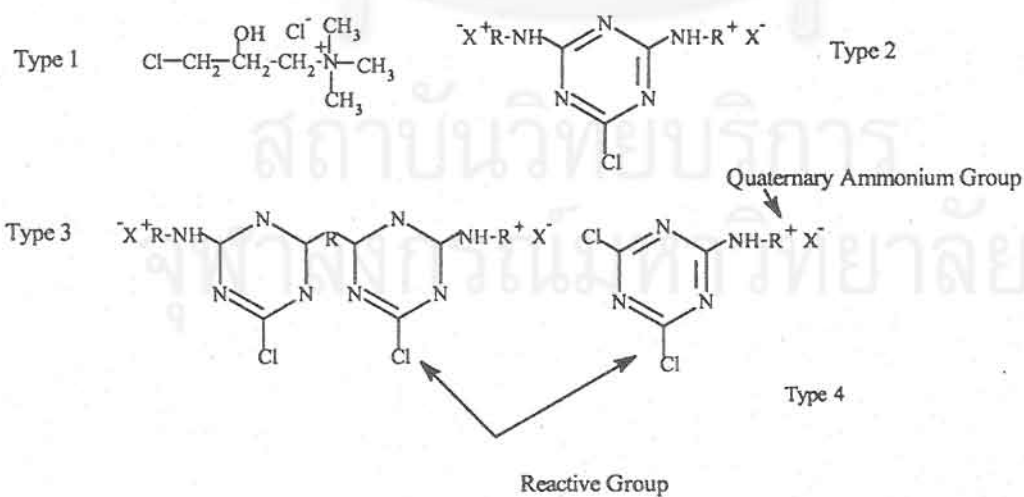
การพัฒนาปรับปรุงการย้อมสีสิ่งทอจากอดีตจนถึงปัจจุบันได้มุ่งเน้นในเรื่องประสิทธิภาพการรับสีย้อมของเส้นใยเป็นหลักใหญ่ ซึ่งมีผู้สนใจศึกษาอยู่ใน 3 ด้านใหญ่ๆ คือ วิธีการที่หนึ่งเน้นการพัฒนาเครื่องย้อมให้มีประสิทธิภาพสูงสามารถย้อมโดยอาศัยน้ำย้อมในปริมาณน้อยๆ แต่ก็จะมีข้อจำกัดคือปัญหาความเข้มข้นของสีในน้ำย้อมสูงเกินไปทำให้เกิดการตกตะกอนได้ง่ายเนื่องจากสีเป็นสารอินทรีย์น้ำหนักโมเลกุลสูง หรือปัญหาไม่สามารถทำให้วัสดุย้อมจมอยู่ภายใต้น้ำย้อมตลอดเวลาซึ่งทำให้เกิดปัญหาการย้อมต่างเกิดขึ้นได้ง่าย สำหรับวิธีการที่สองนั้นสนใจการพัฒนาค้นหาสีย้อมที่มีสมบัติการดูดซึมเข้าไปในเส้นใยสูง และสามารถผนึกติดกับเส้นใยได้อย่างคงทนโดยในการย้อมนั้นอาจจะสามารถลดปริมาณเกลือช่วยย้อมลงไปได้ก็ การคิดค้นสีย้อมคุณภาพสูงได้มีการพัฒนาไปอย่างไม่หยุดยั้ง และมีการนำเอาสีย้อมใหม่ๆ ออกมาขายตลอดเวลา โดยผู้ผลิตอ้างว่าเป็นสีที่มีสมบัติการผนึกอยู่กับเส้นใยสูง เช่นสี Cibacron F (Ciba-Geigy) หรือ สี Sumitomo Supra (Sumitomo) สีเหล่านี้เป็นสีที่ถูกออกแบบมาให้มีหมู่ที่ทำปฏิกิริยาเคมีกับเส้นใยมากกว่าสองหมู่ ทำให้ลดปัญหาเรื่องสีหมดสภาพเนื่องจากการเกิดไฮโดรไลซิสของสีในน้ำย้อมลงไปได้ระดับหนึ่ง แต่สีในกลุ่มนี้ก็เป็นสีที่มีราคาค่อนข้างแพง และยังคงจำเป็นต้องใช้เกลือเป็นสารช่วยย้อมในปริมาณสูงอยู่ ส่วนทางเลือกที่สามในการพัฒนาปรับปรุงการย้อมสีสิ่งทอคือการดัดแปรโครงสร้างเส้นใยเซลลูโลส ทางเลือกนี้สามารถตัดปัญหาการใช้สารช่วยย้อมทั้งเกลือและต่างออกจากกระบวนการย้อมได้อย่างสิ้นเชิงทำให้สามารถตัดปัญหาผลกระทบของเกลือต่อสิ่งแวดล้อม และปริมาณของสีย้อมตกค้างในน้ำเสียลงไปได้มาก ข้อดีของการทำการดัดแปรเส้นใยคือเป็นเทคนิคที่สามารถทำได้เลยโดยไม่จำเป็นต้องติดตั้งอุปกรณ์ใหม่เพิ่มเติม ซึ่งในปัจจุบันมีสารดัดแปรขายในเชิงพาณิชย์แล้วเช่น Sandrene, Glytac, Hercosett, และ Solfix เป็นต้น แม้ว่าสารดัดแปรเหล่านี้จะมีประสิทธิภาพในการดัดแปรเส้นใยดีเยี่ยม โดยสามารถทำให้เส้นใยรับสีได้ 100 เปอร์เซ็นต์โดยไม่จำเป็นต้องใช้เกลือเป็นสารช่วยย้อม แต่เทคนิคการดัดแปรเส้นใยด้วยสารดัดแปรเหล่านี้ก็ยังไม่ได้รับความนิยมแพร่หลาย ปัญหาที่สำคัญก็คือการดัดแปรเส้นใยนั้นเป็นการเพิ่มขึ้นขั้นตอนการผลิตเข้าไปในกระบวนการผลิต ซึ่งต้องการพลังงานและน้ำเพิ่มขึ้น และยังทำให้เป็นการสูญเสียเวลา จึงทำให้เทคนิคนี้ยังไม่ได้เปรียบวิธีการย้อมแบบเดิมมากนัก

ผู้วิจัยจึงจะมีความสนใจที่จะนำเสนอเทคนิคการดัดแปรเส้นใยในขั้นตอนการเตรียมผ้าก่อนย้อม ซึ่งทำให้สามารถแก้ไขข้อบกพร่องของการดัดแปรแบบเก่าเนื่องจากจะคงขั้นตอนการผลิตเดิมไว้โดยไม่จำเป็นต้องเพิ่มขึ้นขั้นตอนการ

ผลิตใหม่เข้าไปอีก เมื่อพิจารณาขั้นตอนการเตรียมผ้าก่อนย้อมซึ่งเป็นขั้นตอนแรกก่อนการย้อม ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่จำเป็นต้องทำเพื่อกำจัดเอาสิ่งสกปรกซึ่งคิดเป็น 4-12% ของน้ำหนักผ้าดิบ กระบวนการเตรียมผ้าอย่างแบ่งออกเป็นกระบวนการลอกแป้ง (desizing) กระบวนการกำจัดไขมัน (scouring) และกระบวนการฟอกขาว (bleaching) โดยผู้วิจัยมีความสนใจที่จะทำการศึกษาการเติมสารดัดแปรลงไปในกระบวนการฟอกขาวซึ่งปกตินิยมใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และโซดาไฟเป็นสารฟอกขาว สารดัดแปรที่จะใช้ผสมลงไปกับสารฟอกขาวนั้นจะทำการออกแบบให้สามารถทำปฏิกิริยากับเส้นใยในสภาวะต่าง จึงคาดว่าจะได้ผลสองอย่างเกิดขึ้นพร้อมกันคือ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะทำหน้าที่ฟอกขาวผ้าเพื่อกำจัดสิ่งสกปรก ในขณะที่สารดัดแปรจะอาศัยต่างเป็นตัวช่วยให้สามารถผนึกติดกับเส้นใยไปพร้อมๆกัน ซึ่งผลที่ได้คาดหวังว่าจะได้เส้นใยเซลลูโลสดัดแปรโดยไม่จำเป็นต้องเพิ่มขั้นตอนการผลิตใดๆเข้าไปในกระบวนการผลิต ซึ่งน่าจะทำให้เป็นที่ยอมรับในการนำไปใช้จริงๆในภาคอุตสาหกรรมฟอกย้อมของประเทศไทยต่อไป

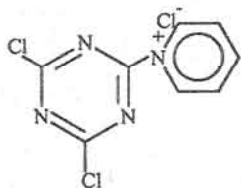
ประวัติการพัฒนาสารเคมีดัดแปรโครงสร้างเส้นใยเซลลูโลสให้สามารถรับสีย้อมได้มากขึ้นได้มีผู้ศึกษาไว้อย่างมากมาย[1-4] ซึ่งพบว่ามียหลายตัวที่ช่วยให้เซลลูโลสสามารถรับสีย้อมได้ 100 เปอร์เซ็นต์โดยไม่จำเป็นต้องเติมเกลือลงไปช่วย โดยหลักการการดัดแปรเส้นใยทั่วไปคือการผนึกสารควอเทอร์นารีแอมโมเนียม(quaternary ammonium compounds) [5-10] เข้ากับโครงสร้างเส้นใยเซลลูโลสหมูคอร์เทอร์นารีแอมโมเนียม นั้นมีสมบัติในการดูดจับสีย้อมแอนไอออนิกได้ดีเช่นสีย้อมรีแอคทีฟ และสีย้อมเร็กท์ เป็นต้น เมื่อเทียบกับหมู่ไฮดรอกซิลของเส้นใยเซลลูโลส นอกจากในโมเลกุลสารดัดแปรจะมีหมูคอร์เทอร์นารีแอมโมเนียมเป็นหมู่ช่วยดูดจับสีย้อมให้เข้าไปภายในเส้นใยแล้ว ยังควรต้องมีหมู่ฟองไวที่จะทำปฏิกิริยากับสีย้อมได้ด้วยเพื่อให้สีที่ดูดเข้าไปแล้วนั้นสามารถผนึกติดอยู่บนเส้นใยได้อย่างคงทน สารเคมีดัดแปรที่ได้มีผู้ศึกษาไปแล้วนั้น แบ่งออกเป็นสองกลุ่มใหญ่ ๆ คือ

1. กลุ่มสารแคทไอออนิกรีแอคทีฟ (cationic reactive compounds)
2. กลุ่มสารแคทไอออนิกพอลิเมอร์ (cationic reactive polymeric compounds)



ตัวอย่างโครงสร้างสารเคมีดัดแปรในกลุ่มแคทไอออนิกรีแอคทีฟ

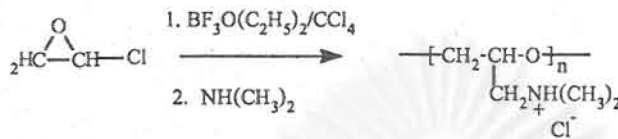
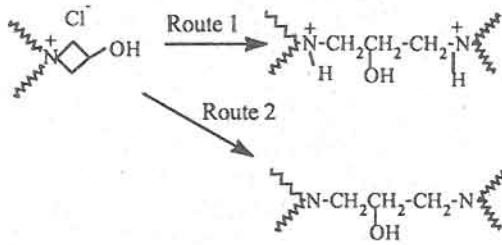
ลักษณะสารเคมีตัดแปรเหล่านี้คือมีโครงสร้างโมเลกุลที่มีขนาดเล็กและมีประจุบวก ด้วยโมเลกุลขนาดเล็กจึงทำให้สารเหล่านี้สามารถแทรกซึมเข้าไปภายในโครงสร้างเซลล์ได้ลึก และหลังจากนั้นต้องผนึกสารตัดแปรให้เกาะติดอยู่กับเส้นใยโดยพันธะทางเคมีซึ่งจำเป็นต้องใช้พลังงานเข้าช่วยอย่างเช่น Type 1 ต้องใช้อุณหภูมิสูงประมาณ 180°C และมักพบว่าสารตัดแปรตัวนี้จะปลดปล่อยสารประกอบเอมีนออกมาในขณะที่ทำการตัดแปรที่อุณหภูมิสูง สารเอมีนเหล่านี้มักกลิ่นฉุนรุนแรง จึงเป็นข้อจำกัดอันหนึ่งของสารตัวนี้ สารตัดแปร Type 2 และ Type 3 นั้นเป็นสารตัดแปรที่มีโครงสร้างเรียนแบบสรีแอกทีฟแต่มีความสามารถในการดูดซึมเข้าไปในเส้นลึง การผนึกสารเหล่านี้ลงไปบนเส้นใยเซลลูโลสจะใช้สภาวะเดียวกับการย้อมสรีแอกทีฟ เส้นใยที่ผ่านการตัดแปรด้วยสาร Type 2 และ Type 3 ซึ่งมีหมู่ควาเทอร์นารีแอมโมเนียมเป็นองค์ประกอบจึงทำให้สามารถรับสีย้อมแอนไอออนิกเช่นสรีแอกทีฟ และสียไครท์ได้ดีโดยไม่ต้องอาศัยเกลือเป็นตัวช่วย แต่ถ้าต้องการผนึกสรีแอกทีฟลงบนเส้นใยเซลลูโลสตัดแปรด้วยสารเหล่านี้จำเป็นต้องเติมด่างลงไปช่วยเพื่อทำให้สรีแอกทีฟที่ดูดซึมเข้าไปในเส้นใยสามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลแล้วเกิดเป็นพันธะโควาเลนต์ ส่วนสารตัดแปร Type 4 เป็นสารตัดแปรที่มีความน่าสนใจเพราะในตัวสารตัดแปรมีทั้งหมู่รับสี(หมู่ควอเทอร์นารีแอมโมเนียม)และหมู่ที่สามารถทำปฏิกิริยากับเส้นใยและเพิ่มเข้ามาอีกหมู่คือหมู่ที่สามารถทำปฏิกิริยากับสรีแอกทีฟโดยไม่ต้องการต่างเป็นตัวช่วย ดังนั้นเส้นใยที่ผ่านการตัดแปรด้วยสาร Type 4 จึงสามารถย้อมด้วยสรีแอกทีฟโดยไม่ต้องใช้ทั้งเกลือและต่างช่วย ผู้วิจัยเคยได้ทำการศึกษาลักษณะที่สารตัดแปรเส้นใยเซลลูโลสที่มีโครงสร้างดังรูปข้างล่าง[11]



รูปที่ 2. สารตัดแปรที่ผู้วิจัยได้พัฒนาขึ้น

ซึ่งมีโมเลกุลขนาดเล็กกว่า และว่องไวสูงกว่า สามารถทำปฏิกิริยากับเส้นใยได้ดีกว่าสารตัดแปรตัวอื่น ๆ และใช้อุณหภูมิต่ำกว่าคือประมาณที่ 50°C ตามที่ได้เสนอในรายงานไปแล้ว ผลการวิจัยพบว่าสารตัวนี้ได้เปรียบในเรื่องประสิทธิภาพการแทรกซึมเข้าไปในเส้นใยได้อย่างทั่วถึงเนื่องจากมีขนาดโมเลกุลเล็ก จึงมีความได้เปรียบในด้านต้นทุนการผลิตที่ต่ำกว่าแต่ก็กลับพบสารตัดแปรที่พัฒนาขึ้นไม่มีความเสถียรละลายตัวได้ง่ายทำให้ไม่เหมาะที่จะนำไปใช้ในเชิงพาณิชย์

สารตัดแปรอีกกลุ่มหนึ่งที่ได้พัฒนาจนผลิตขายในเชิงพาณิชย์ คือ สารจำพวกแคทไอออนิกรีแอกทีฟพอลิเมอร์มีขายภายใต้ชื่อการค้าต่างๆเช่น Sandrene(Sandoz), Hercosett(Clariant), และ Solfix (Ciba-Geigy) [12-15] โครงสร้างของพอลิเมอร์ชนิดนี้สามารถแสดงในรูปที่ 3



