การตกแต่งผ้าฝ้ายด้วยกรดซิทริก

นางสาว ปราณี รัตนวลีดิโรจน์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
ภาควิชาวัสดุศาสตร์
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2539

ISBN 974-634-962-7

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

T12A15860

FINISHING OF COTTON FABRIC WITH CITRIC ACID

Miss Pranee Rattanawaleedirojn

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Materials Science

Graduate School

Chulalongkorn University

Academic Year 1996

ISBN 974-634-962-7

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Thesis Title Finishing of Cotton Fabric with Citric Acid

By Miss Pranee Rattanawaleedirojn

Department Materials Science

Thesis Advisor Asst. Prof. Khemchai Hemachandra, Ph.D.

Thesis Co-advisor Mrs. Pissamai Likitbanakorn

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial Fulfilment of the Requirements for the Master's Degree.

..... Dean of Graduate School

(Assoc. Prof. Santi Thoongsuwan, Ph.D.)

Thesis Committee

..... Chairman

(Assoc. Prof. Werasak Udomkichdecha, Ph.D.)

..... Thesis Advisor

(Asst. Prof. Khemchai Hemachandra, Ph.D.)

..... Thesis Co-advisor

(Mrs. Pissamai Likitbanakorn)

..... Member

(Asst. Prof. Paipan Santisuk)

..... Member

(Miss Sireerat Charuchinda)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

ปราณี รัตนวลีดิโรจน์ : การตกแต่งผ้าฝ้ายด้วยกรดซิทริก (FINISHING OF COTTON FABRIC WITH CITRIC ACID) อ. ที่ปรึกษา : ผศ.ดร. เข็มชัย เหมะจันทร อ. ที่ปรึกษาร่วม : นางพิศมัย ลิขิตบรรณกร, 117 หน้า. ISBN 974-634-962-7

การตกแต่งผ้าฝ้ายให้มีสมบัติกันยับนั้นสามารถทำได้โดยการใช้กรดซิทริกทำหน้าที่เป็นสารตกแต่งสำเร็จแบบปราศจากฟอร์แมลดีไฮด์ ร่วมกับการเลือกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมโดยวิธี อัดน้ำยา-ทำให้แห้ง-อบผนึก ซึ่งในจำนวนของตัวเร่งปฏิกิริยา ประเภทเกลือโลหะอัลคาไลของกรดอนินทรีย์ที่มีฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบอยู่ด้วยนั้น โซเดียมไฮโพฟอสไฟต์ได้ให้สมบัติของผ้าภายหลังการตกแต่งที่น่าพอใจ และยังพบว่าโมโนโซเดียมฟอสเฟสเป็นสารเร่งปฏิกิริยาอีกตัวหนึ่งที่สามารถใช้ร่วมกับโซเดียมไฮโพฟอสไฟต์ซึ่งมีราคาแพงกว่า โดยสามารถลดปริมาณการใช้ไฮโพฟอสไฟต์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ผ้าที่ผ่านการตกแต่งโดยใช้กรดซิทริกที่ความเข้มข้นร้อยละ 7 ด้วยอัตราส่วนโมลระหว่างกรดซิทริกและไฮโพฟอสไฟต์เท่ากับ 1 : 2 และอบผนึกที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 90 วินาที จะให้ผลขององศาการคืนตัวต่อรอยยับดีขึ้นถึงร้อยละ 46 โดยความขาวของผืนผ้ายังไม่ลดลงแต่อย่างใด และผ้ายังคงมีความแข็งแรงอยู่ร้อยละ 69.4 ซึ่งสูงกว่าผลที่ได้จากการตกแต่งด้วยสารชนิดเดิมที่มีฟอร์แมลดีไฮด์เป็นองค์ประกอบ อย่างไรก็ตามการใช้อุณหภูมิและเวลาในการอบผนึกเพิ่มขึ้นนั้นจะมีผลทำให้ความแข็งแรงของผืนผ้าลดลงตามไปด้วย ส่วนการเกิดหมู่เอสเทอร์ในผืนผ้าที่ผ่านการตกแต่งนั้นสามารถวิเคราะห์ได้โดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2539 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

C626109 : MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY
KEY WORD: COTTON / FINISHING / CITRIC ACID / CROSS-LINKING
PRANEE RATTANAWALEEDIROJN : FINISHING OF COTTON FABRIC WITH CITRIC ACID. THESIS ADVISOR : ASST. PROF. KHEMCHAI HEMACHANDRA, Ph.D. THESIS CO-ADVISOR : MRS. PISSAMAI LIKITBANAKORN, 117 pp.
ISBN 974-634-962-7

The finished cotton fabrics with crease resistant property can be obtained by using citric acid as a nonformaldehyde cross-linking agent with proper catalyst selection by pad-dry-cure method. Among a number of catalysts based on alkali metal salts of phosphorus-containing inorganic acids, sodium hypophosphite has produced the satisfactory appearance properties of treated fabrics whereas monosodium phosphate, another catalyst, was found to be the effective extender for the more expensive sodium hypophosphite.

