



Wrinkle recovery and performance properties of viscose surface treated with different crosslinking agents

Mehmet Orhan*

Textile Technology, University of Borås, Borås, 50190, Sweden
Textile Engineering, Bursa Uludağ University, Bursa, 16059, Turkey

Highlights:

- Application of different cross-linkers on viscose surface
- Investigation of the effects on formaldehyde amount, color, physical properties, softness and wrinkle recovery
- Improvements values of free formaldehyde, tensile and tear strength and higher wrinkle recovery

Keywords:

- Viscose surface
- Cross-linker
- Wrinkle recovery
- Physical properties
- Softness

Article Info:

Research Article
Received: 24.03.2020
Accepted: 29.10.2020

DOI:

10.17341/gazimmfd.708351

Graphical/Tabular Abstract

Cellulosic-based surfaces, such as viscose and linen, tend quickly to wrinkle, and this is an undesirable property during uses. In this study, it is aimed to investigate their effects on formaldehyde amount, color, tear and tear resistance, modulus of elasticity, softness, and wrinkle recovery angle of surface after applying three different cross-linking chemicals. It has been observed that cross-linking agents had bound to viscose surface, and cross-links were formed between adjacent fibers. Although free formaldehyde values were positively below 75 ppm in all applications, it was seen that color difference and yellowing continued to be a problem. The improvements in breaking and tearing strength were obtained compared to the untreated surface. While lower bending rigidity values were measured for all applications, surfaces had a softer handle after treatments. The higher wrinkle angle values were achieved on the surfaces with an increase in concentration. It was determined that imidazoline gave the best wrinkle angle values among cross-linkers.

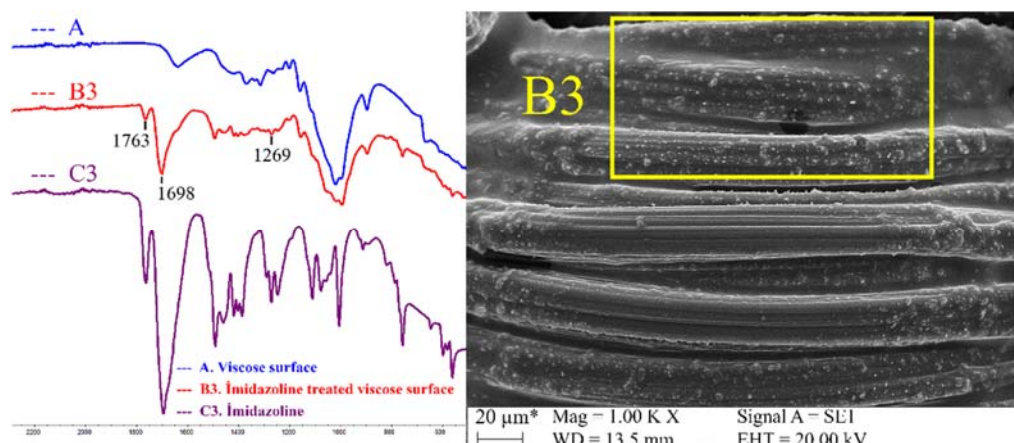


Figure A. SEM micrographs and FTIR spectrum of cross-linked viscose surface

Acknowledgement:

I would like to thank Mehmet Tiritöglü from Bursa Uludağ University for his support.

Correspondence:

Author: Mehmet Orhan
e-mail: mehmet.orhan@hb.se
phone: +46 033-435 4141

Purpose: The aim of the study is to investigate the effect of different cross-linking chemicals on formaldehyde amount, color, tear and tear resistance, modulus of elasticity, softness, and wrinkle angle of viscose surface.

Theory and Methods:

In this study, it was chosen viscose fabric and then it was treated by three different cross-linking chemicals, as 80, 115 and 150 g/L of concentration. It was investigated their effects on surface properties after treatments.

Results:

SEM and FTIR analysis confirmed that the new bonds formed on viscose surfaces after treatments.

Conclusion:

The use of cross-linking chemicals caused a significant contribution to the physical and wrinkle properties of the viscose surface. The best wrinkle property has been given imidazoline chemical. Considering the fabric properties, 115 g/L application is recommended for all cross-linkers to improve the wrinkle property.



Farklı çapraz bağlayıcılar uygulanmış viskon yüzeyin buruşmazlık ve performans özellikleri

Mehmet Orhan*

Tekstil Mühendisliği Bölümü, Borås Üniversitesi, Borås 50190, İsveç
Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa Uludağ Üniversitesi, Bursa 16059, Türkiye

ÖNEÇİKANLAR

- Farklı tip çapraz bağlayıcıların viskon yüzeye uygulanması
- Formaldehit miktarı, renk, fiziksel özellikler, yumuşaklık ve buruşmazlık üzerindeki etkilerinin araştırılması
- Serbest formaldehit, kopma ve yırtılma dayanımlarında iyileşmeler ve yüksek buruşmazlık eldesi

Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi
Geliş: 24.03.2020
Kabul: 29.10.2020

DOI:

10.17341/gazimmfd.708351

Anahtar Kelimeler:

Viskon yüzey,
çapraz bağlayıcı,
buruşmazlık,
fiziksel özellikler,
yumuşaklık

ÖZET

Viskon, keten gibi selülozik esaslı yüzeyler, kolayca buruşma eğilimi gösterirler ve bu durum kullanım sırasında istenmeyen bir özelliktir. Bu çalışmada, *N*-metiloldihidroksietilen üre/katalizör karışımı, modifiye dihidroksietilenüre/katalizör karışımı ve imidazolin üç farklı çapraz bağlayıcı kimyasalın uygulanması sonrasında viskon yüzeyin formaldehit miktarı, renk, kopma ve yırtılma dayanımı, elastisite modülü, yumuşaklık ve buruşmazlık değerlerine etkilerinin araştırılması amaçlanmıştır. Çapraz bağlayıcıların viskon yüzeye bağlandığı ve komşu lifler arasında çapraz bağlar oluşturduğu gözlenmiştir. Serbest formaldehit değerlerinin tüm uygulamalarda olumlu bir şekilde 75 ppm'in altında olmasına karşın, renk farkı ve sararmanın sorun olarak devam ettiği görülmüştür. Diğer bir sorun olan kopma ve yırtılma dayanımlarında, iyileşmeler elde edilmiştir. Tüm uygulamalar için düşük eğilme rijitlik değerleri ölçülürken, yüzeylerin daha yumuşak bir tutuma sahip olduğu belirlenmiştir. Aynı zamanda konsantrasyon artışları ile birlikte yüzeylerde, yüksek buruşmazlık değerleri elde edilmiştir. Çapraz bağlayıcılar arasında imidazolinin en iyi buruşmazlık değerleri verdiği tespit edilmiştir. Sonuçlar, çapraz bağlayıcıların viskon yüzeyin buruşmazlık özelliğine olumlu katkılar yaptığını göstermiştir.

Wrinkle recovery and performance properties of viscose surface treated with different crosslinking agents

HIGHLIGHTS

- Application of different cross-linkers on viscose surface
- Investigation of the effects on formaldehyde amount, color, physical properties, softness and wrinkle recovery
- Improvements values of free formaldehyde, tensile and tear strength and higher wrinkle recovery

Article Info

Research Article
Received: 24.03.2020
Accepted: 29.10.2020

DOI:

10.17341/gazimmfd.708351

Keywords:

Viscose surface,
cross-linker,
wrinkle recovery,
physical properties,
softness

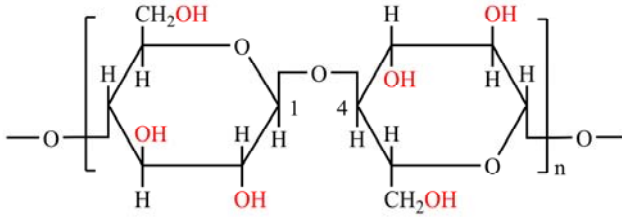
ABSTRACT

Cellulosic-based surfaces, such as viscose and linen, tend quickly to wrinkle, and this is an undesirable property during uses. In this study, it is aimed to investigate their effects on formaldehyde amount, color, tear and tear resistance, modulus of elasticity, softness, and wrinkle recovery angle of viscose surface after applying three different cross-linking chemicals. It has been observed that cross-linking agents had bound to viscose surface, and cross-links were formed between adjacent fibers. Although free formaldehyde values were positively below 75 ppm in all applications, it was seen that color difference and yellowing continued to be a problem. Considering the physical properties, which is one of the other negative results, the improvements in breaking and tearing strength were obtained compared to the untreated surface. While lower bending rigidity values were measured for all applications, surfaces had a softer handle after treatments. At the same time, the higher wrinkle angle values were achieved on the surfaces with an increase in concentration. It was determined that imidazoline gave the best wrinkle angle values among cross-linkers. The results showed that cross-linkers made a positive contribution to the wrinkle property of the viscose surface.

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: mehmet.orhan@hb.se / Tel: +46 033-435 4141

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Selüloz dünyada en yaygın bulunan, D-glukopiranoz birimlerinin β -1,4 glikozidik bağlarla birbirleriyle 180° 'lik açılarla bağlanmasıyla oluşan, $(C_6H_{10}O_5)_n$ yapısına sahip, doğrusal ve doğal bir polimerdir. Şekil 1'de gösterildiği gibi selüloz, siklik karbonhidrat molekülleri içerdiğinden her bir monomer ünitesi üzerinde oksitlenmeye karşı hassas olan üç adet serbest hidroksil (-OH) grubu bulunmaktadır. Buradaki OH gruplarının komşu selüloz zincirlerindeki OH gruplarıyla veya reaktif başka gruplarla bağ yapma özelliği vardır. Selüloz esaslı lifler yüksek adsorpsiyon, giyim konforu ve düşük fiyat avantajlarına karşın, kullanım performansını olumsuz yönde etkileyen zayıf yıkama dayanıklılığı, kolay deformasyon, düşük boyutsal stabilite ve elastikiyet özelliklerine de sahiptir. Tüm dünyada poliester ve poliamid gibi sentetik liflere olan talep, her geçen gün artmakta birlikte, kendilerine has özelliklerinden dolayı selüloz esaslı lifler halen tekstil endüstrisinde en çok tercih edilen liflerden biridir [1, 2].