### รูปที่ 3 แคทไอออนิกรีแอคทีฟพอลิเมอร์

การดัดแปรเส้นใยทำได้โดยทำพอลิเมอร์ไรเซชันสารโมโนเมอร์ให้เกิดเป็นพอลิเมอร์ภายในเส้นใยเซลลูโลสดังแสดงในรูปที่ 3 ทำให้ได้รีแอคทีฟพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลใหญ่หรือเรซิน จะถูกกักขังหรือเกาะติดอยู่ที่ผิวของเส้นใยได้ดี แต่ข้อเสียสารประเภทเรซินก็คือ จะเกาะอยู่ที่ผิวของเส้นใยเสียส่วนใหญ่ เนื่องจากอิทธิพลของจำนวนหมู่ประจุบวกที่จับกันเส้นใยเซลลูโลสได้ดี จึงทำให้ขัดขวางการแทรกซึมของเรซินไม่ให้แพร่เข้าไปภายในเส้นใยเป็นเหตุให้ความคงทนของสีย้อมต่อแสงแดดต่ำลงและเฉดสีย้อมหม่นไม่สดใส จึงอาจจะเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้สารดัดแปรประเภทนี้ไม่ได้รับความนิยมแพร่หลายแม้ว่าการย้อมเส้นใยเซลลูโลสดัดแปรด้วยสารในกลุ่มนี้จะได้เปอร์เซ็นต์ฟีนิกซ์ที่ดีมากโดยไม่จำเป็นต้องใช้เกลือและต่างเป็นสารช่วยย้อมเลยก็ตาม

หัวใจการพัฒนาการดัดแปรเส้นใยเซลลูโลสเพื่อให้ได้รับการยอมรับจากผู้ใช้งาน จึงควรต้องอยู่ภายใต้เงื่อนไขต่อไปนี้

1. วิธีการดัดแปรง่ายไม่ซับซ้อนและทำได้โดยอาศัยเครื่องย้อมที่มีอยู่แล้วในโรงงาน
2. สารดัดแปรจะต้องเก็บรักษาง่ายไม่มีกลิ่น ไม่เป็นพิษและราคาถูก
3. การตกค้างของสารดัดแปรต้องน้อยที่สุดและไม่ทำให้เกิดการปนเปื้อนในกระบวนการผลิต
4. ต้องช่วยลดปัญหาผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมอย่างปรากฏให้เห็นได้ชัดเจน
5. การดัดแปรเส้นใยไม่ควรเป็นการเพิ่มขั้นตอนการผลิต

การดัดแปรโดยไม่เพิ่มขั้นตอนการผลิตนั้นเป็นปัจจัยหลักสำคัญที่มีผลอย่างมากต่อการนำเอาเทคนิคการดัดแปรเส้นใยไปใช้จริงในทางปฏิบัติ ผู้วิจัยจึงได้มีแนวความคิดที่จะเสนอแนวทางการดัดแปรเส้นใยเซลลูโลสโดย คำนึงถึงเงื่อนไขดังกล่าว จากการค้นคว้ารายงานตีพิมพ์ในอดีตยังไม่พบว่ามียางงานการศึกษาการดัดแปรเส้นใยเซลลูโลสในขั้นตอนการเตรียมผ้าเลย กระบวนการเตรียมผ้าเป็นขั้นตอนก่อนทำการย้อมผ้า ซึ่งผ้าที่จะผ่านไปสู่กระบวนการย้อมต้องผ่านการเตรียมผ้าก่อนทุกครั้งเพื่อกำจัดเอาสิ่งสกปรกต่างๆซึ่งคิดเป็นประมาณ 4-12 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผ้าดิบ โดยปกติขั้นตอนการเตรียมผ้าฝ่ายยังแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนคือขั้นตอนการลอกแป้ง (desizing) โดยเอนไซม์ ขั้นที่สองเป็นการกำจัดไขมันธรรมชาติ (scouring) โดยใช้ด่างและความร้อน ส่วนในขั้นตอนสุดท้ายเป็นการฟอกผ้า (bleaching) เพื่อกำจัดเอาสีธรรมชาติออกจากเส้นใยในขั้นตอนการฟอกผ้านิยมใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และโซดาไฟ

ดังได้กล่าวมาในตอนต้นสารตัดแปรเส้นใยชนิดแคทออินกรีแอกทีฟนั้น จำเป็นต้องใช้ต่างเป็นตัวช่วยให้สารตัดแปรเหล่านี้สามารถทำปฏิกิริยากับเส้นใยเพื่อให้เกิดพันธะโควาเลนต์ ทำให้ผู้วิจัยมีความสนใจที่จะทำการศึกษาการทำการตัดแปรเส้นใยด้วยสารตัดแปรในกลุ่มแคทออินกรีแอกทีฟไปพร้อมๆกับการฟอกผ้า ซึ่งคาดว่าจะสามารถได้ผลสองอย่างในเวลาเดียวกันคือผลของการกำจัดสิ่งสกปรกออกจากผ้าและผลการได้เส้นใยเซลลูโลสตัดแปรที่สามารถนำไปย้อมด้วยสีรีแอกทีฟได้โดยไม่ต้องอาศัยเกลือและต่างเป็นสารช่วยย้อม

#### ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาการสังเคราะห์สารตัดแปรและศึกษาสมบัติการดูดซับสีย้อมของผ้าฝ้ายตัดแปร
2. ศึกษาประสิทธิภาพการทำงานของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในภาวะที่มีสารตัดแปรผสมอยู่ด้วยทั้งนี้ เพราะสารตัดแปรอาจจะไปรบกวนการทำงานของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ทำให้ประสิทธิภาพทำงานได้ไม่เต็มที่
3. ศึกษาอิทธิพลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อความเสถียรของสารตัดแปร
4. ศึกษาการย้อมเส้นใยที่ผ่านการตัดแปรแล้ว ด้วยสีรีแอกทีฟที่ความเข้มข้นต่างๆ ในภาวะไร้อิทธิพลพร้อมทั้งตรวจสอบประสิทธิภาพการติดสี และสมบัติความคงทนของสีหลังย้อม

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### บทที่ 3 วิธีการทดลอง

#### 3.1 วัสดุการทดลอง

-ผ้าฝ้าย : ผ้าฝ้ายทอที่ผ่านการกำจัดสิ่งสกปรกแล้ว (scoured fabric) บริจาค โดยบริษัทอัสวินฟอก  
ย้อม จำกัด

-สารเคมี (รายละเอียดในตารางที่ 3.1)

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลองนี้

สารเคมี	แหล่งที่มา
Cyanuric chloride	Fluka
3-chloro-2-hydroxypropyltrimethylammoniumchloride	Fluka
Glycidyltrimethylammonium chloride	Fluka
Ammonium hydroxide solution 25%	Merck
Hydrogen peroxide	Carlo Erba
Procion Crimson CX-B	BASF
Modercion Yellow HE4R (CI. 84)	Modern Dyestuffs and Pigments Co., Ltd

#### 3.2 อุปกรณ์วิเคราะห์และทดสอบ

- Ahiba Polymat (laboratory dyeing machine)
- UV/VIS spectrophotometer (Jenway 6405)
- Reflectance spectrophotometer (Mecbetc 7000)
- Elemental analyzer (Perkin Elmer PE2400 series II)
- Light fastness tester (Xenon Weather meter, Model X75 (Suga Test Instruments Co., LTD)
- NMR spectrometer (Jeol JNM-A500)

#### 3.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์สารคัดแปรตัวที่ 1

-ชั่ง 2-chloroethylamine hydrochloride 23.5 กรัม (0.20 โมล) และพิริดีน 55 มิลลิลิตร (0.68 โมล) ใส่ลงใน  
ขวด 3 คอ ปริมาตร 250 มิลลิลิตร เติมน้ำลงไป 40 มิลลิลิตร กวนด้วย magnetic stirrer พร้อมให้ความ  
ร้อนด้วยวิธีรีฟลักซ์ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำไประเหยเอาน้ำออกด้วยเครื่อง rotary evaporator

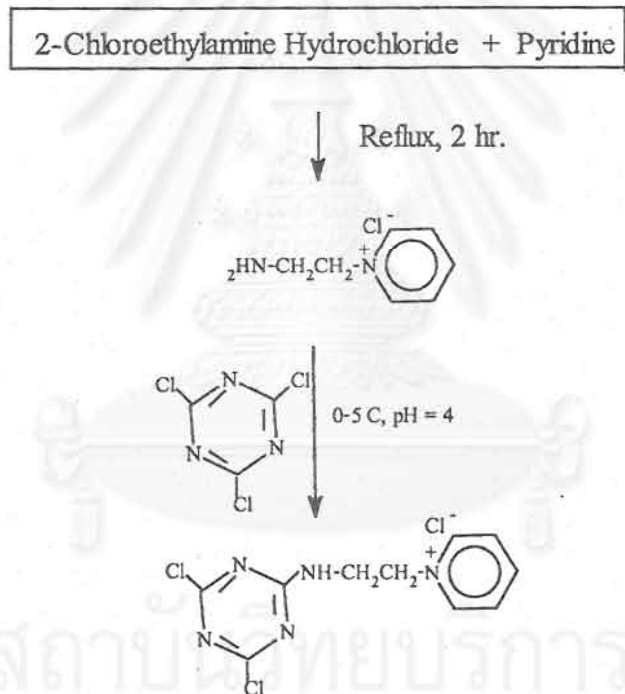
-นำสารละลายชนิดที่ได้จากข้อ 1 ไปตกตะกอนใน isopropanol กรองตะกอนที่ได้ แล้วนำตะกอนไปเก็บ  
ไว้ใน desiccator วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วย  $^1\text{H NMR}$

-ชั่ง cyanuric chloride 18.4 กรัม (0.1 โมล) ใส่ลงในบีกเกอร์ปริมาตร 250 มิลลิลิตร อะซิโตน 100 มิลลิลิตร และน้ำแข็ง 100 กรัม กวนด้วย magnetic stirrer เพื่อให้ cyanuric chloride อยู่ในรูปสารแขวนลอย ปรับอุณหภูมิสารแขวนลอยให้ลดลงอยู่ในช่วง 0-5 องศาเซลเซียส โดยนำบีกเกอร์สารแขวนลอยไปแช่ในน้ำแข็ง

-หลังจากนั้นค่อย ๆ เติมสารละลายอินเตอร์มีเดียที่ได้เตรียมจากขั้นการสังเคราะห์สารอินเตอร์มีเดียลงในสารแขวนลอย cyanuric chloride ปฏิกริยาจะเกิดขึ้นทันทีโดยสังเกตจาก pH ที่มีการเปลี่ยนแปลงของ pH อันเนื่องมาจากการปลดปล่อยไฮโดรคลอริกแอซิด ปรับภาวะ pH ของสารละลายด้วยโซเดียมคาร์บอเนตให้ไม่ต่ำกว่า pH 4 และเมื่อสังเกตเห็นว่า pH คงที่ (ปฏิกริยาสมบูรณ์) ให้ทำการตกตะกอนสารคัดแปรที่ได้ในอะซิโตน

-เก็บตะกอนสารคัดแปรได้ใน desiccator เพื่อนำไปใช้คัดแปรเส้นใยต่อไป

สมการเคมีแสดงปฏิกริยาการเตรียมสารคัดแปรตัวที่ 1



จากปัญหาของความไม่เสถียรตัวของสารคัดแปรตัวที่ 1 จึงได้เสนอแนวทางการสังเคราะห์สารคัดแปรตัวที่ 2 ซึ่งมีหมู่ quaternary trimethyl ammonium เป็นหมู่ประจุบวก โดยธรรมชาติของหมู่นี้จะมีความเสถียรตัวดีแม้ในสภาวะพี-เฮช เป็นต่างแก่ ในการทดลองนี้ได้เสนอแนวทางการสังเคราะห์สารคัดแปรตัวที่ 2 ไว้สองวิธี ดังนี้

3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์สารตัดแปรตัวที่ 2 จากอินเตอร์มีเดียต 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride

-เตรียม 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride (65% conc.) 10 มิลลิลิตร (0.034 โมล) ใส่ลงในขวดสามคอ 250 มิลลิลิตร เติมน้ำละลายแอมโมเนีย (30% conc.) ลงไป 25 มิลลิลิตร พร้อมให้ความร้อนด้วยวิธีรีฟลักซ์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

-ตั้งสารละลายทิ้งไว้ข้ามคืนเพื่อให้แอมโมเนียที่มากเกินไป (excess ammonia) ระเหยออกหมดสังเกตได้โดยนำกระดาษลิตมัสไปอิงปากบีกเกอร์เพื่อทดสอบว่ายังคงมีแอมโมเนียหลงเหลืออยู่ในสารละลายหรือไม่

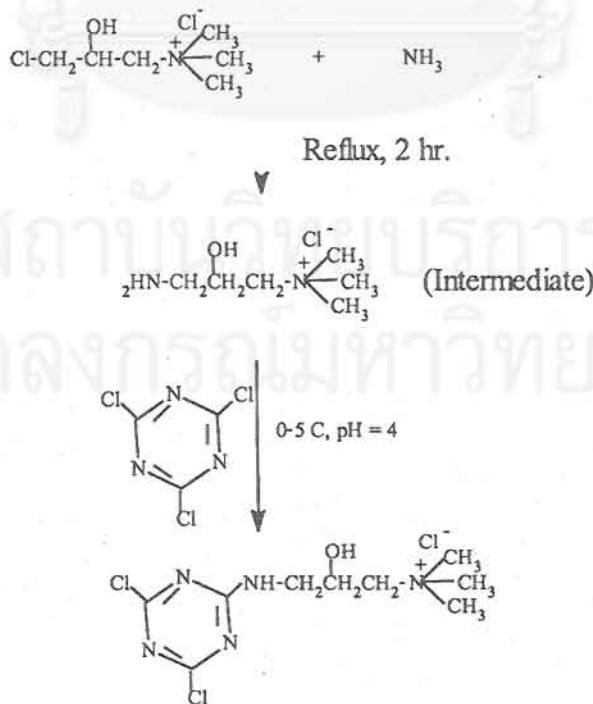
-ตกตะกอนสารอินเตอร์มีเดียตในอะซิโตนนำไปวิเคราะห์หาปริมาณ primary amine โดยการไตเตรทกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกมาตรฐาน และวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิค NMR.