The fabrics finished with 7% citric acid by using the mole ratio of citric acid to hypophosphite at 1:2 and curing at 160°C for 90 seconds have produced 46% improvement of dry crease recovery angle with no reduction in whiteness and 69.4% of strength retention which was higher than those from finishing with the traditional formaldehyde-based resin. The increment of temperature and time of curing, however, will adversely affect breaking strength of the finished fabrics. The presence of ester groups in the treated fabric can be analysed by infrared spectroscopy technique.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2539 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

ACKNOWLEDGEMENTS

I wish to express my deep gratitude to Asst. Prof. Dr. Khemchai Hemachandra, my advisor, and Mrs. Pissamai Likitbanakorn, my co-advisor, for their valuable guidance, advice and encouragement throughout this task.

I am grateful to Assoc. Prof. Dr. Werasak Udomkichdecha and Asst. Prof. Pipan Santisuk for their comments and assistance for my study and the Department of Materials Science, Chulalongkorn University for graduate course.

I wish to thank Miss Sireerat Charuchinda and the staff of the Textile Industry Division for their necessary advice and assistance in the finishing, chemical and testing laboratories.

My thanks is also extended to the staff of Metallurgy and Materials Science Research Institute, especially to Mr. Srichalai Khunthon, Mr. Parinya Puangnak and Mr. Sukasem Kangwantrakoon for their kindly assistance.

I gratefully acknowledge the financial support from the National Science and Technology Development Agency, Ministry of Science and Technology. The fabrics used in this study were kindly supported by Boon Chuay Industry Co., Ltd. and Luckytext (Thailand) Public Co., Ltd. I also thank the staff of V.P.C. Group Co., Ltd. for their helpful advice and chemical support.

Finally, I would like to express my deepest appreciation to my family and all of my friends for their love, encouragement and worthy moral support throughout my study at Chulalongkorn University.

TABLE OF CONTENTS

Page

Abstract (Thai)..... iv

Abstract (English)..... v

Acknowledgements..... vi

List of Tables..... ix

List of Figures..... xi

Chapter

I Introduction..... 1

II Literature Survey..... 5

Cotton Fiber..... 5

Concept of Cellulose Cross-Linking..... 9

Previous Research in Crease Resistant Finishing of Cotton Fabrics..... 11

Formaldehyde in Textiles..... 16

Crease Resistant Finishing Process..... 17

Crease Resistant Finishing Agents for Cotton Fabrics..... 19

III Experimental Procedures..... 44

Scope..... 44

Materials..... 46

Chemicals..... 46

Equipments..... 48

Page

General Procedures for Crease Resistant Finishing Treatment..... 49

General Procedures for Testing of Treated Fabrics..... 52

IV Results and Discussions..... 62

Preparation of Crease Resistant Finishing Fabrics..... 62

Effect of Curing Temperature on Whiteness..... 63

Effect of Citric Acid (CA) with Various Catalysts on Fabric Properties..... 65

Effect of Ratio of CA/NaH_2PO_2 on Fabric Properties..... 68

Effect of Concentration of CA on Fabric Properties..... 70

Effect of Curing Temperature on Properties of Fabrics Finished with 7%CA..... 72

Effect of Repeated Laundering on DCRA of Fabrics..... 75

Effect of Various Ratios of NAH_2PO_2/NaH_2PO_4 as Mixed Catalysts on Fabrics Properties..... 77

Effect of Various Concentrations of Fixapret COC on Fabrics Properties..... 80

Effect of Various Ratios of Fixapret COC/CA as Mixed Resin on Fabric Properties..... 83

Results of FT-IR Analysis..... 89

V Conclusions and Recommendations..... 95

References..... 98

Appendices..... 102

Biography..... 117

LIST OF TABLES

Table | Page

2.1 Properties of cotton..... 8

2.2 Limitation of free formaldehyde content allowed on clothing textiles..... 16

2.3 Comparison of the finishing properties of dihydroxymethyl -4,5-dihydroxyethyleneurea and polyfunctional carbamate..... 29

2.4 BTCA treatments with NaH_2PO_4 catalysis without a fabric softener..... 33

2.5 Fabric properties as a function of cure temperature and time..... 33

2.6 Fabric properties from treatments with 7% citric acid and sodium salts of inorganic phosphorus-containing acids..... 35

2.7 Fabric properties from treatments with 7% citric acid and sodium hypophosphite over a range of citric acid/sodium hypophosphite ratios..... 36

2.8 Influence of agent concentration on properties of fabrics finished with citric acid and sodium hypophosphite in agent to catalyst ratios of 1 : 1.75 and 1 : 2..... 36

2.9 Effect of high temperature curing on fabric properties from treatments with 7% citric acid..... 37

2.10 Catalysts of DP finishing with polycarboxylic acids (alkali metal phosphates, phosphites and hypophosphites)..... 42

