

# "Utjecaj ultrazvuka na pripremu hibridnog fitoterapeutskog tekstila"

---

Vitez, Mateja

Master's thesis / Diplomski rad

2017

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Textile Technology / Sveučilište u Zagrebu, Tekstilno-tehnološki fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:201:967823>

Rights / Prava: [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-25**



Repository / Repozitorij:

[Faculty of Textile Technology University of Zagreb - Digital Repository](#)



**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
TEKSTILNO-TEHNOLOŠKI FAKULTET**

**DIPLOMSKI RAD**

**UTJECAJ ULTRAZVUKA NA PRIPREMU HIBRIDNOG FITOTERAPEUTSKOG  
TEKSTILA**

**MATEJA VITEZ**

**Zagreb, srpanj 2017.**

**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU**  
**TEKSTILNO-TEHNOLOŠKI FAKULTET**  
**Zavod za materijale, vlakna i ispitivanje tekstila**

**DIPLOMSKI RAD**

**UTJECAJ ULTRAZVUKA NA PRIPREMU HIBRIDNOG FITOTERAPEUTSKOG  
TEKSTILA**

**Mentorica:**

**Doc. dr. sc. Maja Somogyi Škoc**

**MATEJA VITEZ 10167**

**Zagreb, srpanj 2017.**

*Ovaj rad posvećujem voljenom tati jer vrijeme koje prolazi ne donosi zaborav već ljubav i sjećanje na njega.*

*Rad diplomantice Mateje Vitez sufinancirala je Hrvatska zaklada za znanost kroz projekt STARS.*

*Mišljenja, nalazi i zaključci ili preporuke navedene u ovom materijalu odnose se na autora i ne odražavaju nužno stajališta Hrvatske zaklade za znanost.*

**ZAHVALA: Projekt STARS financira Hrvatska zaklada za znanost (UIP-2014-09-1534)**



Diplomski rad je izrađen na Sveučilištu u Zagrebu Tekstilno-tehnološkom fakultetu, na Zavodu za materijale, vlakna i ispitivanje tekstila.

**Rad sadrži:**

Broj stranica: 39

Broj tablica: 12

Broj slika: 20

Broj formula: 4

Broj literaturnih izvora: 24

**Članovi povjerenstva:**

1. Doc. dr. sc. Sandra Flinčec Grgac, predsjednik
2. Doc. dr. sc. Maja Somogyi Škoc, član
3. Doc. dr. dr. sc. Iva Rezić, član
4. Doc. dr. sc. Sanja Ercegović Ražić, zamjenik člana

Rad je pohranjen u knjižnici Tekstilno-tehnološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu, Prilaz baruna Filipovića 28a.

# SADRŽAJ

<b>I. TEORIJSKI DIO</b>	<b>1</b>
1. UVOD	2
2. Sol-gel postupak	3
3. Fitoterapeutski tekstil i sol-gel postupak	11
3.1. Češnjak	13
3.1.1. Utjecaj na zdravlje	14
4. Ultrazvučna homogenizacija	16
<b>II. EKSPERIMENTALNI DIO</b>	<b>17</b>
5. Zadatak	18
6. Metodika rada	18
6.1. Karakterizacija ispitivanih uzoraka	18
6.2. Priprava hibridnih materijala	19
6.3. Obrada prirodnim aktivnim tvarima	21
7. Određivanje strukture uzorka spektroskopskom metodom	23
8. Skenirajući elektronski mikroskop	24
9. Rezultati određivanja vremena upijanja kapi	25
10. Rezultati i rasprava	26
10.1 Rezultati određivanja IR-spektra (FTIR-ATR)	26
10.2. Rezultati morfoloških karakteristika (SEM)	31
10.3. Rezultati određivanja vremena upijanja kapi	34
11. Zaključak	36
12. Literatura	38

## SAŽETAK

U ovom radu glavni znanstveni interes bio je usmjeren istraživanju mogućnosti koje pruža sol-gel postupak za modifikaciju celulozne tkanine primjenom anorgansko-organskih tvari te prirodne aktivne tvari – češnjaka s ciljem pripreme hibridnog terapijskog, tj. fitoterapijskog tekstila.

Prije modifikacije određene su osnovne konstrukcijske karakteristike celulozne tkanine. Radi dobivanja saznanja o što boljoj homogenizaciji sola, provedena je ultrazvučna homogenizacija i homogenizacija miješanjem na magnetskoj miješalici pri temperaturi od  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ , u vremenu od 1 h u zatvorenom reakcijskom sustavu. Odabran je 3-glicidiloksi-propiltrimetoksisilan (GLYMO) kao prekursor, a za oba načina homogenizacije odabrana je obrada s katalizatorom i tri različita udjela mase granula komercijalno dobavljivog češnjaka.

Granule komercijalno dobavljivog češnjaka su odabrane obzirom na osnovna svojstva, tj. djelovanje češnjaka - antibakterijsko, antivirusno, antifungalno, antiparazitsko i antioksidacijsko djelovanje.

Za odabrana sredstva i uzorak uz modifikaciju sol-gel postupkom pretpostavlja se da bi mogli naći primjenu u području medicinskog tekstila, tj. kao tekstilni materijali koji se ne ugrađuju odnosno služe za vanjsku primjenu kao zaštita od infekcija i za pospješivanje zacjeljivanja (kompresse, zavoji, flasteri i sl.).

Uzorcima je ispitana sposobnost apsorpcije, jednoličnost obrade, određene su morfološke karakteristike skenirajućim elektronskim mikroskopom (SEM) i analiza uzoraka u infracrvenom području uz dodatak za površinsku analizu (FTIR-ATR).

***Ključne riječi:*** sol-gel, češnjak, homogenizacija, terapijski tekstil, medicinski tekstil



## **I. TEORIJSKI DIO**

## **1. UVOD**

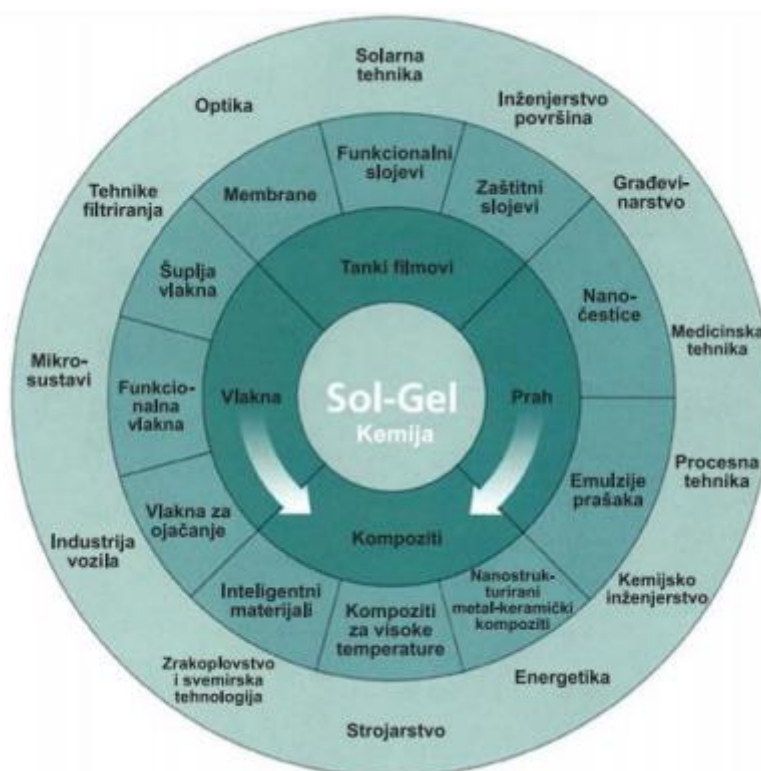
Razvoj novih tehnologija popraćen je razvojem novih materijala sa svojstvima koji će u sve većoj mjeri zadovoljavati sve primjenske zahtjeve. U cilju poboljšavanja svojstava postojećih materijala posljednjih godina intenzivno se radi na razvoju materijala nanometarske razine homogenosti između organske i anorganske faze, tzv. organskoanorganskih hibrida. Hibridnim materijalima se većinom nazivaju organsko-anorganski kompozitni materijali u kojima barem jedna faza nanometarskih dimenzija nastaje in situ, za razliku od nanokompozita koji se pripremaju umiješavanjem unaprijed pripravljenog punila. Time se izbjegavaju problemi postizanja potpunog raspršenja punila i njegove jednolike raspodjele koji otežavaju pripremu istinskih nanokompozita. Postizanjem nanometarske razine dodira među fazama dolazi do sinergijskog djelovanja među njima zahvaljujući velikoj međufaznoj površini, čime se dobivaju znatno drukčija svojstva nego kod klasičnih kompozita. Za pripremu organsko-anorganskih hibridnih materijala vrlo često se koristi niskomolekularni sol-gel postupak. Takav postupak nudi brojna rješenja u stvaranju novih površinskih svojstava tekstilija za primjenu u medicinske svrhe. Uz dobro postavljene uvjete obrade i dodatkom antimikrobnih sredstava dolazi do potpune modifikacije tekstilija s mogućnošću razvoja novog proizvoda, odnosno fitoterapeutskog tekstila s dobrim antibakterijskim, antifungalnim, antiviralnim, antioksidativnim i antiupalnim svojstvima.