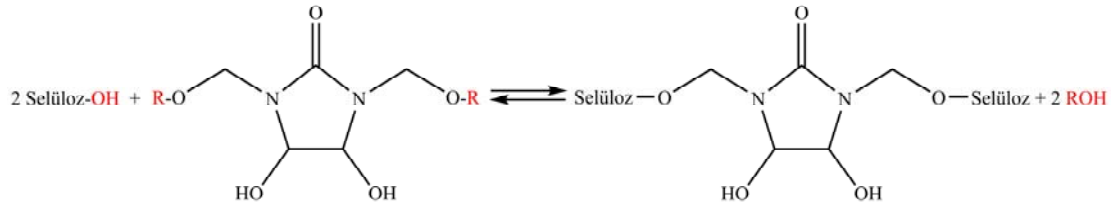


Şekil 1. Selüloz moleküler yapısı (Cellulose molecular structure)

Selüloz ailesi içerisinde rejener selüloz esaslı kesikli rayon liflerine, genel olarak viskon lifleri denmekte ve bu grup pazar payı en yüksek olan rayon grubunu oluşturmaktadır. Polimerizasyon derecesi ve kristalin bölge oranı, pamuk lifine göre daha az olduğundan viskonun dayanımı, kimyasal maddelere ve uygulanan yaş işlemlere karşı direnci daha zayıftır. Pamuktan farklı olarak ıslandığında dayanımı düşmekte ve boyutsal stabilitesi değişmektedir. Sık kullanımlarında boncuklanma oluşmakta, aşınma dayanımı kötüleşmekte, çabuk kırılmakta veya buruşmakta ve örme kumaşlarda may dönüşü gözlenmektedir [3-7].

Selüloz esaslı yüzeylerin yukarıda belirtilen buruşmazlık özelliklerini iyileştirmek amacıyla günümüze kadar birçok çalışma yapılmıştır. Burada en sık uygulanan yöntem, yüzeyi oluşturan lifleri bir arada tutmak amacıyla çapraz bağlayıcı (binder) kullanılmasıdır. Böylece lifler, birbirlerine kimyasal olarak bağlanmaktadır. Şekil 2'de görüldüğü gibi N, N' -dimetil-4,5-dihidroksietilen üre (DMDHEU) yapısında bulunan iki sekonder hidroksil ve iki hidroksimetil grubu, selüloz gibi fonksiyonel gruba sahip birçok malzeme ile kolayca reaksiyona girebilir [8, 9] ve çapraz bağlar oluşturabilir [10, 11]. Selüloz ürünlerde buruşmazlık amacıyla kullanılan çapraz bağlayıcılar, genel olarak formaldehit içeren (üre-formaldehit veya melamin-formaldehit) ve içermeyen kimyasallar olarak iki gruba ayrılmaktadır [12-16]. 1950'lere kadar yaygın olarak

dimetiloletilen üre bileşikleri çapraz bağlayıcı olarak kullanılmıştır [17]. Üretim, depolama ve tüketici kullanımı sırasında kumaşlarda formaldehit salınımı sorunları nedeniyle, 1960'lardan bu yana çeşitli araştırmalar, formaldehit içermeyen veya düşük miktarda formaldehit salınımı yapan buruşmazlık kimyasallarının geliştirilmesine yönelik olmuştur [18-23]. Formaldehit içermeyen bileşiklerle yapılan ilk uygulamalarda, yapısında azot içermeyen formaldehit, glioksal ve glutaraldehit gibi aldehitleri kapsayan kimyasallar kullanılmıştır [19, 21, 23]. Pahalı, mukavemet kaybına, sararmaya ve renk değişimine neden olan glioksal ve glutaraldehitlerin bu dezavantajlarını ortadan kaldırmak için glikoller ve boraks gibi katkı maddeleri ve alüminyum sülfat ve sodyum perborat gibi katalizörler üzerine çalışmalar yapılmıştır [24]. 2,5-dimetoksifuran, 2,3-dihidroksi-1,4,4-tetrametoksibütan, 3,4-dihidroksi-2,5 dimetoksitetra-hidrofuran ve gliseraldehid dimetilasetal gibi siklik dehidrat hemiasetaller de formaldehit içermeyen çapraz bağlayıcılar olarak incelenmiştir [25, 26]. Amidlerin ve aldehitlerin reaksiyon ürünleri, formaldehit içermeyen kimyasallar olarak kabul edilmiştir. Dihidroksietilenüre ve dimetoksietilen üre gibi glioksal ile reaksiyona giren üre ve türevleri kapsamlı şekilde araştırılmıştır [25, 27]. Yüksek sıcaklıklarda selüloz molekülleri ile ester tip çapraz bağ oluşturacak şekilde reaksiyona girebilen polikarboksilik asitler, en umut verici formaldehit içermeyen bileşikler olmuştur [28, 29]. Rowland 1967'de, polikarboksilik asitlerin pamuk üzerinde çapraz bağlar oluşturduğunu [30] ve Welch 1988'de, buruşmaya dayanıklı pamuk eldesi için 1,2,3,4-bütanetetra-karboksilik asit (BTCA)'in etkili olduğunu raporlamıştır [28]. Selüloz molekülünün karboksilik asit ile esterleşme reaksiyonu öncelikle bir siklik anhidrit oluşması, ardından da selüloz makro molekülündeki hidroksil gruplarıyla ester oluşturması şeklinde ilerlemektedir. Etkili çapraz bağlanma için polikarboksilik asitlerin, en az üç karboksilik gruptan oluşması gerekmektedir. BTCA, iki veya daha fazla ester bağı oluşturabildiğinden iki molekülü etkili bir şekilde çapraz bağ ile bağlayabilir. Buna göre BTCA, sitrik asit (CA), süksinik asit (SUA) ve malik asit (MLA), en geleneksel polikarboksilik asitlerdir. Ayrıca maleik asit (MA) ve itakonik asit (ITA) de kullanılabilir. Yapılan araştırmalarda 17 farklı polikarboksilik asidin, sıcaklık ve katalizör varlığında selüloz ile ester tipi çapraz bağ oluşturduğu bilinmektedir. Esterleşme reaksiyonunu hızlandırmak amacıyla farklı katalizörler kullanılabilir. Pamuğun polikarboksilik asitler, özellikle BTCA ile çapraz bağlanması için katalizör olarak en fazla sodyum hipofosfit (NaH_2PO_2) kullanılmaktadır. Yüksek çapraz bağlama, yüksek kumaş mukavemeti ve yıkamaya karşı dayanıklılığı gibi özelliklerinden dolayı formaldehit bazlı kimyasallar yerine polikarboksilik asitlerin kullanılmasına çalışılmıştır [31-33]. Pamuğa buruşmazlık sağlamada formaldehit içermeyen bir başka yöntem ise, iyonik çapraz bağlanma uygulamasıdır. Bu yöntemde, kloroasetik asit (CAA) veya 3-kloro-hidroksi propil trimetil amonyum klorür (CHTAC) gibi kimyasallar kullanılarak pamuğa iyonik karakter verilmiştir. Böylece iyonize pamuk, zıt yüklü bir



Şekil 2. Selüloz hidroksil gruplarının DMDHEU'nin *N*-alkoksümetil grupları ile çapraz bağlanma tepkimesi
(Cross-linking reaction of cellulose hydroxyl groups with *N*-alkoxymethyl groups of DMDHEU)

polielektrolit adsorbe edebilmekte ve çapraz bağlanma oluşturmaktadır [34]. Literatür çalışmaları ayrıntılı incelendiğinde, 1900'lü yılların başlarında formaldehit ve melamin-formaldehit gibi reçinelerle yapılan ilk uygulamaların, yaş liflerin kopma dayanımındaki azalmaları önlemeye yönelik olduğu görülmektedir. İşlem sonrasında liflerde şişmenin ve çekmenin azaldığı ve liflerin daha az buruştuğu raporlanmıştır. 1949'da buruşmazlık işlemlerinde üre formaldehitten daha etkili olan dimetiloletilen üre kullanılmaya başlanmıştır. 1950'de Gagliardi [35], işlem sonrasında klor etkisiyle ortaya çıkan hasarları azaltmak için triazon ile çalışmıştır. 1977'de, Şekil 2'de gösterildiği gibi çapraz bağlayıcı olarak 1,3 dimetilol-4,5 dihidroksi etilen üre kullanılmış ve cilde daha az zararı olduğu belirtilmiştir. 2000'de Yang [36], işlem sonrası pamuklu yüzey ve çapraz bağlayıcılar arasındaki ilişkiyi, kopma ve aşınma dayanımında azalmaları incelemiştir. 2000'de ise Kim [37], çapraz bağlayıcı olarak malik asit kullanmış ve kumaş üzerindeki etkilerini araştırmıştır. 2004'de Mortavazi [38] DMDHEU, PVA, amino silikon, polisakkarit ve akrilat binder uygulaması sonrası pamuklu kumaşların performans özelliklerini incelemiştir. İşlemler sonrasında pamuklu kumaşın kalınlığının arttığını, yumuşaklık uygulamasında bu artışın daha fazla olduğunu belirtmiştir. 2013'de Asim [39], monoklortriazin esaslı reaktif boyarmadde ile DMDHEU türevi kombine ederek tek adımlı baskı işlemi sonrası yüzeyin buruşmazlık özelliğini araştırmıştır. 2013'de Dehabadi [40], düşük moleküler ağırlığa sahip amino aldehit ön kondensatları ve farklı reçine kombinasyonlarının yüzeylerdeki etkilerini incelemiştir. Buruşmaya neden olan amorf bölgelerdeki selüloz zincirlerinin kaymasını önlemek için reçinelerin lifler ile çapraz bağlar oluşturduğunu gözlemlemiştir. 2014'de Liu [41], atkı ve çözgü yönünde ölçülen buruşmazlık açısı değerlerini incelemiştir. 2018'de Maminski [42], çapraz bağlayıcı DMDHEU türevleri kullanarak işlemlerin yüzeylerin fiziksel ve mekanik özelliklerini incelemiştir. 2019'da Liu [43], çapraz bağlayıcı olarak BTCA kullanarak rejenere selüloz kumaşın kuru ve yaş buruşmazlık açıları ile yıkama dayanımı etkilerini incelemiştir. Literatür değerlendirmesi sonrası sonuç olarak, çapraz bağlayıcı kimyasallar kullanılarak yapılan buruşmazlık işlemleri sonrasında selüloz esaslı yüzeylerin kullanım performansını önemli ölçüde etkileyen tutum kötüleşmesi, kolay sararma ve keskin dayanım azalmaları gözlemlenebilmektedir [44, 45].

Literatür çalışmalarından da anlaşılacağı üzere, Tekstil endüstrisinde düşük yaş dayanıma ve boyutsal stabiliteye, yüksek kırışma ve buruşma yatkınlığına sahip viskon

yüzeylerle özellikle yaş terbiye işlemlerinde çalışmak zordur. Bu çalışma, kolay buruşma özelliğine sahip viskon kumaşın, *N*-metiloldihidroksietilenüre/katalizör karışımı, modifiye dihidroksietilenüre/katalizör karışımı ve literatürdeki uygulamalardan farklı olarak imidazolin türevi olmak üzere üç farklı tip çapraz bağlayıcılar kullanarak buruşmazlık ve kullanım özelliklerini iyileştirmek amacıyla yapılmıştır. Farklı çapraz bağlayıcılar uygulandıktan sonra formaldehit miktarı, renk, kopma ve yırtılma dayanımı, kopma uzaması, elastisite modülü, yumuşaklık ve buruşmazlık açısı değerleri incelenmiştir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM (MATERIAL AND METHOD)

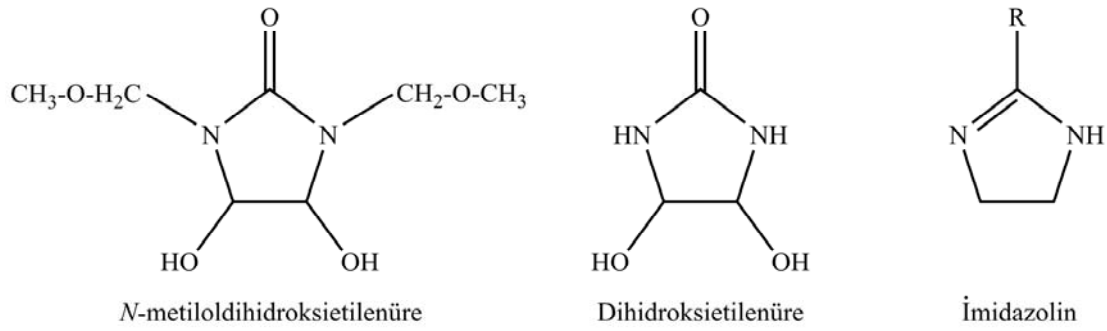
2.1. Materyal (Material)

Buruşmazlık çalışmalarında kolay buruşabilen bezayağı örgü yapısına sahip %100 viskon kumaş (60x20 sıklık/cm, 0,25 mm kalınlık, 200 g/m² gramaj) seçilmiş ve bu kumaş Bursa Yılmazipek Tekstil firmasından temin edilmiştir.

Günümüzde selüloz esaslı yüzeylerin buruşmazlık özelliklerini iyileştirmek amacıyla yaygın olarak dihidroksi etilen üre türevi kimyasallar kullanılmaktadır. Bu çalışmada, çapraz bağlayıcı olarak sırasıyla *N*-metiloldihidroksietilenüre/katalizör karışımı, modifiye dihidroksietilenüre/katalizör karışımı ve literatürdeki uygulamalardan farklı olarak imidazolin türevi seçilmiş ve bu kimyasallar Clariant, Rudolf Duraner ve Pulcra firmalarından temin edilmiştir. Seçilen çapraz bağlayıcıların kimyasal yapıları Şekil 3'te verilmiştir. İşlemlerin asidik ortamda ve kurutma-kondenzasyon işlemlerinin yüksek sıcaklıkta (>150°C) yapılması, selüloz liflerine hidrolitik zarar (kopma dayanımında azalma) verebilmektedir. İşlemler sonrası aynı zamanda yüzey tutumunda sertleşmeler olmaktadır. Bu olumsuzlukların azaltılması amacıyla buruşmazlık işlemlerinde yumuşatıcı kullanılması önerilmektedir. Yumuşatıcı olarak, Rudolf Duraner firmasının noniyonik yağ asidi kondenzasyon içerikli yumuşatıcısı kullanılmıştır.

2.2. Yöntem (Methods)

Reçete optimizasyonu sağlamak amacıyla diğer parametreler sabit tutulup çapraz bağlayıcıyı kimyasallar ile 80, 115 ve 150 g/L gibi farklı konsantrasyonlarda çözeltiler hazırlanmıştır. Tüm çözeltilere, 30 g/L'lik noniyonik yumuşatıcı ve 10 g/L'lik asetik asit eklenmiştir. Çapraz



Şekil 3. Çapraz bağlayıcıların kimyasal yapıları (Chemical structure of the cross-linking agents)

bağlayıcıyı kimyasallar, kumaşlara laboratuvar ortamında emdirmeye-kurutma-kondenzasyon (pad-dry-cure process) yöntemine göre uygulanmıştır. Kumaşlar, hazırlanan çözeltiye daldırıldıktan sonra 4 bar basınçta sahip iki sıkma silindiri arasından geçirilerek ortalama %80 çözelti aldırılmıştır. 120°C'de 3 dakika kurutma ve ardından 150°C'de 1 dakika kondenzasyon işlemi yapılmıştır. Deneylerle ilgili bilgiler, Tablo 1 ve 2'de verilmiştir. Örneğin B1-115 kodlu reçete, işlem uygulanmamış viskon yüzeye (Referans Kumaş) 115 g/L *N*-metiloldihidroksietilen üre/katalizör karışımı çapraz bağlayıcı kimyasal (C1), 30 g/L noniyonik yağ asidi kondenzasyon içerikli yumuşatıcı ve 10 g/L asetik asit ile hazırlanan çözeltinin uygulanmış olduğunu tanımlamaktadır.

Tablo 1. Kullanılan kumaş ve kimyasallar
(The used fabrics and chemicals)

Kod	Kimyasal Yapı
A	İşlem uygulanmamış viskon kumaş (Referans Kumaş)
B1	<i>N</i> -metiloldihidroksietilen üre/katalizör karışımı ile işlem uygulanmış viskon kumaş
B2	Dihidroksietilenüre/katalizör karışımı ile işlem uygulanmış viskon kumaş
B3	İmidazolin türevi ile işlem uygulanmış viskon kumaş
C1	<i>N</i> -metiloldihidroksietilen üre/katalizör karışımı çapraz bağlayıcı kimyasal
C2	Dihidroksietilenüre/katalizör karışımı çapraz bağlayıcı kimyasal
C3	İmidazolin türevi çapraz bağlayıcı kimyasal
Y	Noniyonik yağ asidi (yumuşatıcı)
AA	Asetik asit

Tablo 2. Örnek işlemler ve kodlamaları
(Sample applications and codes)

Yüzey Kodu	İşlem Kodu	Konsantrasyonlar (g/L)		
		C1	Y	AA
A	A	---	---	---
B1-80	C1-80	80	30	10
B1-115	C1-115	115	30	10
B1-150	C1-150	150	30	10

JEOL JSM 6060 tarama elektron mikroskobu (SEM) ile yüzey görüntüleri ve Perkin-Elmer Spectrum 6700 Explorer FTIR cihazı ile FTIR spektrumları elde edilmiştir. AATCC 112 yöntemine göre serbest formaldehit miktarı belirlenmiştir. Konica Minolta CM-3600D reflektans

spektrofotometresi kullanılarak AATCC 173 test yöntemi göre 400-700 nm dalga boyu aralığında renk analizleri yapılmıştır. Instron 4301 kullanılarak TS EN ISO 13934-1 test yöntemine göre kopma dayanımı, uzaması ve modül değerleri ölçülmüştür. SDL Atlas Elmendorf kullanılarak TS EN ISO 13937-1 balistik sarıca test yöntemine göre çözgü yönlerinde yırtılma dayanımı ölçülmüştür. Objektif yumuşaklık testinde Shirley Sertlik Ölçeri kullanılarak TS 1409 standardında göre eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği ölçümleri yapılmıştır. Subjektif yumuşaklık testinde ise, değerlendirme öncesi 20 katılımcıya (10 kişi 5 yıldan daha az deneyime sahip (22-26 yaş) ve 10 kişi 5 yıldan daha fazla deneyime sahip (30-60 yaş) araştırmanın amacı hakkında bilgi verildikten sonra, ilk olarak işlem uygulanmamış viskon kumaş referans alınarak kumaşa ellere hissedilen yüzey yumuşaklığının skalaya (1-Çok kötü, 2-Kötü, 3-Orta, 4-İyi, 5-Çok İyi) göre değerlendirilmesi istenmiş ve bu değerlendirmelerin sayısal karşılıklarının geometrik ortalaması yumuşaklık değeri olarak alınmıştır [56]. Değerlendirme standart atmosfer koşullarında gerçekleştirilmiş ve değerlendirme sırasında herhangi bir kabin kullanılmamıştır. SDL Atlas kullanılarak AATCC 66 test yöntemine göre hem atkı hem de çözgü yönlerinde buruşmazlık açısı ölçümleri yapılmış ve toplam buruşmazlık açısı değeri hesaplanmıştır. Yapılan test ve analizlerde, 5 adet numune test edilmiş ve sonuçların ortalamaları verilmiştir.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULTS AND DISCUSSIONS)

Farklı kimyasal yapıları sahip üç çapraz bağlayıcı kimyasal kullanılarak 80, 115 ve 150 g/L'lik çözeltiler hazırlanmış, viskon yüzey üzerine yaklaşık olarak %80 flote alacak şekilde 4 bar basınç ile iki silindir arasından geçirilerek sıkma işlemi, 120°C'de 3 dakika kurutma ve ardından 150°C'de 1 dakika kondenzasyon işlemi uygulanmıştır. İşlemler sonrası SEM ve FTIR analizleri, formaldehit miktarı, renk, kopma ve yırtılma dayanımı, yumuşaklık ve buruşmazlık açısı değerleri ölçülmüş ve karşılaştırmalı değerlendirmeler yapılmıştır.

3.1. SEM Analizi (SEM Analysis)

Viskon liflerinin enine kesitleri daireye yakın ve kıvrımlı olup genellikle yüzeylerinde uzun ve ince çizgiler bulunmaktadır. Pamuk lifleri gibi gergin bir moleküler yapıya sahip değildir, bükümlü yapı görülmez, yüzeyleri düz

ve pürüzsüzdür [1, 2, 57, 58]. Şekil 4A'daki işlem uygulanmamış viskon (Referans Kumaş) incelendiğinde, literatürdeki sonuçlara benzer biçimde lif yüzeyinin kanallı ve pürüzlü bir yapıya sahip olduğu görülmektedir [2]. Yapısında reaktif OH gurubu içeren çapraz bağlayıcılar, birbirleri ile tepkimeye girmekte veya selülozun serbest -OH grupları ile bağ yapmakta ve böylece liflerin hareketliliği kısıtlanmaktadır. Bu durumda lifler, birbirlerine yaklaşamamakta ve komşu selüloz zincirleri arasında yan bağların oluşması engellenerek buruşmazlık sağlanmaktadır [43]. Şekil 4B1, Şekil 4B2 ve Şekil 4B3'de SEM görüntüleri incelendiğinde, her bir çapraz bağlayıcının lif yüzeylerinde film tabakası oluşturduğu, sıkı bir yüzey paketlenmesinin olduğu ve komşu lifler arasında çapraz bağların oluştuğu belirlenmiştir.

