

# Određivanje koncentracija dve reaktivne boje u bojenom pamučnom materijalu

Milena Miljković<sup>1</sup>, Milovan Purenović<sup>1</sup>, Miodrag Stamenković<sup>2</sup>, Milica Petrović<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Univerzitet u Nišu, Prirodno–matematički fakultet, Departman za hemiju, Niš, Srbija

<sup>2</sup>Univerzitet u Nišu, Tehnološki fakultet, Departman za tekstilno inženjerstvo, Leskovac, Srbija

## Izvod

Cilj ovog rada bio je odrediti nepoznate koncentracije dve reaktivne boje: Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 na obojenom pamučnom materijalu. Uzorci pamučnog materijala su bojeni pojedinačno, svakom bojom, a onda i smešom boja. Nepoznata koncentracija boja je određivana merenjem odgovarajućih vrednosti refleksije uzoraka bojenog pamučnog materijala tehnikom refleksiometrije i primenom Kubelka–Munkove jednačine. Tačnost i reproduktivnost određivanja koncentracija su izračunate statističkom obradom dobijenih podataka. Relativne greške pojedinačnih određivanja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 su iznosile 3,66 i 5,94% respektivno. Relativne greške određivanja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 u smeši su iznosile 3,47 i 3,19%, redom.

**Ključne reči:** refleksiometrija, reaktivne boje, pamučni materijal, koncentracija boje.

Dostupno na Internetu sa adrese časopisa: <http://www.ache.org.rs/HI/>

Reaktivne boje su najmlađa i najvažnija klasa boja za celulozne materijale, koja nudi širok opseg obojenja sa različitim nijansama, postojanošću i prihvatljivim cenama, visoku čistoću, jednostavnu primenu i visoku reproduktivnost. Reaktivne boje sadrže hromoforu i reaktivnu grupu. One se u osnovi razlikuju od ostalih klasa boja po tome što hemijski reaguju sa tekstilnim vlaknima, formirajući kovalentnu vezu [1]. Iako su reaktivne boje široko korišćene za bojenje celuloznih vlakana postupkom iscrpljenja, nedostatak ovakvog bojenja je što reakcija boja-vlakno nije 100% efikasna. Ovo se može povezati sa nepotpunim iscrpljenjem boje, nepotpunom reakcijom adsorbovane boje sa vlaknom i time što boja može reagovati ne samo sa nukleofilom vlakna (celulozatnim anjonom), već i sa drugim nukleofilima prisutnim u kupatilu za bojenje (obično hidroksilnim jonima), pri čemu se može javiti hidroliza [2].

Optički fenomen poznat kao difuziona refleksija se često koristi u UV/Vis, bliskoj IR i srednjoj IR oblasti za dobijanje spektroskopskih informacija o molekulima. Refleksioni spektar se dobija sakupljanjem i analizom elektromagnetnog zračenja reflektovanog sa površine kao funkcija talasne dužine. Difuziona refleksija je vezana za refleksiju sa takozvanih mutnih, „praškasto“ teksturiranih površina.

Kubelka–Munkova teorija se koristi za analizu difuzionih refleksionih spektara. Kada zrak upadne svetlosti prođe kroz uzorak, javlja se reemisija sa difuziono-re-

STRUČNI RAD

UDK 677.21:677.027.4:543.42

Hem. Ind. 66 (2) 243–251 (2012)

doi: 10.2298/HEMIND110721091M

flektujućeg uzorka i ona predstavlja količnik intenziteta reflektovane i upadne svetlosti:

$$R = I/I_0 \quad (1)$$

gde je  $R$  apsolutna reemisija,  $I$  intenzitet reflektovanog zračenja, a  $I_0$  intenzitet upadnog zraka. Savršeno difuziono-reflektujuća površina bi imala  $R = 1(100\%)$ . Pošto nije praktično meriti  $R$ , obično se meri relativna reemisija,  $R'$ :

$$R' = R_{uzorka}/R_{standarda} \quad (2)$$

Ako je  $R_{standarda} = 1$ , onda apsolutna i relativna reemisija moraju biti jednake. Moguće je naneti log  $(1/R')$  naspram talasne dužine.

Kubelka i Munk su dali funkciju koja linearno povezuje koncentraciju analita sa refleksionim karakteristikama difuziono-reflektujućeg uzorka:

$$F(R) = (1 - R^2)/2R = K/S = 2.303\epsilon C/S \quad (3)$$

gde je  $K$  apsorpcioni koeficijent,  $S$  dvostruki koeficijent rasipanja sa uzorka,  $\epsilon$  apsorptivnost,  $C$  koncentracija analita [3].

Postoji sistemski veza između refleksije i koncentracije boje u materijalu. Porastom koncentracije boje, vrednost refleksije  $R$  se smanjuje. Na talasnoj dužini maksimuma apsorpcije ( $\lambda_{max}$ ),  $R$  se teorijski i praktično približava nuli. Refleksija  $R$  se meri kao funkcija talasne dužine i nanosi naspram odgovarajućih talasnih dužina da bi se dobila familija krivih refleksije bojenog materijala [4–7].

Linearnost Kubelka–Munkove funkcije se primenjuje samo pri niskim koncentracijama boje. Odstupanja od linearnosti su uobičajena pri visokim koncentracijama boje i niskim vrednostima refleksije. Razlog je sorpciono ponašanje reaktivnih boja pri porastu njihove kon-

Prepiska: M.N. Miljković, Odsek za hemiju, Prirodno–matematički fakultet, Univerzitet u Nišu, Višegradska 33, 18 000 Niš, Srbija.

E-pošta: milenabmv@gmail.com

Rad primljen: 21. jul, 2011.

Rad prihvaćen: 14. novembar, 2011.

centracije. Pri niskim koncentracijama boje, broj mesta za kovalentno vezivanje molekula boje je dovoljan za skoro sve molekule boje koji se sorbuju iz kupatila na vlakno, gradeći kovalentne veze. Pri višim koncentracijama boje, broj molekula boje je u višku u poređenju sa brojem mesta za kovalentno vezivanje u vlaknu što treba uzeti u obzir [8].

Cilj ovog rada je bio odrediti tačnost i reproduktivnost merenja nepoznate koncentracije boja na celuloznom materijalu, bojenom dvema reaktivnim bojama: Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 pojedinačno, kao i njihovom smešom.

## EKSPERIMENTALNI DEO

### Materijali

Korišćena pamučna tkanina (100%, širina 150 cm, gustina 155 g/m<sup>2</sup>, masa po jedinici dužine 232,5 g/m, finoća pređe 29,4 tex (za potku i osnovu), sila kidanja (daN): za osnovu 42, za potku 35) oprana je, izbeljena i mercerizovana.

Za bojenje su korišćene dve komercijalne Procion MX reaktivne boje (Tabela 1) [9].

Ovaj tip reaktivnih boja je izabran zbog niske temperature potrebne za njihovu primenu na celulozna vlakna, usled njihove visoke reaktivnosti.

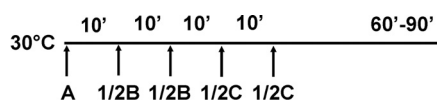
### Bojenje uzoraka

Bojenje svih uzoraka je izvršeno pod istim uslovima, postupkom iscrpljenja. Za pripremanje kupatila za bojenje je korišćena tehnička voda, omekšana, kakva se koristi u industrijskoj praksi bojenja ovim bojama. Bojenje je izvršeno na sobnoj temperaturi, u toku 90 min [10,11] uz dodatak NaCl, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> i „Precolor-a super“, tehničke čistoće (Kutrilin, Zagreb, Hrvatska) kao sredstvom za kvašenje. Grafički prikaz je dat na slici 1.

Tabela 1. Korišćene boje

Table 1. Dyes used

Komercijalni naziv	CI (Color Index) ime	naziv po IUPAC-u
Procion Yellow MX-4G	Reactive Yellow 22	Nepoznat
Procion Blue MX-G	Reactive Blue 163	6,13-dihloro-3,10-bis[[4-(4,6-dihloro-1,3,5-triazin-2-il)amino]sulfofenil]amino, tetranatrijumova so rifenodioksazindisulfonske kiseline



Slika 1. Šema metoda bojenja; A: boja + „Precolor super“ (sredstvo za kvašenje); B: NaCl; C: Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

Figure 1. Dyeing method; A: dye + „Precolor super“ (wetting agent); B: NaCl; C: Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

Tabela 2. Koncentracija aditiva korišćenih u procesu bojenja

Table 2. Concentration of additives used for dyeing

Koncentracija boje, %	c(NaCl) / g dm <sup>-3</sup>	c(Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ) / g dm <sup>-3</sup>	c(„Precolor super“) / g dm <sup>-3</sup>
manje od 1	40	3	1,5
1 do 3	50	6	1,5

Svi postupci bojenja su izvedeni pri odnosu flote 1:20. Odgovarajuće količine NaCl, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> i „Precolor super“ su izračunate na osnovu tabelarnih podataka (tabela 2).

Pre merenja refleksije, obojeni uzorci su oprani, isprani, osušeni i ispeglani.

Svakom bojom je obojeno po pet uzoraka celuloznog materijala. U tabelama 3 i 4 su dati podaci koji se odnose na pripremu svakog uzorka pojedinačno.

U tabeli 5 su dati podaci koji se odnose na pripremu uzorka bojenog smešom boja.

### Merenje refleksije uzoraka

Za merenje refleksionih vrednosti obojenog celuloznog materijala korišćen je Beckman DK-A spektrofotometar sa Ulbricht-ovom sferom. Greška merenja je bila ±1%. Kao izvor svetlosti je korišćena Wolfram-ova lamp u opsegu zračenja od 350–2500 nm. Za detekciju u opsegu 350–750 nm je korišćen fotomultiplikator. Odgovarajuće K/S vrednosti (f vrednosti) izračunate su na odgovarajućoj λ<sub>max</sub> boje.

### Veza između refleksije materijala i koncentracije boje

Formula Kubelke i Munka daje vezu između koeficijenta refleksije materijala i sadržaja boje i sadrži konstantu koja zavisi od same boje i talasne dužine [12–16].

$$\frac{K}{S} = \frac{(1-R)^2}{2R} \quad (5)$$

Znajući vezu između K i koncentracije boje, c, jednačina (5) se može preformulisati:

$$A_c = \frac{(1-R)^2}{2R} \quad (6)$$

A je eksperimentalno određena konstanta, koja zavisi

Tabela 3. Podaci koji se odnose na uzorke celuloznog materijala bojene bojom Reactive Yellow 22  
Table 3. Data related to the samples of cellulosic fabric dyed with Reactive Yellow 22

Broj uzorka	$c_{boje} / \%$	$m_{uzorka} / g$	$m_{boje} / g$	$m(\text{NaCl}) / g$	$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) / g$	$V / \text{cm}^3$
1.	0,44	2,8515	0,0125	1,7100	0,1140	57,0
2.	0,96	2,6100	0,0251	1,5600	0,1040	52,0
3.	1,39	2,6751	0,0372	1,6200	0,1620	54,0
4.	2,73	2,7314	0,0745	1,6500	0,1650	55,0
5.	5,55	2,6977	0,1498	2,1600	0,2700	54,0

Tabela 4. Podaci koji se odnose na uzorke celuloznog materijala bojene bojom Reactive Blue 163  
Table 4. Data related to the samples of cellulosic fabric dyed with Reactive Blue 163

Broj uzorka	$c_{boje} / \%$	$m_{uzorka} / g$	$m_{boje} / g$	$m(\text{NaCl}) / g$	$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) / g$	$V / \text{cm}^3$
1.	0,45	2,7750	0,0125	1,6650	0,1110	55,5
2.	0,88	2,8338	0,0249	1,7100	0,1400	57,0
3.	1,42	2,6427	0,0374	1,5900	0,1590	53,0
4.	2,63	2,8347	0,0746	1,7100	0,1710	57,0
5.	5,26	2,8404	0,1495	2,2800	0,2850	57,0

od vrste boje, uslova bojenja, karakteristika materijala i talasne dužine.  $A$  je praktično nezavisna od koncentracije boje  $c$ . Kada bojeni materijal ne bi imao svoju sopstvenu apsorpciju, njegova refleksija bi iznosila 100%. U praksi, svaki materijal ima određenu sopstvenu apsorpciju  $K_f$ , koja se mora dodati apsorpciji koja potiče od boje,  $K_d$ . Suma ovih vrednosti određuje  $R$ :

$$\frac{K_d + K_f}{S} = \frac{(1-R)^2}{2R} \quad (7)$$

Uvođenjem formule za koeficijent refleksije neobojenog materijala u jednačinu (7):

$$\frac{K_f}{S} = \frac{(1-R_f)^2}{2R_f} \quad (8)$$

dobija se jednačina:

$$A_c = \frac{(1-R)^2}{2R} - \frac{(1-R_f)^2}{2R_f} \quad (9)$$

Za određeni materijal, jednačina ima generalni oblik:

$$A_c = f \quad (10)$$

gde je  $f$  funkcija  $R$ , zavisna od talasne dužine:

$$f = \frac{(1-R)^2}{2R} - \frac{(1-R_f)^2}{2R_f} \quad (11)$$

Za određivanje koncentracije korišćenjem jednačine

(11), porede se dve probe. Ako su obe probe bojene istom vrstom boje i imaju istu nijansu, onda njihova apsorpciona konstanta  $A$  zavisi od talasne dužine na isti način i zbog toga praktično ne igra nikakvu ulogu [17,18]. Da bi se ispitala zavisnost koncentracije fiksirane boje u vlaknu od parametara procesa, jedna od proba za upoređivanje se proizvoljno uzima kao standard (indeks  $s$ ), sa 100% relativne reemisije boje, a koncentracije ostalih proba (indeks  $p$ ) se porede sa koncentracijom probe  $s$ . Da bi se odredila koncentracija, neophodno je uvesti sledeće izraze u jednačinu (10):

$$C_p = \frac{f_p}{A} \quad (12)$$

$$C_s = \frac{f_s}{A} \quad (13)$$

Pošto je apsorpciona konstanta boje  $A$  ista za oba obojenja, kombinacija jednačina (12) i (13) rezultuje sledećom proporcijom:

$$\frac{C_p}{C_s} = 100 \frac{f_p}{f_s} (\%) \quad (14)$$

Ako su  $R_p$  i  $R_s$  vrednosti poznate (eksperimentalno određene refleksiometrijski), onda je jedino potrebno korigovati vrednosti za izraz  $(1-R)^2/2R$  (tabelarni podaci) [19] prema jednačini (11). Tada se tražena relativna koncentracije boje proba ( $p$ ) može izračunati.

Kubelka-Munkova jednačina za obojenje koje potiče

Tabela 5. Podaci koji se odnose na uzorke celuloznog materijala bojene smešom boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163  
Table 5. Data related to the samples of cellulosic fabric dyed by mixture of dyes: Reactive yellow 22 and Reactive Blue 163

$c_{RY22} / \%$	$c_{RB163} / \%$	$m_{uzorka} / g$	$m_{RY22} / g$	$m_{RB163} / g$	$m(\text{NaCl}) / g$	$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) / g$	$V / \text{cm}^3$
0,55	0,35	1,4430	0,0079	0,0050	0,0087	0,870	29,0

od jedne boje može da se napiše i u obliku:

$$\frac{K}{S} = \frac{K_f}{S} + AC \quad (15)$$

gde je  $A$  apsorpciona konstanta. Za dve boje, formula se mora proširiti:

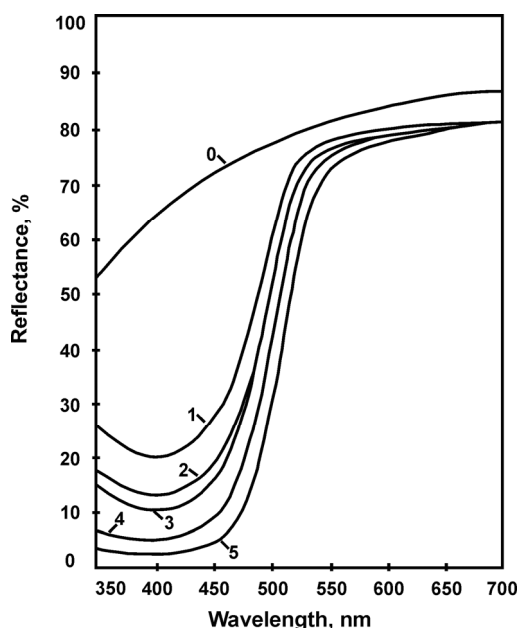
$$\frac{K}{S} = \frac{K_f}{S} + A_1C_1 + A_2C_2 \quad (16)$$

Korišćenjem jednačine (16) i odgovarajućih krivih refleksije, moguće je izračunati koncentraciju pojedinačnih boja, koje u smeši daju ukupno obojenje uzorka [19].

## REZULTATI I DISKUSIJA

### Određivanje koncentracije boje u materijalu bojenom pojedinačnim bojama

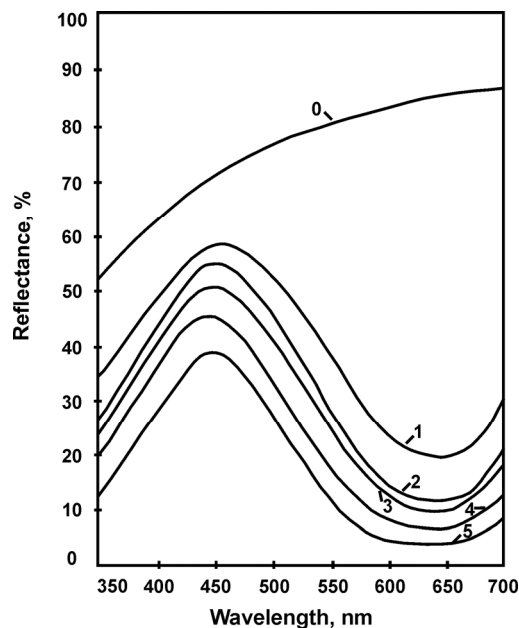
Krive refleksije celuloznog materijala bojenog ispitivanim bojama različitih koncentracija su date na slikama 2 i 3. Ove slike prikazuju sistematsku vezu između vrednosti refleksije i koncentracije boje. Nulte krive predstavljaju vrednosti refleksije neobojenog pamučnog materijala.



Slika 2. Krive refleksije celuloznog materijala bojenog bojom Reactive Yellow 22 različitih koncentracija; 0 – 0; 1 – 0,25; 2 – 0,50; 3 – 0,75; 4 – 1,50; 5 – 3,00%.

Figure 2. Reflectance curves of cellulosic fabric dyed with dye Reactive Yellow 22 of different concentrations: 0 – 0; 1 – 0.25; 2 – 0.50; 3 – 0.75; 4 – 1.50; 5 – 3.00 owf%.

Određivanju nepoznate relativne koncentracije boje u uzorku,  $C_p$ , prethodilo je snimanje krivih refleksije celuloznog materijala bojenog ispitivanim bojama poznate koncentracije i crtanje odgovarajućih kalibracionih krivih.



Slika 3. Krive refleksije celuloznog materijala bojenog bojom Reactive Blue 163 različitih koncentracija; 0 – 0; 1 – 0,45; 2 – 0,88; 3 – 1,42; 4 – 2,63; 5 – 5,26%.

Figure 3. Reflectance curves of cellulosic fabric dyed with dye Reactive Blue 163 of different concentrations: 0 – 0; 1 – 0.45; 2 – 0.88; 3 – 1.42; 4 – 2.63; 5 – 5.26 owf%.

Korišćenjem podataka dobijenih iz krivih refleksije (slike 2 i 3) i njihovim potonjim uvrštavanjem u jednačine (5), (8) i (11), dobijene su nove vrednosti  $K/S$ ,  $K_f/S$  i  $f$  koje se odnose na uzorke bojene bojama Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 (tabele 6 i 7).

Vrednosti za  $R$  i  $R_f$  u tabelama 6 i 7 dobijene su na talasnoj dužini od 395 nm (apsorpcioni maksimum boje Reactive Yellow 22), odnosno 645 nm (apsorpcioni maksimum boje Reactive Blue 163).

Korišćenjem podataka iz tabele 6 dobijena je kalibraciona kriva za boju Reactive Yellow 22 (slika 4).

Jednačina kalibracione krive za Reactive Yellow 22 ima oblik:

$$f = 7,0998C_{RY22} + 16,0256 \quad (17)$$

gde je  $C_{RY22}$  koncentracija boje Reactive Yellow 22 u masenim procentima.

Korišćenjem podataka iz tabele 7 dobijena je kalibraciona kriva za boju Reactive Blue 163 (slika 5).

Jednačina kalibracione krive za Reactive Blue 163 ima oblik:

$$f = 1,9264C_{RB163} + 12,11302 \quad (18)$$

gde je  $C_{RB163}$  koncentracija Reactive Blue 163 u masenim procentima.

Na slici 6 su prikazane krive refleksije uzorka bojenih bojama Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 nepoznatih koncentracija.

$R_f$  and  $R_p$  vrednosti su merene na talasnoj dužini od 395 nm za Reactive Yellow 22 (kriva 0 na slici 2 i kriva 1

Tabela 6. Vrednosti koje se odnose na uzorke bojene bojom Reactive Yellow 22

Table 6. Values that are related to a series of samples dyed with Reactive Yellow 22

Broj uzorka	$c_{boje} / \%$	$R / \%$	$R_f / \%$	$(1-R)^2/2R$	$(1-R_f)^2/2R_f$	$f$
1.	0,44	19,7	62,8	1,6366	0,1102	1,5264
2.	0,96	12,7	62,8	3,0005	0,1102	2,8903
3.	1,39	9,9	62,8	4,1000	0,1102	3,9898
4.	2,73	4,4	62,8	10,3856	0,1102	10,2754
5.	5,55	2,3	62,8	20,7506	0,1102	20,6404

Tabela 7. Vrednosti koje se odnose na uzorke bojene bojom Reactive Blue 163

Table 7. Values related to a series of samples dyed with Reactive Blue 163

Broj uzorka	$c_{boje} / \%$	$R / \%$	$R_f / \%$	$(1-R)^2/2R$	$(1-R_f)^2/2R_f$	$f$
1.	0,45	19,8	85,2	1,6243	0,0129	1,6114
2.	0,88	11,9	85,2	3,2612	0,0129	3,2483
3.	1,42	10,3	85,2	3,9058	0,0129	3,8929
4.	2,63	6,8	85,2	6,3869	0,0129	6,3740
5.	5,26	4,1	85,2	11,2156	0,0129	11,2027

na slici 6) i na talasnoj dužini od 645 nm za Reactive Blue 163 (kriva 0 na slici 3 i kriva 2 na slici 6).

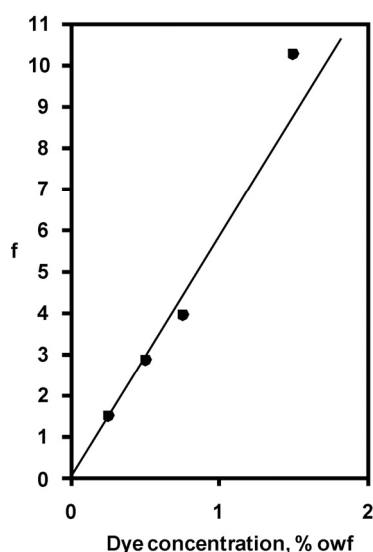
Uvrštavanje  $f_s$  i  $f_p$  vrednosti u jednačinu (14) omogućuje brzo izračunavanje relativne koncentracije boje ( $C_{RY22}$  i  $C_{RB163}$ ) na testiranim uzorcima. Vrednost  $C_s$ , čija je vrednost najbliža vrednosti  $C_p$ , uzima se za standardnu vrednost prilikom izračunavanja.

Podaci koji se odnose na tačnost i reproduktivnost merenja koncentracije boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 na obojenom celuloznom materijalu dati su u tabelama 8 i 9. Odgovarajuće relativne greške su izračunate statističkom obradom podataka dobijenih merenjima.

Linearnost Kubelka–Munkove funkcije se može primeniti jedino pri niskim koncentracijama boje. Prava linija se dobija za niske koncentracije boje, kada se dubina nijanse  $K/S$  nanosi kao funkcija sadržaja boje u tekstilnom materijalu.

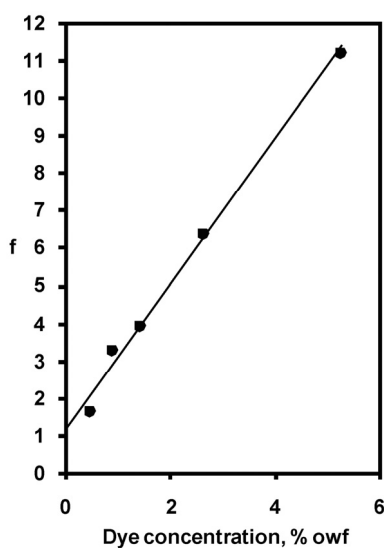
Porastom sadržaja boje u tekstilnom supstratu, prava linija postaje deformisana i biva praktično paralelna pravoj koncentracije pri visokim koncentracijama boje. Na osnovu oblika krive se takođe može izračunati i vrednost zasićenja vlakna bojom [5,7].

$K/S$  vrednosti boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163, za njihove standardne koncentracije u masenim procentima su date na slikama 7 i 8, redom.



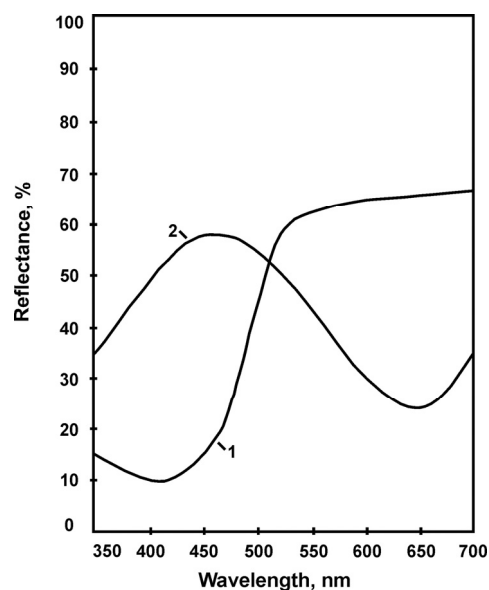
Slika 4. Kalibraciona kriva za boju Reactive Yellow 22.

Figure 4. Calibration curve for Reactive Yellow 22.



Slika 5. Kalibraciona kriva za boju Reactive Blue 163.

Figure 5. Calibration curve for Reactive Blue 163.



Slika 6. Krive refleksije uzoraka bojenih bojama:

1) Reactive Yellow 22; 2) Reactive Blue 163.

Figure 6. Reflectance curves of samples dyed with: 1) Reactive Yellow 22; 2) Reactive Blue 163.

Tabela 8. Tačnost i reproduktivnost određivanja koncentracije boje Reactive Yellow 22 u celuloznom materijalu;  $\bar{x}$  – srednja aritmetička vrednost,  $n$  – broj merenja,  $S$  – standardna devijacija pojedinačnih merenja,  $W$  – koeficijent varijacije,  $E$  – granica pouzdanosti merenja i  $G$  – relativna greška određivanja koncentracije boje pojedinačno

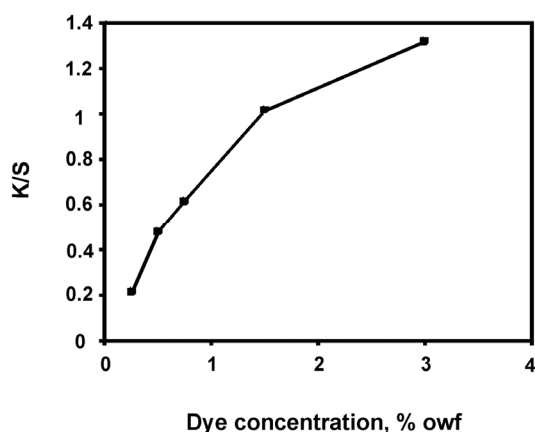
Table 8. Accuracy and repeatability in measurement of the concentration of Reactive Yellow 22 on dyed cellulosic fabric;  $\bar{x}$  – arithmetic mean,  $n$  – number of measurements,  $S$  – standard deviation of the individual measurements,  $W$  – coefficient of variation,  $E$  – the boundary of the measurement reliability,  $G$  – the relative error in the individual determination of Reactive Yellow 22

Odmereno boje, %	$\bar{x}$ / %	$n$	$S$ / %	$W$	$E$	$G$ / %
0,80	0,816	5	0,0241	2,95	0,03	3,66

Tabela 9. Tačnost i reproduktivnost određivanja koncentracije boje Reactive Blue 163 u celuloznom materijalu

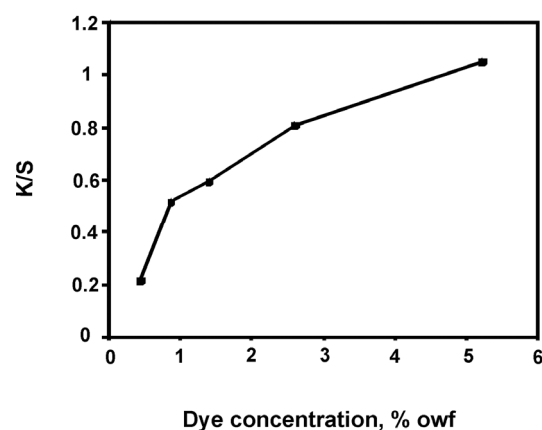
Table 9. Accuracy and repeatability in measurement of concentration of Reactive Blue 163 on dyed cellulosic fabric

Odmereno boje, %	$\bar{x}$ / %	$n$	$S$ / %	$W$	$E$	$G$ / %
0,35	0,33	5	0,0158	4,79	0,02	5,94



Slika 7.  $K/S$  vrednosti boje Reactive Yellow 22 za pet standardnih koncentracija.

Figure 7.  $K/S$  values of Reactive Yellow 22 for five standard concentrations.



Slika 8.  $K/S$  vrednosti boje Reactive Blue 163 za pet standardnih koncentracija.

Figure 8.  $K/S$  values of Reactive Blue 163 for five standard concentrations.

Primenom granične relacije između vrednosti refleksije materijala i koncentracije boje (jednačine (19) i (20)) [7], izračunate su teorijske  $K/S$  vrednosti, tako što je uzeta  $K/S$  vrednost za jednu, početnu koncentraciju boje i ta vrednost je korišćena za izračunavanje  $K/S$  vrednosti uzoraka ostalih koncentracija boje, uvrštavanjem tih vrednosti u jednačinu (19) (za svaku od koncentracija; indeksom 1 su označene početna koncentracija i njena  $K/S$  vrednost (dobijena merenjem), a indeksom 2 su sukcesivno označavane ostale koncentracije i njihove  $K/S$  vrednosti, koje su računate); prilikom izračunavanja  $K/S$  vrednosti ostalih koncentracija, pretpostavljeno je da je veza između  $K/S$  i koncentracije linearna za bilo koju vrednost koncentracije. Potom su poređene izmerene i izračunate  $K/S$  vrednosti (slike 9 i 10).

$$\lim_{R \rightarrow 0} \frac{C_2}{C_1} = \lim_{R \rightarrow 0} \frac{(K/S)_2}{(K/S)_1} = \lim_{R \rightarrow 0} \frac{(n-R)^2}{n(1-R)^2} = \frac{n^2}{n} = n \quad (19)$$

$$\frac{C_2}{C_1} = \left[ \frac{(K/S)_2 A^{-1}}{(K/S)_1 A^{-1}} \right] = n \quad (20)$$

Izmerene i izračunate  $K/S$  vrednosti za proces bojenja bojama Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 su predstavljene na slikama 9 i 10. Izmerene  $K/S$  vrednosti su stvarne  $K/S$  vrednosti uzoraka dobijene na osnovu refleksiometrijskih merenja obojenih uzoraka. Izračunate  $K/S$  vrednosti su dobijene primenom izmerene (stvarne)  $K/S$  vrednosti uzorka bojenog bojom Reactive Yellow 22 koncentracije 0,25%, odnosno, bojom Reactive Blue 163, koncentracije 0,45% (slike 9 i 10).

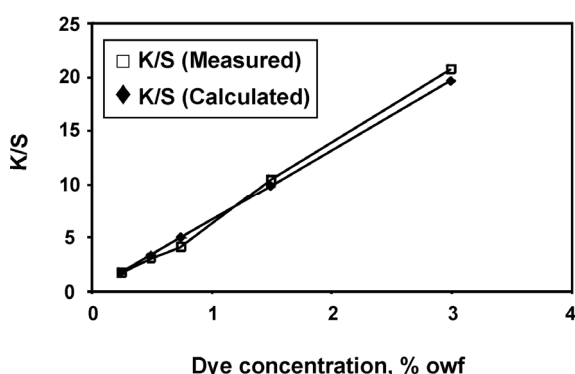
Na slikama 9 i 10 se može uočiti da granična relacija daje bliske vrednosti pri niskim koncentracijama boje, tj. 0,1–1,0%. Porastom koncentracije boje rastu i razlike između izmerenih i izračunatih  $K/S$  vrednosti. Pri višim koncentracijama boje, izmerene i izračunate  $K/S$  vrednosti se dosta razlikuju, ukazujući na to da granična relacija u tom ospegu više nije prihvatljiva [7].

#### Određivanje koncentracije boje u materijalu bojenom smešom boja

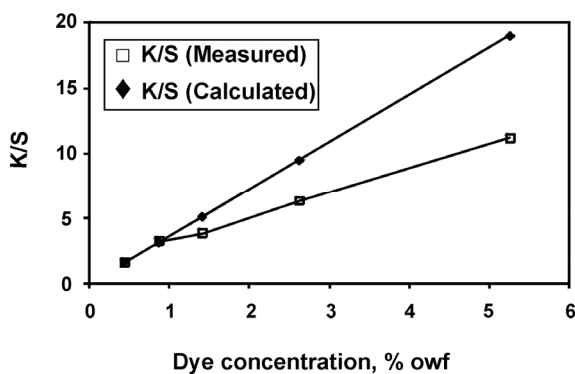
Određivanje koncentracije pojedinačnih boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 u binarnoj smeši je zasnovano na apsorpcionoj konstanti, koja je izračunata iz serije uzoraka bojenih pojedinačnim bojama. Kod se-

rije uzoraka bojenih pojedinačnim bojama, bila je neopodnozna i slepa proba (ne sirov materijal, već jedno obojenje sa 0% boje). Ovaj uzorak je izlazna baza za određivanje apsorpcione konstante. Prvo su izračunate sve  $K/S$  vrednosti slepe probe i serije uzoraka bojenih ispitivanim bojama na obe talasne dužine (apsorpcioni maksimumi ispitivanih boja). Apsorpciona konstanta  $A$  se može izračunati zamenom odgovarajućih vrednosti u jednačinu (21):

$$A = \frac{1}{C} \left( \frac{K}{S} - \frac{K_s}{S} \right) \quad (21)$$



Slika 9. Izmerene i izračunate  $K/S$  vrednosti naspram koncentracije boje Reactive Yellow 22.  
Figure 9. Measured and calculated  $K/S$  values against dye concentrations for Reactive Yellow 22.



Slika 10. Izmerene i izračunate  $K/S$  vrednosti naspram koncentracije boje Reactive Blue 163.  
Figure 10. Measured and calculated  $K/S$  values against dye concentrations for Reactive Blue 163.

Teorijski, vrednosti apsorpcione konstante bi morale da budu jednake za sve koncentracije jedne boje na jednoj talasnoj dužini. Ipak, tekstilna obojenja često odstupaju od teorije.

Rezultati koji su dobijeni za apsorpcione konstante ispitivanih reaktivnih boja predstavljaju srednju vrednost od pet vrednosti dobijenih za svaki obojeni uzorak. U tabeli 10 su date vrednosti apsorpcionih konstanti za ispitivane boje Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163.

Figure 10. Measured and calculated  $K/S$  values against dye concentrations for Reactive Blue 163

Table 10. Absorption constants used for examining Reactive Yellow 22 and Reactive Blue 163

Boja	$A (\lambda_{395nm})$	$A (\lambda_{645nm})$
Reactive Yellow 22	6,1872	0,0600
Reactive Blue 163	0,2914	2,9134

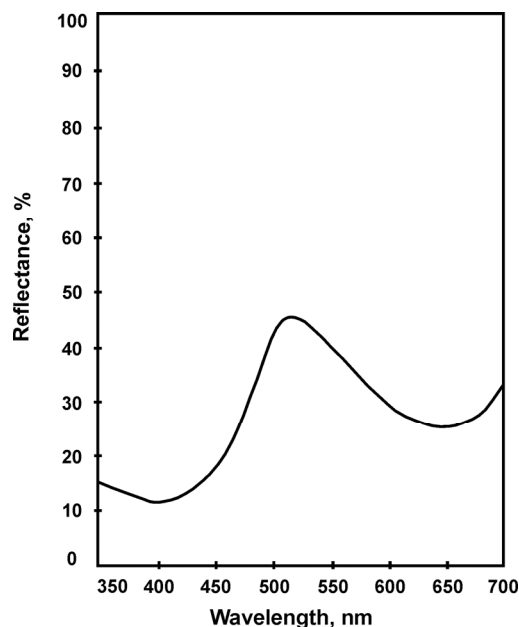
Ako je poznata refleksiona kriva uzorka obojenog smešom ove dve reaktivne boje, može se izračunati tražena koncentracija boja primenom sistema jednačina koji se izvodi na osnovu Kubelka–Munkove jednačine za obojenje koje potiče od dve boje.

Vrednosti apsorpcionih konstanti i  $K/S$  vrednosti određene u prethodnom odeljku su korišćene u sistemu jednačina.

Uvrštanjem odgovarajućih vrednosti u sistem jednačina koje se odnose na smešu boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163, dobijen je sistem od dve linearne jednačine (22) sa dve nepoznate vrednosti koje treba izračunati. Koncentracije pojedinačnih boja u smeši su dobijene rešavanjem ovog sistema jednačina:

$$\begin{aligned} 6,3901 &= 0,1102 + 6,1872C_{py} + 0,2914C_{pb} \\ 1,0656 &= 0,0129 + 0,0600C_{py} + 2,9134C_{pb} \end{aligned} \quad (22)$$

Krive refleksije celuloznog materijala bojenog smešom boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 date su na slici 11.



Slika 11. Krive refleksije uzorka bojenog smešom boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163.

Figure 11. Reflectance curve of sample dyed with mixture of Reactive Yellow 22 and Reactive Blue 163.

Podaci u tabeli 11 se odnose na tačnost i reproduktivnost određivanja koncentracija boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163.

Tabela 11. Tačnost i reproduktivnost određivanja koncentracije boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 u smeši  
 Table 11. Accuracy and repeatability of concentration measurement of Reactive Yellow 22 and Reactive Blue 163 mixture in the dyed cellulosic fabric

Boja	Odmereno boje, %	$\bar{x}$ / %	<i>n</i>	<i>S</i> / %	<i>W</i>	<i>E</i>	<i>G</i> / %
Reactive Yellow 22	0,55	0,544	5	0,0152	2,79	0,19	3,47
Reactive Blue 163	0,35	0,346	5	0,0089	2,58	0,01	3,19

low 22 i Reactive Blue 163 u smeši u obojenom celuloznom materijalu. Odgovarajuće relativne greške su izračunate statističkom obradom podataka dobijenih merenjima.

## ZAKLJUČAK

Na osnovu krivih refleksije celuloznog materijala bojenog bojama Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163, pojedinačno i u smeši, razmatrana je veza između refleksije i koncentracije boje. Veza između refleksije i koncentracije je određena matematički, primenom teorije Kubelke i Munka. Relativne greške određivanja koncentracije pojedinačnih boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 su iznosile 3,66 i 5,94%, redom. Relativne greške određivanja boja Yellow 22 i Reactive Blue 163 u smeši su iznosile 3,47 i 3,19%, redom, i izračunate su statističkom obradom podataka dobijenih merenjima. Rezultati su pokazali da se refleksiometrija može uspešno primeniti kao tehnika za određivanje koncentracije boja Reactive Yellow 22 i Reactive Blue 163 u obojenom celuloznom materijalu i da se stoga može primeniti u industrijskoj praksi kao metoda za kontrolu obojenja u procesima bojenja.

## Zahvalnica

Autori se zahvaljuju Ministarstvu prosvete i nauke na pruženoj podršci ovom eksperimentalnom radu u okviru projekta TR 34020.

## LITERATURA

- [1] A.K.R. Choudhury, *Textile Preparation and Dyeing*, Science Publishers, Enfield, 2006.
- [2] S.M. Burkinshaw, D. Katsarelias, A study of the wash-off and aftertreatment of dichlorotriazinyl reactive dyes on cotton, *Dyes Pigm.* **29** (1995) 139–153.
- [3] *Modern Techniques in Applied Spectroscopy*, F.M. Mirabella (Ed.), John Wiley & Sons, New York, 1998, pp. 192–208.
- [4] E. Allen, in: *Optical Radiation Measurements*, Vol. 2: *Colour Measurements*, F.C. Grum, C.J. Bartleson (Eds.), Academic Press, New York, 1980, pp. 303–396.
- [5] B. Becerir, A novel approach for estimating the relation between K/S value and dye uptake in reactive dyeing of cotton fabrics, *Fibre Polym.* **6** (2005) 224–228.
- [6] B. Becerir, An experimental investigation on fabric cover factor, fabric reflectance and fibre fineness, *Colourage* **1** (2003) 53–56.
- [7] J.N. Ethers, Influence of fabric surface effects on colour depth and hue of garment dyed textiles, *Am. Dyestuff Rep.* **86** (1997) 15–19.
- [8] R. McDonald, *Colour Physics for Industry*, SDC, Bradford, 1987, p. 117.
- [9] S.M. Burkinshaw, K. Ganghi, The Wash-off of reactive dyes on cellulosic fibres. Part 3: Dichlorotriazinyl dyes on lyocell, *Dyes Pigm.* **34** (1997) 63–74.
- [10] J.A. Fowler, D.K. Lawman, *Batch Dyeing Process for Cellulosic Fibres. Practical Application*, Imperial Chemical Industries, London, 1995, p. 93.
- [11] S.M. Burkinshaw, Z. Bahrini, A study of the dyeing of cotton with commercial dichlorotriazinyl reactive dyes, *Dyes Pigm.* **27**(1995) 169–182.
- [12] P. Kubelka, F. Munk, Ein Beitrag zur Optik der Farbenstriche, *Techn. Physik.* **12** (1931) 593–601.
- [13] O. Glenz, W. Beckman, Untersuchungen über Färbvorgang von Polyacrylnitrilfasern mit basischen Farbstoffen (I), *Melliand Textilber.* **30** (1957) 296.
- [14] W. Beckman, Zur Kinetik der Farben von Polyacrylnitrilfasern mit basischen Farbstoffen, *Melliand Textilber.* **39** (1958) 1121.
- [15] U. Mayer, W. Ender, A. Wurz, Über die Bedeutung von Aufziehkurven bei der Auswahl kationischer Farbstoffe zum Färben von Polyacrylnitrilfasern (I), *Melliand Textilber.* **47** (1966) 653.
- [16] W. Wendlandt, H.G. Hecht, *Reflectance Spectroscopy*, Interscience Publishers, New York, 1966.
- [17] A. Brockes, Zur Problematik von Farbstärke und Farbtiefe, *Textilveredlung* **10** (1975) 47.
- [18] W. Baumann, Determination of relative color strength and residual color difference by means of reflectance measurements, *Melliand Textilber.* **67** (1986) 562.
- [19] A. Brockes, D. Strocka, B. A-Schunn, Farbmessung in der Textilindustrie, *Bayer Farben Rev.* **4** (1986) 60.



## SUMMARY

### DETERMINATION OF TWO REACTIVE DYES CONCENTRATION IN DYED COTTON FABRIC

Milena Miljković<sup>1</sup>, Milovan Purenović<sup>1</sup>, Miodrag Stamenković<sup>2</sup>, Milica Petrović<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, University of Niš, Niš, Serbia*

<sup>2</sup>*Department of Textile Engineering, Faculty of Technology, University of Niš, Leskovac, Serbia*

(Professional paper)

The purpose of this paper was to determine the unknown concentration of dichlorotriazinyl reactive dyes, namely Reactive Yellow 22 and Reactive Blue 163, in dyed cotton fabric. The samples of cotton fabric were dyed individually with each dye as well as with a mixture of two dyes. The unknown concentrations of dyes were determined by measuring the corresponding reflectance values of dyed fabric samples and then using the relation between the concentration and reflectance values of the samples. The method set by Kubelka and Munk was used. The accuracy and repeatability of the concentrations determination were calculated by the statistical processing of the data obtained by measurements. Relative errors of individual determination of Reactive Yellow 22 and Reactive Blue 163 were 3.66 and 5.94% respectively. Relative errors in determination of Reactive Yellow 22 and Reactive Blue 163 in a mixture were 3.47 and 3.19%, respectively. The results showed that reflectance spectrophotometry can be successfully used as the method for concentration determination of Reactive Yellow 22 and Reactive Blue 163 in dyed cotton fabric and can therefore be applied as the shade control method in dyeing.

*Keywords:* Reflectance spectrophotometry • Reactive dyes • Cotton fabric • Dye concentration