U cilju razvoja fitoterapeutskog tekstila koriste se brojna antimikrobna sredstva, a jedno od takvih sredstava je i češnjak. Kroz povijest različite kulture prepoznale su potencijal korištenja češnjak kao antimikrobnog sredstva jer se koristi za prevenciju i liječenje različitih bolesti.

## 2. Sol-gel postupak

U današnje vrijeme vrlo je raširen sol-gel postupak zbog svoje prilagodljivosti i mogućnosti nastajanja anorganske faze pri temperaturama nižim od 100 °C, čime se izbjegava raspad osjetljivih organskih sastojaka. Sol-gel postupak obuhvaća reakcije hidrolize i kondenzacije metalnih alkoksida, pri čemu nastaje neprekinuta trodimenzijska metaloksidna mreža [1].

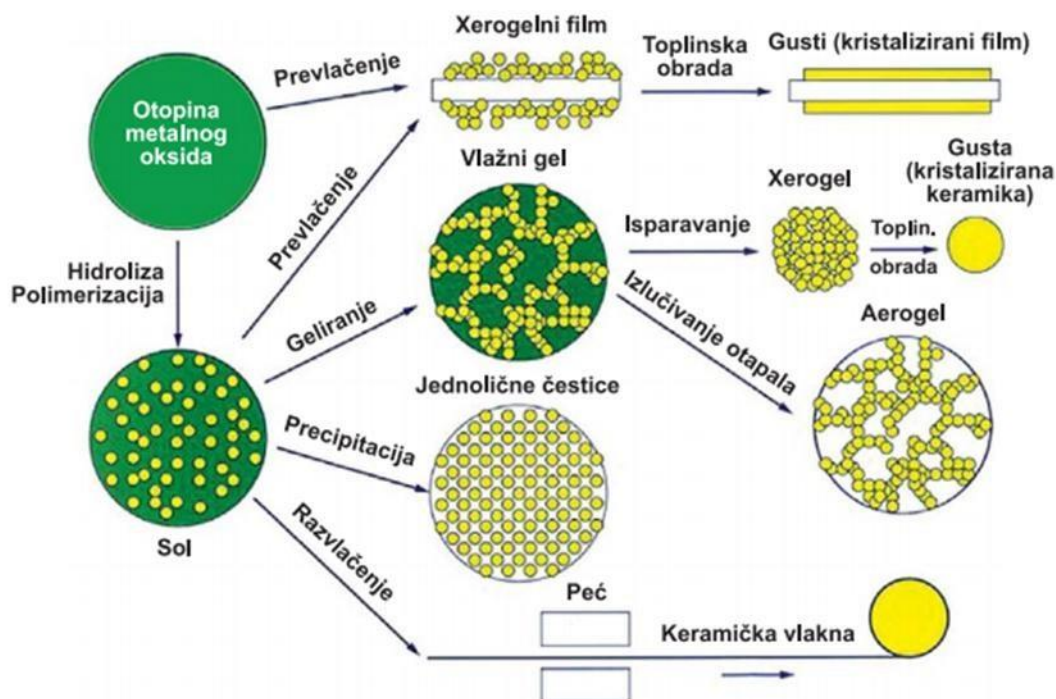
Omogućuje stvaranje organsko-anorganskih hibrida u obliku prahova, vlakana, slojeva, membrana, kompozitnih struktura i drugih oblika materijala za raznolika područja primjene ; kemijsko inženjerstvo, strojarstvo, građevinarstvo, zrakoplovstvo pa sve do tekstilnog inženjerstva.



**Slika 1:** Mogućnost primjene sol-gel postupka [1]

Postupak je prvotno otkriven krajem 19. stoljeća i znatno istraživanih ranih tridesetih godina 20. stoljeća, značajni interes za ovim postupkom počinje sedamdesetih godina prošlog stoljeća kada su formirani monolitni anorganski gelovi na niskim temperaturama i pretvoreni u staklo bez visokotemperaturnih postupaka taljenja. Jedna od najstarijih i najraširenijih primjena sol-gel postupka je nanošenje antirefleksnih slojeva na stakla naočala i druge optičke primjene. Postupak uključuje nastajanje anorganskih mreža iz koloidne otopine (sol) preko geliranja sola

do formiranja mreže u kontinuiranoj tekućoj fazi (gel). Koloidna otopina (sol) sadrži vrlo sitne čestice, promjera od 1 nm do 1 $\mu$ m, koje su jednoliko suspendirane u tekućini. Gel je koloidna suspenzija tekućine u krutini, pri čemu nastaje želatinasti materijal krući od sola.



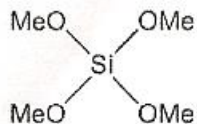
**Slika 2:** Shema sol-gel postupka [1]

Polazni materijal za sintezu koloida (sola) je prekursor. On se sastoji od centralnog atoma metala koji je okružen različitim reaktivnim ligandima, odnosno atomi vezani na centralni atom. Najpogodniji prekursori su metalni alkoksidi zbog brze reakcije s vodom. Koriste se najčešće komercijalno dostupniji alkoksidi silicija, aluminijski, cirkonijski i titanski. Zbog svoje stabilnosti, veće dostupnosti i jednostavnosti rukovanja silicijevski alkoksidi najčešće su upotrebljavane polazne tvari za sol-gel postupak.

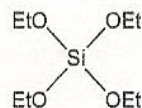
Osim metalnih alkoksida kao prekursori se koriste i drugi spojevi koji hidroliziraju poput halida, nitrata, sulfida te soli anorganskih kiselina. Najčešće se upotrebljavaju tetraetoksisilan (TEOS), tetrametoksisilan (TMOS), titan(IV)izopropoksid, a velika većina istraživača koristi alkoksilan poput TEOS-a. Alkoksilani odnosno silicijevski alkoksidi su najčešće upotrebljavane polazne tvari.

Najčešće upotrebljavani prekursori prikazani su na slici 3.

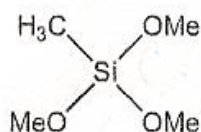
Tetrametoksisilan (TMOS)



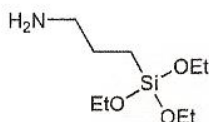
Tetraetoksisilan (TEOS)



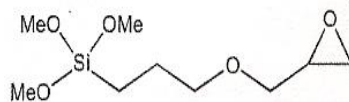
Metil trimetoksisilan (MTMS)



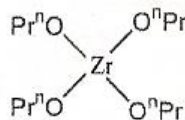
3-aminopropiltriethoksi silan (APTES)



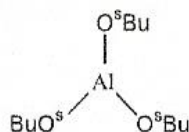
3-glicidiloksi propiltrimetoksilan (GLYMO)



Cirkonij-n-propoksid (TPOZ)



Aluminij-sec-butoksid



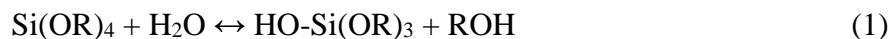
**Slika 3:** Najčešće upotrebljavani sol-gel prekursori [2]

Za opisivanje sol-gel postupka na funkcionalnoj razini koriste se tri reakcije:

- hidroliza,
- kondenzacija alkohola i
- kondenzacija vode.