3.2. FTIR Analizi (FTIR Analysis)

Çapraz bağlayıcı kimyasallar, selülozik esaslı liflere kovalent bağlarla bağlanmaktadır [3, 43]. Tablo 3 ve Şekil 5'te görüldüğü gibi, işlem sonrası viskon yüzeyde 1760-760 cm^{-1} aralığındaki yeni bantlar ortaya çıkmıştır. 1760 ve 1710 cm^{-1} 'deki absorpsiyon pikleri, ester bağından kaynaklanan karbonil (C=O) gerilmelerine karşılık gelmektedir. Ayrıca, 1270-1250 cm^{-1} 'de C-C-N eğilmeleri viskon yüzey ile kimyasallar arasındaki çapraz bağlanma tepkimesinin varlığını doğrulamaktadır [59-61]. Sonuç olarak FTIR

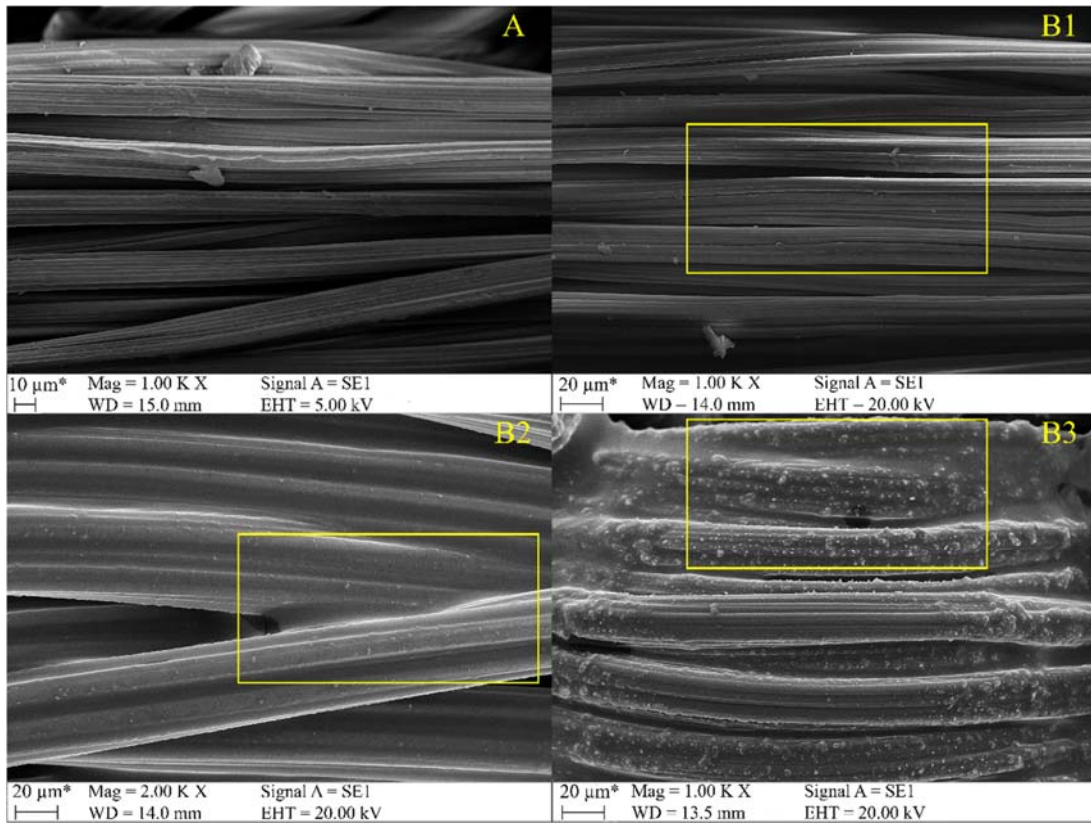
bantları incelendiğinde, her bir kimyasalın viskon yapısında bulunan serbest hidroksil gruplarına bağlandığı görülmektedir.

Tablo 3. FTIR absorpsiyon bantları (FTIR absorption bands)

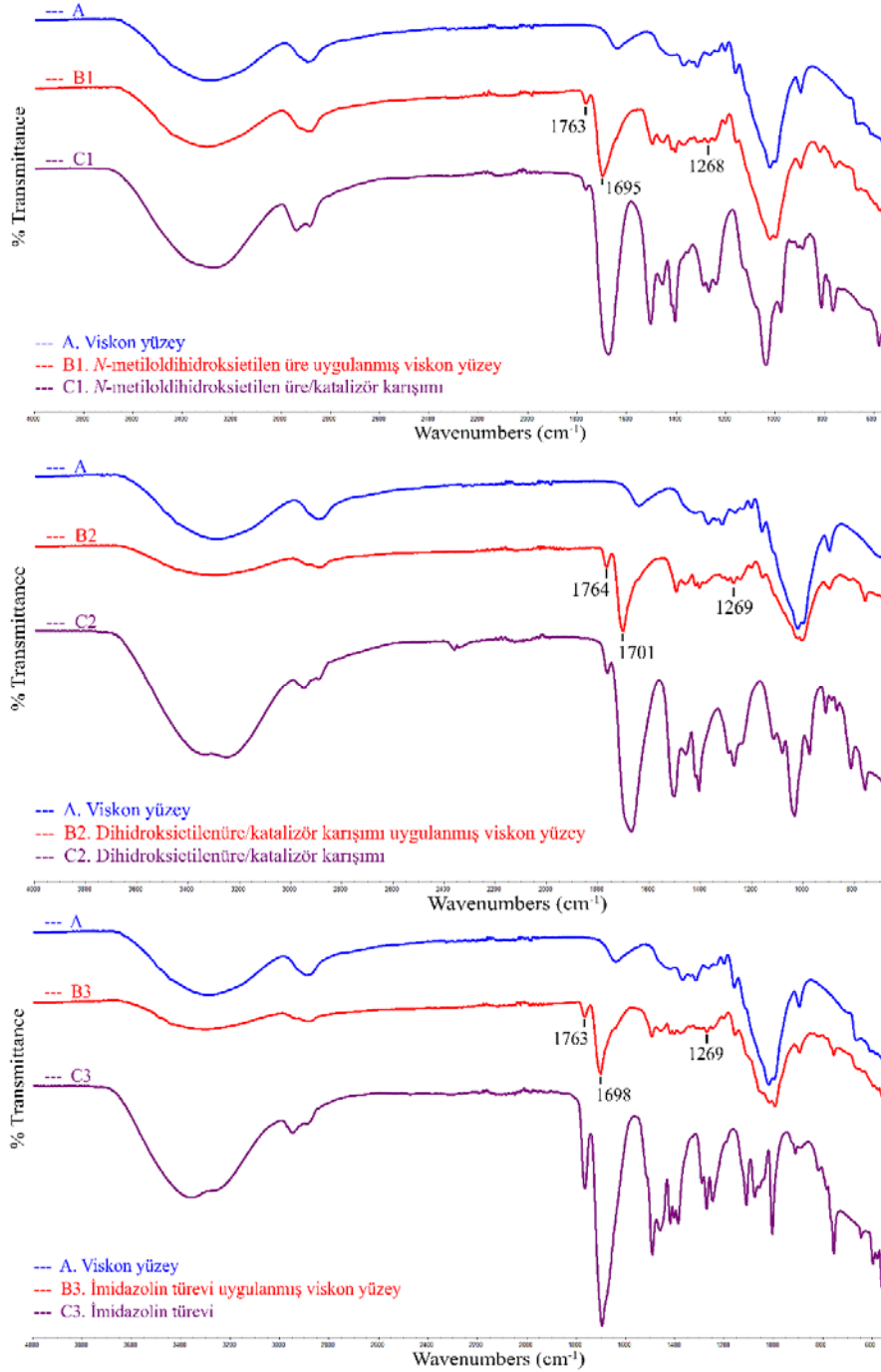
Kimyasal bağ	Dalga sayısı (cm^{-1})
C=O gerilmeleri (ester grupları)	1765-1695
C=N gerilmeleri	1700-1630
Halkadaki C-C gerilmeleri	1500-1400
Halkadaki C-N gerilmeleri	1335-1250
C-O gerilmeleri	1320-1000
C-H eğilmeleri	850-750

3.3. Serbest Formaldehit Miktarı (Free Formaldehyde Amount)

Buruşmazlık işlemleri ile birlikte görülen olumsuz etkilerden bir tanesi de formaldehit oluşumudur. Öko-Tex Standart 100'e göre, cilt ile temas eden giysiler için formaldehit sınır değeri 75 ppm olarak tanımlanmıştır. İşlemler sonrası serbest formaldehit miktarı, AATCC 112 yöntemi ile belirlenmiş ve sonuçlar Şekil 6'da verilmiştir. Her bir çapraz bağlayıcının en yüksek konsantrasyon uygulamalarında (150 g/L) ortaya çıkan serbest formaldehit miktarlarının cilt ile temas eden giysiler için belirlenen 75 ppm sınırının altında olduğu görülmektedir [62].



Şekil 4. İşlem uygulanmamış viskon yüzey (A), N-metiloldihidroksietilen üre uygulanmış viskon yüzey (B1), dihidroksietilenüre uygulanmış viskon yüzey (B2), imidazolin uygulanmış viskon yüzey (B3) SEM görüntüleri (SEM micrographs of untreated viscose surface (A), N-methyloldihydroxyethylene urea treated viscose surface (B1), dihydroxyethyleneurea treated viscose surface (B2), imidazoline treated viscose surface (B3))

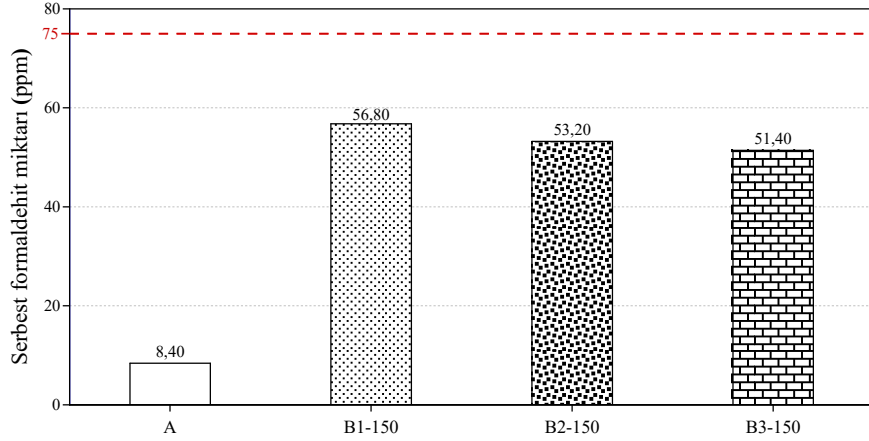


Şekil 5. İşlem uygulanmamış viskon yüzey (A), *N*-metiloldihidroksietilen üre uygulanmış viskon yüzey (B1), dihidroksietilenüre uygulanmış viskon yüzey (B2), imidazolin uygulanmış viskon yüzey (B3) FTIR spektrumları (FTIR spectrum of untreated viscose surface (A), *N*-methyloldihydroxyethylene urea treated viscose surface (B1), dihydroxyethyleneurea treated viscose surface (B2), imidazoline treated viscose surface (B3))

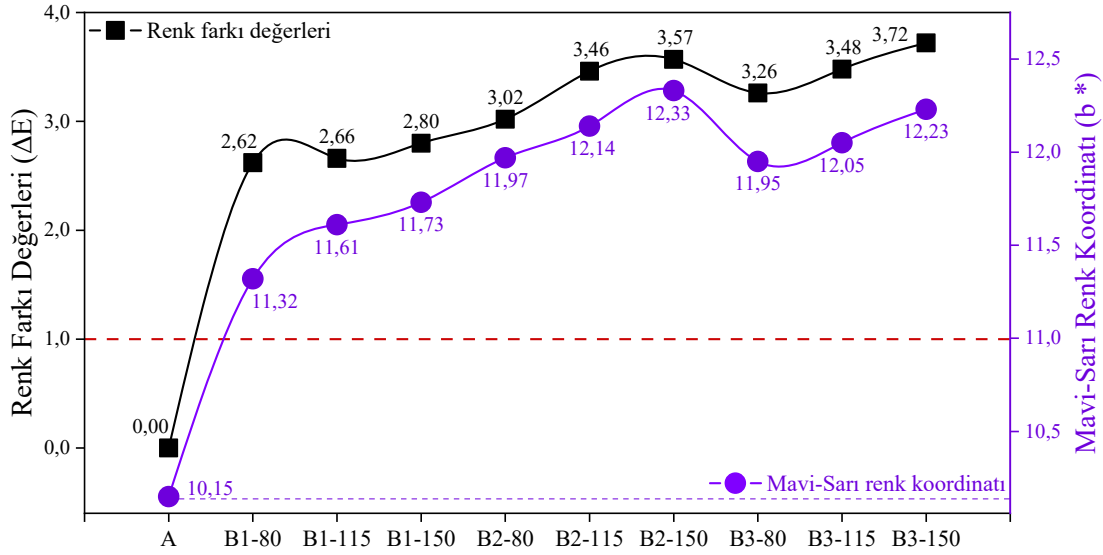
3.4. Renk Ölçümü (Color Measurement)

Viskon yüzeylere uygulanan işlemler sonrasında renk değerleri, Şekil 7'de görülmektedir. Literatür incelendiğinde, çapraz bağlanma işlemlerinin asidik ortamda ve kurutma-kondenzasyon işlemlerinin yüksek sıcaklıkta yapılmasından dolayı uygulamalar sonrası kumaşlarda sararma ve renk farklılıkları ortaya çıkmaktadır [3, 63, 64].

Şekil incelendiğinde üç farklı çapraz bağlayıcı ile yapılan işlemler sonrasında, renk farkı sorununun devam ettiği, CIELAB renk uzayındaki b^* (mavi-sarı) renk koordinatı ve ΔE renk farkı değerlerinde belirgin değişimlerin olduğu açıkça görülmektedir. Literatürdeki sonuçlara benzer biçimde, konsantrasyon artışı ile birlikte rengin sarıya kaydığı ve renk farkının da arttığı saptanmıştır [64, 65]. Üç farklı çapraz bağlayıcı arasında *N*-metiloldihidroksietilen



Şekil 6. Serbest formaldehit miktarları (Free Formaldehyde Amounts)



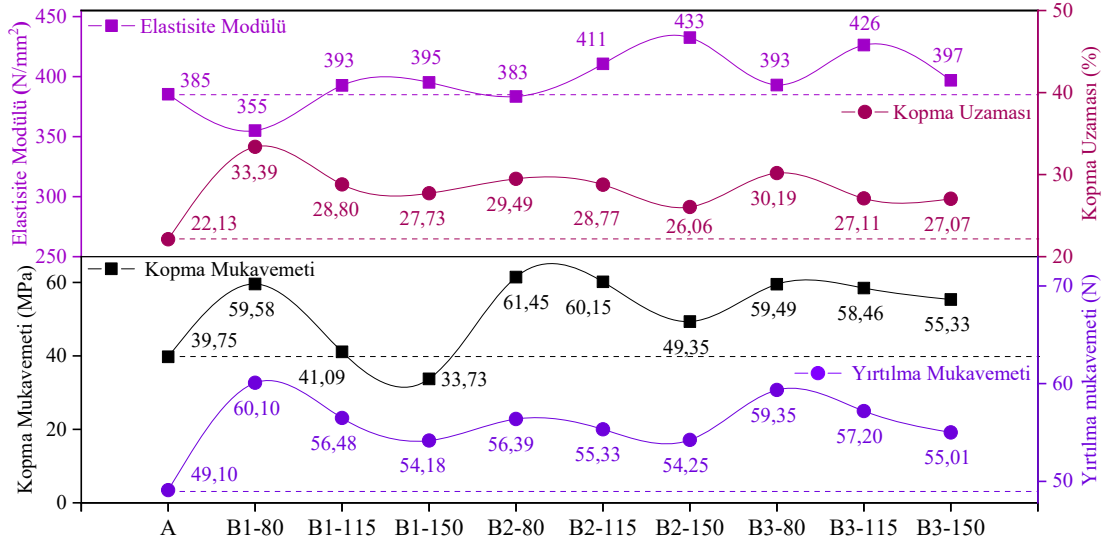
Şekil 7. Renk değerleri (Color values)

üenin renk değerleri üzerinde en olumlu etkiye sahip olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 4B1'deki SEM görünümünde, N-metiloldihidroksietilenin lif yüzeylerinde yoğun çapraz bağlanma yapmadığı görülmektedir. Bu durum, kimyasalın renk değerlerindeki göreceli olumlu etkisini açıklayabilir. Sonuç olarak, buruşmazlık işlemleri sonrası ortaya çıkan ve diğer olumsuz etkilerden biri olan renk farkı sorununun, üç farklı çapraz bağlayıcı ile yapılan işlemler sonrasında da devam ettiği görülmektedir.

3.5. Fiziksel Özellikler (Physical Properties)

Pamuk lifinden farklı olarak viskon lifi düşük bağıl moleküler kütleye, polimerizasyon derecesine ve kristalinite derecesine sahiptir. Viskon lifinde moleküler zincirler arasındaki hidrojen bağı yoğunluğu azdır ve dış kuvvetlere direnmek için hidrojen bağları yetersizdir. Bu durum, makro moleküler zincirler ve liflerin temel yapısal birimi arasında kopma hatasına ve göreceli kaymaya neden olmakta ve böylece lif kopması gerçekleşmektedir [1, 2]. Aynı zamanda çapraz bağlanma sonrası yüzeyin fiziksel özelliklerinde

olumsuz değişimlerin olduğu bilinmektedir. Özellikle kopma dayanımındaki azalmalar, işlemin asidik katalizör ve yüksek sıcaklıkta yapıyor olmasından kaynaklanmaktadır. Bu koşullarda selüloz lifleri az veya çok hidrolitik olarak zarar görmektedir. Çapraz bağlanma sonrası yüzeyde oluşan reçine, lifleri sertleştirdiğinden ve kırılma dayanımını azalttığından ve ipliklerin birbirleri üzerinden kaymasını engellediğinden işlemlerden sonra selülozik yüzeylerin kopma ve yırtılma dayanımları azalmaktadır. Çapraz bağlayıcıların konsantrasyonu arttıkça, kopma ve yırtılma dayanımı değerlerinin azaldığı belirtilmiştir [43, 66-72]. Bu nedenle, en az dayanım kaybı olacak biçimde buruşmazlık özelliklerini geliştirmek ve reçete optimizasyonu sağlamak amacıyla günümüze kadar birçok araştırma yapılmıştır. Şekil 8'de görüldüğü gibi kopma dayanımları dikkate alındığında literatürdeki çalışmalardan farklı olarak her üç kimyasalla yapılan işlemlerde işlem uygulanmamış yüzeye göre daha yüksek değerler elde edilmiştir. Bu durum, çapraz bağlanma ile liflerinin kaymasına neden olan moleküler etkili kuvvetin arttığı ve böylece lif dayanımının da önemli ölçüde arttığı şeklinde açıklanabilir [43]. Ayrıca, çözeltiyeye eklenen



Şekil 8. Kopma dayanımı, yırtılma dayanımı, elastisite modülü ve kopma uzaması değerleri
(The values of break strength, tear strength, modulus of elasticity and break elongation)

noniyonik yumuşatıcının makromoleküler zincirlerin birbiri üzerinden kaymasını kolaylaştırdığından kopma dayanımına olumlu etki yaptığı da söylenebilir [71]. Ancak, literatür ile uyumlu şekilde çapraz bağlayıcıların konsantrasyonu arttığında, kopma dayanımı değerlerinin azaldığı görülmektedir. Özellikle bu durum, *N*-metiloldihidroksietilen üre/katalizör uygulamasında açık bir şekilde gözlenmektedir. Şekil 4B1'deki SEM görünümünde, *N*-metiloldihidroksietilenin lif yüzeylerinde yoğun çapraz bağlanma yapmadığı görülmektedir. Bu durum, kopma dayanımlarındaki azalmaları açıklayabilir.

Buruşmazlık işlemi gibi ipliklerin hareketini kısıtlayan işlemler, kopma dayanımında olduğu gibi yırtılma dayanımında da azalmaya neden olmaktadır. Yüzeyde oluşan reçine, lifi daha sert ve kırılğan yapar ve doğal olarak kumaşların yırtılma dayanımlarında azalma beklenmektedir. Dayanımlardaki azalmanın diğer bir nedeni, yüksek sıcaklıklarda katalizör etkisiyle oluşan asit-katalizli lif bozunmasından kaynaklanmaktadır. Asit katalizli bozunmaya bağlı olarak kumaş dayanımında geri döndürülemez bir kayıp ortaya çıkmaktadır. Bununla birlikte, çapraz bağlamanın bir sonucu olarak ortaya çıkan dayanım azalması, makromoleküler zincir kaymasını iyileştiren yumuşatıcı ile geri kazanılmaktadır [71]. Şekil 8'de görüldüğü gibi kopma dayanımı sonuçlarına benzer biçimde yırtılma dayanımı sonuçları, işlem uygulanmamış yüzeye göre daha yüksek elde edilmiştir. Hem kopma hem de yırtılma dayanımı açısından bu etkinin, sertleşen yüzeye yumuşaklık ve esneklik (elastisite) kazandırmak amacıyla kullanılan noniyonik yağ asidi esaslı yumuşatıcıdan kaynaklandığı düşünülmektedir [71, 73]. Aynı zamanda çapraz bağlayıcıların konsantrasyonu arttığında, yırtılma dayanımı değerlerinin azaldığı görülmektedir. Hem kopma hem de yırtılma dayanımı açısından en iyi sonucu imidazolin uygulaması vermiştir. Şekil 4B3'te görüldüğü gibi imidazolin uygulamasında, lif yüzeylerinde yoğun çapraz

bağlanma görülmektedir. Bu durum, kopma ve yırtılma dayanımlarındaki iyileşmeleri açıklayabilir.

Elastisite modülü, malzemenin şekil değişimine karşı dayanımını-gücünü; bir başka deyişle, atomlar arası bağ kuvvetini göstermektedir. Dolayısıyla yüksek elastisite modülüne sahip yüzeyin, zayıf yükler altında deforme olması zordur ve bu yüzey iyi buruşmazlık performansına sahiptir. Çapraz bağlayıcıların konsantrasyonu arttığında, modül değerlerinin de arttığı görülmektedir. Şekil 4 ve Şekil 8'de görüldüğü gibi, yüzeyde çapraz bağlarla bağlanma sonucu oluşan reçine, lifi daha sert yaptığından işlem uygulanmamış yüzeye göre daha yüksek modül değerleri elde edilmiştir. Modül değerleri açısından en iyi sonuçları, çapraz bağ oluşumları ile paralel biçimde dihidroksietilenüre/katalizör ve imidazolin uygulamaları vermiştir.

Kopma uzaması sonuçları incelendiğinde, çapraz bağlayıcıların konsantrasyonu artışına bağlı olarak lifler daha da sertleşirken (elastisite modülleri artarken) kopma uzamalarında azalmalar gözlemlenmiştir. Ek olarak 2019'da Liu [43] benzer bir sonuca vararak, çapraz bağlanma işlemlerinde yüksek elastisite modülünün kopma dayanımını etkileyeceğini belirtmiş ve lifin kopma dayanımının başlangıçta artacağını ve daha sonra azalacağını rapor etmiştir [65]. Düşük çapraz bağlayıcı konsantrasyonunda, kopma uzaması üzerine yumuşatıcı uygulamasının olumlu etkisi görülürken, konsantrasyon artışı ile birlikte kopma uzamalarında azalmalar tespit edilmiştir.

3.6. Eğilme Rijitliği ve Yumuşaklık (Bending Rigidity and Softness)

Kumaşın kendi ağırlığı ile eğildiği uzunluğa, eğilme uzunluğu denmekte ve bu değer kumaşın dökümlülüğünü (tutum) belirlemektedir. Dolayısıyla yumuşak yüzeyler düşük, sert yüzeyler ise yüksek eğilme uzunluğu (eğilme

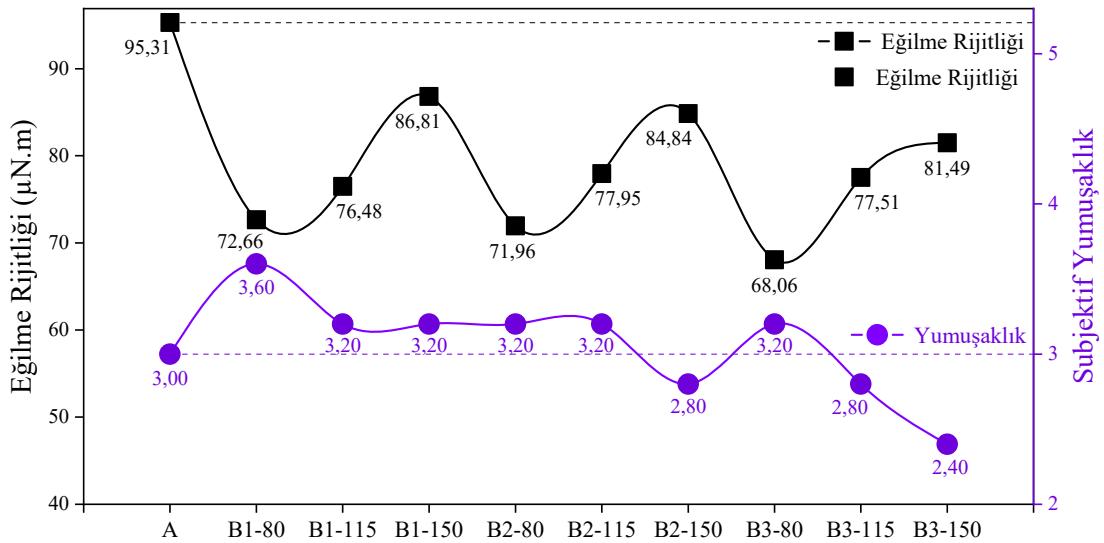
rijitliği) değerleri vermektedir. Çapraz bağlanma sonrası yüzey, sert ve kırılğan bir hale gelmekte ve kumaş tutumu olumsuz etkilenmektedir. Şekil 9'da her 3 tip çapraz bağlayıcı ile yapılan işlemler sonrası, işlem uygulanmamış yüzeye göre daha düşük eğilme rijitliği değerleri elde edilmiştir. Bu etkinin, kullanılan yumuşatıcıdan kaynaklandığı, yumuşatıcının yüzeye yumuşaklık ve esneklik kazandırdığı düşünülmektedir. 2009'da Hashem [62], çözeltiliye yumuşatıcı eklenmesinin selüloz yüzeyin dayanım özelliklerini düşürmediğini, esnekliğini ve yumuşaklığını arttırdığını belirtmiştir. Çapraz bağlayıcı konsantrasyonu artışı ile eğilme rijitliği değerlerinin arttığı ve yüzeyin sertleştiği görülmektedir.

Geleneksel olarak tekstil endüstrisinde kumaş yumuşaklığının değerlendirilmesi, bireysel yargılara göre subjektif olarak yapılmaktadır. Kararlar, büyük ölçüde kişisel kıstaslara dayanmaktadır. Bu durum, kumaş kalitesi konusunda üretici-son kullanıcı iletişimde karışıklığa neden olabilmektedir. Subjektif yumuşaklık değerlendirmesine yönelik literatürde birçok çalışma yapılmıştır [56, 74-80]. Kumaşların yumuşaklığını belirlemek için yapılan subjektif değerlendirme işlemi, 20 katılımcıyla gerçekleştirilmiş olup yumuşaklık değeri 1 çok kötüyü, yumuşaklık değeri 5 ise çok iyi temsil etmektedir [56]. Birbirine yakın sonuçlar olmakla birlikte en iyi yumuşaklık değerleri, *N*-metiloldihidroksietilen üre/katalizör uygulaması ile elde edilmiştir. Düşük ve orta konsantrasyon *N*-metiloldihidroksietilen ve dihidroksietilenüre/katalizör uygulamalarında, reçeteye eklenen yumuşatıcının da etkisiyle işlem uygulanmamış yüzeye göre daha iyi yumuşaklık sonuçları elde edilmiştir. Çözeltiliye eklenen yumuşatıcının, yüzeyin yumuşaklığını arttırdığı subjektif olarak da gözlemlenmiştir [62]. Orta ve yüksek konsantrasyon imidazolin uygulamalarında ise en kötü eğilme rijitliği ve subjektif yumuşaklık değerleri elde edilmiştir. Bu durum, Şekil 4B3'te görüldüğü gibi imidazolin uygulamasında, lif yüzeylerindeki yoğun çapraz

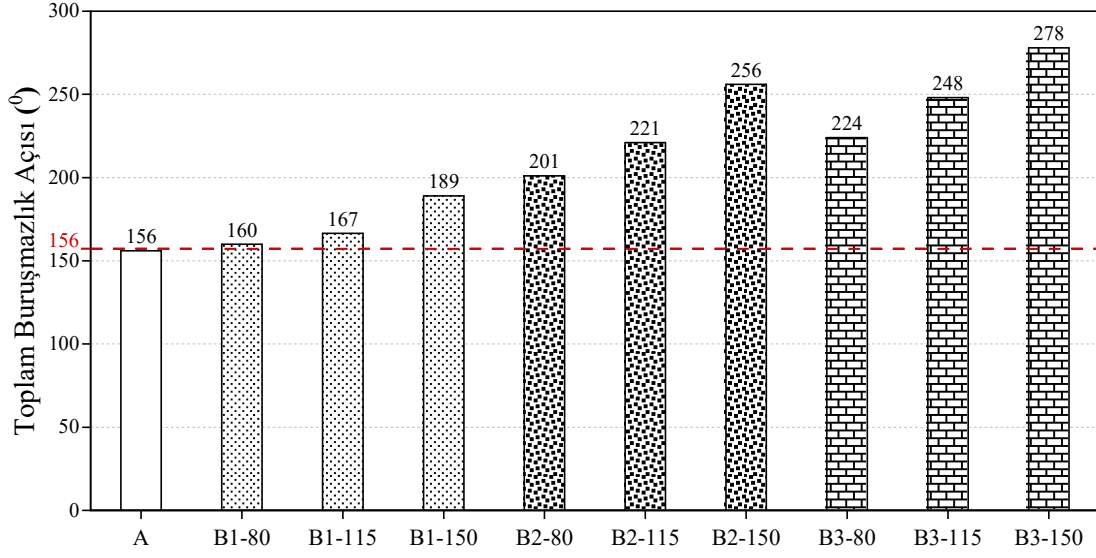
bağlanma ile açıklanabilir. Kullanılan çapraz bağlayıcıların konsantrasyonu arttığında, değerlendirmeyi yapan kişilerde yumuşaklık algısı azalmıştır.

3.7. Buruşmazlık Açısı (Wrinkle Angle)

Buruşmazlık özelliği, uygulanan dış kuvvetlere karşı liflerin kıvrılma ve katlanma etkilerine karşı direnme yeteneğini göstermektedir. Bu dış kuvvetler, lif elementlerinin birbirine göre kaymasına (buruşmaya) neden olmaktadır. Viskon moleküler zincirleri, birbirlerine serbest hidroksil grupları (bir tanesi primer (C₆-OH), diğer iki tanesi sekonder (C₂-OH ve C₃-OH) karakterlidir) üzerinden moleküller arası zayıf hidrojen köprüleriyle bağlanmaktadır [1, 2]. Bu durum life hem avantaj hem de dezavantaj kazandırmaktadır. Viskon lifi, düşük oryantasyon derecesine sahip olduğundan daha az buruşması beklenmektedir. Ancak lifin gerek amorf bölgelerinin fazla olması gerekse nem alabilme ve nemden kolay etkilenme özelliğinin olması buruşmasını kolaylaştırmaktadır. Yapısında bulundurduğu nemin (serbest hidroksil grupları) de etkisiyle buruşma anında zayıf hidrojen bağları kopmakta, yakındaki atomlarla kolayca ve geliş güzel bir şekilde yeniden düzenlenmekte ve yeni yan bağlar oluşmaktadır. Böylece viskon lifi kolayca buruşmaktadır. Kumaşların buruşmasını önlemek için su moleküllerinin kristalitlerin arasına girmesi, lif elementlerinin kayması ve yeni bağlar oluşturması engellenmelidir. Buruşmazlığa çözüm ise, viskon lifinin kendi yapısında yer almaktadır. Zincirler üzerindeki serbest hidroksil grupları organik asitler, isosiyanatlar, epoksi ve aldehitler gibi fonksiyonel gruplarla kolayca tepkime vermektedirler. 2 nolu karbona bağlı OH grubu, esterleşme tepkimelerine 6 nolu karbona bağlı OH grubu ise eterleşme tepkimelerine yatkındır [81]. Çapraz bağlanma olarak bilinen ve hidrojen bağı kadar kolay kırılmayan bir dehidrasyon reaksiyonu ile yüzeydeki iki serbest hidroksil grubuna kovalent olarak bağlanarak yüzeydeki buruşma ve kırışma önenebilir.



Şekil 9. Eğilme rijitliği ve subjektif yumuşaklık değerleri (The values of bending rigidity and subjective softness)



Şekil 10. Buruşmazlık açısı değerleri (The values of wrinkle angle)

İşlemler sonrası yüzeylerin toplam (atkı ve çözgü yönleri toplamı) buruşmazlık açısı değerleri Şekil 10'da görülmektedir. İşlem uygulanmamış viskon kumaşın (Referans Kumaş) buruşmazlık açısı değeri, 156° hesaplanmış iken beklendiği gibi çapraz bağlayıcıyı kimyasallar ile işlem sonrası daha yüksek değerler elde edilmiştir [6, 43, 72, 82]. Buruşmazlık açısı değerleri, konsantrasyon ile kademeli artış göstermiştir [71, 82-84]. Kullanılan kimyasallar, lif hareketliliğini kısıtlayarak, buruşma kuvveti etkisinde yer değiştirmiş olan liflerin birbirlerine yanaşmalarını engelleyerek veya reaktif gruplarla bağ yaparak bu grupların yeni yan bağlar oluşturmalarını engelleyerek buruşmazlık etkisi sağladığı görülmektedir. SEM ve FTIR sonuçları da bu durumu desteklemektedir. Burada en iyi buruşmazlık sonucunu, 278° ile imidazolin kimyasalı vermiştir. Şekil 4'te görüldüğü gibi imidazolin uygulamasında, lif yüzeylerinde yoğun çapraz bağlanma görülmektedir. Aynı zamanda kopma dayanımı, yırtılma dayanımı ve elastisite modülü sonuçları da yapılan değerlendirmeyi desteklemektedir.

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Buruşma olayı, selülozik esaslı kumaşlarda karşılaşılan en önemli sorunlardan bir tanesidir ve bu konu ile ilgili ilk çalışmalar 1906'da başlamış olup günümüzde de farklı çapraz bağlayıcılar kullanılarak devam etmektedir. Bu çalışmada, çapraz bağlayıcı olarak sırasıyla *N*-metiloldihidroksietilen üre/katalizör karışımı, modifiye dihidroksietilenüre/katalizör karışımı ve imidazolin türevi 3 farklı kimyasal seçilmiş ve 80, 115 ve 150 g/L'lik çözeltileri hazırlanarak kumaşlara laboratuvar ortamında emdirme-kurutma-kondenzasyon (pad-dry-cure process) yöntemine göre uygulanmıştır. Bu uygulamaların viskon yüzeyin renk, kopma ve yırtılma dayanımı, kopma uzaması, elastisite modülü, yumuşaklık ve buruşmazlık açısı değerleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

İşlemler sonrası viskon yüzeylerde oluşan yeni bağlar, SEM ve FTIR analizleri ile doğrulanmıştır. Tüm uygulamalarda serbest formaldehit değerleri, sınır değer olan 75 ppm'in altında ölçülerek iyileşme sağlanmış iken, renk farkı ve sararma sorununun devam ettiği ve konsantrasyon artışı ile birlikte farkın daha da arttığı görülmüştür. Kopma ve yırtılma dayanım değerlerinde iyileşmeler belirlenmiştir. Ancak bu iyileşmeler, konsantrasyon artışı ile birlikte gerilemiştir. Eğilme rijitliği artarken yüzey sertleşmiş ve subjektif yumuşaklık değerleri de azalmıştır. Buna karşın, tüm uygulamalarda subjektif yumuşaklık değerleri işlem uygulanmamış yüzeye göre daha yüksek tespit edilmiştir. Beklendiği gibi kullanılan kimyasalların lif hareketliliğini kısıtlayarak iyi buruşmazlık özelliği kazandırdığı görülmektedir. En iyi buruşmazlık özelliğini, imidazolin kimyasalı vermiştir. Viskon kumaş özellikleri göz önüne alındığında, buruşmazlık özelliğini geliştirmek amacıyla tüm çapraz bağlayıcılar için 115 g/L'lik uygulama önerilmektedir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Bursa Uludağ Üniversitesi'nden Mehmet Tiritöglü'na çalışmaya desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Klemm, D., Philipp, B., Heinze, T., Heinze, U., Wagenknecht, W., Comprehensive cellulose chemistry. Volume 1 fundamentals and analytical methods, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 1998.
2. French, A.D., Bertoniere, N.R., Thibodeaux, D.P., Triplett, B.A., Rousselle, M.A., Goynes, W.R., Edwards, J.V., Hunter, L., McAlister, D.D., Gamble, G.R., Cotton fiber chemistry and technology, CRC Press, Boca Raton, 2006.
3. Welch, C.M., Andrews, B.A.K., Ester crosslinks: A route to high performance non-formaldehyde finishing

- of cotton, *Textile Chemist & Colorist*, 21 (2), 13-17, 1989.
4. Choi, H.-M., Nonformaldehyde polymerization-crosslinking treatment of cotton fabrics for improved strength retention, *Tex Res J*, 62 (10), 614-618, 1992.
 5. Özgüney, A.T., Ekmekçi, K.A., Bahtiyari, M.İ., Physical properties and macromolecular structure of viscose fibers, *Tekst Konfeksiyon*, 16 (2), 100-104, 2006.
 6. Arık, B., Latest developments on crease resistance processes for cellulosic fabrics, *Pam Uni J Eng Sci*, 21 (7), 296-305, 2015.
 7. Orhan, M., Tiritöglu, M., Zinetbaş, G., Investigation of the effects of different type crosslinkers on viscose fabric properties, *J Text Sci Eng*, 26 (115), 252-262, 2019.
 8. Wu, W., Yang, C.Q., Statistical analysis of the performance of the flame retardant finishing system consisting of a hydroxy-functional organophosphorus oligomer and the mixture of DMDHEU and melamine-formaldehyde resin, *Polym Degrad Stabil*, 85 (1), 623-632, 2004.
 9. Xie, Y., Krause, A., Mai, C., Militz, H., Richter, K., Urban, K., Evans, P., Weathering of wood modified with the N-methylol compound 1, 3-dimethylol-4, 5-dihydroxyethyleneurea, *Polym Degrad Stabil*, 89 (2), 189-199, 2005.
 10. Hsiung, H.H., Huang, H.Y., Wang, Y.H., Wang, C., Chen, J.C., Chen, C.C., Physical properties and reaction kinetics of cotton cellulose crosslinked with dimethyloldihydroxyethyleneurea-maleic acid, *J Appl Polym Sci*, 92 (6), 3886-3893, 2004.
 11. Yang, H., Yang, C.Q., He, Q., The bonding of a hydroxy-functional organophosphorus oligomer to nylon fabric using the formaldehyde derivatives of urea and melamine as the bonding agents, *Polym Degrad Stabil*, 94 (6), 1023-1031, 2009.
 12. Gagliardi, D., Gruntfest, I., Creasing and creaseproofing of textiles, *Tex Res J*, 20 (3), 180-188, 1950.
 13. Lineken, E., Davis, S., Jorgensen, C., Cellulose Interactions with certain textile resins, *Tex Res J*, 26 (12), 940-947, 1956.
 14. Stam, P.B., Poon, G.S., Spangler, M.J., Underwood, M.P., Minimum care cotton fabrics, *Tex Res J*, 26 (12), 960-965, 1956.
 15. Cooke, T., Roth, P., Salsbury, J., Switlyk, G., Van Loo, W., Comparison of wrinkle-resistant finishes for cotton, *Tex Res J*, 27 (2), 150-165, 1957.
 16. Dehabadi, V.A., Buschmann, H.-J., Gutmann, J.S., Durable press finishing of cotton fabrics: An overview, *Tex Res J*, 83 (18), 1974-1995, 2013.
 17. Sharpe, G., Mallinson, P., Easy-care finishing of cellulose, *Textile finishing*. Cambridge: Society of Dyers and Colourists, 337-350, 2003.
 18. Hebeish, A., Nassar, F., Ibrahim, N., Islam, A., Studies of some basic aspects in easy-care cotton finishing. II. Influence of urea pad on free formaldehyde and strength of crosslinked cotton, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie: Applied Macromolecular Chemistry and Physics*, 81 (1), 95-107, 1979.
 19. Frick Jr, J., Harper Jr, R., Investigations Toward Formaldehyde-Free Finishes', *Tex Res J*, 52 (2), 141-148, 1982.
 20. McKerron, C., Focuses on formaldehyde, *Chemical Week*, 140 15, 1987.
 21. Choi, H.-M., Kim, Y.M., Performance improvement of nonformaldehyde wrinkle resistant finished cotton fabrics treated with dialdehydes, *Fiber Polym*, 2 (4), 190-195, 2001.
 22. Yoon, K.J., Woo, J.H., Seo, Y.S., Formaldehyde free cross-linking agents based on maleic anhydride copolymers, *Fiber Polym*, 4 (4), 182-187, 2003.
 23. Yu, Y.H., Lee, E.S., Bang, E.S., A new catalyst for glyoxal durable press finish of cotton fabrics, *Fiber Polym*, 9 (6), 715-719, 2008.
 24. Lee, E.S., Kim, S.I., Effect of glycols and catalysts on cotton fabrics treated with glyoxal, *Fiber Polym*, 5 (3), 230-233, 2004.
 25. Gonzales, E.J., Benerito, R.R., Effect of the catalyst upon the physical and chemical properties of cotton cellulose finished with derivatives of ethyleneurea, *Tex Res J*, 35 (2), 168-178, 1965.
 26. Frick Jr, J., Harper Jr, R.J., Acetals as crosslinking reagents for cotton, *J Appl Polym Sci*, 29 (4), 1433-1447, 1984.
 27. Frick Jr, J., Harper JR, R.J., Adducts of Glyoxal and Amides as Finishing Agents for Cotton1, *Tex Res J*, 51 (9), 601-606, 1981.
 28. Welch, C.M., Tetracarboxylic Acids as Formaldehyde-Free Durable Press Finishing Agents: Part I: Catalyst, Additive, and Durability Studies, *Tex Res J*, 58 (8), 480-486, 1988.
 29. Andrews, B., Nonformaldehyde, D., Finishing of Cotton with Maleic and Citric Acid, *Textile Chemist and Colorist*, 22 63-67, 1990.
 30. Rowland, S.P., Welch, C.M., Brannan, M.A.F., Gallagher, D.M., Introduction of Ester Cross Links into Cotton Cellulose by a Rapid Curing Process, *Tex Res J*, 37 (11), 933-941, 1967.
 31. Yang, C.Q., Characterizing ester crosslinkages in cotton cellulose with FT-IR photoacoustic spectroscopy, *Tex Res J*, 61 (5), 298-305, 1991.
 32. Yang, C.Q., Wang, X., Kang, I.-S., Ester crosslinking of cotton fabric by polymeric carboxylic acids and citric acid, *Tex Res J*, 67 (5), 334-342, 1997.
 33. Yang, C.Q., Wang, X., Formation of cyclic anhydride intermediates and esterification of cotton cellulose by multifunctional carboxylic acids: An infrared spectroscopy study, *Tex Res J*, 66 (9), 595-603, 1996.
 34. Hashem, M., Hauser, P., Smith, B., Wrinkle recovery for cellulosic fabric by means of ionic crosslinking, *Tex Res J*, 73 (9), 762-766, 2003.
 35. Gagliardi, D., Gruntfest, I., Creasing and crease proofing of textiles, *Tex Res J*, 20 (3), 180-188, 1950.
 36. Yang, C.Q., Wei, W., Lickfield, G.C., Mechanical strength of durable press finished cotton fabric: Part III:

- Change in cellulose molecular weight, *Tex Res J*, 70 (10), 910-915, 2000.
37. Kim, B.-H., Jang, J., Ko, S.-W., Durable press finish of cotton fabric using malic acid as a crosslinker, *Fiber Polym*, 1 (2), 116-121, 2000.
 38. Mortazavi, S.M., Esmailzadeh, B.P., Application of mixtures of resin finishing to achieve some physical properties on interlining cotton fabrics: I-effect of stiffening and cross-linking agents, *Iran Polym J*, 13 (3), 213-218, 2004.
 39. Asim, F., Kausar, N., Mahmood, M., Reaction mechanism of single step fixation process of reactive printing and crease resistance finishing of cotton fabrics, *Int J Text Sci*, 2 (2), 26-29, 2013.
 40. Ameri Dehabadi, V., Buschmann, H.J., Gutmann, J.S., Pretreatment of cotton fabrics with polyamino carboxylic acids for salt-free dyeing of cotton with reactive dyes, *Color Technol*, 129 (2), 155-158, 2013.
 41. Liu, C., Zhang, C., New method of fabric wrinkle measurement based on image processing, *Fibres Text East Eur*, 22 (103), 51-55, 2014.
 42. Mamiński, M.Ł., Trzepańska, A., Auriga, R., H'Ng, P.S., Chin, K.L., Physical and mechanical properties of thin high density fiberboard bonded with 1, 3-dimethylol-4, 5-dihydroxyethyleneurea (DMDHEU), *J Adhesion*, 1-12, 2018.
 43. Liu, J., Wang, H., Zhang, L., Sui, S., Zhang, R., Dong, C., Liu, Y., Zhu, P., Preparation, structure and performances of cross-linked regenerated cellulose fibers, *Wuhan Univ J Nat Sci*, 24 (1), 1-7, 2019.
 44. Qi, H., Huang, Y., Ji, B., Sun, G., Qing, F.-l., Hu, C., Yan, K., Anti-crease finishing of cotton fabrics based on crosslinking of cellulose with acryloyl malic acid, *Carbohydr Polym*, 135 86-93, 2016.
 45. Farzana, N., Haque, A., Md, A.N., Islam, M., Smriti, S.A., Siddiq, F., Comparative enactment of formaldehyde-free and formaldehyde-based cross-linkers on cotton woven fabrics, *Tekstiler*, 60 (2), 2017.
 46. Lao, L., Fu, L., Qi, G., Giannelis, E.P., Fan, J., Superhydrophilic wrinkle-free cotton fabrics via plasma and nanofluid treatment, *ACS Appl Mater Inter*, 9 (43), 38109-38116, 2017.
 47. Wedin, H., Niit, E., Mansoor, Z.A., Kristinsdottir, A.R., de la Motte, H., Jönsson, C., Östlund, Å., Lindgren, C., Preparation of viscose fibres stripped of reactive dyes and wrinkle-free crosslinked cotton textile finish, *J Polym Environ*, 26 (9), 3603-3612, 2018.
 48. Li, W., Chen, L., Li, X., Comparison of physical-mechanical and mould-proof properties of furfurylated and dmdheu-modified wood, *BioResources*, 14 (4), 9628-9644, 2019.
 49. Litim, N., Impact of modified glyoxalic and co-polymer acrylic crosslinkers effect on the crystallinity and mechanical properties of finished cotton, *J Textile Sci Eng*, 9 (391), 2, 2019.
 50. Bollmus, S., Beeretz, C., Miltz, H., Tensile and impact bending properties of chemically modified scots pine, *Forests*, 11 (1), 84, 2020.
 51. Ke, G., Xiao, Z., Jin, X., Yu, L., Li, J., Zhang, H., Wrinkle recovery angle enhancement and tensile strength loss of 1,2,3,4-butanetetracarboxylic acid finished lyocell fabrics, *Tex Res J*, 0040517520912035, 2020.
 52. Köysüren H.N., Köysüren Ö., Preparation of polyvinyl alcohol composite nanofibers and solid-phase photocatalytic degradation of polyvinyl alcohol, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 33 (4), 1411-1418, 2018.
 53. Kastan A., Yalcin Y., Unal H., Talas, S., Investigation on thermal properties of nanoclay added polyamide 6/high density polyethylene (HDPE) composites, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 32 (1), 89-99, 2017.
 54. Polat Y., Yangaz M.U., Çalışır M.D., Gül M.Z., Demir A., Ekici B., Kılıç A., Effect of air pressure on nanofiber production in solution blowing method, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 35 (4), 1719-1728, 2020.
 55. Orhan, M., Silikon yumuşatıcıların pamuk ve viskon örme kumaşlar üzerinde etkileri, *Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi*, 25 (2), 941-959, 2020.
 56. Yick, K.L., Cheng, K., How, Y.L., Subjective and objective evaluation of men's shirting fabrics, *International Journal of Clothing Science and Technology*, 7 (4), 17-29, 1995.
 57. Cook, J.G., *Handbook of Textile Fibres Vol. 2: Man-Made Fibres*, Woodhead Publishing, Cambridge, 2009.
 58. Swicofil, A.G. Viscose CV. 02.01.2019; Available from: <https://www.swicofil.com/commerce/products/viscose/278/introduction>.
 59. Jui-Chin, C., Wei-Hua, Y., Chien-HSin, C., Cheng-Chi, C., Dyeing kinetics from a finite bath of direct dyes on DMDHEU-AA crosslinked cotton, *Tex Res J*, 72 (1), 55, 2002.
 60. Huang, K.S., Yang, K.L., Lin, S.J., Lian, W.T., Antiwrinkle treatment of cotton fabric with a mixed sol of TEOS-TTB/DMDHEU, *J Appl Polym Sci*, 106 (4), 2559-2564, 2007.
 61. Orhan, M., Crease resistant effect of modified n-methyloldihydroxyethyleneurea and softeners, *Tekst Konfeksiyon*, 23 (2), 152-158, 2013.
 62. Hashem, M., Ibrahim, N.A., El-Shafei, A., Refaie, R., Hauser, P., An eco-friendly–novel approach for attaining wrinkle–free/soft-hand cotton fabric, *Carbohydr Polym*, 78 (4), 690-703, 2009.
 63. Wei, W., Yang, C.Q., Polymeric carboxylic acid and citric acid as a nonformaldehyde dp finish, *Text Chem Col Ame Dye Rep*, 32 (2), 53-57, 2000.
 64. Zhang, W., Okubayashi, S., Badura, W., Bechtold, T., Fibrillation tendency of cellulosic fibers. VII. Combined effects of treatments with an alkali, crosslinking agent, and reactive dye, *J Appl Polym Sci*, 100 (2), 1176-1183, 2006.
 65. Chen, J.C., Yao, W.H., Chen, C.H., Chen, C.C., Degree of crosslinked cotton cellulose with preacted

- DMDHEU-AA, *J Appl Polym Sci*, 82 (7), 1580-1586, 2001.
66. Stevens, C., Smith, B., Cross-Linking of Cotton Cellulose with Ethylene Urea Derivatives Having Varying Hydrogen-Bonding Capabilities: Part I: Effects on the Physical Properties and the Hydrogen-Bonded Structure, *Tex Res J*, 40 (8), 749-760, 1970.
 67. Franklin, W.E., Madasci, J.P., Rowland, S.P., Creasable Durable Press Cotton Fabrics By Polymerization and Crosslinking, *Textile Chemist & Colorist*, 8 (4), 1976.
 68. Rowland, S.P., Blouin, F.A., Mason, J.S., Polymerization-crosslinking of N-methylolacrylamide in Cotton Fabric, *Tex Res J*, 48 (2), 73-80, 1978.
 69. Shih, F.F., Bertoniere, N.R., Rowland, S.P., Polymerization-crosslinking of N-methylolmethacrylamide in cotton fabric, *Tex Res J*, 50 (7), 433-439, 1980.
 70. Hsiung, H.-H., Chen, C.-C., Crosslinking Cotton Fabric with DMDMDHEU Using Water/Methanol Mixtures as Solvents, *Tex Res J*, 65 (10), 607-613, 1995.
 71. Hussain, T., Ali, S., Qaiser, F., Predicting the crease recovery performance and tear strength of cotton fabric treated with modified N-methylol dihydroxyethylene urea and polyethylene softener, *Color Technol*, 126 (5), 256-260, 2010.
 72. Dalbaşı, E.S., Effects of causticizing on crease resistance of cellulosic woven fabrics, *Tekst Konfeksiyon*, 26 (1), 2016.
 73. Rafique, S., Parveen, S., Ahmad, B., Hussain, T., Pigment Dyeing and Finishing of Cotton/Polyester Fabrics with a Modified Dihydroxyethyleneurea and various Softener Treatment, *Life Science Journal*, 11 (5), 2014.
 74. AE, S., RL D, A., Postle, R., TJ, M., A statistical analysis of subjective and objective methods of evaluating fabric handle, *Journal of the Textile Machinery Society of Japan*, 34 (2), 39-46, 1988.
 75. Pan, N., Yen, K., Zhao, S., Yang, S., A new approach to the objective evaluation of fabric handle from mechanical properties: part I: objective measure for total handle, *Tex Res J*, 58 (8), 438-444, 1988.
 76. Mahar, T., Postle, R., Measuring and interpreting low-stress fabric mechanical and surface properties: part IV: subjective evaluation of fabric handle, *Tex Res J*, 59 (12), 721-733, 1989.
 77. Ozcelik, G., Supuren, G., Gulumser, T., Tarakcioglu, I., A study on subjective and objective evaluation of the handle properties of shirt fabrics, *Fibres Text East Eur*, 16 (3), 68, 2008.
 78. Sular, V., Okur, A., Objective evaluation of fabric handle by simple measurement methods, *Tex Res J*, 78 (10), 856-868, 2008.
 79. Ryu, H.-S., Roh, E.K., Preference and subjective evaluation of washed fabric hand using conjoint analysis, *Tex Res J*, 80 (20), 2167-2175, 2010.
 80. Ko, Y.C., Park, J.Y., Lee, J.H., Kim, H.J., Principles of developing a softness evaluation technology for hygiene paper, *Journal of Korea TAPPI*, 49 (4), 184-193, 2017.
 81. Fox, S.C., Li, B., Xu, D., Edgar, K.J., Regioselective esterification and etherification of cellulose: a review, *Biomacromolecules*, 12 (6), 1956-1972, 2011.
 82. Chang, H.-L., Chen, C.-C., Crosslinking of Cotton with DMDMDHEU in the Presence of Sodium Chloride, *Tex Res J*, 66 (12), 803-809, 1996.
 83. Chen, J.-C., Chen, C.-C., Crosslinking of Cotton Fabrics Premercerized with Different Alkalis: Part IV: Crosslinking of Normal Length Mercerized Fabrics, *Tex Res J*, 64 (3), 142-148, 1994.
 84. Murphy, A., Margavio, M., Welch, C., All-Cotton Durable-Press Fabrics of High Strength from Slack-Mercerized, Partially Restretched Yarn: Evidence for the Separate Origins of Strength and Wrinkle-Resistance Effects in Conventional Cross-Linking Treatments for Cotton, *Tex Res J*, 41 (1), 22-31, 1971.