-ชั่ง cyanuric chloride 18.4 กรัม (0.1 โมล) ใส่ในบีกเกอร์ปริมาตร 250 มล. เติมน้ำ 100 มล. และน้ำแข็ง 100 กรัม กวนด้วย magnetic stirrer เพื่อให้ cyanuric chloride อยู่ในรูปของสารแขวนลอย ปรับอุณหภูมิของผสมให้ลดลงในช่วง 0-5 องศาเซลเซียส โดยนำบีกเกอร์ไปแช่ในน้ำแข็ง

-หลังจากนั้นค่อยๆ เติมน้ำละลายอินเตอร์มีเดียต (0.1 โมล) จากข้อ 3 ลงไป ปฏิกริยาจะเกิดขึ้นทันที โดยสังเกตจาก pH ที่มีการลดลงอย่างต่อเนื่องอันเนื่องมาจากการปลดปล่อยไฮโดรคลอริกแอซิด ปรับ pH ของสารละลายด้วยโซเดียมคาร์บอเนตไม่ให้ต่ำกว่า pH 4 เมื่อ pH คงที่และสังเกตว่าได้สารละลายใส เนื่องจาก cyanuric chloride ทำปฏิกิริยาสมบูรณ์ ทำการตกตะกอนสารตัดแปรที่ได้ในอะซิโตนอีกครั้ง

สมการแสดงการเตรียมสารตัดแปรตัวที่ 2

(จากอินเตอร์มีเดียต 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride)





### 3.5 การสังเคราะห์สารคัดแปรตัวที่ 2 จากอินเทอร์มีเดียต glycidyltrimethylammonium chloride

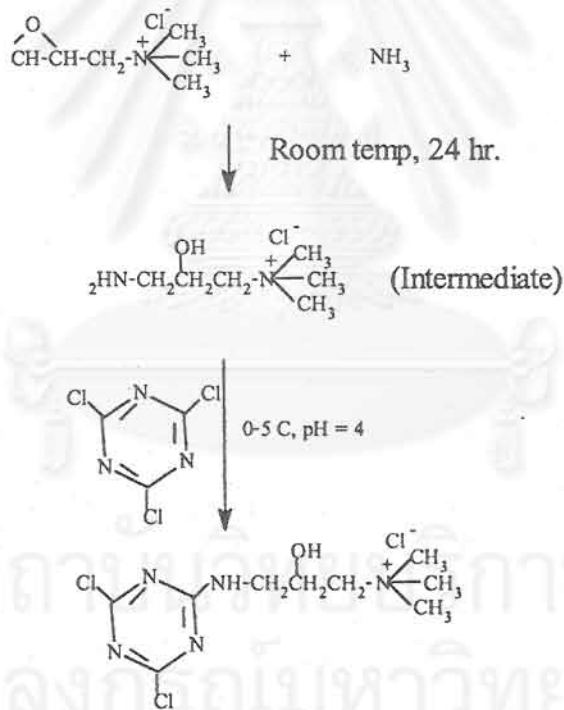
- ตวงสารละลาย glycidyltrimethylammonium chloride (90% conc.) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร (0.063 โมล) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมแอมโมเนีย 5 มิลลิลิตรพร้อมกวนด้วย magnetic stirrer ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง (ปฏิกิริยาเกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้อง)

- ตรวจสอบว่ามีแอมโมเนียหลงเหลืออยู่หรือไม่โดยนำกระดาษลิตมัสชุบน้ำไปอิงบนปากบีกเกอร์แล้วสังเกตสีของกระดาษลิตมัส

- วิเคราะห์ปริมาณ primary amine โดยการไตเตรทกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกมาตรฐาน ตกตะกอนสารอินเทอร์มีเดียตบางส่วน แล้วนำไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของสารด้วย NMR จากผลการทดสอบเบื้องต้นพบว่าสารอินเทอร์มีเดียตได้มีส่วนส่วนของ primary amine อยู่มากกว่าการเตรียมแบบวิธีแรก

- ทำการสังเคราะห์สารคัดแปรตัวที่ 2 โดยใช้วิธีเดียวกันกับวิธีข้างต้น เพียงแต่ใช้สารอินเทอร์มีเดียตที่เตรียมได้จาก glycidyltrimethylammonium chloride

สมการแสดงการเตรียมสารคัดแปรตัวที่ 2 จากอินเทอร์มีเดียต glycidyltrimethylammonium chloride



### 3.6 ขั้นตอนการทำสารคัดแปรเส้นใยเซลลูโลสพร้อมกับการทำฟอกขาว

- เตรียมสารละลายคัดแปรในกระบอกช้อม Ahiba Polymat

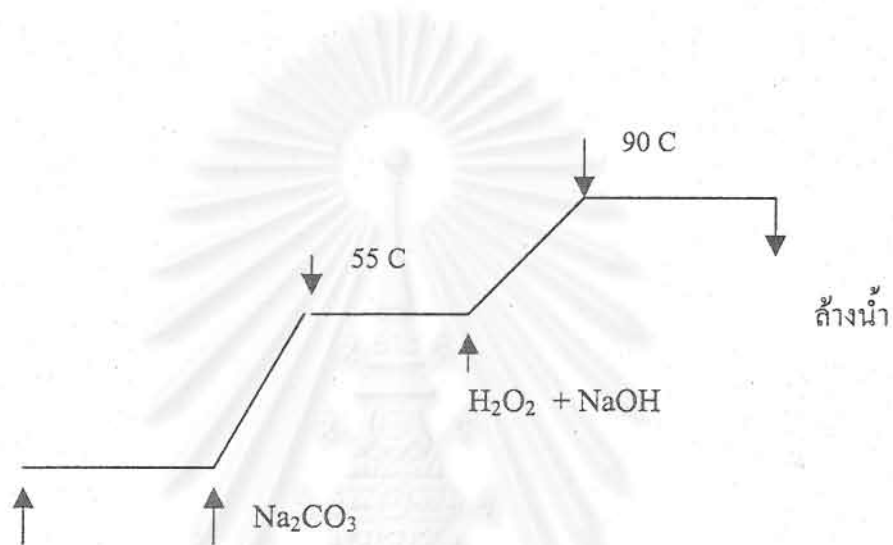
- นำผ้าฝ้ายที่ผ่านการลอกเอาไขมันออก ลงไปแช่ในสารละลายคัดแปรที่เตรียมได้ เติมโซเดียมคาร์บอเนต 10 กรัม/ลิตร

- นำกระบอกช้อมเข้าเครื่องช้อม Ahiba Polymat แล้วเพิ่มอุณหภูมิการคัดแปรขึ้นไปที่ 60-70 องศา และจับเวลาต่อไปอีก 45 นาที เพื่อผนึกสารคัดแปรลงบนเส้นใยผ้า

-นำกระบอกข้อมออกจากเครื่องข้อมแล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ แล้วนำเข้าเครื่องข้อมอีกครั้งแล้วปรับอุณหภูมิขึ้นไปเป็น 80-95 องศา ให้เครื่องข้อมทำงานต่อไปอีก 30 นาที จึงนำกระบอกข้อมออกจากเครื่องข้อม

-นำผ้าฟอกขาวตัดแปรรอกจากกระบอกข้อม ล้างน้ำเพื่อกำจัดเอาสารตัดแปร์ที่ไม่ได้ผนึกติดกับเส้นใยออก ทำผ้าให้แห้งเพื่อนำไปทดสอบความสามารถในการรับสีข้อมต่อไป

กราฟแสดงขั้นตอนการฟอกขาวและการตัดแปร์ในขั้นตอนเดียว



### 3.7 ขั้นตอนการทำการข้อมผ้าฝ้ายตัดแปร์ด้วยสีรีแอคทีฟในภาวะไร้อะลูมิเนียม

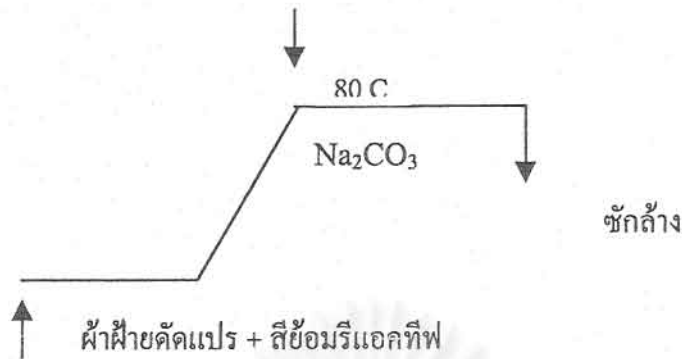
-เตรียมสารละลายสีข้อมรีแอคทีฟในกระบอกข้อม Ahiba Polymat

-นำผ้าฝ้ายตัดแปร์บรรจุลงในกระบอกข้อม โดยอัตราส่วนระหว่างผ้าต่อน้ำข้อมที่ใช้คือ 1 : 10 เดิม โซเดียมคาร์บอเนต 10 กรัม/ลิตร

-นำกระบอกข้อมเข้าเครื่องข้อม Ahiba Polymat ปรับอุณหภูมิการข้อมไปที่ 80 องศาเซลเซียส แล้วจับเวลาการข้อมนาน 40 นาที

-นำผ้าออกจากกระบอกข้อมแล้วทำการต้มล้างเอาสีไฮโดรไลต์ออก โดยการต้มล้างในสารละลาย non-ionic surfactant (5 กรัม/ลิตร) เป็นเวลา 15 นาที ล้างผ้าข้อมให้สะอาดแล้วทำให้แห้งก่อนนำผ้าไปวัดหาค่าความเข้มของเฉดสีและเปอร์เซ็นต์การผนึกสีต่อไป

### กราฟขั้นตอนการย้อมผ้าฝ้ายดัดแปรด้วยสีย้อมรีแอคทีฟ



#### 3.8 การวัดเปอร์เซ็นต์การดูดซึมของสีย้อม

ทำการเก็บตัวอย่างน้ำสีทั้งก่อนและหลังกระบวนการย้อม เจือจางสีด้วยน้ำกลั่นในอัตราส่วนที่เท่ากัน แล้วนำตัวอย่างน้ำสีเจือจางไปวัดหาค่า absorbance ด้วยเครื่อง UV/VIS spectrophotometer เปอร์เซนต์การดูดซึมของสีสามารถคำนวณได้โดยอาศัยสมการข้างล่าง

$$%E = 100(1 - A_1/A_0)$$

โดย  $A_1$  และ  $A_0$  คือค่าการดูดกลืนแสงของน้ำสีย้อมที่เก็บหลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการย้อมและที่เก็บก่อนทำการย้อมตามลำดับ

#### 3.9 การคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การผืนสี

เปอร์เซ็นต์การผืนสีคือ สัดส่วนระหว่างปริมาณของสีที่ผืนติดอยู่กับเส้นใยเทียบกับปริมาณสีย้อมทั้งหมดที่ใช้ย้อม เนื่องจากสีที่ผืนติดกับเส้นใยไม่สามารถสกัดให้หลุดออกมาได้ ดังนั้นการวัดปริมาณสีบนผ้าจึงวัดจากความเข้มของสีของผ้าย้อมแทน ซึ่งความเข้มของสีผ้าย้อมสามารถวัดโดยใช้เครื่องวัดสี Macbeth 7000 ความเข้มของสีผ้าย้อมจะแสดงในหน่วย K/S ซึ่งคำนวณได้จากสมการ

$$K/S = (1 - R^2)/2R$$

R คือ reflectance ของผ้าตัวอย่าง

สำหรับเปอร์เซ็นต์การผืนสี สามารถคำนวณได้จากการเปรียบเทียบค่า K/S ของผ้าย้อมก่อนและหลังซักล้าง ดังแสดงในสมการ

$$%F = \frac{K/S \text{ ของผ้าหลังซักล้าง} * 100}{K/S \text{ ของผ้าก่อนซักล้าง}}$$

ค่า %F ที่คำนวณได้จะใช้บ่งบอกความสามารถของสีย้อมที่ผ้าดูดซับเอาไว้ว่ามีเปอร์เซ็นต์ที่ผนึกติดอยู่กับเส้นใย

แต่ถ้าอยากทราบว่าเปอร์เซ็นต์ทั้งหมดของสีที่ผนึกติดกับผ้าเมื่อเทียบกับสีที่เติมเข้าไปในเครื่องย้อมต้องคำนวณโดยอาศัยสมการ

$$\text{เปอร์เซ็นต์ผนึกสีทั้งหมด} = \frac{\text{K/S ของผ้าหลังการต้มล้างสีไฮโครไลท์} * \%E}{\text{K/S ของผ้าก่อนต้มล้าง}}$$



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

#### 4.1 การสังเคราะห์สารดัดแปรตัวที่ 1

สารดัดแปรตัวที่ 1 เตรียมจากปฏิกิริยาระหว่างสาร primary amine (อินเตอร์มีเดียต) ที่มีหมู่ quaternary pyridinium เป็นองค์ประกอบ กับสาร cyanuric chloride (สารเคมีพื้นฐานสำหรับสังเคราะห์สีรีแอคทีฟ) ในลำดับแรกต้องเตรียมสาร primary amine ขึ้นมาก่อน ซึ่งในการทดลองนี้ได้เตรียมสารอินเตอร์มีเดียตตัวนี้ โดยอาศัยปฏิกิริยาระหว่าง 2-chloroethylamine hydrochloride กับสาร pyridine สารอินเตอร์มีเดียตที่สังเคราะห์ได้พบว่ามีคุณสมบัติในการละลายน้ำได้ และทำให้บริสุทธิ์โดยตกตะกอนใน isopropanol ลักษณะเฉพาะของสารอินเตอร์มีเดียตที่สังเคราะห์ได้ สามารถพิสูจน์ได้ด้วยเทคนิค  $^1\text{H NMR}$  (ซึ่งไม่ได้แสดงไว้ในที่นี้ เนื่องจากผู้วิจัยได้เคยทำการศึกษาการสังเคราะห์สารตัวนี้มาก่อน)

ผลผลิตของปฏิกิริยาระหว่างสารอินเตอร์มีเดียตกับสาร cyanuric chloride ได้เป็นสารดัดแปรเส้นใยเซลลูโลสที่มีลักษณะโครงสร้างเคมีดังแสดงในหัวข้อ 3.3 สารดัดแปรที่สังเคราะห์ได้มีสีเหลืองงาช้าง ลักษณะเฉพาะของสารดัดแปรตัวนี้พิสูจน์ได้ด้วย เทคนิค  $^1\text{H NMR}$  สารดัดแปรตัวนี้พบว่าเมื่อทดลองไปดัดแปรผ้าฝ้ายจะทำให้ผ้าเหลืองเนื่องจากสารดัดแปรทำปฏิกิริยากับด่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้การเก็บรักษาสารดัดแปรตัวนี้ต้องเก็บไว้ในที่เย็นปราศจากความชื้น เพื่อป้องกันไม่ให้ละลายตัวก่อนที่จะนำไปใช้ดัดแปรเส้นใยฝ้าย ซึ่งทำให้สารดัดแปรตัวนี้ไม่เหมาะสมที่จะนำไปใช้งานจริง

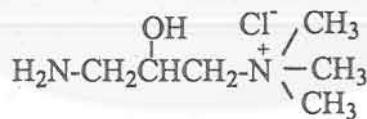
#### 4.2 การสังเคราะห์สารอินเตอร์มีเดียตเพื่อใช้เตรียมสารดัดแปรตัวที่ 2

สารดัดแปรตัวที่ 2 ออกแบบให้มีลักษณะแตกต่างจากสารดัดแปรตัวที่ 1 ตรงที่หมู่ประจุบวกจะเป็น หมู่ quaternary trimethyl ammonium แทนที่จะเป็นหมู่ quaternary pyridinium เพื่อแก้ไขปัญหาสีของสารดัดแปร ซึ่งสารดัดแปรที่มีสีเช่นสารดัดแปรตัวที่ 1 อาจจะไปรบกวนการทำงานของสารฟอกขาวในขณะที่ทำการฟอกขาวและดัดแปรสมบัติผ้าฝ้ายในขั้นตอนเดียว ปัญหาในช่วงแรกของการเตรียมสารดัดแปรตัวนี้พบว่า ไม่สามารถเตรียมสาร primary amine ได้ในปริมาณที่น่าพอใจ จากปฏิกิริยาเคมีที่ได้เสนอไว้ในข้อเสนอโครงการ ซึ่งในการรายงานนี้ได้เสนอวิธีการเตรียมสาร primary amine ชนิดนี้มา 2 วิธีด้วยกันคือ

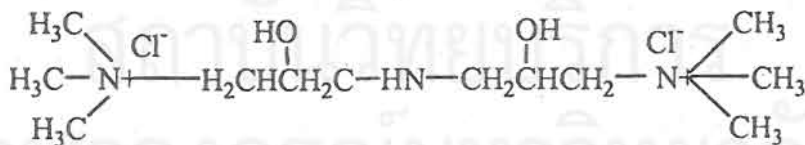
วิธีที่ 1 การสังเคราะห์ primary amine จากปฏิกิริยาระหว่างแอมโมเนียกับ 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride

การสังเคราะห์สาร primary amine จากปฏิกิริยาเคมีระหว่างแอมโมเนียกับสาร 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride พบว่าได้สาร primary amine ในสัดส่วนค่อนข้างต่ำ สังเกตจากพีเอชของสารละลาย ณ สิ้นสุดปฏิกิริยานั้นอยู่ระหว่างช่วง 7-7.4 ซึ่งพอจะสรุปได้ในเบื้องต้นว่าผลผลิตที่สังเคราะห์ได้ ต้องได้สารตัวอื่นเกิดขึ้นมาด้วยนอกจาก primary amine ซึ่งดูเหมือนไม่เป็นไปตามทฤษฎีของปฏิกิริยาที่ผลผลิตที่สมควรจะเป็น primary amine ตัวเดียวเท่านั้น ในรูปที่ 4.2 ซึ่งเป็น  $^1\text{H NMR}$  ของ 3-

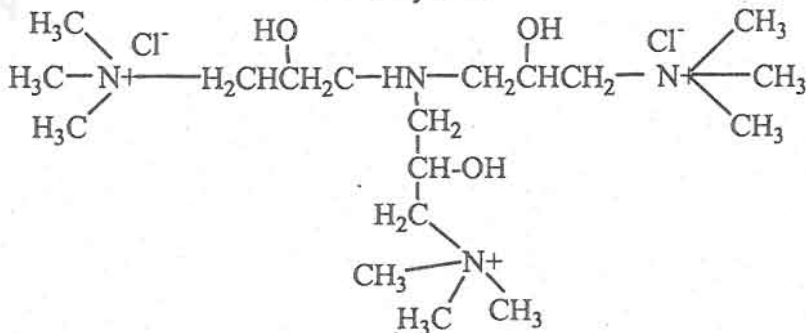
chloro-2-hydroxypropyltrimethyl ammonium chloride จากโครงสร้างทางเคมีของสารตัวนี้มีโปรตอนอยู่ 4 ตำแหน่งที่มีสิ่งแวดล้อมแตกต่างกันคือตำแหน่ง A, B, C, และ D ซึ่งแสดงลักษณะเฉพาะที่ chemical shift ที่ 3.07, 2.80, 3.55 และ 3.25 ppm ตามลำดับ และเมื่อสารตัวนี้ทำปฏิกิริยากับแอมโมเนีย คาดว่าจะทำให้สิ่งแวดล้อมของโปรตอนในตำแหน่ง A เปลี่ยนไปจากเดิม เนื่องจาก chloride ถูกแทนที่ด้วยหมู่เอมีน ผลของ <sup>1</sup>H NMR ในรูปที่ 3.3 ยืนยันได้ว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียอย่างสมบูรณ์ เนื่องจากสัญญาณโปรตอนในตำแหน่ง 3.07 ppm หายไป โดยโปรตอนในตำแหน่งนี้จะไปปรากฏอยู่ที่ตำแหน่ง 3.4 ppm แทน แต่ก็พบว่าในรูปที่ 4.3 นั้นเป็นสารที่ไม่บริสุทธิ์เนื่องจากพบว่ามีความถี่สัญญาณที่ไม่ใช่โปรตอนของผลิตภัณฑ์ที่ตำแหน่ง 2.7 ppm ซึ่งเป็นข้อมูลยืนยันว่าทำไมซิลด์ของ primary amine ที่ต้องการนั้นต่ำกว่าที่ควรจะเป็นมาก จากการค้นคว้าเอกสารอ้างอิง ทำให้ได้ข้อสรุปว่า primary amine ที่คาดว่าจะได้เป็นผลผลิตหลักของปฏิกิริยานั้น โดยธรรมชาติแล้วกลับพบว่าเป็นสารที่มีความว่องไวสูงกว่าแอมโมเนียเสียอีก ดังนั้นจึงมีความสามารถทำปฏิกิริยาต่อเนื่องกับ 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium ที่ยังไม่ทำปฏิกิริยากับแอมโมเนีย ได้เป็น secondary amine ซึ่งก็ยังเป็นสารที่มีความว่องไวต่อปฏิกิริยามากกว่าแอมโมเนียอีก ก็จะมีโอกาสเกิดปฏิกิริยากับ 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium ที่ยังเหลืออยู่ได้เป็นผลผลิตสุดท้ายคือ quaternary trimethyl ammonium ทำให้ซิลด์ของ primary amine ต่ำมาก แม้ว่าการทดลองนี้จะใช้แอมโมเนียมากเกินไปหลายเท่าแล้วก็ตาม ปริมาณของ primary amine สามารถตรวจหาได้ด้วยเทคนิคไตเตรชันกับสารละลายไฮโดรคลอริกมาตรฐาน กราฟไตเตรชันได้แสดงในรูปที่ 4.1 และเปอร์เซ็นต์ซิลด์ได้คำนวณได้คือประมาณ 11 % ผลผลิตต่างๆที่คาดว่าจะพบจากปฏิกิริยาระหว่าง 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethylammoniumchloride และ ammonia ได้แก่สารที่มีโครงสร้างดังข้างล่าง



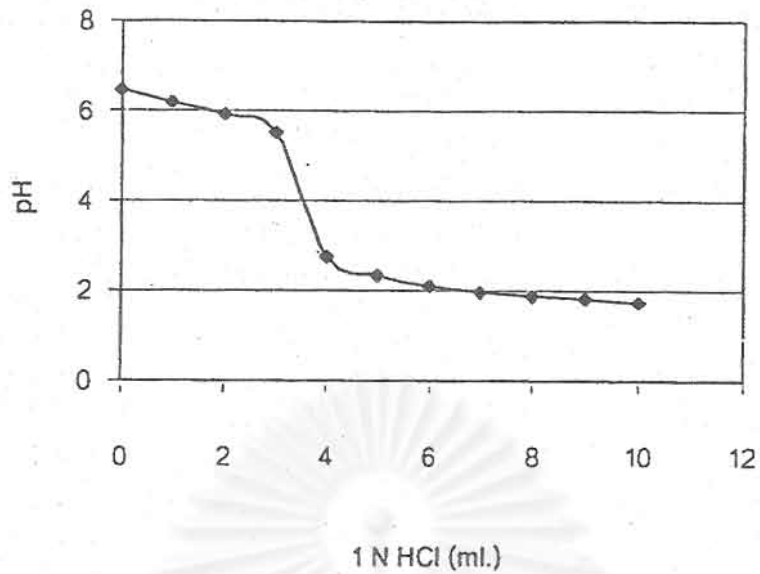
Primary amine



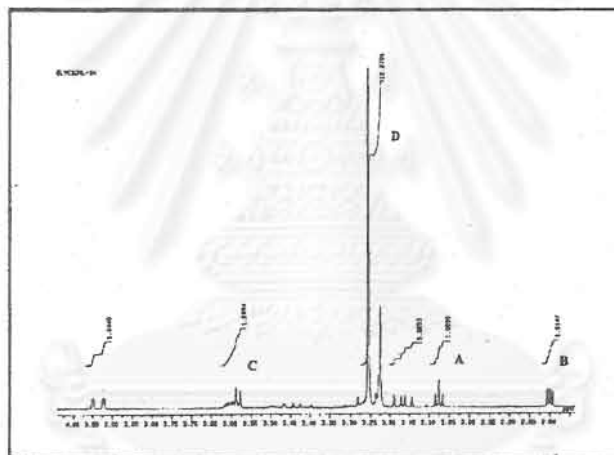
Secondary amine



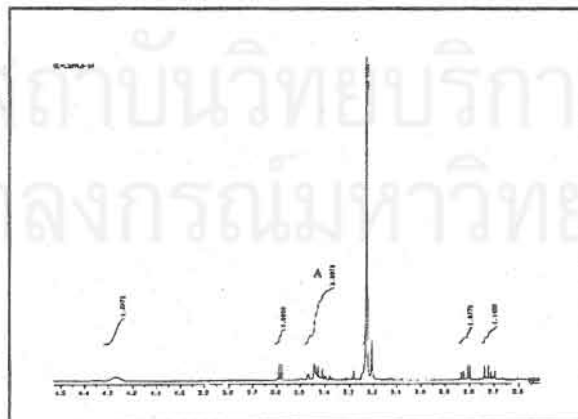
Tertiary amine



รูปที่ 4.1 กราฟไตเตรชันของสารอินเตอร์มีเดียต 3-amino-2-hydroxypropyltrimethylammonium chloride กับ สารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก



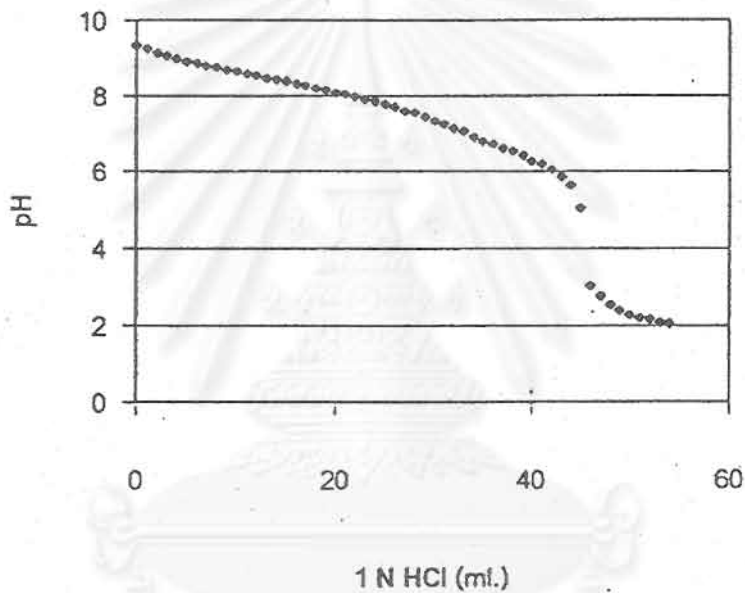
รูปที่ 4.2  $^1\text{H}$  สเปกตรัมของ 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride



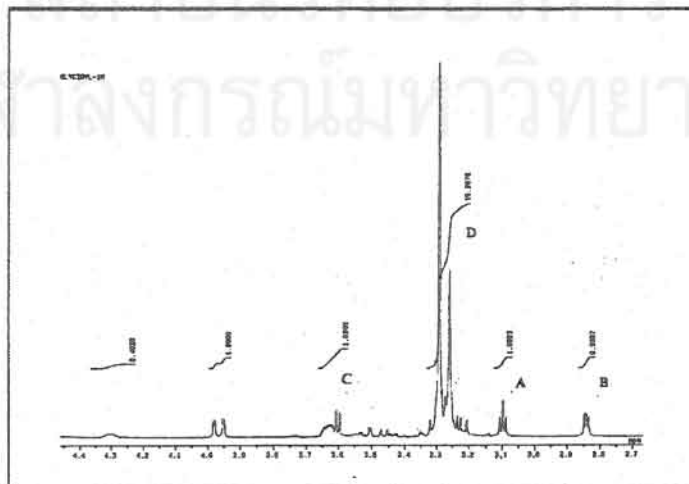
รูปที่ 4.3  $^1\text{H}$  สเปกตรัมของ สารอินเตอร์มีเดียต 3-amino-2-hydroxypropyltrimethyl ammonium chloride

วิธีที่ 2 การสังเคราะห์ primary amine จากปฏิกิริยาระหว่างแอมโมเนียกับ glycidyltrimethyl ammonium chloride

ทางเลือกที่สองได้เปลี่ยนสาร 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethyl ammonium มาเป็น glycidyltrimethyl ammonium ซึ่งคาดว่าจะได้เปอร์เซ็นต์ primary amine เพิ่มสูงขึ้นปฏิกิริยาระหว่างแอมโมเนียกับ glycidyltrimethyl ammonium สามารถเกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิห้อง พีเอช ณ จุดสิ้นสุดปฏิกิริยาพบว่าอยู่ที่ 9.4 ซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีปริมาณของ primary amine สูงกว่าแบบวิธีแรกและจากกราฟไตเตรชัน (กราฟรูปที่ 4.4) สามารถยืนยันได้ว่าทางเลือกที่สองนี้ สามารถสังเคราะห์ primary amine ได้ในสัดส่วนที่น่าพอใจ โดยได้เปอร์เซ็นต์ยี่ดัดประมาณ 63% ดังนั้นในครั้งต่อไป การเตรียม primary amine จะเลือกใช้วิธีที่ 2 สำหรับผลการวิเคราะห์โปรตอน NMR ก็ได้ผลที่สอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์สารอินเตอร์มีเดียตตัวแรก กราฟรูปที่ 4.5 และรูปที่ 4.6

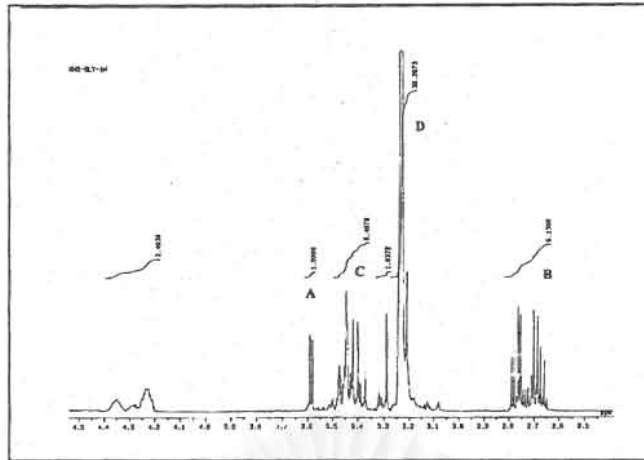


รูปที่ 4.4 กราฟไตเตรชันสารอินเตอร์มีเดียต 3-amino-2-hydroxypropyltrimethyl ammonium chloride ที่เตรียมจาก glycidyltrimethyl ammonium chloride



รูปที่ 4.5  $^1\text{H}$  สเปกตรัมของ glycidyltrimethyl ammonium chloride

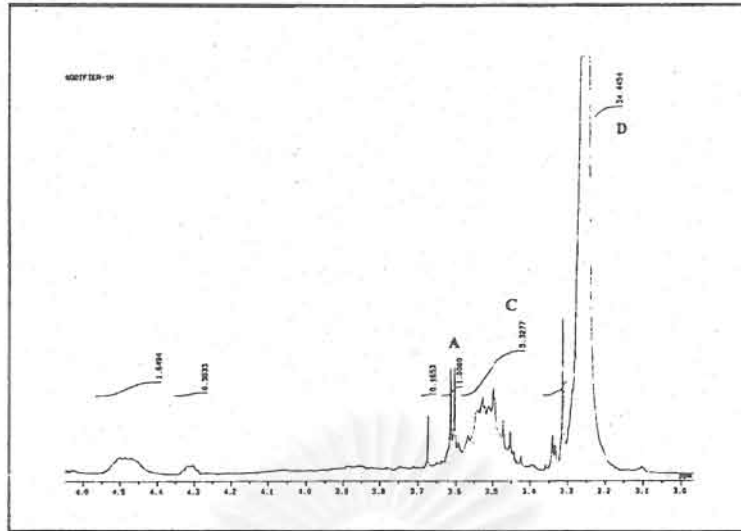




รูปที่ 4.6  $^1\text{H}$  สเปกตรัมของ 3-amino-2-hydroxypropyltrimethylammonium chloride ที่เตรียมจาก glycidyltrimethyl ammonium chloride

#### 4.3 การสังเคราะห์สารดัดแปรตัวที่ 2 จากอินเตอร์มีเดียที่เตรียมจาก glycidyltrimethyl ammonium chloride

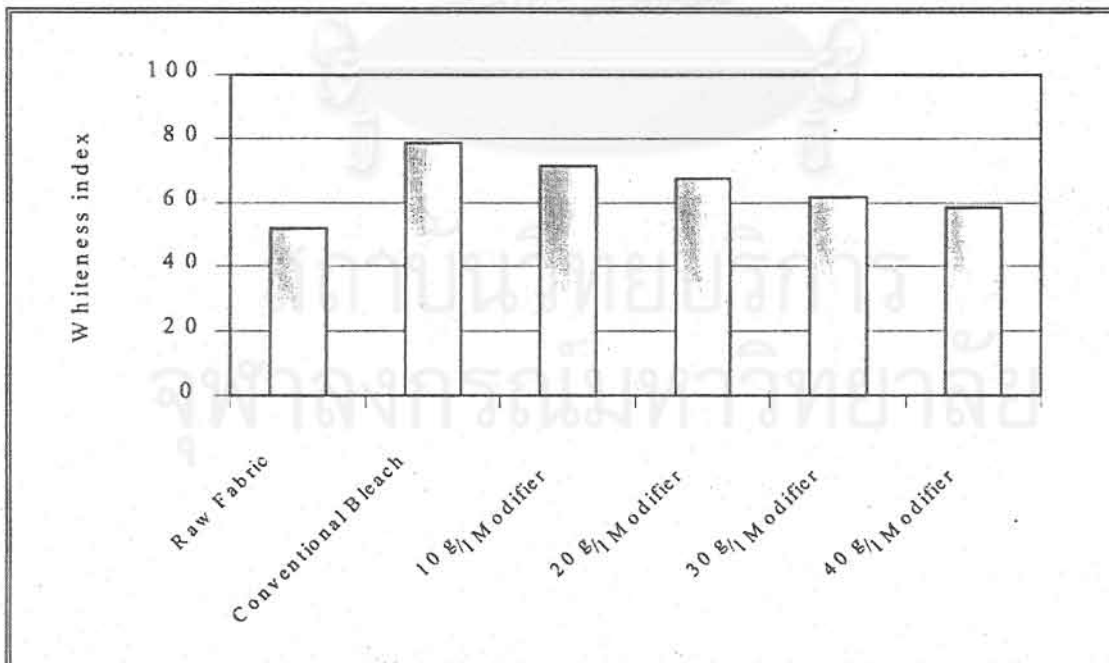
สารดัดแปรตัวที่ 2 สามารถสังเคราะห์ได้โดยอาศัยวิธีเหมือนกับการสังเคราะห์สารดัดแปรตัวที่ 1 แต่พบว่าสารดัดแปรตัวที่ 2 จะมีสีขาวละลายน้ำได้ดี ซึ่งเป็นสมบัติที่เหมาะสมสำหรับนำไปใช้ดัดแปรผ้าฝ้าย เพราะจะช่วยลดปัญหาการเหลืองของผ้าได้ นอกจากนี้ยังพบว่าสารตัวนี้มีความเสถียรต่อแสงได้ดีกว่าสารดัดแปรตัวที่ 1 ดังนั้นจึงเลือกที่จะนำสารดัดแปรตัวนี้ไปใช้ในการดัดแปรเส้นใยร่วมกับกระบวนการฟอกขาวต่อไป ผลการวิเคราะห์โปรตอน NMR ของสารดัดแปร (กราฟรูปที่ 4.7) พบสัญญาณที่ตำแหน่ง 3.4 ppm ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของสารอินเตอร์มีเดีย แสดงว่าสารอินเตอร์มีเดียได้ปฏิกิริยากับ cyanuric chloride แล้วได้เป็นสารดัดแปรขึ้นจริง สอดคล้องกับผลการละลายน้ำของสารดัดแปร ทั้งนี้โดยปกติแล้ว cyanuric chloride จะไม่ละลายน้ำ แต่เมื่อเปลี่ยนเป็นสารดัดแปรแล้วจะละลายน้ำได้ดี เนื่องจากมีหมู่ quaternary ammonium เป็นองค์ประกอบอยู่ด้วย ดังนั้นหน้าที่ของหมู่ quaternary ammonium ในสารดัดแปรคือ ช่วยทำให้สารดัดแปรอยู่ในรูปละลายน้ำได้ และจะเป็นหมู่ดึงดูดสีข้อม (สีรีแอคทีฟ) ให้สามารถดูดติดเข้าไปในเส้นใยเซลลูโลสได้ เพื่อจุดประสงค์การตัดการใช้เกลือออกจากกระบวนการย้อมเส้นใยเซลลูโลส ซึ่งในปัจจุบันยังจำเป็นต้องใช้เป็นตัวเร่งการดูดซึมสีข้อมอยู่ และปริมาณการใช้ที่อยู่ในอัตราที่สูง ก่อให้เกิดปัญหามลภาวะทางน้ำ



รูปที่ 4.7  $^1\text{H}$  สเปกตรัมของสารคัดแปร 3-amino-2-hydroxyl-propyltriammonium-dichlorotriazine

#### 4.4 ผลของการเติมสารคัดแปรต่อความขาวของผ้าฟอกขาวคัดแปร

จุดประสงค์หลักของการคัดแปรผ้าฝ้ายในการทดลองนี้ คือการทำการคัดแปรไปพร้อมกับการทำการฟอกขาวในขั้นเดียวเพื่อเสนอกระบวนการผลิตแนวใหม่ที่น่าจะได้รับความสนใจในการนำไปใช้ในภาคการผลิตอุตสาหกรรม การเติมสารคัดแปรลงไปในช่วงตอนของการฟอกขาวฝ้ายนั้นอาจจะทำให้ผ้าเกิดการเหลืองได้ เพื่อประเมินผลกระทบอันนี้จึงได้ทำการวัดหาความขาวของผ้าโดยอาศัยเครื่องวัดสี ค่าความขาวของผ้าจะอยู่ในหน่วยของ Whiteness Index ดังแสดงในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 ผลของการเติมสารคัดแปรต่อดัชนีความขาวของผ้าฝ้ายฟอกขาวคัดแปร

ในการทดลองนี้ได้เปรียบเทียบความขาวของผ้าฟอกแบบวิธีธรรมดา (ไม่ได้ใส่สารดัดแปรลงไปด้วย) ผลที่ได้พบว่าผ้าฟอกขาวที่ได้จากแบบวิธีธรรมดาให้ค่าความขาวสูงสุด ในขณะที่ความขาวของผ้าที่มีสารดัดแปรอยู่ด้วยนั้นจะให้ความขาวที่ต่ำกว่า (ผ้าเหลืองกว่า) และความขาวของผ้าจะลดลงตามลำดับเมื่อเติมสารดัดแปรเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ทั้งนี้เป็นเนื่องมาจากสารดัดแปรที่เติมลงไปนั้นมีธาตุไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ ซึ่งสารพวกนี้จะมีลักษณะเฉพาะตัวคือเกิดเป็นสีเหลืองเมื่ออยู่ในสภาวะที่มีสารออกซิไดซ์ ซึ่งในที่นี้ได้ใช้สารไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นสารฟอกขาวผ้า ความเหลืองของผ้าฟอกขาวดัดแปรจึงน่าจะมาจากที่สารฟอกขาวได้ทำปฏิกิริยากับสารดัดแปรบางส่วนแล้วทำให้เกิดเป็นสีเหลืองขึ้น อย่างไรก็ตามความขาวของผ้าฟอกขาวดัดแปรก็ยังอยู่ในระดับที่สูงในเกณฑ์ที่ยอมรับในทางปฏิบัติได้ ดังนั้นจึงสามารถกล่าวอ้างได้ว่าการฟอกขาวผ้าและการดัดแปรเส้นใยในขั้นตอนเดียวนั้นน่าจะสามารถนำไปปฏิบัติได้

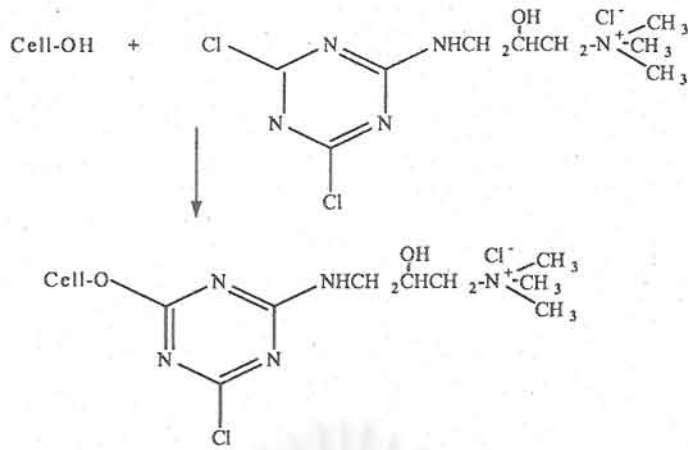
#### 4.5 ผลการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ธาตุไนโตรเจนในผ้าฟอกขาวดัดแปร

ธาตุไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบหนึ่งของสารดัดแปร ดังนั้นผลการวิเคราะห์ธาตุของผ้าฟอกขาวดัดแปรจะช่วยทำให้ยืนยันได้ว่าสารดัดแปรที่เติมลงไปนั้นในขั้นตอนการทำฟอกขาวนั้นได้ผนึกติดอยู่กับเส้นใยได้ ผลการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ธาตุไนโตรเจนในผ้าฟอกขาวได้แสดงในตารางที่ 4.1 จากผลการทดลองพบว่ามีธาตุไนโตรเจนในผ้าฟอกขาวดัดแปรจริง และจะสังเกตเห็นว่าปริมาณเปอร์เซ็นต์ธาตุไนโตรเจนจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณสารดัดแปรที่เติมลงไป ซึ่งแสดงให้เห็นว่าปริมาณของสารดัดแปรที่ผนึกติดกับเส้นใยจะแปรผันโดยตรงกับความ

ตารางที่ 4.1 เปอร์เซ็นต์ธาตุไนโตรเจนที่พบในผ้าฝ้ายฟอกขาวดัดแปร

ความเข้มข้นสารดัดแปร (กรัม/ลิตร)	%N (ก่อนเติม $H_2O_2/NaOH$ )	%N (หลังเติม $H_2O_2/NaOH$ )
10	0.149	0.117
20	0.155	0.127
30	0.169	0.142
40	0.196	0.168

เข้มข้นของสารดัดแปรที่ใช้ ในการทดลองนี้ได้ศึกษาที่ความเข้มข้น 0-40 กรัม/ลิตร ซึ่งอยู่ในช่วงที่เหมาะสมในการนำไปใช้ปฏิบัติจริง ที่ความเข้มข้นสูงกว่านี้จะทำให้ต้นทุนการผลิตสูง กลไกการผนึกของสารดัดแปรลงบนเส้นใยเซลลูโลสสามารถอธิบายโดยสมการเคมีข้างล่าง



4.6 ผลของความเข้มข้นของสารดัดแปรต่อความสามารถในการดูดซึมของสีและความเข้มของสีบนผ้าเปอร์เซนต์การดูดซึมสีจะบ่งบอกว่าสีที่ละลายอยู่ในน้ำย้อมนั้นดูดซึมเข้าไปภายในเส้นใยได้มากน้อยเพียงใด ในขณะที่ความเข้มของสีบนผ้าจะบ่งบอกระดับความเข้มของเจดสี ผ้าฝ้ายที่ผ่านการดัดแปรที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้ถูกนำมาย้อมด้วยสีรีแอคทีฟ โดยไม่อาศัยเกลือช่วยย้อม สภาวะการย้อมที่ใช้คือย้อมที่ระดับความเข้ม 2%owf ทำการย้อมที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 40 นาที ใช้ด่าง โซเดียมคาร์บอเนต ความเข้มข้น 10 กรัม/ลิตร เพื่อช่วยให้สีที่ดูดซึมเข้าไปภายในเส้นใยผนึกติดอยู่กับเส้นใยด้วยพันธะโควาเลนต์ ภายหลังจากที่ย้อมเสร็จจะทำการต้มล้างด้วย nonionic surfactant (5 กรัม/ลิตร) เพื่อกำจัดเอาสีที่ไม่ผนึกติดกับเส้นใยออก ผลของค่าเปอร์เซนต์การดูดซึมของสี และผลของความเข้มของสีบนผ้าได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.2 ผลการทดลองจะเห็นว่าค่าเปอร์เซนต์การดูดซึมของสีนั้นเพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆ ตามความเข้มข้นของสารดัดแปรที่ใช้ และในทำนองเดียวกันความเข้มของเจดสีบนผ้าหลังการซักล้างมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความเข้มข้นของสารดัดแปร แสดงให้เห็นว่าสารดัดแปรที่เตรียมขึ้นมาสามารถผนึกติดกับเส้นใยได้เมื่อนำไปใช้ร่วมกับกระบวนการฟอกขาว และความสามารถในการดูดซึมสีย้อมเข้าไปภายในเส้นใยจะขึ้นอยู่กับจำนวนหมู่ประจุบวกที่มีอยู่ในเส้นใยดัดแปร ซึ่งก็ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารดัดแปรที่ใช้นั้นเอง หลักการของการดึงดูดให้สีย้อมแพร่เข้าไปในเส้นใยนั้นสามารถอธิบายได้คือ เป็นการอาศัยแรงดึงดูดของสารสองชนิดที่มีประจุตรงกันข้ามกัน ในที่นี้เส้นใยที่ผ่านการดัดแปรแล้วจะมีประจุเป็นบวก ส่วนสีย้อมที่ใช้ย้อมนั้นจะมีประจุเป็นลบ

ตารางที่ 4.2 ผลของความเข้มข้นของสารดัดแปรต่อค่าเปอร์เซ็นต์การดูดซึมของสี และผลของความเข้มข้นของสีบนผ้า

สี	ความเข้มข้นของสารดัดแปร (กรัม/ลิตร)	%E	K/S		%T
			ก่อนต้มล้าง	หลังต้มล้าง	
เหลือง (2%owf)	0	49.17	4.91	3.84	38.46
	5	56.67	5.56	4.69	47.78
	10	63.33	6.15	5.47	56.39
	15	66.67	6.42	5.68	59.01
	20	70.83	6.72	6.04	63.64

4.7 ผลของการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสีต่อเปอร์เซ็นต์การดูดซึมและเปอร์เซ็นต์การพดสี ในการปฏิบัติจริงนั้นจะมีการย้อมสีที่มีเฉดสีเข้มอ่อนแตกต่างกันไป ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาการย้อมสีผ้าฝ้ายดัดแปรที่ความเข้มข้นของสี 1%, 2%, 3% และ 4% owf ตามลำดับ ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.3 ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเปอร์เซ็นต์การดูดซึมของสีจะลดลงตามลำดับเมื่อย้อมที่ระดับความเข้มข้นสูงขึ้นเรื่อยๆ ทั้งนี้เนื่องจากผ้าฟอกขาวดัดแปรที่นำมาใช้ในการทดลองนี้จะมีจำนวนหมู่ประจุบวกคงที่ แต่สีที่เติมลงไปเครื่องย้อมจะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของสีที่ใช้ ดังนั้นเมื่อเทียบสัดส่วนของสีที่ดูดซึมเข้าไปในเส้นใยกับสีย้อมที่ละลายอยู่ในน้ำย้อมจึงลดลงตามลำดับตามความเข้มข้นของสีย้อมที่เพิ่มขึ้น เพื่อให้ได้ระดับความเข้มของสีบนผ้าที่เหมาะสม ในการปฏิบัติจริงจะต้องเลือกความเข้มข้นของสารดัดแปร ให้มีความเหมาะสมกับระดับความเข้มของสีบนผ้าที่ต้องการด้วย ซึ่งอิทธิพลของแฟกเตอร์ตัวนี้อาจจะก่อให้เกิดความไม่สะดวกในการปฏิบัติงาน ซึ่งอาจจะเป็นข้อจำกัดในการส่งเสริมการใช้ทางเลือกใหม่ในการย้อมผ้าโดยไม่อาศัยเกลือช่วยย้อม

ตารางที่ 4.3 ผลของความเข้มข้นของสีต่อเปอร์เซ็นต์การดูดซึมสี เปอร์เซ็นต์การพ่นสี และ ระดับความเข้มของสีบนผ้า

สารคัดแปร (กรัม/ลิตร)	ความเข้มข้น ของสี (%owf)	%E	K/S		%T
			ก่อนต้มล้าง	หลังต้มล้าง	
20	1	79.37	3.90	3.71	75.48
	2	70.83	6.72	6.04	63.64
	3	62.03	8.30	7.33	54.75
	4	58.90	9.77	8.88	53.48

#### 4.8 ผลของชนิดของสีย้อมต่อเปอร์เซ็นต์การดูดซึมสีและต่อเปอร์เซ็นต์การพ่นสี

ในการทดลองนี้ได้เลือกสีย้อมมาสองชนิดคือสีเหลืองและสีแดง โดยย้อมระดับความเข้ม 1%, 2%, 3% และ 4% owf สีเหลืองเป็นสีย้อมที่ออกแบบสำหรับใช้ย้อมเส้นใยด้วยเทคนิคการย้อมแบบแช่ (exhaust method) เป็นสีย้อมที่มีความสามารถในการดูดซึมสูง ส่วนสีแดงเป็นสีที่ออกแบบมาสำหรับการพิมพ์ เป็นสีที่มีความสามารถในการดูดซึมต่ำเพราะต้องการให้สีไฮโดรไลต์ซักล้างออกง่าย ผลการทดลองได้เปรียบเทียบไว้ในตารางที่ 4.4 ผลการทดลองพบว่าสีเหลืองให้เปอร์เซ็นต์การดูดซึมและเปอร์เซ็นต์การพ่นสีสูงกว่าสีแดง ทั้งนี้อาจจะเนื่องมาจากจำนวนหมู่ประจุลบ (หมู่ซัลโฟเนต) ของสีทั้งสองชนิดไม่เท่ากัน โดยสีเหลืองน่าจะมีจำนวนหมู่ซัลโฟเนตต่อหนึ่ง โมเลกุลสีน้อยกว่า ดังนั้นจำนวนโมเลกุลของสีย้อมที่ดูดซึมเข้าไปจับกับตำแหน่งประจุบวกในเส้นใยจึงน่าจะมากกว่า ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์การดูดซึม และเปอร์เซ็นต์การพ่นสีของสีเหลืองสูงกว่าสีแดง จะเห็นว่าโครงสร้างของสีย้อมนั้นมีอิทธิพลต่อเปอร์เซ็นต์การดูดซึมสีนั้นๆ ดังนั้นในการปฏิบัติจริงต้องเลือกสีย้อมในกลุ่มเดียวกัน การเลือกสีย้อมต่างกลุ่มจะส่งผลให้การควบคุมการย้อมได้ลำบาก และมีโอกาสเกิดการย้อมไม่ตรงตามเจตสีที่ต้องการและย้อมต่างได้ง่าย

สถาบันวิจัยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.4 ผลของชนิดของสีย้อมต่อสมบัติการติดสีของผ้าฝ้ายคัดแปร

ชนิดของสี	ความเข้มข้น ของสี (%owf)	%E	K/S		%T
			ก่อนต้มล้าง	หลังต้มล้าง	
เหลือง	1	79.37	3.90	3.71	75.48
	2	70.83	6.72	6.04	63.64
	3	62.03	8.30	7.33	54.75
	4	58.90	9.77	8.88	53.48
แดง	1	65.79	5.57	4.37	58.86
	2	58.23	8.32	7.33	51.25
	3	62.03	8.30	7.33	54.75
	4	58.90	9.77	8.88	53.48

4.9 ผลการย้อมผ้าฝ้ายฟอกขาวด้วยกระบวนการย้อมแบบดั้งเดิม (ย้อมโดยการเติมเกลือช่วยย้อม)

ได้ทำการย้อมผ้าฝ้ายด้วยกระบวนการย้อมแบบดั้งเดิม เพื่อทำการเปรียบเทียบความสามารถในการดูดซับสีย้อมของผ้าฝ้ายทั้งสองชนิด ผลการทดลองของกระบวนการย้อมแบบดั้งเดิมได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.5 จากตารางจะเห็นว่าผ้าฝ้ายที่ย้อมด้วยกระบวนการแบบดั้งเดิมนั้นจะดูดสีได้เพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ (สังเกตจาก %E) ตามปริมาณความเข้มข้นของเกลือที่ใช้แสดงให้เห็นว่าการย้อมผ้าฝ้ายที่ไม่ผ่านการคัดแปรนั้นจำเป็นต้องอาศัยเกลือช่วยย้อมจึงจะทำให้ได้เปอร์เซ็นต์การดูดซึมสีย้อมสูง และช่วยทำให้ลดการสูญเสียสีย้อมลง อย่างไรก็ตามพบว่าเปอร์เซ็นต์การดูดซึมสีย้อมโดยอาศัยเกลือช่วยย้อมนั้นให้ค่าที่สูงกว่าผ้าฝ้ายคัดแปร จึงจำเป็นต้องมีการพัฒนาปรับปรุงสารคัดแปรให้มีประสิทธิภาพในการดูดจับสีย้อมให้มากขึ้นในระดับที่เทียบเท่ากับเกลือจึงจะทำให้สารคัดแปรมีความน่าสนใจในการนำไปผลิตใช้ในเชิงการค้าได้

ตารางที่ 4.5 สมบัติการย้อมสีผ้าฝ้ายฟอกขาวธรรมดาที่ต้องอาศัยเกลือช่วยให้ดูดติดเส้นใย

ชนิดของสี	ความเข้มข้น ของเกลือ (%owf)	%E	K/S		%T
			ก่อนต้มล้าง	หลังต้มล้าง	
เหลือง	0	46.43	4.94	4.23	39.71
(2%owf)	10	63.39	6.26	5.67	57.39
	20	75.00	6.95	6.32	68.17
	30	83.04	7.56	6.82	74.92
	40	86.61	7.87	7.40	81.43

#### 4.10 ผลของความคงทนของสีต่อแสง

นำผ้าฝ้ายดัดแปรที่ผ่านการย้อมสีแล้วไปทดสอบหาความคงทนของสีต่อแสงโดยอาศัยเครื่อง xenon tester ผลที่ได้นำไปเปรียบเทียบกับผลความคงทนของสีต่อแสงของผ้าฝ้ายฟอกขาวที่ผ่านการย้อมสีด้วยกระบวนการย้อมแบบปกติ เพื่อศึกษาว่าประจุบวกของสารดัดแปรที่อยู่ในผ้าฝ้ายดัดแปรนั้นมีอิทธิพลต่อความคงทนของสีมากน้อยเพียงใด ทั้งนี้เนื่องจากเป็นที่ทราบกันทั่วไปว่าสารที่มีประจุบวกมักจะแสดงพฤติกรรมเป็นคะตะลิสต์เร่งการสลายตัวของสีเมื่อสัมผัสแสงแดด ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.6 จากผลการทดลองพบว่าความคงทนของสีแดงจะลดลงอย่างเห็นชัดเจนในกรณีของผ้าฝ้ายดัดแปร ในขณะที่สีเหลืองไม่พบว่ามี ความแตกต่างของความคงทนของสีระหว่างผ้าทั้งสองประเภท ทำให้ไม่สามารถสรุปได้อย่างชัดเจนว่าสารประจุบวกเป็นสารเร่งการสลายตัวของสีย้อมเสมอไป แต่ก็น่าจะจัดว่าเป็นสารที่มีผลในแง่ลบต่อสมบัติความคงทนของสี การอธิบายกลไกการสลายตัวของสีด้วยแสงนั้นมีความสลับซับซ้อนมากเนื่องจากมีแฟกเตอร์เกี่ยวข้องที่สำคัญมากมายเช่น สีย้อมที่มีหมู่ช่วยกระจายพลังงานแสง อาทิเช่น หมู่ไนโตร (nitro group) จะทนต่อแสงได้ดีกว่าสีที่ไม่มีหมู่ช่วยกระจายแสง ดังนั้นก็จะสามารถลดคิทธิพลของสารประจุบวกลงไปได้บ้าง หรือในกรณีสีที่มีความสามารถดูดซึมสูงเช่นสีเหลืองเป็นต้น ก็จะสามารถแทรกซึมเข้าไปในโครงสร้างของเส้นใยได้ดีกว่าสีแดง จึงถูกปกป้องไม่ถูกถูกสัมผัสกับแสงโดยตรง ทำให้ทนต่อแสงได้ดีกว่าสีแดง ตารางที่ 4.6 ความคงทนของสีต่อแสงของผ้าฝ้ายดัดแปรที่ผ่านการย้อมสีและผ้าฝ้ายไม่ดัดแปรที่ผ่านการย้อมสี

Conc. of Mod. g/l	Light Fastness							
	1% owf		2% owf		3% owf		4% owf	
	Red	Yellow	Red	Yellow	Red	Yellow	Red	Yellow
0	2	6	2	6	2	6	2	6
10	2.5	5	2.5	5	3.5	6	3.5	6
20	2.5	5	2.5	5	3.5	6	3.5	6
30	2.5	5	2.5	5	3.5	6	3.5	6
40	2.5	5	3	5	3.5	6	3.5	6
Conc. of Salt g/l								
0	2	6	2	5.5	2	5.5	2	5.5
10	3.5	6	3.5	6	4	6	4	6
20	3.5	6	4	6	4	6	4	6
30	4	6	4	6	5	6	5	6
40	4	6	4	6	5	6	5	6



#### 4.11 สรุปผลการทดลอง

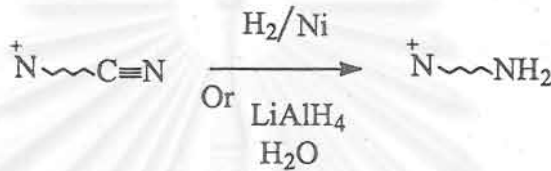
- ได้สังเคราะห์สารคัดแปรสมบัติการดูดติดสีย้อมสำหรับผ้าฝ้ายขึ้นมา 2 ตัวซึ่งเป็นสารในกลุ่มอนุพันธ์คลอโรโทรอะซีนที่มีประจุบวกเป็น quaternary pyridinium และ quaternary trimethyl ammonium เพื่อช่วยทำให้สารคัดแปรละลายน้ำได้และเป็นหมู่ช่วยดูดจับสีย้อม
  - สารคัดแปรที่มีหมู่องค์ประกอบของ quaternary pyridinium พบว่ามีความเสถียรตัวค่อนข้างต่ำและทำปฏิกิริยากับโซดาไฟทำให้ผ้าเหลือง ซึ่งทำให้สารตัวนี้ไม่เหมาะสมที่จะนำไปคัดแปรเส้นใยเซลลูโลส
  - สารคัดแปรที่มีหมู่ quaternary trimethyl ammonium มีความเสถียรตัวกว่าสารคัดแปรตัวแรก แต่การสังเคราะห์สารคัดแปรตัวนี้ซึ่งมีหมู่ quaternary trimethyl ammonium และหมู่ free amine ในโมเลกุลเดียวกันนั้นเตรียมได้ค่อนข้างยาก ต้องเลือกสารตั้งต้นให้เหมาะสม ซึ่งในการทดลองเลือกใช้ glycidyltrimethyl ammonium เป็นสารตั้งต้น ซึ่งพบว่าสามารถเตรียมสารอินเตอร์มีเดียต ในเปอร์เซ็นต์ยัลด์ที่สูงประมาณ 60 % แต่ยังไม่เป็นที่น่าพอใจ
  - การนำสารคัดแปรที่เตรียมได้ไปคัดแปรเส้นใยฝ้ายในกระบวนการฟอกขาวพบว่า ค่าดัชนีความขาวของผ้าฟอกขาวคัดแปรลดลง แต่ก็ยังอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้
  - เปอร์เซ็นต์การผืนกสารคัดแปร จากการประมาณตามเปอร์เซ็นต์ไนโตรเจนที่พบในผ้า พบว่ายังอยู่ในเกณฑ์ต่ำ แสดงว่าประสิทธิภาพการผืนกสารคัดแปรยังไม่ถึงกับอยู่ในระดับที่น่าพอใจ นอกจากนี้ในสภาวะการฟอกขาวที่รุนแรงอาจจะทำให้สารคัดแปรที่ผืนกแล้วหลุดออกมาบางส่วนอีกด้วย
  - ผลการการดูดติดสีย้อมบนผ้าฝ้ายคัดแปรพบว่าสูงขึ้นตามความเข้มข้นของสารคัดแปรที่ใช้ แสดงว่าสารคัดแปรผืนกติดอยู่บนเส้นใยและทำหน้าที่ดูดสีย้อมให้แพร่เข้าไปในเส้นใย โดยอาศัยแรงดึงดูดระหว่างประจุบวกของสารคัดแปรที่ผืนกอยู่บนเส้นใย กับประจุของสีย้อม เปอร์เซ็นต์การดูดซึมของสีย้อมปรากฏว่าอยู่ในเกณฑ์ที่ต่ำอยู่เนื่องจากเปอร์เซ็นต์การผืนกของสารคัดแปรยังไม่ดีเท่าที่ควร
  - สมบัติความคงทนของสีต่อแสงบนผ้าฝ้ายคัดแปร พบว่าให้ผลการทดลองออกมาในลักษณะเชิงลบ กล่าวคือความคงทนของสีย้อมต่อแสงมีแนวโน้มลดลงสำหรับสีบางตัว สาเหตุอาจเนื่องมาจากอิทธิพลของหมู่ประจุซึ่งเป็นที่ทราบกันทั่วไปว่าเป็นหมู่เร่งการสลายตัวของสีภายใต้สภาวะแสง

## บทที่ 5

### ข้อเสนอแนะ

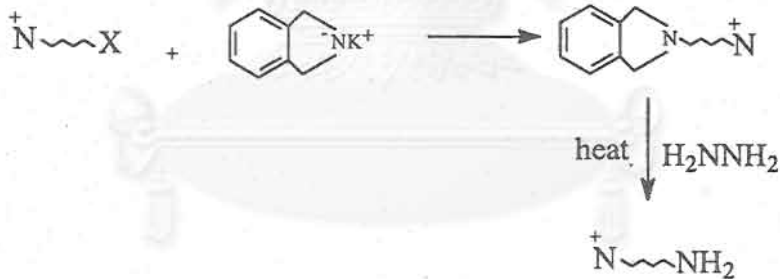
1. การแก้ไขปัญหาการสังเคราะห์สารอินทรีย์มีเคียด  
อุปสรรคที่สำคัญที่สุดสำหรับการทดลองนี้คือการเตรียมอินทรีย์มีเคียด primary amine ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ผสมที่มี secondary amine, tertiary amine และ quaternary ammonium อยู่ในสัดส่วนที่สูงกว่า primary amine มาก ทั้งนี้เนื่องจากข้อจำกัดของปฏิกิริยาการแทนที่ (nucleophilic substitution reaction) เพื่อให้ได้สาร primary amine ในเปอร์เซ็นต์ยี่ลด์สูง จึงเสนอแนวทางการเตรียมใหม่มาสองวิธีดังนี้

#### - อาศัยปฏิกิริยารีดักชัน



อย่างไรก็ตามปฏิกิริยานี้มีต้นทุนการผลิตที่สูง ไม่เหมาะสมในทางอุตสาหกรรม

#### - อาศัยปฏิกิริยา Gabriel synthesis



อย่างไรก็ตามปฏิกิริยานี้มีหลายขั้นตอน และอาศัยความร้อนสูง

2. การเลือกใช้สารแคทอิกอนิคมอนอเมอร์เป็นสารตัดแปร

สารแคทอิกอนิคมอนอเมอร์จำพวกจำพวก ไวนิลมอนอเมอร์สามารถพนักติดอยู่บนเส้นใยเซลลูโลส ในขั้นตอนการฟอกขาวผ้าได้ ซึ่งการพนักติดสามารถทำได้สองวิธีคือ การทำ graft copolymerization สารแคทอิกอนิคมอนอเมอร์ลงไปเส้นใยเซลลูโลส ดังรายละเอียดใน appendix หรือจะให้สารแคทอิกอนิคมอนอเมอร์ทำปฏิกิริยากับเส้นใยเซลลูโลสแบบ Michael addition reaction โดยใช้ค่างโซคาไฟซึ่งต้องใช้ในขั้นตอนการฟอกขาวผ้าอยู่แล้วเป็นคะตะลิสต์ ซึ่งในขณะนี้ผู้วิจัยกำลังศึกษาการพนักสารแคทอิกอนิคมอนอเมอร์ด้วยกลไกแบบ Michael addition reaction อยู่

## เอกสารอ้างอิง

1. D.M. Soignet, R.J. Berni, and R.R. Bernerito, *Text. Res. J.*, **36** (1966) 987.
2. D.M. Soignet, R.R. Benerito, and J.B. Mckelvey, *J. Appl. Polymer Sci.*, **11** (1967) 1155.
3. A. Hebeish and A. Higazy, *Amer. Dyestuff. Rep.*, **77** (1988) 34.
4. W. Tsjuj et.al, *J. Appl. Polymer. Sci.*, **32** (5) (1986) 5175.
5. J. B. Mckelvey, R.R. Benerito, R.J. Berni and C.A. Hattox, *Text. Res. J.*, **34** (1964) 1983.
6. R. Stahn, USP 2120513 (1938)
7. M. Rubin, *Text. Chem. Colorist*, **8** (1976) 23.
8. D. Dvorsky and I. Cerovsky, *IFATCC Congress Book of Papers Budapest* (1982)
9. D.M. Lewis and X.P. Lei, *Text. Chem. Colorist*, **21** (1984) 304.
10. G.E. Evans, J. Shore and C.V. Stead, *J.S.D.C.*, **100** (1984) 304.
11. K. Srikulkit and P. Pomsuriyasak, *J. Sci. Chula. Univ.* **23** (1998) 143.
12. J.M. Taylor, *Internat. Cont. On the Chemistry and Application of Reactive Dyes Book of Papers, Leeds* (1989)
13. M.E. Carr, W.W. Doane, G.E. hamerstrand and B.T. Hofreiter, *J. Appl. Polymer. Sci.*, **17** (1973) 721.
14. S.M. Burkinshaw, X.P. Lei, and D.M. Lewis, *J.S.D.C.*, **105** (1989) 391.
15. X.P. Lei and D.M. Lewis, *J.S.D.C.*, **106** (1990) 382.

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

**kawee**

---

**From:** Editorial <editorial@sdcc.org.uk>  
**To:** <kawee@sc.chula.ac.th>  
**Sent:** 17 กันยายน 2544 16:37  
**Attach:** Copyright2.pdf  
**Subject:** J81/00: accepted for publication

Dear Kawee

J81/00: Process of Dyeability Modification and Bleaching of Cotton in Single-Bath

I am pleased to inform you that your paper has now been accepted for publication in the Coloration Technology. We have received a positive response from both referees with reference to the revised version.

Your paper will be included in an issue of the journal due to be published at the beginning of next year. Proofs will be sent out to you by email nearer the time.

Before then, I wonder if you would be able to provide the figures in your manuscript as requested in our 'Instructions for authors' [www.sdcc.org.uk/publications/guidelines.htm](http://www.sdcc.org.uk/publications/guidelines.htm). This information also appeared in Issue 1 of Coloration Technology.

Please provide a file of the manuscript with all the figures and tables removed. The tables should be saved as separate files, one file for each table, in Microsoft Word format. It would be helpful if you would send the full MS Excel workbooks for Figures 1 and 3, please include all the data point necessary to create the graphs.

I would be grateful if you would scan the micrograph at 300 dpi (dots per inch) resolution, or greater, and save it in either EPS (.eps) or TIFF (.tif) format. When printed out, the figure should be at least 8cm in width. It would be best to save the micrograph in black and white, as it won't be printed in colour. If any of the files are particularly large, WinZip can be used to compress the files. This will assist the editing process.

Please also print out, complete and return the attached copyright form by post.

Thank you for your help with this matter. If you have any questions please do not hesitate to contact me.

Kind regards

Quentin

\*\*\*\*\*

QUENTIN BIRKINSHAW, Editorial Assistant  
The Society of Dyers and Colourists  
P O Box 244

# Process of Dyeability Modification and Bleaching of Cotton in Single-Bath

Kawee Srikulkit and Patcharee Larpsuriyakul

Department of Materials Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand

## Abstract

Graft polymerisation of the cationic monomer, Methacryloylaminopropyltrimethylammonium chloride (MAPTAC), onto scoured cellulose was carried out in bleaching process, aiming at modifying dyeability of the fibre using single-bath. An elemental analyser was employed to measure the extent of MAPTAC fixation on cellulose. Bleaching performance of  $H_2O_2$  in the presence of the modifying agent was slightly reduced. The dyeing of modified bleached cotton fabric with a commercial reactive dye in the absence of salt was investigated. The dye uptake and colour strength of dyed modified fabric was markedly increased with an increase in the concentration of MAPTAC. This was attributed to the presence of the cationic groups of the MAPTAC which played a crucial role in attracting the anionic dyes from the dyebath. The finding results tended to suggest that the dyeing properties of modified fabric were closely dependent on the efficiency of MAPTAC fixation on cellulose during concurrent modifying and bleaching of cotton.

**Keywords :** Cotton Fabric, Dyeability Modification, Bleaching and Single-Bath

## Introduction

Wastewater discharged from dyeing cellulose fibres usually contains high concentrations of hydrolysed dyes and salts, causing considerable ecological damage if discharging without proper treatment.

Since the environmental issue has been increasingly linked to international trade, producers are inevitably forced to search for environmentally friendly processes. To improve an efficiency of dye uptake of cellulose fibres one may consider into three main areas; upgrading the dyeing machinery, selecting the dyestuffs having distinct properties such as high degree of fixation and low amount of salt consumption, and finally modifying the cellulose fibres. Focusing on the later, the modification of cellulose to improve dyeability is another interesting approach in order to dye modified fibres without requirement of salts. There are several possible modifying agents that could produce cellulose fibres of significantly enhanced dyeability[1-9]. The general characteristic of those compounds is that they contain the quaternary ammonium group which plays an important role in promoting dye absorption. The fixation of these compounds to cellulose usually can be achieved by either alkali assisted covalent bonding in the case of low molecular weight modifying agents or in-situ polymerization as in the case of cationic reactive polymers. Even though the dye uptake by the modified fibres is greatly enhanced in the absence of dyeing auxiliaries, this process is still proven to be unpopular due to an additional production process leading to high energy and water consumption. In addition, in some cases the dyeing properties of modified fabric particularly the fastness to light is reduced[7].

Hence, the authors were interested in proposing the dyeability modification of cellulose in bleaching process. It was aimed at investigating the co-application of a dyeability modifying agent and bleaching agent (hydrogen peroxide) onto scoured cotton fabric during bleaching process. The research activities were focused on

bleaching performance of hydrogen peroxide and the optimum fixation of the modifying agent onto cellulose in a single-bath process. The modification of dyeability during the preparation process could offer a promise in the viewpoint of practical chemists due to no requirement of additional process, more energy as well as water consumption. More over the dyeing of modified cotton fabric in the absence of salt is environmentally sound.

## **Experimental**

### **Materials**

Scoured, plain woven fabric kindly donated by Aswin Dyeing & Finishing Co.; Ltd. was used throughout this work. 50 wt% 3-Methacryloylaminopropyltrimmonium chloride (MAPTAC) purchased from Aldrich was analytical grade. Potassium persulfate and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(30% w/w) were obtained from Fluka. Procion Crimson CX-B, a commercial reactive dye, was kindly supported by BASF.

### **Method of the modification and bleaching of cotton fabric in single-bath process**

Firstly, scoured cotton fabric (5 g) was treated in solutions of different concentrations of MAPTAC ranging from 0-50 g/l in the presence of K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> (4wt% based on MAPTAC) as an redox initiator. The treatment was carried out at temperature of 75 °C, at the liquor ratio of 1:20, for 45 min. Then 5 g/l H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 2 g/l NaOH and 1 g/l sodium silicate was added to dye pot, and the temperature was raised to 95 °C. The temperature was maintained for 30 min before the dye pot being taken out. The modified bleached cotton fabric was rinsed in hot water and dried in open air.

### **Total nitrogen content determination and whiteness evaluation of modified bleached cotton fabric**

The total nitrogen content of treated fabric was measured according to the rapid combustion method by an elemental analyser (Perkin Elmer PE 2400 Series II). Whiteness index of bleached cotton fabric was instrumentally determined using I.C.S Mecbeth reflectance spectrophotometer (Color-Eye 7000). The equation for whiteness index calculation is as follows:

$$WI = Y - 800(x_n - x) - 1700(y_n - y)$$

Where Y is the tristimulus value for the sample, x and y are chromaticity coordinates for the sample and x<sub>n</sub> and y<sub>n</sub> are chromaticity coordinates for the illuminant/observer combination.

### **Dyeing of modified cotton fabrics**

Modified cotton fabrics were dyed in solutions of various concentrations of Procion crimson CX-B and 10 g/l Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. (This dye type is designed for continuous dyeing and normally exhibited low substantivity towards cotton. It was intended to use this type of dye in this work to evaluate the effect of the modifying agent on the dyeability of the modified fibre.) All dyeings were carried out at the liquor ratio of 1:20 in sealed stainless dye pots housed on the Ahiba Polymat laboratory dyeing machine. Temperature and time of dyeing were 80 °C and 45 min, respectively. Percent dye exhaustion was measured. After complete dyeing, dye fabric was taken out and rinsed thoroughly in tap water. The rinsed fabric was divided equally into two pieces. One piece was dried freely in open air and another piece was subjected to soaping-off in boiled solution containing 5 g/l nonionic surfactant for 15 min at the liquor ratio of 1: 50. The soaped-off dyed fabric was then rinsed in tap water and dried freely in open air.

### Exhaustion and Colour measurement

The absorbance of diluted dye solution was measured at the wavelength of maximum absorption using a UV/Vis spectrophotometer (Jenway). The percentage of dye exhaustion was calculated using Eqn 1:

$$\%E = 100(1-A_1/A_0) \quad (1)$$

where  $A_0$  and  $A_1$  were the absorbance of the dye solution at the beginning and at the end of dyeing process, respectively.

Colour measurement of dyed fabrics before and after soaping were measured using I.C.S. Mecbeth spectrophotometer (Macbeth 7000). The measurement parameters were as follows: 10°observer : D65 illuminant : specular reflectance included and UV reflectance included. Colour strength expressed by K/S value was instrumentally determined. The K/S value was proportional to the dye concentration on the fibre. The degree of apparent and total dye fixation could be calculated from Eqn 2 and Eqn 3, respectively:

$$\text{Degree of apparent dye fixation (\%F)} = \frac{\text{K/S after soaping} \times 100}{\text{K/S before soaping}} \quad (2)$$

$$\text{Degree of total dye fixation (\%T)} = \frac{\text{K/S after soaping} \times 100}{\text{K/S before soaping}} \quad (3)$$

### Evaluation of Colour Fastness to Light

Fastness to light of dyed modified cotton fabrics was conducted using Xenon Weather Meter (Suga Test Instrument Co., Ltd , model X75) and following ISO testing method. Blue wool fabrics were used as the standard of numerical ratings and were assigned to describe the colour fastness of the fabrics.

### Results and Discussion

#### Effect of the modifying agent on whiteness property

To measure the effect of the modifying agent on bleaching performance modified bleached fabric obtained from single-bath treatment was subjected to whiteness index measurement. The results are presented in Fig. 1. As can be seen, conventional bleached fabric exhibited the highest value of whiteness index. The whiteness index of conventional bleached fabric is found to be 67.74%. In the presence of modifying agent, the white appearance of bleached fabrics tended to gradually decrease with an increase in concentration of MAPTAC. It was because residual solution of modifying agent which exhibited pale yellowish color of poly (MAPTAC) also consumed  $H_2O_2$  during consequent bleaching, reducing the bleaching effect on whiteness. However, at the highest concentration of MAPTAC applied (50 g/l), a slight decrease in whiteness index is observed, suggesting that the addition of modifying agent to bleaching process did not greatly affect the performance of bleaching agent.

Total nitrogen content of MAPTAC cotton was measured in order to evaluate the extent of MAPTAC fixation and the results are shown in Table 1. The total nitrogen content of MAPTAC cotton before adding  $H_2O_2/NaOH$  is shown in column 2 while the total nitrogen content of MAPTAC cotton further treated with  $H_2O_2/NaOH$



is given in column 3. It can be seen that there was insignificant difference among total nitrogen content values when increasing MAPTAC concentration. The build-up of positive charges on fibre surface was likely to be the main influence causing no further adsorption of the modifying agent. It was thought that once NaOH being added, absorption of cationic MAPTAC should increase further due to the generation of cellulose ions. The total nitrogen content of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/NaOH treated fabric increases with an increase in the concentration of MAPTAC. Compared to the corresponding value obtained before H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/NaOH addition, however, the latter value was found to be lower. It was probable that some of absorbed MAPTAC was subjected to alkaline hydrolysis during bleaching, leading to the reduction in the total nitrogen content. In addition, the bleaching condition was also powerful enough to remove unfixed homopolymer and unreacted MAPTAC. Hence, the presence of total nitrogen content indicated that the quaternary ammonium groups were incorporated. The increase in total nitrogen content implies the presence of higher amount of anionic dye sites, which should mean higher capability of dye uptake. The previous reports suggested that cationic monomers which contain a carbon-carbon double bond could be grafted onto cellulose using redox initiators. Therefore it was assumed that the fixation of MAPTAC, a double bond containing cationic monomer, was also achieved via graft polymerisation using K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> as a redox initiator [10-12]. *The function of K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> was to oxidise cellulose hydroxyl groups, thus producing cellulose hydroxyl free radicals, and then initiating graft polymerisation. In order to obtain the uniform modification, it was important to produce the even distribution of cellulose hydroxyl radicals which were dependent on the concentration of a redox initiator and treatment temperature. In this experiment, the optimum conditions of grafting were 4wt% of K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> (based on the MAPTAC concentration) and temperature of 75 °C. In addition, even distribution of branches of graft copolymer inside the yarn was partly attributed to the cationic characteristic as well as the low molecular weight of the MAPTAC monomer which allowed it to readily penetrate into the inner of the yarn before graft copolymerisation took place. The graft polymerisation reaction of MAPTAC onto cellulose may be represented as shown in following scheme.*

#### Scheme of Graft Polymerisation of MAPTAC onto Cellulose.

From these results, it may be said that bleaching performance obtained from this system such as whiteness, absorbency and removal of mote could meet the bleaching standard required. In addition, cationic groups were also concurrently incorporated into cellulose backbone during bleaching process.

#### **Effect of increasing concentration of modifying agent on dye uptake and colour strength**

The dyeing of modified cotton fabric with a commercial reactive dye in the absence of salt was investigated. Cotton fabrics modified with various concentrations

of MAPTAC were dyed with 2% owf Procion Crimson CX-B at 80 °C for 45 min in the presence of 10 g/l Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. The percentage of dye exhaustion and colour yield values of resulting dyed fabrics are shown in Table 2. The results obtained from the control cotton fabric (conventional bleach) demonstrates that the percent dye exhaustion and color strength were quite low due to the repulsive interaction between anionic dye and negatively charged fibre surface. Hence, in order to achieve high dyeability without requirement of salt, it is essential to modify cotton fabric by incorporating cationic sites into cellulose backbone. After being modified, the dye exhaustion and colour strength of dyed modified fabric show marked increase with an increase in the concentration of MAPTAC. The enhanced dyeability properties of modified cotton fabrics was attributed to the presence of cationic groups which have a large electrostatic affinity with anionic dyes. As a result, the degree of dye exhaustion as well as colour strength was closely dependent on the extent of MAPTAC fixation. As can be seen, an increase in MAPTAC concentration from 30 g/l to 50 g/l brings about little change in the extent of MAPTAC fixation (see Table 1), resulting in slight change in colour yield. Probably, the build-up of cationic charges acted as a charge barrier to prevent further absorption of MAPTAC inside the fibre. In following experiments up to 40 g/l MAPTAC was employed since, in practice, higher concentration is not preferable due to the cost of modifying agent itself and possible yellowing of bleached fabrics. *Interestingly, the apparent dye fixation (%F) which represented the degree of dye immobilisation of absorbed dyes increases with an increase in the MAPTAC concentration. This indicates that the cationic cotton was attractive to anionic dyes, hence bringing about the closeness of dye molecules to dye sites. As a result, the dye-fibre fixation capability could significantly enhanced when compared with unmodified cotton. This system probably offers advantages over the conventional process in terms of reduction in energy and times of washing-off.*

#### **Effect of increasing dye concentration on dye uptake and colour strength**

Cotton fabrics modified with various concentrations of MAPTAC in bleaching process were dyed with 1, 2, 3, and 4 % owf Procion Crimson CX-B at 80 °C for 45 min in the presence of 10 g/l Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. The colour yield and dye exhaustion values of resulting dyed fabrics are shown in Table 3. As the results suggested, at each dye concentration applied, the percent dye exhaustion and colour yield values increase with an increase in MAPTAC concentration. Also, the results show that little difference among colour yields before and after washing-off, especially at high concentration of MAPTAC was obtained, indicating high degree of fixation of absorbed dye. The reason why the dye readily absorbed into the modified cotton without requirement of salts is due to the attractive interaction between the anionic group of the reactive dye and the cationic quaternary ammonium group of the MAPTAC. The evidence obtained from dyeing of modified fabric at various dye concentrations indicates that trends of percent dye exhaustion is gradually reduced as the concentration of dye increases. The successive decrease in the percent dye exhaustion with an increase in the dye concentration in the dye bath was caused by the diminishing power of attraction force. This seems to imply that the ionic interaction dominated the degree of dye exhaustion. This phenomenon may be considered as the disadvantage of the dyeing of cationic cotton since the deep-depth dyeing could be achieved by the requirement of high concentration of the modifying agent. To reduce the usage of the modifying agent it is possible by choosing the suitable application method such as low liquor ratio dyeing technique.

It is interesting in investigating the absorption behaviour of cationic cotton dyeing. The actual amount ( $D_f$ ) of absorbed dye is calculated from the percent dye exhaustion data. The isotherm curves ( $D_f$  vs the dyebath concentration ( $D_s$ )) are plotted as shown in Figure 2. From the figure, it is found that the extent of dyeing of the modified fabric does not give the optimum value of the absorbed dye at the certain dye concentration applied. This reflects that the dye absorption into the cationic cotton does not follow Langmuir adsorption isotherm which typically is governed by ionic-ionic interaction as usually found in the dyeing of nylon with acid dyes or the dyeing of cationic dyes[14]. The finding results tend to suggest that apart from the major ionic interaction there are additional forces including Van der Waals' forces and hydrogen bonding which influences the extent of dye exhaustion. Hence, dyeing of the cationic cotton with anionic dyes may still face the reproducibility problems due to a variation of change in dyebath concentration.

#### **Microscopic Analysis of Cross-Section of Dyed Yarn**

Microscopic analysis of the cross-section of MAPTAC treated yarns dyed with 2% owf. Procion Crimson CX-B is shown in Fig 3. The distribution of dye on treated yarn indirectly indicated the distribution of modifying agent across the treated yarn. Even distribution of modifying agent across the treated yarn is desirable in order to obtain good dyeing properties including even dyeing and light fastness.

From the figure, individual fibres on the yarn surface and in the inner of yarn exhibited even distribution of dyes, indicating the good migration property of modifying agent which was attributed to its low molecular weight.

Furthermore, since this compound carries a cationic group, the substantivity towards cotton fibre should be high enough to force the modifying agent to diffuse into the inner of the fibre. Consequently, graft polymerisation of MAPTAC onto cellulose using  $K_2S_2O_8$  initiator produced high molecular weight polymer which could be covalently fixed evenly across cotton yarn. This is the distinct advantage of low Mw compound over high Mw agent which possesses high substantivity towards cotton but poor migration. As a result, such compound tends to stay on yarn surface, leading to ring dyeing and poor light fastness.

#### **Evaluation of Colour Fastness to light.**

Microscopic analysis of cross-section of dyed yarn revealed that dyes could be evenly absorbed into the inner of the yarn, indicating the leveling penetration of graft copolymer as well as insignificance of surface dyeing. Eventhough the minimum surface dyeing obtained Table 4 shows that light fastness rating of dyed fabrics decreases with an increase in the amount of the modifying agent present in the fibre. The reduction in light fastness property of dyed modified fabric is observed in the similar manner with previous reports [7,13]. At present, it is reasonable to say that the presence of cationic groups in the modified cotton decreases the light fastness property. However, it is not yet clear how their presence affects the light fastness since there are several factors involving the photofading mechanism of the colorants. Apart from surface dyeing resulting in direct exposure to light, it is probable that the cationic group may act as a photocatalyst. Other possible reasons may be due to the lack of deactivating groups such as nitro group on the dye chromophore combined with the prevention of dye aggregation by the presence of cationic groups, leading to the acceleration of chromophore decomposition under exposure to light.

#### **Conclusions**

The study showed that dyeability modification and bleaching of cotton fabric in single-bath could be practically achieved. The cationic-based monomer was used

as a source of the modifying agent which was fixed onto cellulose backbone through graft polymerisation. Bleaching performance of  $H_2O_2$  in the presence of the modifier was comparable to conventional method, albeit slightly lower whiteness index. The dye uptake and colour strength of dyes modified fabric were markedly increased with an increase in the concentration of MAPTAC. It was thought that the cationic groups of the MAPTAC played an important role in attracting the anionic dyes from the dyebath. The results showed that the dye uptake of cationic cotton fabric in the absence of salt was closely dependent on the extent of fixed MAPTAC, not the concentration of dye applied like conventional dyeing.

In order to meet commercial interest, it is important to achieve the high degree of fixation of the modifying agent at the minimum concentration applied. As a result, the high degree of dye exhaustion as well as high colour depth could be obtained at relatively lower dye concentration than traditional dyeing. The particular advantages of this process were that the dyeability modification could be concurrently performed in bleaching process, hence attracting interests in terms of energy and water saving as well as solving problems arising from salt added dyeing process.

#### References

1. M. Rubin, *Text. Chem. Colorist.*, **8**(1976)139.
2. G.E. Evans, J. Shore and C.V. Stead, *J.S.D.C.*, **100**(1984)304.
3. R.J. Harper et. al., *Text. Chem. Colorist.*, **19**(1987)19.
4. A. Muresan, et. al., *Cellulose Chem. Technol.*, **31**(1997)17.
5. M.I. Bradbury, P.S. Callishaw and R.A. Philips., *J.S.D.C.*, **108**(1992)430.
6. J.M. Taylor, *Dyer*, **173**(1988)30.
7. S.M. Burkinshaw, X.P. Lei and D.M. Lewis, *J.S.D.C.*, **105**(1989)391.
8. *D.M. Lewis and K.A. McIlroy, Review Progress in Coloration*, **27**(1997)5.
9. *R.J. English and D.M. Lewis "Colour Science '98 Conference" Volume 2 : Textile Dyeing and Printing* 1998, page 1-21.
10. A. Heblish, R. Refal, M.K. Zahran and A.A. Ali, *Journal of Applied Polymer Science*, **60**(1996)65.
11. M. Kamel, A. Heblish and A.T. El-Aref, *Text. Res. J.*, **45**(1975)131.
12. N.A. Abraham and M.H. Abo-Shosha, *Journal of Applied Polymer Science*, **49**(1993)291.
13. J. Jang, S.W. Ko, and C.M. Carr, *Coloration Technology*, **117**(2001)139-146.
14. K. Srikulkit, and P. Santifuengkul, *J.S.D.C.*, **116**(2000)398-402.

Figures and Tables

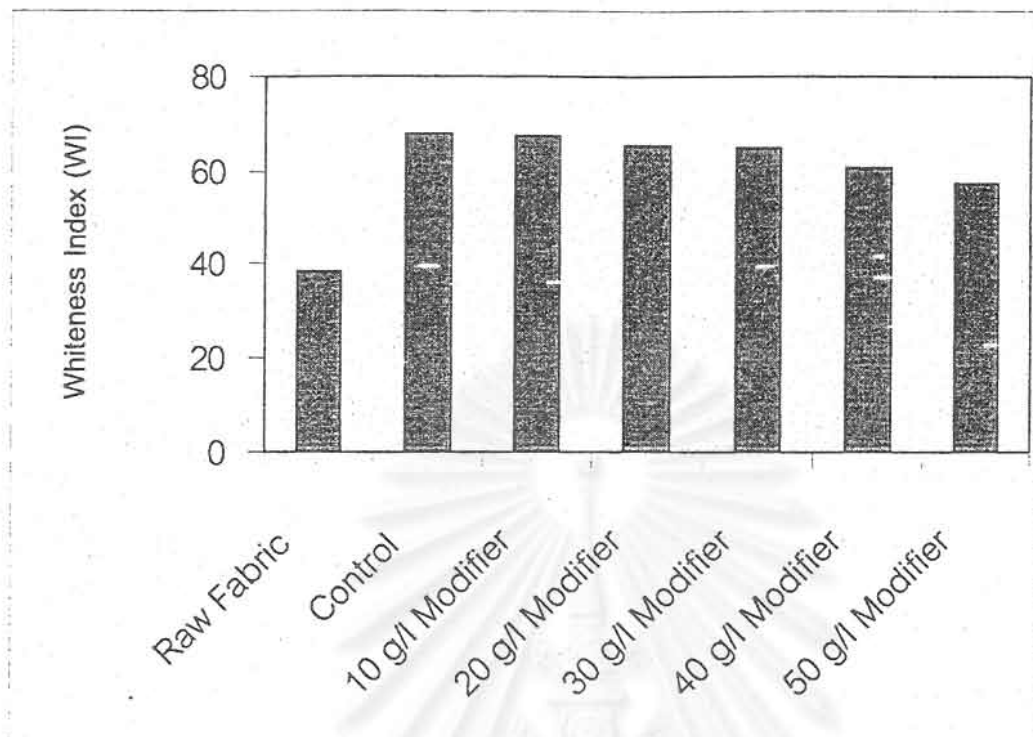


Figure 1. Whiteness Index of Modified Bleached Cotton Fabric.

Table 1 Total Nitrogen Content of MAPTAC Cotton Before and After H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/NaOH Addition

MAPTAC Concentration (g/l)	Total Nitrogen Content	
	Before Adding H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> /NaOH	After Adding H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> /NaOH
10	0.200	0.064
20	0.207	0.127
30	0.197	0.177
40	0.205	0.195
50	0.218	0.217

Table 2 Effect of Increasing MAPTAC Concentration on Percent Dye Exhaustion, Colour Yield and Percent Dye Fixation

MAPTAC Conc. (g/l)	%E	K/S		%F	%T
		Before Soaping	After Soaping		
		Control	32.56		
10	38.24	4.34	2.91	67.05	25.65
20	49.79	8.39	7.05	84.02	41.83
30	52.31	9.14	8.01	87.63	45.84
40	60.08	10.32	9.47	91.76	55.13
50	78.36	11.41	10.72	93.95	73.62

Table 3 Effect of Increasing Dye Concentration on Percent Dye Exhaustion, Colour Yield and Percent Dye Fixation

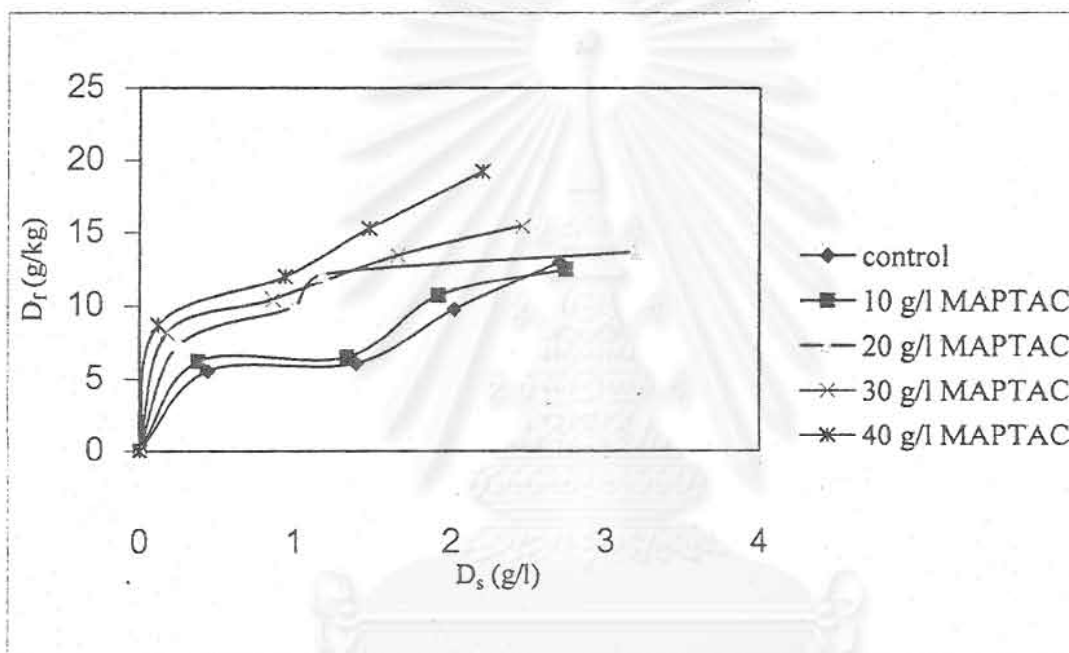
Conc. Of MAPTAC (g/l)	Dye Concentration							
	1% owf		2% owf		3% owf		4% owf	
	K/S (BF/AF)	%E, %F, %T	K/S (BF, AF)	%E, %F, %T	K/S (BF,AF)	%E, %F, %T	K/S (BF,AF)	%E, %F, %T
control	2.66	55.68	3.62	30.49	5.05	32.60	5.64	32.45
	1.17	43.98	2.32	64.08	3.25	64.35	3.66	64.89
10		24.49		19.54		20.98		21.05
	2.68	62.22	4.34	32.56	5.28	35.67	6.79	31.29
	1.79	66.79	2.91	67.05	3.53	68.56	4.60	67.74
20		41.55		21.83		23.84		21.19
	6.79	74.09	8.39	49.79	8.85	40.58	9.03	35.45
	5.71	84.09	7.05	84.02	7.35	83.05	7.66	84.82
30		62.30		41.83		33.70		30.07
	9.21	82.10	9.14	52.31	10.93	44.82	11.80	38.60
	8.07	87.62	8.01	87.63	9.58	87.64	10.25	86.86
40		71.93		45.84		39.28		33.52
	8.57	87.10	10.32	60.08	11.85	50.29	13.68	48.05
	8.01	93.46	9.47	91.76	10.90	91.98	12.51	91.44
		81.40		55.13		46.25		43.94

BF, AF = Before soaping and after soaping, respectively

Table 4 Light Fastness Property of Dyed Modified Cotton Fabric

Concentration of MAPTAC (g/l)	Light Fastness Rating
Control	3-4
10	3
20	3
30	2-3
40	2

Figure 2 Absorption Isotherm of Dyeing of the Modified Cotton Fabric



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย