

ÖZET**AZ SU TÜKETEN, ÇEVRECİ ve SÜRDÜRÜLEBİLİR
İNDİGO BOYAMA PROSESİ**

5

Buluş, denim kumaş üretiminde kullanılan çözgü boyanması işlemi esnasında su tüketiminin azaltılması ve istenmeyen tuz oluşumunun önlenmesi amacıyla geleneksel uygulamalara kıyasla çevreye zararları azaltılmış ve düşük maliyetli hale getirilmiş bir indigo boyama prosesi olup, halat halindeki çözgü ipliklerine, indigo boyama öncesinde 1-5 cc/lit Sodyum Hidroksit(Kostik), 5-8 gr/lit ıslatıcı ve 1-5 gr/lit iyon tutucu ile hazırlanmış çözelti kullanılarak ön ıslatma işlemi yapılması, ön ıslatma adımında kullanılan ıslatıcı maddenin uzaklaştırılması amacıyla 20-70 °C'de su ile en az 1 kez yıkanması, suda çözünmeyen indigonun çözünür hale getirilmesi için, 27 °C sıcaklıkta 10-15 dakika süre ile asetol (hidroksi aseton) kullanılarak indigo boyarmaddesinin indirgenmesi, indigo boyarmaddesinin indirgenmesinin tamamlandığının kontrolü için çözelti renginin kontrol edilmesi, elde edilen indigo boyasının boşaltıldığı/yer aldığı 27 °C'de ve 11-13 pH aralığındaki boya çözeltisi içeren teknelerden halat formundaki ipliklerin geçirilmesi ve bu adımın en az 3 tekne için tekrar edilmesi, boya teknelerinden çıkan indirgenmiş indigonun havadaki oksijen ile yükseltgenmesini (oksitlemesini) sağlamak, diğer bir deyişle boyayı suda çözünmez hale getirip iplik üzerinde sabitlemek amacıyla hava ile temas ettirilmesi, oksitlenmiş indigo boyarmadde bulunan halat formundaki ipliklerin, 70-75 °C sıcaklıkta, pH 4-5 aralığında hazırlanmış, 10-20gr/lit poliamin polimeri, 5-15 gr/lit asetik asit içeren çözeltiye daldırılması adımlarını içermektedir.

İSTEMLER

1. Denim kumaş üretiminde kullanılan çözgü ipliklerinin boyanması işlemi esnasında su tüketiminin azaltılması ve istenmeyen tuz oluşumunun önlenmesi amacıyla geleneksel uygulamalara kıyasla çevreye zararları azaltılmış ve düşük maliyetli hale getirilmiş ve, en temel halinde,
 - halat halindeki çözgü ipliklerine, indigo boyama öncesinde 1-5 cc/lt Sodyum Hidroksit(Kostik), 5-8 gr/lt ıslatıcı ve 1-5 gr/lt iyon tutucu ile hazırlanmış çözelti kullanılarak ön ıslatma işlemi yapılması,
 - ön ıslatma adımında kullanılan ıslatıcı maddenin uzaklaştırılması amacıyla 20-70 °C'de su ile en az 1 kez yıkanması,
 - suda çözünmeyen indigonun çözünür hale getirilmesi için, 27 °C sıcaklıkta 10-15 dakika süre ile asetol (hidroksi aseton) kullanılarak indigo boyarmaddesinin indirgenmesi veya indirgenmiş sıvı indigo kullanılması
 - indigo boyarmaddesinin indirgenmesinin tamamlandığının kontrolü için çözelti renginin kontrol edilmesi,
 - elde edilen indigo boyasının boşaltıldığı/yer aldığı 27 °C'de ve 11-13 pH aralığındaki boya çözeltisi içeren teknelerden halat ve açık en formundaki çözgü ipliklerin geçirilmesi ve bu adımın en az 3 tekne için tekrar edilmesi,
 - boya teknelerinden çıkan indirgenmiş indigonun havadaki oksijen ile yükseltgenmesini (oksitlemesini) sağlamak, diğer bir deyişle boyayı suda çözünmez hale getirip iplik üzerinde sabitlemek amacıyla hava ile temas ettirilmesi,
 - oksitlenmiş indigo boyarmadde bulunan halat formundaki ipliklerin, 70-75 °C sıcaklıkta, pH 4-5 aralığında hazırlanmış, 10-20 gr/lt poliamin polimeri, 5-15 gr/lt asetik asit içeren çözeltiye daldırılması adımlarını **içeren ve,**
 - indigo boyarmaddesinin indirgenmiş halde kalması için asetol (hidroksi aseton) kullanılması,

- boyama prosesi sonrası fazla boyarmadde ve kimyasalların çözgü ipliklerinden uzaklaştırılması amacıyla poliamin polimeri ve asetik asit içeren çözelti kullanılması **ile karakterize edilen** bir indigo boyama prosesi.