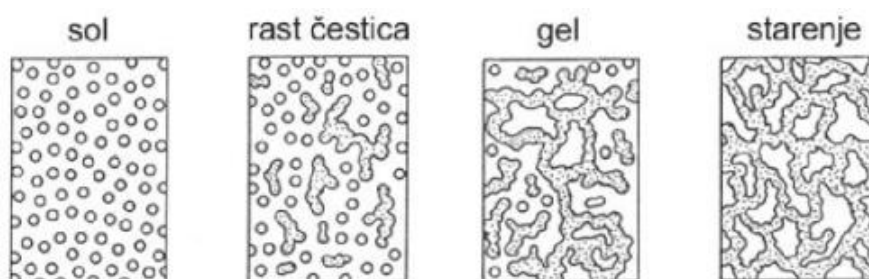
Sol-gel postupak u užem smislu obuhvaća reakcije hidrolize i kondenzacije metalnih alkoksida, pri čemu nastaje neprekinuta trodimenzijska metaloksidna mreža.

Prvi korak sol-gel sinteze je hidroliza SiO-R veze (1), gdje je R najčešće alifatski lanac, a ovisno o količini vode i katalizatora, hidroliza može biti potpuna (2), praćena kondenzacijom uz izdvajanje vode (3) ili alkohola (4):



[3]

Hidrolizom prekursora nastaje otopina. Dodatkom vode dolazi do zamjene alkoksidne skupine sa hidroksilnom skupinom. Sama kondenzacija odvija se preko Si-OH skupine gdje nastaje Si-O-Si veza te kao nusprodukt voda. Broj veza Si-O-Si se povećava, pojedinačne molekule se grupiraju i jednolično raspoređuju stvarajući sol. Kada nastane gelna faza materijal postaje krut, te se više ne može oblikovati ulijevanjem u kalup ili nanošenjem na podlogu kao prevlake. Zbog toga je jako bitno praćenje stupnja koncentracije alkoksida i poznavanje točke geliranja. Time se ne zaustavlja sol-gel proces, budući da gel stari odnosno grana se daljnjim stvaranjem Si-O-Si veza kao što je prikazano na slici 4.



**Slika 4:** Shematski prikaz nastajanja gela [3]

Prilikom prevlačenja sol-gel postupkom bitno je odabrati odgovarajući postupak nanošenja prevlake, ali najbitnije je dobro poznavanje prevlake i podloge kako bi ona bila stabilna. Postoji nekoliko tehnika prevlačenja sol-gel postupkom:

- uranjanje (engl. dip coating),
- naštrecavanje (engl. spray coating),
- vrtnja (engl. spin coating),

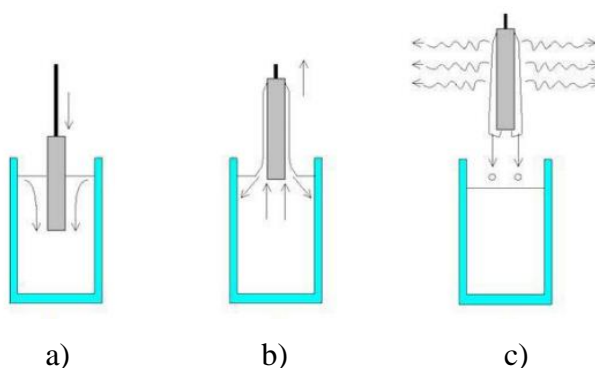
- kapilarno prevlačenje (engl. capillary coating),
- valjanje (engl. roll coating),
- tiskanje (engl. printing coating),
- kemijsko prevlačenje (engl. chemical coating).

U ovom radu korišten je postupak vertikalnog uranjanja, gdje se podloga s uzorkom uranja u tekućinu i nakon toga izvlači definiranom brzinom pri kontroliranoj temperaturi i atmosferskim uvjetima.

Debljina prevlačenja je uglavnom određena brzinom izvlačenja, sadržajem krutine i viskoznošću tekućine.

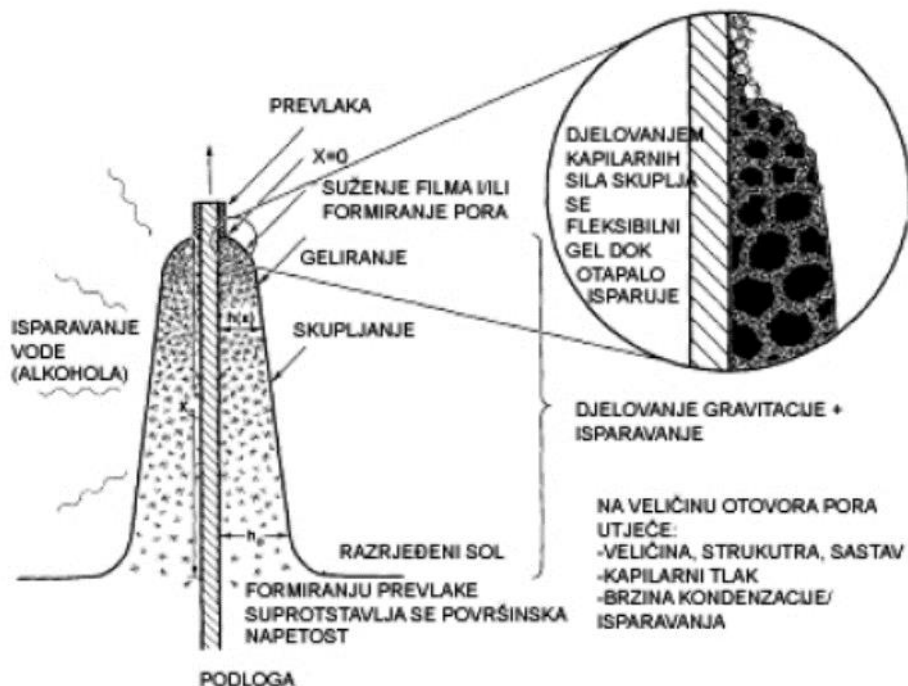
Postupak uranjanja pojednostavljeno sastoji se od tri faze:

- a) uranjanje podloge s uzorkom u otopinu,
- b) formiranje vlažnog sloja izvlačenjem podloge s uzorkom,
- c) geliranje prevlake isparavanjem otapala.



**Slika 5:** Faze procesa uranjanja [4]

Isparavanjem otapala dolazi do daljnje destabilizacije sola koja dovodi do faze geliranja i formiranja tanke prevlake kao na slici 6:



**Slika 6:** Proces geliranja proveden isparavanjem otapala i naknadnom destabilizacijom sola [5]

Slijedeći Sternova energetska razmatranja sol čestice se stabiliziraju površinskom napetošću. Prema toj teoriji proces geliranja može se objasniti približavanjem nabijenih čestica na udaljenost ispod potencijala odbijanja. Tada se odbijanje mijenja u privlačenje što dovodi do vrlo jakog geliranja. Sol-gel prevlaka tako gelira isparavanjem otapala tijekom sušenja, a fleksibilni gel se skuplja djelovanjem kapilarnih sila dok otapalo isparuje. Prevlaka postaje kruća budući da dolazi do umrežavanja, tako da se prevlaka više ne može skupljati, a onda se otapalo počinje povlačiti u porama gela [5].

U današnje vrijeme kada se koristi za postupke pripreve organsko-anorganski hibridnog materijala, sol-gel postupak donosi mnoge prednosti:



**Tablica 1:** Prednosti sol-gel postupka [2]

<i><b>PREDNOSTI</b></i>
• visoka čistoća prekursora,
• visoka komogenost prevlake,
• niska temperatura postupka,
• nije potrebna uporaba vakuuma,
• niska cijena,
• visoka fleksibilnost i laka izvodljivost,
• dobivanje jednolike debljine prevlaka,
• mogućnost prevlačenja velikih površina.

Uz brojne prednosti, sol-gel postupak u primjeni pokazuje i neke nedostatke, kao što su:

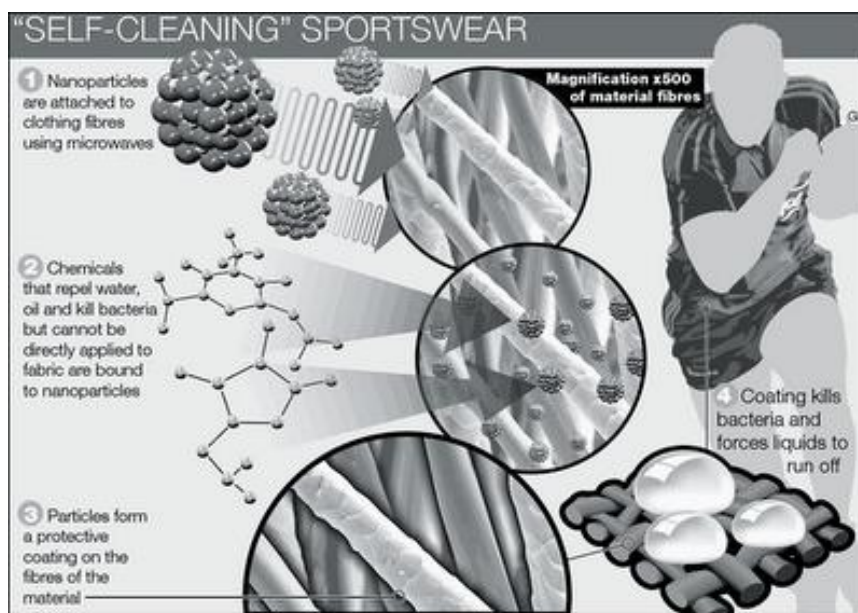
**Tablica 2:** Nedostaci sol-gel postupka [2]

<i><b>NEDOSTACI</b></i>
• visoke cijene sirovina,
• složene reakcije hidrolize i kondenzacije (građa nastalog materijala osjetljiva na uvjete priprave),
• način i vrsta miješanja smjese (građa nastalog materijala osjetljiva na uvjete priprave)
• veliko skupljanje tijekom procesa
• zaostale fine pore
• zaostale hidroksidne skupine
• zaostaci ugljika

Sol-gel postupak jedan je od potpuno drugačijih pristupa u površinskoj modifikaciji tekstilnih materijala. Može se provesti tehnikama koje se i inače koriste u tekstilnoj industriji (npr. postupkom uranjanja ili fulardiranjem nakon čega slijedi toplinsko geliranje) što pruža velike mogućnosti i predstavlja veliku prednost u osmišljavanju i stvaranju novih površinskih svojstava tekstilija.

**Tablica 3:** Izabrani primjeri poboljšavanja nekih svojstva tekstilija primjenom sol-gel postupka [3]

Sol-gel prevlake na tekstilu	
<b>Tekstilna svojstva</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• pad tkanine</li> <li>• udobnost</li> <li>• opip</li> <li>• mogućnost upijanja</li> <li>• propusnost</li> </ul>
<b>Svojstva površine</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• vodo/uljeodbojnost</li> <li>• otpornost na habanje</li> <li>• (foto-)katalitička aktivnost</li> <li>• funkcija barijere</li> </ul>
<b>Optička svojstva</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• boja</li> <li>• fotokromatski efekt</li> <li>• UV - apsorpcija</li> </ul>
<b>(bio-)aktivni sistemi</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• biocidne prevlake</li> </ul>
<b>Poboljšana svojstva</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• otpornost na toplinu</li> <li>• magnetska svojstva i električna vodljivost</li> </ul>



**Slika 7:** Primjer poboljšavanja svojstva sportske tekstilije u pogledu zahtjeva na propusnost vodene pare, vodoodbojnost i otpornost na bakterije [6]

### 3. Fitoterapeutski tekstil i sol-gel postupak

Fitoterapija je metoda liječenja, ublažavanja te sprječavanja bolesti i tegoba upotrebom cijelih ljekovitih biljaka ili njihovih dijelova (cvjetova, listova, korijena, itd.) te upotrebom sastojaka (eteričnih ulja, ekstrakata i drugih izolata) kao i gotovih pripravaka (čajeva, tinktura, masti, kapsula). Naziv fitoterapija u znanstvenu je medicinu uveo francuski liječnik Henri Leclerc (1870-1955) umjesto naziva “biljna medicina”, a fitoterapeutske pripravke naziva fitoterapeutici [7].

Fitoterapija je prvi oblik medicine koji je čovjek poznao i datira iz vremena prije pisane povijesti. Stoljećima je bio jedini način liječenja i ublažavanja boli, a iskustvenim spoznajama znanje se prenosilo na nove generacije u obliku pučke ili alternativne medicine, odvojene od liječenja klasičnim farmaceutima.

Udio kemijski aktivnih tvari ovisi ne samo o ovim čimbenicima, već i procesu sušenja, te vrsti otapala prilikom ekstrakcije ljekovitih supstanci, zbog čega se koncentracija aktivne komponente može mijenjati. To je ujedno i razlog zašto službena medicina često odbija koristiti bilje kao lijek, jer ne zadovoljava temeljni uvjet za ciljanu terapiju, točno određenu koncentraciju aktivne komponente [8].

Današnje spoznaje međutim, potpuno su drugačije, danas se zna da upravo činjenica da je biljka kemijska smjesa i to ne slučajna, daje ukupnost njenog djelovanja, što se smatra njenom prednošću, a rješenja su standardizirani pripravci koji se danas koriste.

Danas mnoge znanstvene discipline kemijski, biodinamički i farmakološki dokazuju opravdanost primjene ljekovitog bilja i pripravaka, pa ponekad i prednost u odnosu na kemijske preparate kod raznih tegoba i poremećaja organizma.

Suvremena fitoterapija nije “alternativna medicina”, već dio znanstvene medicine i čini osnovu prevenciju i pomoć pri izlječenju raznih poremećaja i/ili bolesti.

#### ***Prednosti biljnih lijekova***

- biljke su sastavni dio našeg svijeta o kojem je čovjek, unatoč napretku, i dalje ovisan
- biljni lijekovi ne stvaraju naviku i ovisnost, jer priroda nikada ne “propisuje” lijekove koji izazivaju ovisnost
- na prirodni način vraćaju sklad i ravnotežu

- održavaju organizam vitalnim i spremnim za usklađivanje s dnevnim vanjskim imputima
- posebno su pogodni kao preventiva i kod kroničnih poremećaja djelujući na uzroke poremećaja
- blagotvorni učinci biljaka i biljnih pripravaka su kumulativni
- biljka je živi organizam koja raste u zajednici s društvom i osjeća potrebe društva i pojedinca, pa energetski djeluje na svaku osobu pojedinačno i vraća ju u ravnotežu.

### ***Djelovanje fitoterapije***

- kod provođenja fitoterapije treba biti strpljiv jer su djelovanje, a time i rezultati, dugotrajni
- s ljekovitim biljkama ne možemo sve izliječiti, ali s njima organizam jačamo i činimo otpornijim, poboljšavamo metaboličke procese i odstranjujemo štetne tvari iz organizma
- ljekovito bilje, ukoliko se upotrebljava na ispravan način, gotovo da i nema neželjene učinke, a ako ih i ima tada su oni svedeni na najmanju moguću mjeru.

Terapeutski tekstil se koristi za različitu medicinsku namjenu, gdje uvelike olakšava bolesničke muke. U tom smjeru razmišljanja fitoterapeutici na tekstilu predstavljaju iskorak u liječenju s ciljem ublažavanja boli i najmanjom mogućnošću nastanka nuspojava.

Bol je vrlo kompleksan fenomen koji se doživljava kroz osjete i osjećaje te se time i kompleksno liječi. U nekim slučajevima uz terapiju lijekovima koja je individualna i koja se određuje ponaosob, na temelju individualnog osjeta intenziteta boli, psihičkog doživljaja boli, uzroka boli, mjesta nastanka boli, ali i objektivnog stanja cijelog organizma, odnosno eventualnog prisustva neke druge bolesti poželjno bi bilo korištenje fitoterapeutskog tekstila. Tada fitoterapeutske tekstil treba ciljano odabrati s najboljim učinkom, ispravnom dozom i pravilnim vremenskim razmakom uzimanja kako bi se postiglo ublažavanje boli. Pravilan odabir lijeka, u ovom slučaju biljke, tj. fitoterapeutika preduvjet je za postizanje brzog i dobrog učinka ublažavanja boli, zacjeljivanja rane, s najmanjom mogućnošću nastanka neželjenih djelovanja.

Stoga je cilj ovog rada prije svega bilo variranje parametara sol-gel procesa uz dodatak komercijalno dobavljivih granula češnjaka na celuloznoj tkanini i dobivanje temeljnih saznanja o provedenoj modifikaciji.

### 3.1. Češnjak

Češnjak ili bijeli luk (*lat. Allium sativum*) začinska je biljka iz porodice Alliaceae. Potječe iz srednje Azije, a od pamtivijeka se upotrebljava u kulinarstvu i medicini. Njegova upotreba dosta je rasprostranjena, iako se troši u vrlo malim količinama. Koristi se kao začim, ima tipičan miris koji mu daje eterično ulje. Češnjak je višegodišnja biljka visine 35-90 cm. Stabljika je uspravna, a u donjoj polovici nosi dugačke, linearne listove. Na vrhu stabljike razvija se okruglast cvat, sastavljen od malog broja cvjetova i 20 do 35 rasplodnih pupova. Cvjetovi se nalaze na dugoj drški i imaju crvenkasto-bijeli perigon. Lukovica je jajastog ili spljoštenog oblika, sastavljena je od 10 do 20 malih češnjeva, koji su obavijeni čvrstom bijelom ili zelenkastom ljuskom. U svakom je češnju po jedan vegetativni pup, iz kojeg se u sljedećoj godini razvija nova biljka. Raste kao kultivirana biljka u vrtovima i na plantažama, a cvate u lipnju i srpnju.



**Slika 8:** Biljka češnjak [9]

Češnjak sadrži oko 400 aktivnih sastojaka, bogat je vitaminima i mineralima kao što su adenozin, alicin, aminokiseline, biljna vlakna, biljne masti, vitamin A, vitamin B1 i B2, vitamin C, željezo, enzimi, eterična ulja, jod, kalij, kalcij, selen, sumpor i fosfor. Glavni sastojak češnjaka je alicin koji posjeduje čudesno antibakterijsko, antivirusno, antifungalno, antiparazitsko i antioksidacijsko djelovanje. Redovnom uporabom češnjak potiče prokrvljenost i olakšava protok krvi, snižava povišeni krvni tlak i masnoće u krvi, kao i bolesti srca.

### 3.1.1.Utjecaj na zdravlje [10]

Zbog svojeg jedinstvenog sastava, češnjak povoljno utječe na mnoge bolesti poput virusnih i bakterijskih infekcija, artritisa, kardiovaskularnih bolesti, bolesti dišnih puteva, probavnih tegoba, parazita i kroničnog umora. Istraživanja potvrđuju da redovito korištenje češnjaka regulira tlak i razinu kolesterola i šećera u krvi, također može poslužiti kao odlična prevencija mnogih vrsta raka.

Većinu ljekovitih svojstava češnjaku daje više od stotinu sumpornih spojeva koje on sadrži. Kad se lukovica zgnječi ili žvače, oslobađa se aliin, jedna od tih sumpornih tvari, te postaje alicin. Upravo alicin daje češnjaku miris i ima ljekovito djelovanje. Dio se alicina raspada i nastaje ajoen, koji je također ljekovit. Kuhanje onemogućuje stvaranje alicina, a uklanja i neke druge korisne tvari.

#### Lista spojeva sumpora u češnjaku:

- *alliin*
- *allicin*
- *allixin*
- *allyl polysulfides (APS)\**
- *diallyl sulfide (DAS)*
- *diallyl disulfide (DADS)*
- *diallyl trisulfide (DATS)*
- *N-acetylcysteine (NAC)*
- *N-acetyl-S-allylcysteine (NASC)*
- *S-allylcysteine (SAC)*
- *S-allylmercaptocysteine (SAMC)*
- *S-ethylcysteine (SEC)*
- *S-methylcysteine (SMC)*

- *S-propylcysteine (SPC)*
- *1,2-vinyldithiin (1,2-DT)*
- *thiocremonone* [11]

Češnjak posjeduje izrazita antibakterijska i antivirusna svojstva, a za to je zaslužan sastojak ajoen koji se posebno pokazao učinkovitim u liječenje gljivice *Candida albicans*. Nedavna istraživanja potvrdila su njegovo djelovanje na bakteriju *Pseudomonas aeruginosa*, kao i na mnoge druge bakterije. Posebno zanimanje liječnika izaziva djelovanje češnjaka na bakterije rezistentne na moderne antibiotike [12].

#### **4. Ultrazvučna homogenizacija**

Homogenizacija je pojam pod kojim se podrazumijeva jedan ili više fizikalnih ili kemijskih postupaka kojima se podvrgava uzorak, koji je dio ili čini plinsku, tekuću ili čvrstu fazu ili smjesu različitih tvari, a koji se primjenjuju u cilju povećavanja jednoličnosti (homogenosti) sastava ili strukture faze ili smjese [13].

Jedan od razloga za primjenu ultrazvuka u svrhu homogenizacije je pospješivanje miješanja i mućkanja uzoraka pri čemu ne dolazi do značajnih promjena kemijskih karakteristika uzorka koji se tretira ultrazvukom. Ultrazvuk visokog intenziteta uzrokuje snažno smicanje i formiranje gradijenta tlaka u tekućoj fazi, pri čemu djeluje kavitacijski efekt koji dovodi do poremećaja u strukturi tekućine. Učinkovitost ultrazvučne homogenizacije ovisi o intenzitetu, trajanju i frekvenciji ultrazvučnih valova. Emulzije se mogu formirati primjenom ultrazvučnih valova širokog raspona frekvencije čije vrijednosti dosežu 5 MHz, dok se učinkovitost homogenizacije smanjuje s povećanjem frekvencije. Zbog toga se kod većine komercijalno primijenjenih postupaka koriste ultrazvučni valovi frekvencija između 20 i 50 kHz. Vrlo je važno reakciju homogenizacije provoditi pravilnim odabirom frekvencije, intenziteta i promjera sonde ultrazvučnog postava. Na veličinu kapljica proizvedenih ultrazvučnom homogenizacijom, odnosno na njihovo smanjivanje, može se utjecati povećanjem intenziteta ultrazvuka ili produljenjem vremena kroz koje se tekućina tretira. Primjenom ultrazvuka formiraju se stabilne emulzije s jednolikom raspodjelom čestica čiji je promjer manji od 1  $\mu\text{m}$  [13].

Ultrazvučno homogeniziranje je zapravo mehanički postupak smanjenja malih čestica u tekućini tako da one postanu jednoliko raspoređene.

Najčešći mehanizam ultrazvučne homogenizacije je pod visokim tlakom koji vrlo dobro djeluje na male čestice, ali nije pogodan za disperzije tvrdih i abrazivnih čestica, kao što su pigmenti i u našem slučaju granule češnjaka te je iz tog razloga korištena klasična kupelj.



## **II. EKSPERIMENTALNI DIO**

Glavni znanstveni interes diplomskog rada bio je usmjeren istraživanju mogućnosti koje pruža sol-gel postupka za modifikaciju površine pamučnog tekstila primjenom anorgansko-organskih tvari te prirodne aktivne tvari – češnjaka s ciljem pripreme hibridnog fitoterapeutskog tekstila.

## 5. Zadatak

Nakon provedene modifikacije ispitivanih uzoraka pristupilo se vizualnom ispitivanju kemijskih i fizikalnih karakteristika. Promjene svojstava modificiranih tekstilija praćene su pomoću sljedećih metoda karakterizacije:

1. spektroskopske metode - optička spektroskopija: FTIR – ATR,
2. mikroskopske metode: SEM (skenirajući elektronski mikroskop),
3. određivanja vremena upijanja kapi - testa kapi.

## 6. Metodika rada

### 6.1. Karakterizacija ispitivanih uzoraka

U radu je korišten plošni uzorak pamuka. Karakterizacija neobrađenog uzorka provedena je u skladu s uobičajenom tekstilnom karakterizacijom, pri čemu su određene sljedeće karakteristike:

- sirovinski sastav,
- površinska masa,
- debljina tkanine,
- gustoća tkanine.

U skladu s normama provedene su metode u svrhu ispitivanja karakteristika ispitivanog plošnog uzorka.