4.1 The physical properties of fabric..... 62

4.2 Whiteness of finished fabrics from treatment with 5% CA and Na_2HPO_4 over a range of different

Table Page

temperature of curing..... 64

4.3 Effect of temperature and time of curing on fabric properties from treatment with 5% CA and Na_2HPO_4..... 64

4.4 Properties of fabric finished with citric acid and phosphorus-containing catalysts..... 66

4.5 Fabric properties from treatments with 5% CA and sodium hypophosphite over a range of CA/NaH_2PO_2 ratios..... 68

4.6 Fabric properties from treatments with 10% CA and sodium hypophosphite over a range of CA/NAH_2PO_2 ratios..... 68

4.7 Effect of concentrations of citric acid on fabric properties..... 70

4.8 Curing conditions and properties of finished cotton fabrics..... 73

4.9 Crease recovery property of treated fabric after repeated laundering..... 75

4.10 Effect of treatment with 7% citric acid and mixtures of sodium hypophosphite/sodium dihydrogenphosphate as catalyst..... 77

4.11 Properties of cotton fabrics treated with various concentrations of Fixapret COC..... 80

4.12 Fabric properties from treatment with various ratios of Fixapret COC/CA..... 84

LIST OF FIGURES

Figure Page

1.1 Major world fibers per capita consumption..... 1

1.2 Production process in textile industry..... 2

2.1 Schematic of cross-sectional cotton fiber showing primary wall, secondary wall and lumen..... 5

2.2 Structure of cellulose molecule..... 6

2.3 The model showing crystalline and amorphous zones in cotton fiber..... 7

2.4 Resins cross-links between long-chain cellulose molecules..... 10

2.5 Urea-formaldehyde reaction..... 20

2.6 Melamine-formaldehyde resin preparation..... 21

2.7 Synthetic reaction of tetramethylolacetylenediurea..... 22

2.8 Preparation of dimethylolethyleneurea..... 22

2.9 Preparation of urons..... 23

2.10 Triazones preparation..... 24

2.11 Synthetic reaction of DMDHEU..... 25

2.12 Preparation of dimethylol carbamate..... 26

2.13 Reactions of N-hydroxymethyl compounds..... 26

2.14 Structure of dimethoxymethyl-4-methoxy-5,5-dimethylpropyleneurea (1) and dimethoxymethyl compounds of methoxyethyl carbamate (2)..... 27

2.15 4,5-Dihydroxy-2-imidazolidinone derivatives..... 28

2.16 Diethylene glycol..... 29

2.17 Formation of ester cross-links in cotton..... 31

Figure

Page

2.18 Structure of BTCA..... 32

2.19 Structure of citric acid..... 35

2.20 Infrared spectra of carbonyl region of untreated cotton fabric and of cotton fabric treated with six different levels of citric acid..... 38

3.1 Flowchart of crease resistant finishing procedures..... 45

3.2 Sample of cotton fabric..... 49

3.3 Padding mangle..... 50

3.4 Minidryer..... 51

3.5 Shirey crease recovery tester..... 53

3.6 Instron universal tester, Model 5583..... 55

3.7 Reflectance spectrophotometer..... 56

3.8 UV-VIS spectrophotometer..... 59

3.9 Fourier transform infrared spectrophotometer..... 61

4.1 CIE whiteness index and DCRA of fabric finished with CA and phosphorus-containing catalysts..... 67

4.2 Effect of various ratios of CA/NaH_2PO_2 on DCRA..... 69

4.3 Effect of citric acid concentration on crease recovery property..... 71

4.4 Effect of citric acid concentration on fabric strength..... 71

4.5 Effect of curing condition on properties of fabrics finished with 7% CA..... 74

4.6 Effect of repeated laundering on DCRA..... 76

4.7 Effect of various ratios of NaH_2PO_2/NaH_2PO_4 as mixed catalysts on CRA of treated fabrics..... 79

4.8 Effect of various concentrations of Fixapret COC on DCRA..... 81

Figure

Page

4.9 Effect of various concentrations of Fixapret COC on formaldehyde content..... 82

4.10 Effect of various ratios of Fixapret COC/CA on DCRA of fabrics..... 86

4.11 Effect of various ratios of Fixapret COC/CA on fabric strength..... 87

4.12 Effect of various ratios of Fixapret COC/CA on formaldehyde content..... 88

4.13 FT-IR spectra of untreated cotton fabric and of cotton fabric treated with different levels of citric acid (scanning at 4000-400 cm^{-1})..... 90

4.14 FT-IR spectra of untreated cotton fabric and of cotton fabrics treated with different levels of citric acid..... 91

4.15 Three forms of product exist in the treatment of finished fabrics..... 92

4.16 Infrared spectra of cotton fabrics finished with CA and NaH_2PO_2 and cured at 160°C for 1.5 min..... 93

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย