

## Oblikovanje »lotosovega efekta« na bombažni tkanini s plazmo, encimi in apreturo sol-gel

### *Creation of "Lotus Effect" on Cotton Fabric with Use of Plasma, Enzymes and Sol-gel Finishing*

**Izvirni znanstveni članek/Original Scientific Paper**

Prispelo/Received 07-2012 • Sprejeto/Accepted 08-2012

---

#### Izvleček

V raziskavi je bil proučevan vpliv predobdelave bombažne tkanine z okolju prijaznimi postopki, kot sta plazma in encimi na kakovost vodo- in oljeodbojne apreture sol-gel. Vzorci, obdelani z nizkotlačno plazmo vodne pare, celulazami in tudi njunima kombinacijama, so bili naknadno impregnirani z modificiranim fluoroalkil siloksanom. Morfološke spremembe modificiranih in apretiranih celuloznih vlaken so bile proučene z vrstično elektronsko mikroskopijo. Prisotnost perfluoriranega nanokompozitnega apreturnega filma na površini tkanine je bila potrjena s Fourierjevo transformacijsko infrardečo spektroskopijo. Vodoodbojnost apretiranih vzorcev pred pranjem in po večkratnem pranju je bila določena z meritvami statičnih stičnih kotov vode, oljeodbojnost pa po standardni metodi AATCC 118-1966 T. Določeni so bili koti zdrsa kaplje vode po površini apretirane tkanine kot tudi vpliv modifikacije in apreture bombažne tkanine na njeno togost in pretržno trdnost. Iz rezultatov je razvidno, da je predobdelava tkanine s plazmo in encimi povzročila nastanek mikro- do nanostrukturirano hrapavost površine vlaken, kar je posledično vplivalo na povečanje stičnih kotov vode nad 150°, zmanjšanje kota zdrsa in povečanje oljeodbojnosti apretirane tkanine. »Lotosov efekt« je bil najbolj izražen na apretiranih vzorcih, ki so bili predobdelani s plazmo. Kemijska modifikacija vlaken ni bistveno spremenila togosti tkanine, nekoliko je poslabšala njeno pretržno silo.

Ključne besede: bombaž, plazma, encimi, apretura sol-gel, lotosov efekt, fizikalne lastnosti

#### Abstract

*In this research, the influence of the pre-treatment of cotton using environmentally friendly processes, i.e. plasma and enzymes, on the quality of hydro- and oleophobic sol-gel coating was studied. The samples were pre-treated with low-pressure water vapour plasma, cellulases and their combinations, and subsequently finished with modified fluoroalkil siloxane. The morphological changes of the pre-treated and finished cellulose fibres were examined with the scanning electron microscopy. The presence of perfluorinated nanocomposite coating on the fabric samples surface was confirmed with the Fourier transform infrared spectroscopy. The hydrophobicity of finished samples before and after repeated washing was determined by measuring static contact angles of water, while the oleophobicity was determined according to the AATCC 118-1966 standard method T. The sliding water angles were measured on the surface of finished fabric samples. The impact of pre-treatment and finishing of cotton fabric on*

Vodilni avtorici/Corresponding authors:

**Dr. Marija Gorjanc**

Tel.: 00386 1 200 32 55, e-mail: marija.gorjanc@ntf.uni-lj.si

**Dr. Barbara Simončič**

Tel.: 00386 1 200 32 31, e-mail: barbara.simoncic@ntf.uni-lj.si

*Tekstilec, 2012, letn. 55, št. 3, str. 206–214*

its stiffness and tensile strength was measured as well. The results show that the pre-treatment of cotton using plasma and enzymes results in the creation of micro- to nanostructured surface roughness of fibres, increased water contact angle higher than 150°, decreased sliding water angle and increased oleophobicity of sol-gel finished fabric. The "lotus effect" was the most noticeable on the finished samples, pre-treated with plasma. The chemical modification of fibres did not change the stiffness of the fabric; however, it did slightly worsen its breaking force.

Keywords: cotton, plasma, enzymes, sol-gel finish, lotus effect, physical properties

## 1 Uvod

Biomimetične tekstilije z »lotosovim efektom« imajo čedalje večji pomen pri izdelavi zaščitnih tekstilnih izdelkov, izdelkov za šport in prosti čas ter tehničnih tekstilij. Tako obdelane tekstilije imajo mikro- do nanostrukturirano hrapavo supervodoodbojno, oljeodbojno in samočistilno površino, ki je hkrati dihalno aktivna. To da tekstilijam posebne funkcionalne lastnosti, in sicer visoko vodoodbojnost s stičnim kotom vode, večjim od 150°, kotom zdrsa vode blizu 10°, odbojnost za različna olja, čistost površine, s katere se umazanija preprosto odstrani, in ohranitev poroznosti tekstilije, prek katere se z lahkoto odvajajo telesne izparine [1–3]. Takšne lastnosti so zelo pomembne za tekstilije iz naravnih vlaken, predvsem celuloznih, ki so še vedno med najpogosteje uporabljenimi surovinami v tekstilni industriji. Največji odstotek ima pri celulozi bombaž, ki je skoraj nepogrešljiv vir surovin, biokompatibilen in vsestranski za uporabo. Za potrebe barvanja, tiskanja ali apretiranja je treba bombaž primerno pripraviti. Zaradi čedalje večjih prizadevanj za uporabo okolju sprejemljivih postopkov za spreminjanje lastnosti tekstilij in pri pripravah tekstilij na nadaljnje plemenitilne procese so v razvoju nove tehnologije, kjer sta nedvomno najpomembnejši uporaba biotehnologije (encimov) in plazemske tehnologije [4–9]. V tekstilni industriji so najpogosteje uporabljeni encimi celulaze s širokim spektrom uporabe, od bioobdelave jeansa za doseganje videza spranosti do biopoliranja pletiva za odstranjevanje štrlečih vlakenc. Ta proces je odvisen od lastnosti celulaz in pogojev, pri katerih obdelujemo celulozo, kot so koncentracija encimov, kopelno razmerje, čas obdelave, temperatura in pH kopeli [10–14]. Učinkovitost encimov na hidrolizo bombaža pa je odvisna od sinergijskega delovanja več vrst encimov celulaz, ki razgradijo makromolekule celuloze v krajše verige lahko celo do posameznih glukoznih molekul. S pravilno uporabo encimov pri procesih plemenitenja

lahko močno zmanjšamo porabo vode, energije, časa in nevarnih kemikalij [13]. Postopek, pri katerem prav tako močno vplivamo na ekonomičnost in ekološki pristop plemenitilnih procesov, je uporaba termodinamsko nestabilne plazme [15–17]. Obdelava tekstilij s plazmo spremeni površino vlaken in s tem njihove lastnosti. V primerjavi z mokrimi kemijskimi postopki, kjer tekočina prodre v notranjost tekstilije, povzroči obdelava s plazmo površinske reakcije le na nekaj nm površine tekstilije, pri čemer se mehanske lastnosti materiala ne poslabšajo [18]. Ko plazma reagira s tekstilnim substratom, se najprej na površini substrata tvorijo aktivna mesta in nove funkcionalne skupine, ki spremenijo reaktivnost substrata. Dlje ko obdelujemo substrat s plazmo, bolj prehajamo v območje jedkanja, ki vodi v povečanje mikro- do nano-hrapavosti površine in sprememb morfologije vlaken [19, 20]. Nanostrukturiranje površine bombaža poveča adhezijo nanodelcev in nanokompozitov [4, 5, 21–23]. Raziskave so pokazale, da kombinirana obdelava bombaža z encimi in plazmo izboljša hidrofilnost vlaken bolj kot posamezna obdelava. Učinek je bil izrazitejši pri obdelavi z encimi v prvi fazi in obdelavi s plazmo v drugi fazi [24].

Vodo- in oljeodbojne zaščitne lastnosti ob hkratnem ohranjanju dihalne aktivnosti tekstilije lahko dosežemo z uporabo ustreznega postopka kemijske apreture, kjer se je v zadnjem desetletju uveljavila tehnologija sol-gel. To je nanotehnološki postopek, s katerim na površini vlaken oblikujemo kompozitni anorganski-organski hibridni apretorni film [25]. Pri izvedbi apreture sol-gel uporabimo prekursorje različnih kemijskih struktur, ki jih v ustrezni koncentraciji pripravimo v stabilni suspenziji (solu). Pri nanosu sola na tekstilna vlakna se v reakcijah hidrolize in kondenzacije pod ustreznimi pogoji prekursorji zamrežijo v tridimenzionalno polimerno strukturo, ki apreturi daje zahtevane funkcionalne lastnosti. Če so na površini vlaken prisotne funkcionalne hidroksilne skupine, se lahko prekursorji kemijsko kovalentno

vežejo tudi z vlakni, kar poveča pralno obstojnost apreture. Za oblikovanje vodo- in oljeodbojnih lastnosti uporabljamo prekursorje sol-gel s funkcionalnimi perfluoriranimi skupinami, ki so zaradi svoje izjemno majhne površinske energije odbojni tako za vodo kot za olje [26].

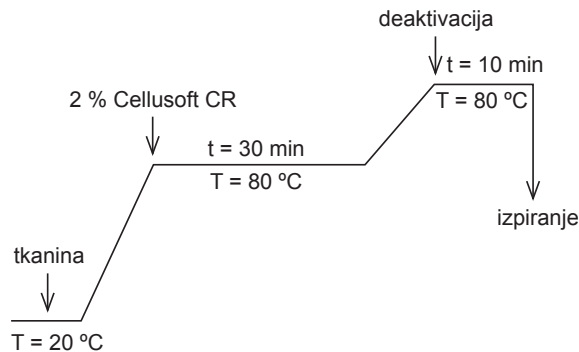
Namen naše raziskave je bil proučiti vpliv obdelave bombaža z encimi in s plazmo na učinkovitost vodo- in oljeodbojne apreture sol-gel in njene obstojnosti na pranje. Predvidevali smo, da bomo z obdelavo z encimi in s plazmo dosegli nastanek mikro- do nanostrukturirane hrapave površine vlaken, povečali koncentracijo s kisikom bogatih funkcionalnih skupin, s tem pa vodovpojnost in kemijsko aktivnost površine, kar bi omogočalo močnejše vezanje apreturnega filma sol-gel na vlakna in njegovo boljšo pralno obstojnost. Članek je novost na področju raziskav naprednih plemenitilnih postopkov, saj združuje tri najnovejše tehnologije in proučevanje njihovih medsebojnih učinkov.

## 2 Eksperimentalni del

Vzorci 100-% beljene bombažne tkanine (CO) s ploščinsko maso  $123,5 \text{ g/m}^2$  smo obdelali z encimi, s plazmo in kombinacijo obeh obdelav v različnem vrstnem redu ter na neobdelane in obdelane vzorce nanесли apreturo sol-gel.

### 2.1 Obdelava z encimi in s plazmo

Za obdelavo bombaža z encimi smo uporabili celuloze Cellusoft CR (Novozymes A/S, Danska) v 2-odstotni koncentraciji in vzorce obdelovali v kopelnem razmerju 1 : 20 pri temperaturi  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  in pH 6. Po obdelavi smo encime deaktivirali z dvigom temperature kopeli na  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  za 10 min. Sledila sta izpiranje tkanine s hladno vodo in sušenje na zraku. Diagram encimatske obdelave je prikazan na sliki 1. Za obdelavo s plazmo smo uporabili nizkotlačno RF induktivno sklopljeno plazmo vodne pare [21, 23] in vzorce obdelovali 15 sekund pri tlaku  $0,4 \text{ mbar}$  in električnem toku  $0,3 \text{ A}$ . Po obdelavi s plazmo smo vzorce prenesli v eksikator, ki je vseboval silikagel. Pri kombinaciji obdelave z encimi in s plazmo smo vzorce obdelali dvofazno na dva načina. V enem primeru smo v prvi fazi obdelali tkanino s plazmo in jo v drugi fazi obdelali z encimi. V drugem primeru pa smo tkanino v prvi fazi obdelali z encimi in jo suho v drugi fazi obdelali s plazmo.



Slika 1: Diagram encimatske obdelave

### 2.2 Apretiranje

Neobdelane in obdelane vzorce smo apretirali z 10-% solom z modificiranim fluoroalkil siloksanom (FAS) z vodo- in oljeodbojnimi lastnostmi (S-GUARD F 8815, Chemcolor, Slovenija). Apretiranje smo izvedli po impregnirnem postopku, ki je vključeval polno omakanje vzorcev v impregnirni kopeli pri temperaturi  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  in pH 5, ožemanje na laboratorijskem dvovaljčnem fularju z 80-% ožemalnim učinkom, sušenjem pri temperaturi  $110 \text{ }^\circ\text{C}$  in kondenziranjem pri temperaturi  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  pet minut v razpenjalnem sušilniku. Po apretiranju smo pustili vzorce odležati 14 dni, da se je apreturni film na površini vlaken popolnoma zamrežil.

### 2.3 Pranje

Apretirane vzorce smo enkrat in petkrat prali v Launderometru po standardni metodi ISO 105-C01:1989. Pranje smo izvedli v kopelnem razmerju 1 : 50 z uporabo  $5 \text{ g/l}$  standardnega pralnega sredstva brez optičnih osvetljevalcev (SDC referenčni detergent, tip 3), 30 minut pri temperaturi  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ . Po pranju smo vzorce sprali pod tekočo vodo in jih posušili na zraku.

### 2.4 Metode preiskav

#### 2.4.1 Vrstična elektronska mikroskopija (SEM)

Morfološke lastnosti vzorcev smo določili z uporabo JSM-6060LV (JEOL, Japonska) vrstičnega elektronskega mikroskopa [27] pri 6500-kratni povečavi.

#### 2.4.2 Infrardeča spektroskopija s Fourierjevo transformacijo (FTIR)

Spektre vzorcev smo posneli z metodo FTIR ATR na spektrometru FTIR Spectrum 100 (PerkinElmer, Velika Britanija) [28] v območju valovnih števil od  $4000$  do  $600 \text{ cm}^{-1}$ . Vsak spekter je povprečje dvaintridesetih spektrov, posnetih pri ločljivosti  $4 \text{ cm}^{-1}$ .

### 2.4.3 Statični stični koti

Meritve stičnih kotov vode na apretiranih vzorcih pred pranjem in po večkratnem pranju smo opravili na goniometru DSA 100 (Krüss, Nemčija). Kaplje vode, velike 5  $\mu\text{l}$ , smo nanašali na različna mesta vzorca, stične kote pa določili z uporabo modela Young-Laplace. Na vsakem vzorcu tkanine smo opravili vsaj 10 meritev stičnih kotov pri sobni temperaturi ter kot rezultat podali njegovo srednjo vrednost kota,  $\theta$ , ki smo ga določili po 30 sekundah merjenja.

### 2.4.4 Koti zdrsa

Meritve kota zdrsa vodne kaplje po površini apretiranih vzorcev smo izvedli tako, da smo vzorec tkanine pritrdili na nagibni nosilec, na vodoravno ležeči vzorec nanesli kapljo vode in postopoma večali naklon nosilca. Pri kritičnem naklonu nosilca, pri katerem se je kaplja vode skotalila s površine tkanine, smo izmerili kot zdrsa,  $\alpha$ .

### 2.4.5 Oljeodbojnost

Oljeodbojnost apretiranih vzorcev smo določili s statično metodo po standardu AATCC 118 – 1966 T. Uporabili smo osem topil (ogljikovodikov), ki so se med seboj razlikovala po površinski napetosti. Topila so bila označena z zaporednimi številkami od 0 do 8, kjer je 0 pripadala topilu z najvišjo in 8 topilu z najnižjo površinsko napetostjo. Na površino vzorca smo nanesli več kapelj vsakega testnega topila ter pod kotom 45° trideset sekund opazovali razširjanje kapelj. Kot oceno smo podali številko topila, ki je bilo zadnje v vrsti, ki še ni popolnoma omočilo vzorca.

### 2.4.6 Togost

Togost vzorcev smo določili po standardu ASTM D1388-64 (metoda A). Vzorce, velike 15 cm x 2,5 cm (daljša stranica po osnovi), smo položili na mizo z naklonom 41,5° ter jim določili previsno dolžino,  $l$ , ki je ustrezala dolžini vzorca, pri kateri se je zaradi lastne teže dotaknil naklona mize. Togost,  $U$ , smo izračunali po enačbi 1:

$$U = T \left(\frac{l}{2}\right)^3 \quad (1)$$

kjer je  $T$  ploščinska masa tkanine. Togost smo podali kot povprečje dvajsetih meritev. Meritve smo opravili na vzorcih, ki so bili pred tem 24 ur izpostavljeni standardnim pogojem (relativna vlažnost 65  $\pm$  2 %, temperatura 20  $\pm$  1 °C).

### 2.4.7 Pretržna sila

Meritve pretržne sile vzorcev smo opravili na stroju Instron 5567 (Instron, Velika Britanija) za tkanine po standardu ISO 2062:1997. Vzorce, velike 15 cm x 2,5 cm, smo vpeli med prižemi, razmaknjeni za 5 cm. S premikanjem zgornje prižeme je na vzorec delovala čedalje večja sila, dokler se ni vzorec pretrgal. Na podlagi pretržne sile, ki je bila povprečna vrednost petih meritev, smo določili relativno zmanjšanje pretržne trdnosti,  $q_{red}$ , vzorcev po enačbi 2:

$$q_{red} = \frac{F_O}{F_N}, \quad (2)$$

kjer sta  $F_O$  in  $F_N$  pretržni sili obdelanega in neobdelanega vzorca. Meritve smo opravili na vzorcih, ki so bili pred tem 24 ur izpostavljeni standardnim pogojem (relativna vlažnost 65  $\pm$  2 %, temperatura 20  $\pm$  1 °C).

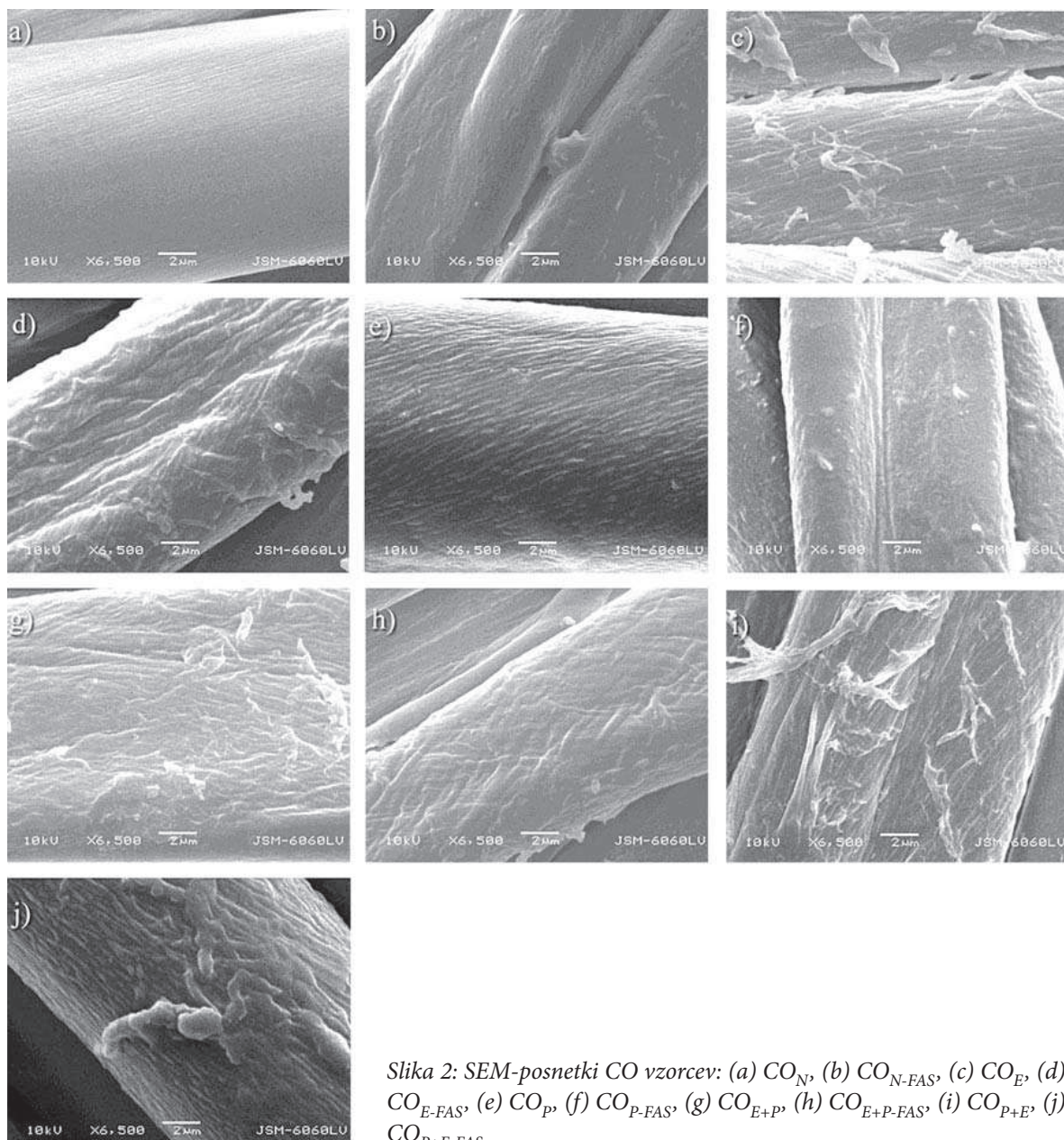
## 3 Rezultati z razpravo

V preglednici 1 so zbrane oznake vzorcev in njihov opis glede na obdelavo.

Preglednica 1: Oznake vzorcev in njihov opis glede na obdelavo

Oznaka vzorca	Opis vzorca glede na obdelavo
CO <sub>N</sub>	neobdelan
CO <sub>E</sub>	obdelan z encimi
CO <sub>P</sub>	obdelan s plazmo
CO <sub>E+P</sub>	obdelan z encimi in s plazmo
CO <sub>P+E</sub>	obdelan s plazmo in z encimi
CO <sub>N-FAS</sub>	obdelan z apreturo sol-gel
CO <sub>E-FAS</sub>	obdelan z encimi in apreturo sol-gel
CO <sub>P-FAS</sub>	obdelan s plazmo in z apreturo sol-gel
CO <sub>E+P-FAS</sub>	obdelan z encimi, s plazmo in z apreturo sol-gel
CO <sub>P+E-FAS</sub>	obdelan s plazmo, z encimi in apreturo sol-gel

Na sliki 2 so prikazani SEM-posnetki CO-vzorcev.



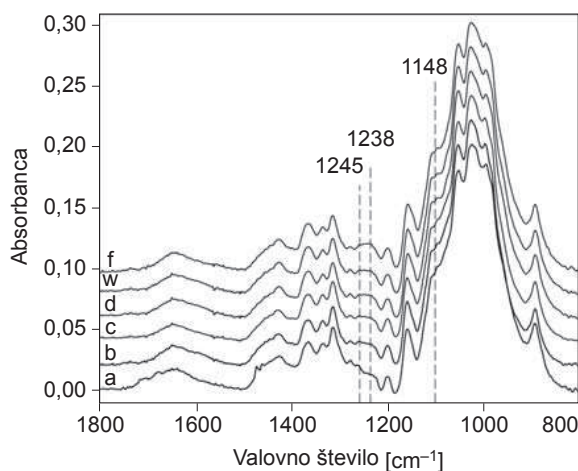
Slika 2: SEM-posnetki CO vzorcev: (a)  $CO_N$ , (b)  $CO_{N-FAS}$ , (c)  $CO_E$ , (d)  $CO_{E-FAS}$ , (e)  $CO_P$ , (f)  $CO_{P-FAS}$ , (g)  $CO_{E+P}$ , (h)  $CO_{E+P-FAS}$ , (i)  $CO_{P+E}$ , (j)  $CO_{P+E-FAS}$

Iz slike 2 je razvidno, da vse obdelave vplivajo na spremembo morfologije površine CO-vlaken.  $CO_N$  ima gladko površino v primerjavi z drugimi vzorci, čeprav so na površini opazne značilne brazde in makrofibrili, ki so orientirani pretežno v smeri osi vlakna (slika 2 (a)). Brazde postanejo manj opazne po nanosu apreture sol-gel (slika 2 (b)), ki po zamreženju tvori na vlaknu tanek film. Po obdelavi z encimi se opazi povečana mikrohrapavost vlaken  $CO_E$ , prisotni so posamezni fibrili, ki štrlijo stran od vlaken (slika 2 (c)). Razlog za to je v hidrolitični aktivnosti celulaz, ki jim omogoča, da napadejo

celulozne molekule v primarni celični steni, kar se opazi kot luščenje celuloze z bombažnih vlaken [24, 29]. Apertura sol-gel je zmanjšala videz luščenja in poudarila hrapavost vlaken (slika 2 (d)). Po obdelavi s plazmo (slika 2 (e)) opazimo očiščeno in izraziteje brazdasto makrofibrilno strukturo z enakomerno hrapavo površino. Individualni makrofibrili in njihove prečne povezave so vidni v primarni celični steni. Obdelava s plazmo povzroča poleg funkcionalizacije [30] tudi jedkanje površine, kar vodi v nanostrukturirano hrapavost površine vlaken [21]. Apertura sol-gel na vzorcu, ki je bil obdelan s plazmo, pa

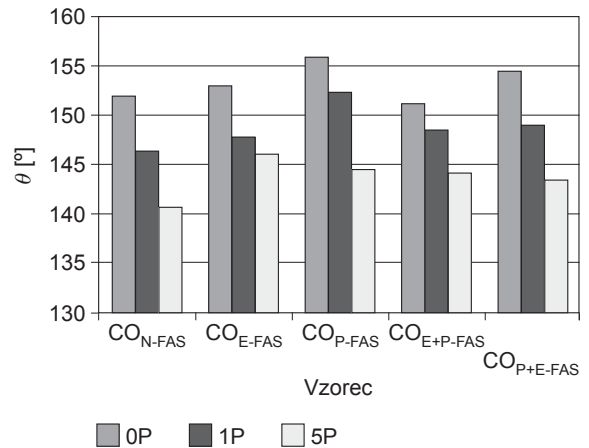
nanohrapavost delno zamaskira (slika 2 (f)). Podobno površinsko morfologijo, kot jo ima  $CO_E$ , imata tudi  $CO_{E+P}$  (slika 2 (g)) in  $CO_{P+E}$  (slika 2 (i)), vendar pri  $CO_{E+P}$  posamezni fibrili niso tako izraziti. Razlog za to je verjetno v tem, da je obdelava s plazmo povzročila jedkanje, čiščenje in delno odstranitev posameznih štrlečih fibrilov, ki so nastali po obdelavi z encimi. Vzorca  $CO_{E+P-FAS}$  (slika 2 (h)) in  $CO_{P+E-FAS}$  (slika 2 (i)) ohranita mikro- in nanohrapavost, izgubita pa videz luščenja vlaken.

Prisotnost apreturnega filma smo dokazali z analizo FTIR iz spektrov ATR, ki so predstavljeni na sliki 3. Na spektrih so jasno vidni trakovi pri valovnih številih 1245, 1238 in 1148  $cm^{-1}$ , ki pripadajo  $CF_2$  in  $CF_3$  skupinam stranskih perfluoriranih skupin v apreturnem filmu, medtem ko se trakovi, ki so značilni za osnovno polisiloksansko verigo zamrežene polimerne strukture, prekrivajo s trakovi, ki pripadajo prstnemu odtisu celuloze v območju valovnih števil 900–1200  $cm^{-1}$  [28, 31, 32].



Slika 3: ATR-spektri CO-vzorcev: (a)  $CO_{N^P}$ , (b)  $CO_{E-FAS}$ , (c)  $CO_{E+P-FAS}$ , (d)  $CO_{P+E-FAS}$ , (e)  $CO_{P-FAS}$ , (f)  $CO_{N-FAS}$

Učinkovitost in obstojnost na večkratno pranje apreture sol-gel glede na obdelavo z encimi ali s plazmo je predstavljena z rezultati meritev statičnih stičnih kotov vodne kaplje (slika 4), ocene oljeodbojnosti in kotov zdrsa vodne kaplje (preglednica 2). Iz rezultatov, zbranih v sliki 4, je razvidno, da z apreturo FAS sol-gel dosežemo statični stični kot vodne kaplje, večji od 150°, že na neobdelanem vzorcu ( $CO_{N-FAS}$ ), kar pomeni, da ima vzorec supervodoodbojne lastnosti. Ne glede na obdelavo ali na vrstni red obdelave z encimi in s plazmo imajo vsi apretirani



Slika 4: Stični stični koti,  $\theta$ , vode, določeni na CO vzorcih. 0P – nepran vzorec, 1P – enkrat pran vzorec, 5P – petkrat pran vzorec

vzorci supervodoodbojne lastnosti. Vzorec  $CO_{P-FAS}$  ima celo statični stični kot največji, in sicer skoraj 156°, kar nakazuje na to, da obdelava s plazmo močno vpliva na učinkovitost apreture sol-gel. Iz rezultatov meritev kotov zdrsa (preglednica 2) opazimo, da ima vzorec  $CO_{P-FAS}$  majhen kot zdrsa, in sicer 12°, kar pomeni, da smo z uporabo plazme in apreture sol-gel bombažu ustvarili poleg supervodoodbojnih tudi samočistilne lastnosti ter s tem oblikovali »lotosov efekt«. Tudi ocena oljeodbojnosti se po obdelavi s plazmo, kot tudi po obdelavi kombiniranega postopka plazme in encimov, poveča (preglednica 2). Po enkratnem pranju vsi razen vzorca  $CO_{P-FAS}$  izgubijo supervodoodbojne lastnosti, saj vrednost statičnih stičnih kotov vodne kaplje pade pod 150°. Kljub temu imajo vzorci vodoodbojne lastnosti in relativno velike statične stične kote vode (najmanjši meri 146,4°). Po petkratnem pranju tudi vzorec  $CO_{P-FAS}$  izgubi supervodoodbojne lastnosti. Po petkratnem pranju se statični stični kot vode zmanjša v vseh primerih. Najbolj se zmanjša na vzorcu  $CO_{N-FAS}$  (140,6°) in najmanj na vzorcu  $CO_{E-FAS}$  (146,1°). Na vzorcih  $CO_{P-FAS}$ ,  $CO_{E+P-FAS}$ ,  $CO_{P+E-FAS}$  ne opazimo bistvenih razlik med meritvami statičnih stičnih kotov (od 143,6° do 144,5°). Obdelava z encimi in s plazmo poleg povečane hrapavosti poveča tudi koncentracijo funkcionalnih hidrosilnih in karboksilnih skupin [29] ter posledično vodovpojnost in kemijsko aktivnost površine. Zato se apretura sol-gel lahko močneje in v večji meri veže na tako predhodno obdelano površino. Obstojnost apreture na večkratno pranje in vodoodbojne lastnosti bombaža so boljše,

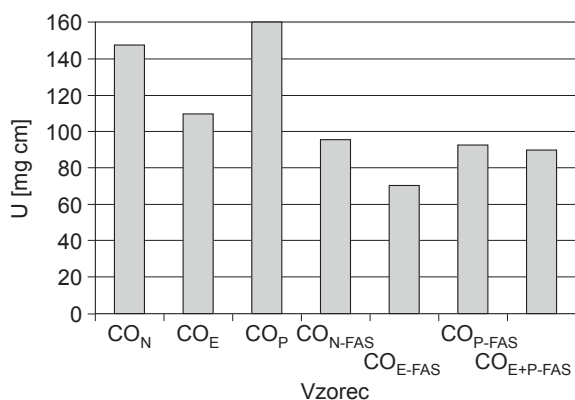
če so bili vzorci pred nanosom apreture obdelani z encimi ali s plazmo, kar pa ne velja pri ocenah oljeodbojnosti (preglednica 2). Medtem ko se ocena oljeodbojnosti po večkratnem pranju vzorcu  $CO_{N-FAS}$  ne spremeni, se zniža za dve oceni pri vzorcih, ki so bili obdelani z encimi in s plazmo.

Preglednica 2: Ocena oljeodbojnosti in koti zdrsa,  $\alpha$ , vode, določeni na CO-vzorcih

Vzorec	Število pranj	Ocena oljeodbojnosti	$\alpha$ [°]
$CO_{N-FAS}$	0	5	25
	1	5	35
	5	5	/ <sup>a)</sup>
$CO_{E-FAS}$	0	5	23
	1	5	28
	5	4	/ <sup>a)</sup>
$CO_{P-FAS}$	0	6	12
	1	6	22
	5	5	/ <sup>a)</sup>
$CO_{E+P-FAS}$	0	6	16
	1	5	25
	5	4	/ <sup>a)</sup>
$CO_{P+E-FAS}$	0	6	16
	1	5	25
	5	4	/ <sup>a)</sup>

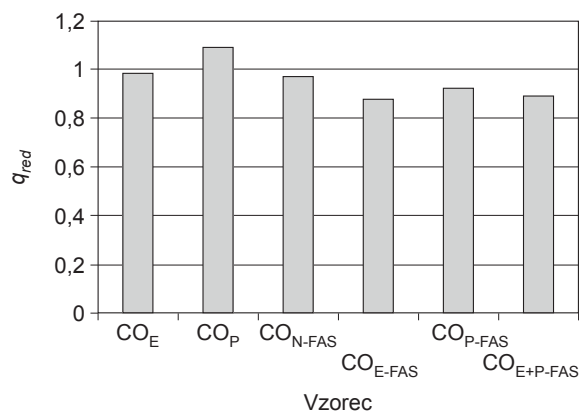
a) Vrednosti niso bile določene, saj nimajo praktičnega pomena.

Vpliv obdelav in apreture na mehanske lastnosti tkanine, kot sta togost in pretržna sila, je razviden iz slik 5 in 6. Togost se po obdelavi z encimi zmanjša in po obdelavi s plazmo nekoliko poveča, vendar se



Slika 5: Togost,  $U$ , nepranih CO-vzorcev

po obdelavi z apreturo sol-gel v vseh primerih togost zmanjša (slika 5). Vrednost  $q_{red}$  se po obdelavi s plazmo poveča in po apretiranju rahlo zmanjša, vendar so razlike zelo majhne, skoraj zanemarljive (sl. 6). Iz tega lahko povzamemo, da sicer obdelava z encimi in s plazmo močno vpliva na spremembo morfologije vlaken, vendar te spremembe bistveno ne vplivajo na spremembe togosti in pretržne sile.



Slika 6: Relativno zmanjšanje pretržne sile,  $q_{red}$ , nepranih vzorcev

## 4 Sklepi

Iz rezultatov naše raziskave, v kateri smo proučevali vpliv obdelave bombaža z encimi in s plazmo na kakovost vodo- in oljeodbojne apreture sol-gel, lahko povzamemo, da je uporaba encimov in plazme, kot tudi njune kombinacije ne glede na vrstni red obdelave, učinkovita metoda za doseganje kemijske aktivnosti in mikro- do nanohrapavosti površine vlaken. Zato ima bombažna tkanina po nanosu apreture sol-gel supervodoodbojne lastnosti s statičnimi stičnimi koti vodne kaplje nad  $150^\circ$ , manjše kote zdrsa vodne kaplje in izboljšane oljeodbojne lastnosti. Pri obdelavi bombaža s plazmo in v kombinaciji plazme ter encimov dosežemo na sol-gel apretiranem bombažu »lotosov efekt«. Iz tega sledi, da sta obe predobdelavi bombaža, tako encimatska kot plazemska, primerni za doseganje boljših učinkov apreture sol-gel, vendar je kombinacija obeh obdelav nesmiselna, saj je zamudna in dražja, ob tem pa bistveno ne izboljša učinkov apreture sol-gel. Glede na učinke, ki jih želimo doseči na tekstilnem materialu po nanosu apreture sol-gel, izberemo ali eno ali drugo obdelavo. Obdelava bombaža z encimi in s plazmo nima bistvenega vpliva na ob-

stojnost apreture sol-gel na večkratno pranje. Obdelave in apretura nimajo posebnega vpliva na pretržno silo vzorcev, togost se po apretiranju nekoliko zmanjša.

#### Zahvala

Raziskava je bila opravljena v sklopu predmeta *Napredni postopki plemenitenja na podiplomskem študiju Načrtovanja tekstilij in oblačil in raziskav v okviru Programske skupine P2-0213 Tekstilije in ekologija*.

## 5 Literatura

1. *Biologically inspired textiles*. Edited by A. Abbott and M. Elison. Cambridge : Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, 2008, 219 str.
2. BARTHLOTT, W. in NEINHUIS, C. Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces. *Planta*, 1997, vol. 202, p. 1–8.
3. SIMONČIČ, B., TOMŠIČ, B., OREL, B. in JERMAN, I. Tekstilije kot navdih iz narave. *Tekstilec*, 2010, let. 53 (10–12), str. 294–306.
4. GORENŠEK, M., GORJANC, M., BUKOŠEK, V., KOVAČ, J., PETROVIĆ, Z. in PUAČ, N. Functionalization of polyester fabric by Ar/N<sub>2</sub> plasma and silver. *Textile Research Journal*, 2010, vol. 80 (16), p. 1633–1642.
5. GORENŠEK, M., GORJANC, M., BUKOŠEK, V., KOVAC, J., JOVANCIC, P. in MIHAILOVIC, D. Functionalization of PET fabrics by corona and nano silver. *Textile Research Journal*, 2010, vol. 80 (3), p. 253–262.
6. JUNKAR, I., VESEL, A., CVELBAR, U., MOZETIČ, M. in STRNAD, S. Influence of oxygen and nitrogen plasma treatment on polyethylene terephthalate (PET) polymers. *Vacuum*, 2009, vol. 84 (1), p. 83–85.
7. VESEL, A., MOZETIČ, M., STRNAD, S., STANA-KLEINSCHKEK, K., HAUPTMAN, N. in PERŠIN, Z. Plasma modification of viscose textile. *Vacuum*, 2010, vol. 87 (1), p. 79–82.
8. GORJANC, M. in GORENŠEK, M. Cotton functionalization with plasma. *Tekstil*, 2010, vol. 59 (1–2), p. 11–19.
9. CAVACO-PAULO, A. in GÜBITZ, GM. *Textile processing with enzyme*. Cambridge : Woodhead Publishing, 2003, 130 str.
10. FORTE TAVČER, P. *Priprava tekstilij na plemenitenje*. Ljubljana : Univerza v Ljubljani, Naravoslovnotehniška fakulteta, 2011, ISBN 978-961-6045-88-9.
11. MANGOVSKA, B. IN LJAPCEVA K. Cellulase hydrolysis of cotton knits from different yarns. *Tekstil*, 1999, vol. 48 (6), p. 283–288.
12. CSISZAR, E., URBANSZKI, K. in SZAKACS, G. Biotreatment of desized cotton fabric by commercial cellulase and xylanase enzymes. *Journal of Molecular Catalysis B-Enzymatic*, 2001, vol. 11 (4–6), Special Issue: SI, p. 1065–1072.
13. FORTE TAVČER, P. The influence of different pretreatments on the quantity of seed-coat fragments in cotton fibres. *Fibres and Textiles in Eastern Europe*, 2008, vol. 16 (1), p. 19–23.
14. ARUMUGAM, K., VERENICH, S., SHIM, E. in POURDEYHIMI, B. Pretreatment of bleached cotton fibers with whole and Monocomponent cellulases for nonwoven applications. *Textile Research Journal*, 2007, vol. 77 (10), p. 734–742.
15. GORJANC, M., RECELJ, P. in GORENŠEK, M. Plazemska tehnologija v tekstilstvu. *Tekstilec*, 2007, let. 50 (10–12), str. 262–266.
16. OSTRIKOV, K., LEVCHENKO, I., CVELBAR, U., SUNKARA, MK. in MOZETIČ, M. From nucleation to nanowires : a single-step process in reactive plasmas. *Nanoscale*, 2010, vol. 2 (10), p. 2012–2027.
17. MOZETIČ, M. Sodobni, okolju prijazni postopki obdelave materialov z nizkotlačno plinsko plazmo. *IRT 3000*, 2009, let. 4 (23), str. 50–52.
18. SUN, D. in STYLIOS, GK. Investigating the plasma modification of natural fiber fabrics-the effect on fabric surface and mechanical properties. *Textile Research Journal*, 2005, vol. 75 (9), p. 639–644.
19. CVELBAR, U., MOZETIC, M. in KLANJŠEK GUNDE, M. Selective oxygen plasma etching of coatings. *IEEE Transactions in plasma science*, 2005, vol. 33 (2), p. 236–237.
20. D'AGOSTINO, R. *Plasma deposition, treatment and etching of polymers*. Boston : Academic press. 1990, 528 str.
21. GORJANC, M., BUKOŠEK, V., GORENŠEK, M. in VESEL, A. The influence of water vapor plasma treatment on specific properties of bleached and mercerized cotton fabric. *Textile Research Journal*, 2010, vol. 80 (6), p. 557–567.



22. GORJANC, M., BUKOŠEK, V., GORENŠEK, M. in MOZETIČ, M. CF<sub>4</sub> plasma and silver functionalized cotton. *Textile Research Journal*, 2010, vol. 80 (20), p. 2204–2213.
23. GORJANC, M., MOZETIČ, M. in GORENŠEK, M. Priprava bombažne tkanine z nizkotlačno plazmo za boljšo adhezijo nanosrebra. *Tekstilec*, 2009, let. 52 (10-12), str. 263–269.
24. NITHYA, E., RADHAI, R., RAJENDRAN, R., SHALINI, S., RAJENDRAN, V. in JAYAKUMAR, S. Synergetic effect of DC air plasma and cellulase enzyme treatment on the hydrophilicity of cotton fabric. *Carbohydrate Polymers*, 2011, vol. 83 (4), p. 1652–1658.
25. OREL, B., JERMAN, I., VILČNIK, A., TOMŠIČ, B. in SIMONČIČ, B. Sol-gel postopki kot izziv pri proizvodnji tekstilij = Sol-gel processes as a challenge in textile production. V *Zbornik prispevkov : 38. simpozij o novostih v tekstilstvu in 3. simpozij o novostih v grafiki, Ljubljana, 21. junij 2007*. SIMONČIČ, Barbara (ur.), HLADNIK, Aleš (ur.), JAVORŠEK, Dejana (ur.). Ljubljana : Naravoslovnotehniška fakulteta, Oddelek za tekstilstvo, 2007, str. 3–15.
26. KISSA, E. Repellent finishes. In *Handbook of Fiber Science and Technology: Volume II, Chemical Processing of fibers and Fabrics: Functional Finishes, Part B*. New York : Marcel Dekker, 1984, p. 144–204.
27. GORJANC, M., KOVAČ, F. in GORENŠEK, M. The influence of vat dyeing on the adsorption of synthesized colloidal silver onto cotton fabrics. *Textile Research Journal*, 2012, vol. 82 (1), p. 62–69.
28. TOMŠIČ, B., SIMONČIČ, B., VINCE, J., OREL, B., VILČNIK, A., JAPELJ FIR, M., ŠURCA VUK, A. in JOVANOVSKI, V. Uporaba ATR IR spektroskopije pri proučevanju strukturnih sprememb celuloznih vlaken. *Tekstilec*, 2007, let. 50 (1-3), str. 3–15.
29. SARAVANAN, D., VASANTHI N. S. in RAMACHANDRAN T. A review on influential behaviour of biopolishing on dyeability and certain physico-mechanical properties of cotton fabrics. *Carbohydrate Polymers*, 2009, vol. 76 (1), p. 1–7.
30. GORJANC, M., KOVAČ, J. in GORENŠEK, M. Rentgenska fotoelektronska spektroskopija za določanje kemijskih sprememb na površini bombaža po obdelavi s korona in nizkotlačno plazmo. *Tekstilec*, 2010, let. 53 (7-9), str. 194–204.
31. TOMŠIČ, B., SIMONČIČ, B., OREL, B., ČERNE, L., FORTE TAVČER, P., ZORKO, M., JERMAN, I., VILČNIK, A. in KOVAČ, J. Sol-gel coating of cellulose fibres with antimicrobial and repellent properties. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 2008, vol. 47 (1), p. 44–57.
32. TOMŠIČ, B., SIMONČIČ, B., OREL, B., VILČNIK, A. in SPREIZER, H. Biodegradability of cellulose fabric modified by imidazolidinone. *Carbohydrate Polymers*, 2007, vol. 69 (3), p. 478–488.