**Tablica 4:** Karakterizacija ispitivanog uzorka tekstilnih plošnih proizvoda

Ispitivano svojstvo	Norma	Uzorak
<i>Sirovinski sastav</i>	NN br. 41/2010 HRN ISO 1833:2003	100 % pamuk
<i>Površinska masa [g/m<sup>2</sup>]</i>	HRN ISO 3801: 2003	178
<i>Debljina [mm]</i>	HRN EN ISO 5084:2003	0,49
<i>Gustoća [niti/cm]:</i>		
- osnova	HRN EN 1049-2:2003	24
- potka		30

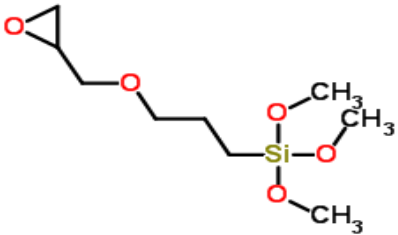
**Sirovinski sastav** – određen je mikroskopiranjem pomoću specifičnih reagensa i otapala prema dobivenim saznanjima iz Znanosti o vlaknima I i u skladu s propisom iz Narodnih novina br. 41/2010.

**Površinska ili plošna masa** neobrađenih uzoraka određena je prema HRN ISO 3801: 2003; Tekstil -- Tkanine -- Određivanje mase po jedinici duljine i mase po jedinici površine (ISO 3801:1977).

## 6.2. Priprava hibridnih materijala


Kako bi se izuzeo utjecaj nečistoće kemikalija na točnost rezultata korištene su kemikalije najvišeg stupnja čistoće „pro chromatographia“ i kemikalije stupnja čistoće „pro analysi“. tj. one koje sadrže tako malo nečistoća da se praktički mogu zanemariti, a koje se onda uzimaju da su 100 %-tne. Za pripremu hibridnih materijala korištene su kemikalije prikazane u tablici 5 i 6.

**Tablica 5:** Osnovne karakteristike odabranog prekursora [2]

<p><b>GLYMO</b> (C<sub>9</sub>H<sub>20</sub>O<sub>5</sub>Si) modificirani silan, 3-glicidiloksipropiltrimetoksisilan, (GLYMO ili GPTMS ili GOPTS ili GOPS ili GOTMS) <b>98 %</b> Aldrich, M = 236,34 g/mol; CAS: 2530-83-8</p>	
--	--

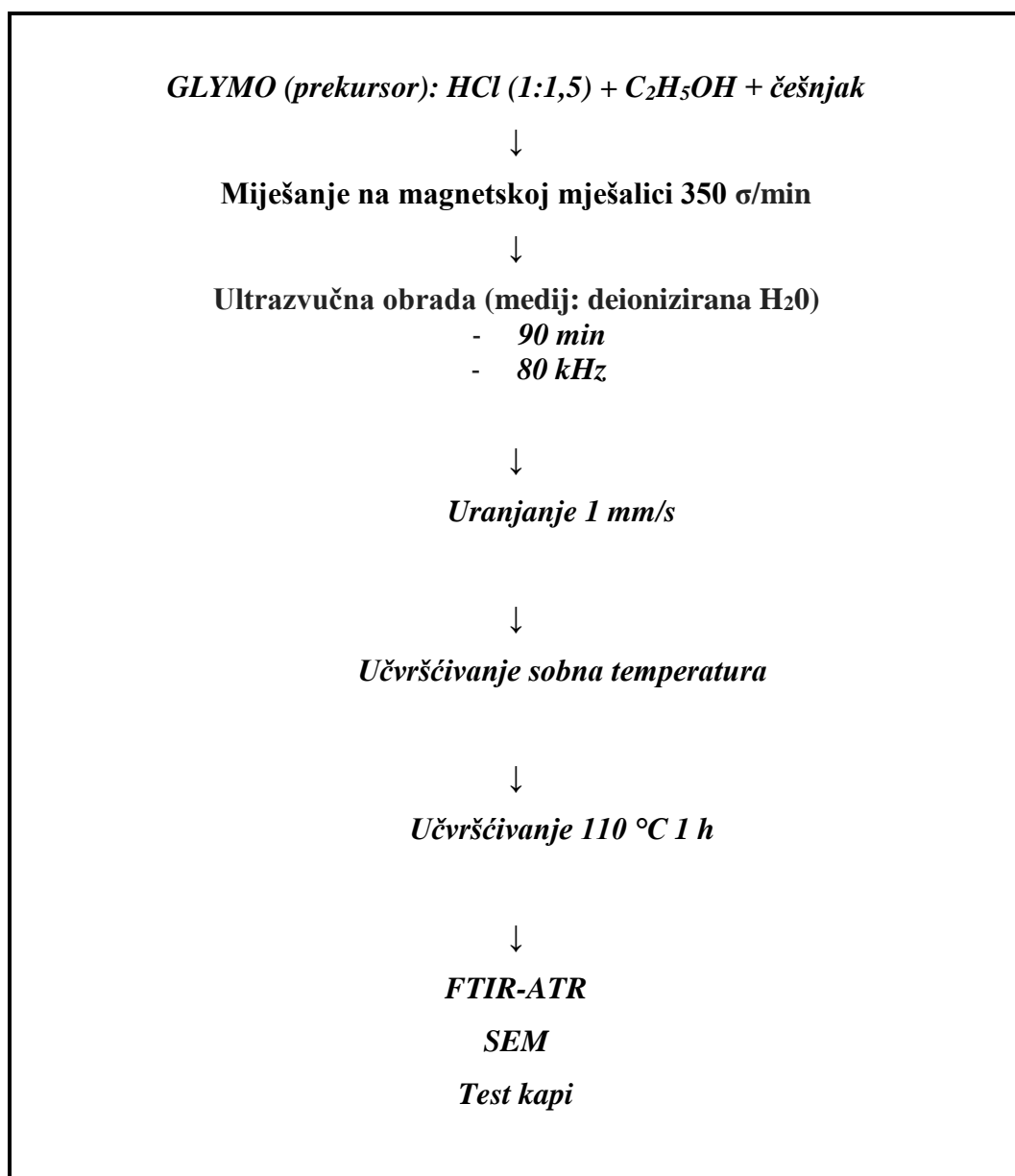
Kao katalizator za hidrolizu GLYMO-a odabrana je klorovodična kiselina budući da se radi o lako hlapljivoj tvari koja se iz matrice može ukloniti isparavanjem prije ili tijekom umrežavanja.

**Tablica 6:** Osnovne karakteristike odabranog katalizatora [2]

<p><b>HCl p.a.</b>, klorovodična kiselina <b>37%</b> Aldrich, M = 36,46 g/mol CAS: 7647-01-0</p>	
--	---

Shematski tijek ispitivanja prikazan je u tablici 7.

**Tablica 7:** Shematski tijek ispitivanja



### 6.3. Obrada prirodnim aktivnim tvarima

Kao prirodna aktivna tvar korišten je češnjak njemačke tvrtke Lebensbaum. Odgovarajućoj obradi dodano je 2 g, 4 g i 6 g prirodne aktivne tvari.



**Slika 9:** Bioaktivna tvar češnjak [14]

Za pripremu sol-gel prevlaka korištena je posebna posuda duplog dna za termostatiranje kako bi se osigurali konstantni uvjeti ispitivanja i zadovoljili osnovni uvjeti pripreve.



**Slika 10:** Aparatura za pripremu sol gel-prevlaka (Zavod za materijale, vlakna i ispitivanje tekstila)

Paralelno je provedena homogenizacija u ultrazvučnoj kupelji pri 80 kHz u vremenu od 90 min, a gdje je kao medij korištena deionizirana voda.

Ultrazvučna obrada provedena je u ultrazvučnoj kadi Elmasonic P proizvođača Elma.



**Slika 11:** Ultrazvučna kada Zavoda za materijale, vlakna i ispitivanje tekstila

Homogenizirane smjese izljevane su u teflonske posude, a zatim su uzorci uranjeni pomoću aparature za uranjanje vlastite izrade definiranom brzinom uranjanja/izranjanja te ostavljeni da geliraju pri sobnoj temperaturi tijekom 24 h i u sušioniku na 110 °C, 1 h.

Na taj način se omogućila hidroliza alkoksidnih skupina GLYMO-a s vlagom iz zraka, a nakon toga su uzorci sušeni pri 100 °C, 1 h. Prevlake na uzorcima dimenzija 5 x 5 cm izvlačene su brzinom od 1 mm/s.



a)

b)

**Slika 12:** a) Aparatura za uranjanje vlastite izrade, b) teflonske posude i brzine uranjanja (Zavod za materijale, vlakna i ispitivanje tekstila)

## **7. Određivanje strukture uzorka spektroskopskom metodom**

Analiza ispitivanih uzoraka provedena je spektroskopijom u infracrvenom području na aparatu Perkin Elmer Spectrum 100 FTIR, uz ATR dodatak za površinsku analizu (FTIRATR). Područje snimanja je od 400 do 4000  $\text{cm}^{-1}$ . Svi spektri snimani su pri sobnoj temperaturi.



**Slika 13:** Perkin Elmer Spectrum 100 FTIR-ATR

Mjerenja su provedena u Zavodu za tekstilno-kemijsku tehnologiju i ekologiju Tekstilno-tehnološkog fakulteta.

## **8. Skenirajući elektronski mikroskop**

Površinska struktura i morfološke karakteristike nemodificiranih i modificiranih uzoraka snimane su na skenirajućem elektronskom mikroskopu proizvođača TESCAN VEGA III EASYPROBE s radnim naponom od 20 kV i (slika 14).

Snimanja su provedena uz povećanje od 500x, 2000x i 5000x a uzorci su napareni neparivačem sa zlatom/paladijem (Au/Pd) kako bi se postigle što bolje snimke morfologije pripremljenih sol-gel prevlaka. Mjerenja su izvedena na Zavodu za tekstilno-kemijsku tehnologiju Sveučilišta u Zagrebu Tekstilno-tehnološkog fakulteta.



**Slika 14:** Skenirajući elektronski mikroskop



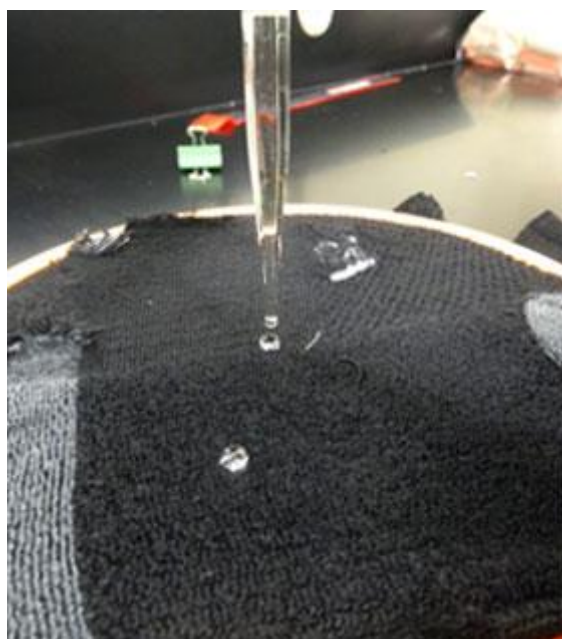
## 9. Određivanje vremena upijanja kapi

Ovom metodom određivan je utjecaj obrade sol-gel postupkom na hidrofilnost tekstilnih materijala, a primijenjen je sljedeći postupak ispitivanja:

*Vrijeme upijanja kapi na površini materijala prema AATCC 79-2000 Absorbency of Bleached Textiles (test kapi).*

Promjena hidrofilnosti do koje može doći pri obradi sol-gel postupkom utvrđivana je na svim pamučnim neobrađenim i obrađenim uzorcima. Pomoću birete koja se nalazi na udaljenosti 1 cm okomito na površinu uzorka, ispusti se kap metilenskog modrila te se mjeri vrijeme upijanja ili razlijevanja kapi po uzorku. Pored vremena potrebnog za upijanje kapi, ocjenjuje se i izgled ostatka mrlje. Na temelju izgleda mrlje može se dati ocjena jednolikosti hidrofilnog svojstva (npr. provedene obrade).

Rezultati ispitivanja vremena upijanja kapi (test kapi) prikazuju se tablično.



**Slika 15:** Test kapi [15]

## 10. Rezultati i rasprava

Ispitivanje je provedeno na tekstilnom plošnom materijalu – pamuku, komercijalno dobavljivom. U tablici 8 su prikazane oznake uzorka koje su korištene u radu.

**Tablica 8** Oznake uzoraka i obrada korištenih u radu

Oznaka	Uzorak	Obrada	Homogenizacija	Bioaktivna tvar
0	Pamuk	početni (neobrađeni)	/	/
1		GLYMO; HCl; 1:1,5;	UZV (90 min, 80 kHz)	2 g, češnjaka
2				4 g, češnjak
3				6 g, češnjak
4		GLYMO; HCl; 1:1,5;	magnetska miješalica + termostat (20 °C, 1h)	2 g, češnjak
5				4 g, češnjak
6				6 g, češnjak

*Gdje je: UZV- ultrazvučna homogenizacija; GLYMO glicidiloksipropiltrimetoksisilan; HCl klorovodična kiselina; 1:1,5 stehiometrijski odnos prekursora (GLYMO) i otopine katalizatora (HCl); 20 °C temperatura reakcijske smjese; 1h vrijeme obrade.*

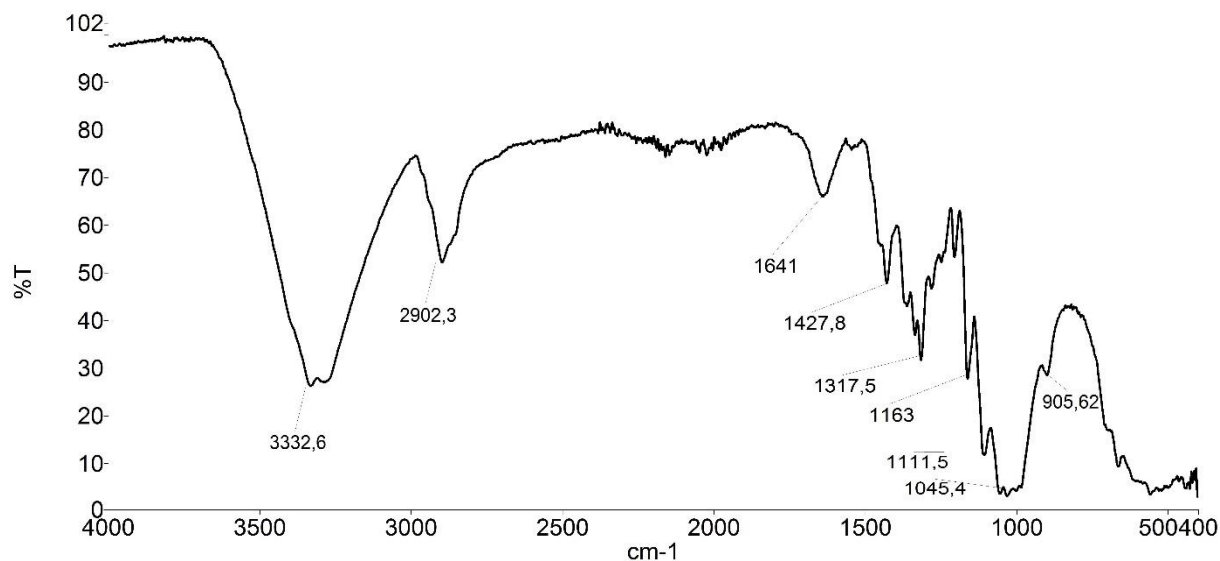
### 10.1 Rezultati određivanja IR-spektra (FTIR-ATR)

Početni i modificirani uzorci karakterizirani su infracrvenom spektroskopijom s ciljem utvrđivanja skupina karakterističnih za strukturu polimera, tj. za kemijsku strukturu ispitivane tvari. Zbog preklapanja velikog broja vrpca ponekad je teško odrediti koje veze nastaju, a koje nestaju budući da se u ispitivanom području javljaju temeljne molekularne vibracije koje obuhvaćaju (promjenu duljine veze, tj. rastezanje veze i promjenu kuta između veza, tj. savijanje veze) [16].

Iz tog razloga ovoj analizi pristupljeno je vrlo oprezno gdje su na samom početku asignacije vrpca za pojedine polimere preuzete su iz literature.