5

2. Üzerinde hava pasajı ile oksitlenmiş indigo boyarmadde bulunan halat formundaki çözgü ipliklerinin 10-20 gr/lt poliamin polimeri, 5-15 gr/lt asetik asit içeren çözeltiye daldırılması **ile karakterize edilen** İstem 1'deki gibi bir indigo boyama prosesi.

10

3. Halat veya açık en formundaki çözgü ipliklerinin, 27 °C'de ve 11-13 pH aralığında indigo boyarmaddesinin yer aldığı boyama teknelerden geçirilmesi **ile karakterize edilen** İstem 1'deki gibi bir indigo boyama prosesi.

15

4. Suda çözünmeyen indigo (küp) boyarmaddesinin asetol (hidroksi aseton) ile indirgenmesi **ile karakterize edilen** İstem 3'teki gibi bir indigo boyama prosesi.

20

5. Halat halindeki çözgü ipliklerinin indigo boyama işlemi öncesinde 1-5 cc/lt Sodyum Hidroksit(Kostik), 5-8 gr/lt ıslatıcı ve 1-5 gr/lt iyon tutucu kullanılarak ön ıslatma işlemine tabi tutulması **ile karakterize edilen** İstem 1'deki gibi bir indigo boyama prosesi.

25

TARİFNAME

AZ SU TÜKETEN, ÇEVRECİ ve SÜRDÜRÜLEBİLİR İNDİGO BOYAMA PROSESİ

5

Teknik Alan

Bu buluş, denim üretim tesislerinde çözümlü boyanmasına yönelik geliştirilen bir indigo boyama prosesi olup, boyama işlemi esnasındaki su tüketiminin azaltılması ve istenmeyen tuz oluşumunun önlenmesi için fiksator ve kimyasal madde kullanılması ile ilgilidir.

Önceki Teknik

15 Bir tekstil malzemesinin kalıcı olarak renklendirilmesine boyama, renklendiren maddelere ise boyarmadde denir. Boyarmaddelerle yapılan renklendirme genellikle çözümler veya süspansiyonlar halinde çeşitli boyama yöntemleriyle uygulanırlar. Tekstil malzemesinin boyamasında bilinen en eski boyarmaddelerden biri “küpleme” (vatting) denilen kimyasal indirgenme işlemine 20 tabi tutularak oluşturulmuş küp boyarmaddeleridir. Eski yıllarda tahta küplerde fermente ediliyor ve suda çözünür hale getirilerek kullanılıyor olması nedeniyle küp boyalar isim verilmiştir.

Küp boyarmaddeleri pamuk boyama işlemlerinde, özellikle ipliği boyalı mamuller için önemli bir boyarmadde çeşididir. Genellikle keto grupları içeren ve indirgenme işlemine tabi tutulmuş şekliyle leuko formunda olan, boyama sonrası lif içinde yükseltgenerek tekrar çözünmez keto yapısı haline getirilen, suda çözünmeyen boyarmadde sınıfıdır. Küp boyarmaddeler antrakinin ve indigo olmak üzere iki kimyasal gruba ayrılırlar.

30

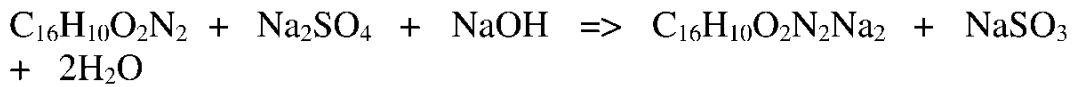
Küp boyarmaddelerin bir sınıfı olan indigo, (C₁₆H₁₀N₂O₂) doğal olarak Indigofera Tinctoria bitkisinden elde edilmektedir. Sentetik olarak ise ilk defa Alman kimyager Baeyer tarafından üretilmiş olup, suda, alkol, eter ve sulu asitler ile alkalilerde çözünmemekte ve elyafa nüfuz etmemektedir. Organik boyaların en yaygınıdır ve ışığa, yıkanmaya, alkaliye ve asitlere karşı oldukça dayanıklıdır.

Denim kumaş, atkı ve çözgü ipliklerinin çapraz dokunmasıyla üretilen bir kumaştır. En önemli özelliği çeşitli yıkama yöntemleriyle ve kullanıldıkça aşınarak farklı görünüm ve efektlerin ortaya çıkmasıdır. Bu görüntüyü sağlayan, çözgü ipliklerinin boyandığı, indigo boyar maddesidir.

İndigo boyar maddesinin elyafı boyayabilme özelliği kazanması için, önce boyar maddenin etkin hale (leuco form) getirilmesi gerekmektedir. Doğal formundan leuco formuna geçiş için bir takım kimyasal reaksiyonların gerçekleşmesi gerekmektedir. Bu işleme indirgeme adı verilir. İndirgeme işlemi genellikle hidrosülfid ile uygun ortam koşullarında gerçekleşir. Bu işlemin gerçekleşmesi için alkali ortam gerekmektedir. Bunu sağlayan kimyasal ise kostiktir. Boyama işleminin ardından ise, boyalı halatlar hava ile etkileşime girerek, boyanın elyaf üzerinde sabitlenmesi sağlanmalıdır. Bu işleme de **oksidasyon** denir.

20

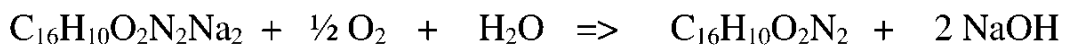
İndigo Boya Teknesindeki İndirgenme :



Indigo	Hidro	Kostik	Indigo	Salt
Water				

25

Havalandırma İşlemi ile Oksitlenme (Yükseltgenme) :



30

İndigo	leuco	havalandırma	İndigo	leuco
--------	-------	--------------	--------	-------

- Tekniğin bilinen durumunda yer alan CN105421118 referans numaralı Çin patent dokümanında, tekstil boyamada sabitleyici ajan kullanılması ve sağladığı avantajlardan bahsedilmektedir. Sabitleyici ajan, akrilik asit, amonyum hidrojen sülfat, epoksi kloropropan, benzil trietil amonyum klorür, hidroksi propil trimetil amonyum klorür kitosan, polietilen poliamit, peroksi sülfat, polietilen glikol ester, metakrilik asit ve saf su maddelerinin bileşiminden meydana gelmektedir. Ayrıca çevre dostu olması ve renk dayanıklılığının artmasını sağlaması gibi avantajlar içermektedir.
- 5
- 10 Tekniğin bilinen durumunda yer alan WO1994023114A referans numaralı Bileşik Devletler patent dokümanında, selüloz içerikli tekstil maddelerinin indigo boyama işlemi ile ilgilidir. İşlem esnasında alkali bir ortam oluşturabilmesi için indirgeyici eklendiği ve indirgeyici olarak da literatürde bilinen hidroksi aseton bileşiği eklendiği belirtilmiştir.
- 15
- Tekniğin bilinen durumunda yer alan CN103469640 referans numaralı Çin patent dokümanında, tekstil boyamada sabitleyici ajan kullanılması ve sağladığı avantajlardan bahsedilmektedir. Sabitleyici ajan A ve B maddelerinin bileşiminden meydana gelmekte olup, A bileşiği; kütlece % 60-70 oranında epoksi kloropropan, 20 % 12-15 oranında doymuş alkol-polioksietilen eter ve geri kalan kısmında alilmetilamin hidroklorür ve B bileşiği; kütlece % 40-48 oranında multimerik poliamin, % 52-60 oranında disiyandiamid içermektedir. Önceki teknikte kullanılan sabitleyiciler ile kıyaslandığında tekstil boyalarının dayanıklılığının artmış olduğu gözlemlenmiştir.
- 25
- Tekniğin bir diğer bilinen durumunda yer alan GB1405182 (A) referans numaralı Birleşik Krallık patent dokümanında, tekstil boyamada indirgeyici ajan kullanılması ve kullanılabilecek indirgeyicilerden bahsedilmektedir. İndirgeyici ajan olarak, hidroksiaseton, di hidroksiaseton, glikol aldehit, dihidroksibütanon, 2, 30 3-di hidroksiakrilaldehit, askrbik asit, siklopentendiolon, etil [alfa]-amino-hetobütirat, kuoid bileşikler vb kullanılabileceği belirtilmiştir.

- İndigo boyama prosesi çok adımlı bir proses olup, çok sayıda kimyasal kullanımı gerektirmektedir. Boyarmadde önce işlem önce indirgenerek suda çözülür hale getirilir. Kumaş üzerine uygulandıktan sonra ise yükseltgenerek, suda çözünmez yapı kazandırılarak, boyanın kumaş üzerinde kalıcı olması sağlanır. Boyanın
- 5 kendi maliyetine ek olarak, proses aşamalarının fazlalığı da maliyet yüksekliği yaratmaktadır. Buna ek olarak boyama prosesi süresince fazla kimyasal kullanımı ve su tüketimi nedeniyle çevreye zararlı etkileri mevcuttur. Buna ek olarak indigo boyasının indirgenmesi esnasında teknikte kullanılan hidroksi bileşiği çevreye ve insan sağlığına zararlıdır.

10

Buluşun Kısa Açıklaması

Buluşun amacı, çözgü ipliklerinin indigo boyama prosesi esnasındaki su ve enerji tüketimini azaltarak, daha düşük maliyetli boyama yapılmasıdır.

15

Buluşun diğer amacı, teknikte bilinenden farklı olarak boyama işlemi sonrası fiksator olarak poliamin polimeri kullanılarak boyama sonrası uygulanan yıkama suyu tüketiminin yaklaşık %65 oranında azaltılmasını sağlamaktır.

- 20 Buluşun diğer amacı, indigo boyamada asetol (hidroksi aseton) bileşiği kullanılarak, boyama sonu oluşan tuz oluşumunun önüne geçilerek daha temiz atık suların elde edilmesidir.

Buluşun Ayrıntılı Açıklaması

25

Buluş, denim kumaş üretiminde kullanılan çözgü boyanması işlemi esnasında su tüketiminin azaltılması ve istenmeyen tuz oluşumunun önlenmesi amacıyla geleneksel uygulamalara kıyasla çevreye zararları azaltılmış ve düşük maliyetli hale getirilmiş bir indigo boyama prosesi olup,

- Halat veya açık en formundaki çözgü ipliklerine, indigo boyama öncesinde 1-5 cc/ltr Sodyum Hidroksit(Kostik), 5-8 gr/ltr ıslatıcı ve 1-5 gr/ltr iyon tutucu ile hazırlanmış çözelti kullanılarak ön ıslatma işlemi yapılması,
- 5 – ön ıslatma adımında kullanılan ıslatıcı maddenin uzaklaştırılması amacıyla 20-70 °C'de su ile en az 1 kez yıkanması,
- suda çözünmeyen indigonun çözünür hale getirilmesi için, 27 °C sıcaklıkta 10-15 dakika süre ile asetol (hidroksi aseton) kullanılarak indigo boyarmaddesinin indirgenmesi,
- indigo boyarmaddesinin indirgenmesinin tamamlandığının kontrolü için 10 çözelti renginin kontrol edilmesi,
- Ayrıca alternatif olarak indirgenmiş sıvı indigo da proseslerde kullanılabilir.
- elde edilen indigo boyasının boşaltıldığı/yer aldığı 27 °C'de ve 11-13 pH aralığındaki boya çözeltisi içeren teknelerden halat formundaki ipliklerin 15 geçirilmesi ve bu adımın en az 3 tekne için tekrar edilmesi,
- boya teknelerinden çıkan indirgenmiş indigonun havadaki oksijen ile yükseltgenmesini (oksitlemesini) sağlamak, diğer bir deyişle boyayı suda çözünmez hale getirip iplik üzerinde sabitlemek amacıyla hava ile temas ettirilmesi,
- 20 – oksitlenmiş indigo boyarmadde bulunan halat formundaki ipliklerin, 70-75 °C sıcaklıkta, pH 4-5 aralığında hazırlanmış, 10-20 gr/ltr poliamin polimeri, 5-15 gr/ltr asetik asit içeren çözeltiye daldırılması adımlarını içermektedir.

Buluş konusu proses için, denim kumaş oluşturacak halat halindeki çözgü ipliklerine, indigo boyama işlemi öncesinde, yağ ve vaks gibi pamuğun doğasından gelen ve boyamayı olumsuz etkileyebilecek maddelerin iplikten uzaklaştırılması, ipliğin hidrofilliğinin (su emiciliğinin) artırılması, ipliğin her tarafının ıslanması ve boyanın daha iyi nüfuz etmesinin sağlanması amacıyla, 1-5 cc/ltr Sodyum Hidroksit(Kostik), 5-8 gr/ltr ıslatıcı ve 1-5 gr/ltr iyon tutucu 30 kullanılarak ön ıslatma işlemi yapılmaktadır.

Ön ıslatma işlemi esnasında kullanılan kimyasalların çözgü ipliklerinden uzaklaştırılması amacıyla 20-70 °C'de en az 1 kez yıkama yapılmaktadır.

- 5 Suda çözünmeyen indigo (küp) boyarmaddesinin indirgenerek suda çözünür duruma getirilmesine küpleme denir. Küpleme prosesi boyar maddenin asetol (hidroksi aseton) kullanılarak leuko (indirgenmiş indigo boyarmaddesi) bileşiğine indirgenmesine küpleme denir. Küpleme işlemi tamamlandığında boyar maddenin renginde değişme gözlenmektedir. İndirgenme sonucunda sarı renge dönen indigo selülozu boyar ve lif üzerindeki bu indirgenme ürünü, hava oksijeni tarafından mavi renkli indigoya yükseltgenir.

10

İndirgeme reaksiyonu sonucunda ortaya çıkan sıcaklık 27°C ve küpleme süresi yaklaşık 15 dakikadır. İndigo boyarmaddesinin indirgenmesinin tamamlandığının kontrolü için çözelti renginin kontrol edilmesi gereklidir. Çözeltiye temiz bir cam daldırılıp çıkarıldığında sarı rengin 12-15 saniyede yeşile dönmesi beklenir.

- 15 Berrak ve sarı değilse ya da yeşile çok çabuk dönüyorsa bir miktar daha asetol eklenmesi gereklidir.

Halat halindeki ipliklerin, 27 °C'de ve 11-13 pH aralığında indigo boyarmaddesinin boşaltıldığı/yer aldığı teknelerden geçirilmesi ve bu adımın en az 3 tekne için tekrar edilmesi yöntemiyle boyama yapılır.

20

Boyamanın bitiminden sonra çözgü iplikleri tarafından alınan leuko (indirgenmiş indigo) bileşiğinin, oksidasyon sonucunda tekrar suda çözünmeyen küp boyar maddesi şekline dönüştürülmesi gerekir. Bu küpleme işleminin tersi de oksidasyondur. Yükseltgenme (oksidasyon) için hava oksijeni kullanılmaktadır. Kumaşa hava pasajı yapılarak, boyanın suda çözünmez hale getirilerek iplik üzerinde sabitlenmesi sağlanır.

25

Üzerinde hava pasajı ile oksitlenmiş indigo boyarmadde bulunan halat veya açık en çözgü formundaki iplikler, 70-75 °C sıcaklıkta, pH 4-5 aralığında hazırlanmış, 10-20 gr/lt poliamin polimeri, 5-15 gr/lt asetik asit içeren çözeltiye

30

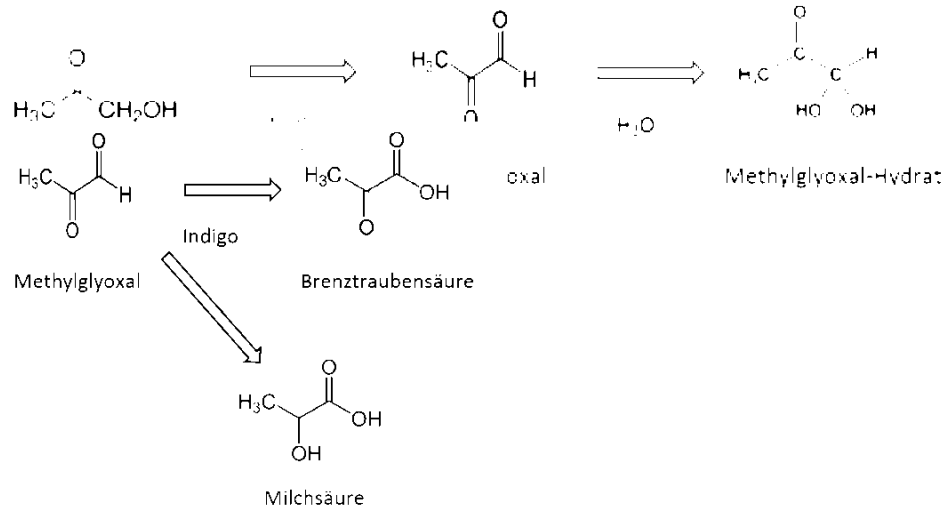
daldırılmaktadır. Böylece indigo boyama işlemi sonrasında yıkama ve kurutma adımlarının uygulanmasına gerek kalmadığından iplikler fazla boyarmadde ve kimyasaldan arındırılmakta, bu da yaklaşık % 65 oranında su tasarrufu sağlanmasına olanak tanımaktadır.

5

Klasik indigo boyama prosesinde indigonun hidro ile indirgenme reaksiyonu sonucunda açığa çıkan tuz yıkama sularına karışmaktadır. Yüksek oranda tuz içeren atık sular tahliye borularına zarar vermektedir. Yeni proste tuz oluşmadığı için daha temiz atık su ortaya çıkmaktadır. Ayrıca boyama sırasında oluşan tuz rengin canlılığını alarak, rengi gri nüansa doğru kaydırmaktadır. Bu durum uzun metraj boyamaların stabilitesini olumsuz etkilemektedir.

10

15



20