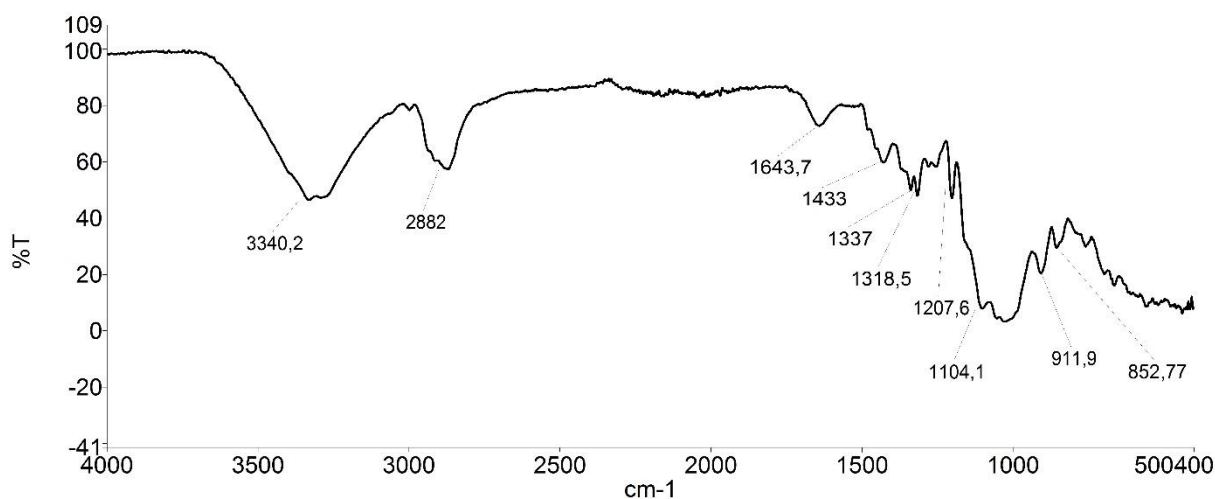
Kako bi se što bolje uočila razlika između provedenih modifikacija i obrada naznačen je veliki broj pikova.

Rezultati određivanja spektroskopskih karakteristika ispitivanih uzoraka prikazani su od slike 16 do slike 20.



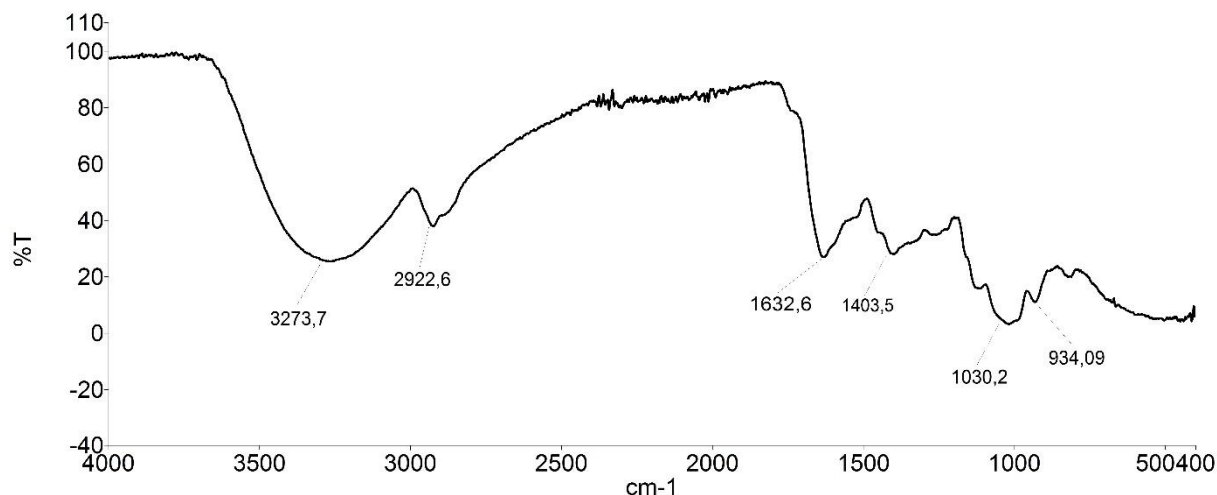
**Slika 16:** FTIR spektar početnog uzorka – pamučna tkanina (uzorak O)

Iz FTIR spektra za pamuk mogu se iščitati slijedeće funkcionalne skupine: O-H ( $3332,6\text{ cm}^{-1}$ ), C-H ( $2902,3\text{ cm}^{-1}$ ), O-H ( $1641\text{ cm}^{-1}$ ), H-CH i O-CH ( $1427\text{ cm}^{-1}$ ), C-H ( $1317,5\text{ cm}^{-1}$ ), C-H ( $1163\text{ cm}^{-1}$ ), C-H ( $1111,5\text{ cm}^{-1}$ ), C-O ( $1045,4\text{ cm}^{-1}$ ) i C-H ( $905,62\text{ cm}^{-1}$ ) [17].



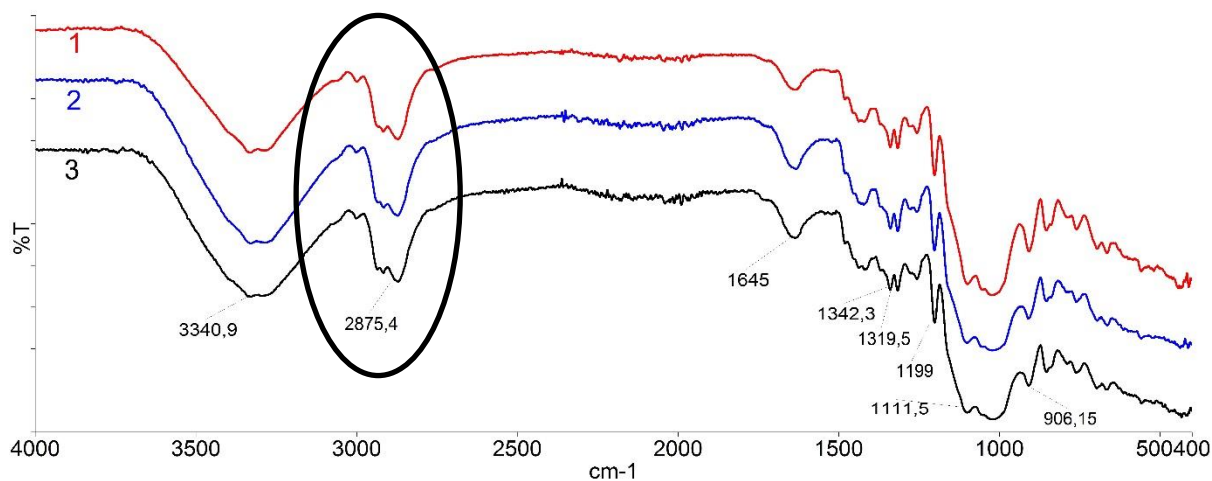
**Slika 17:** FTIR spektar pamučne tkanine i prekursora (GLYMO)

Iz slike 17, gdje je prikazan spektar pamučne tkanine i GLYMO-a uočavaju se vrlo slične funkcionalne skupine kao za čisti pamuk, ali ne toliko oštre i izražajne - N-H ( $3340,2\text{ cm}^{-1}$ ), C-H ( $2882\text{ cm}^{-1}$ ), C-C ( $1643,7\text{ cm}^{-1}$ ), C-C ( $1433\text{ cm}^{-1}$ ), N-O ( $1337\text{ cm}^{-1}$ ), C-O ( $1318,5\text{ cm}^{-1}$ ), C-N ( $1207,6\text{ cm}^{-1}$ ), C-N ( $1104,1\text{ cm}^{-1}$ ), O-H ( $911,9\text{ cm}^{-1}$ ), C-H ( $852,7\text{ cm}^{-1}$ ).



**Slika 18:** FTIR spektar češnjaka

Spektar granula češnjaka prikazuje na prisustvo slijedećih funkcionalnih skupina O-H (3273,7 cm<sup>-1</sup>), C-H (2922,6 cm<sup>-1</sup>), N-H (1632,6 cm<sup>-1</sup>), C-C (1403,5 cm<sup>-1</sup>), C-O (1030,2 cm<sup>-1</sup>), O-H (934,09 cm<sup>-1</sup>). U trenutku pretraživanja nađeni literaturni podaci o funkcionalnim skupinama češnjaka u granulama podudaraju se snimljenim spektrom granula češnjaka koji se koristio u ovom radu [18, 19].

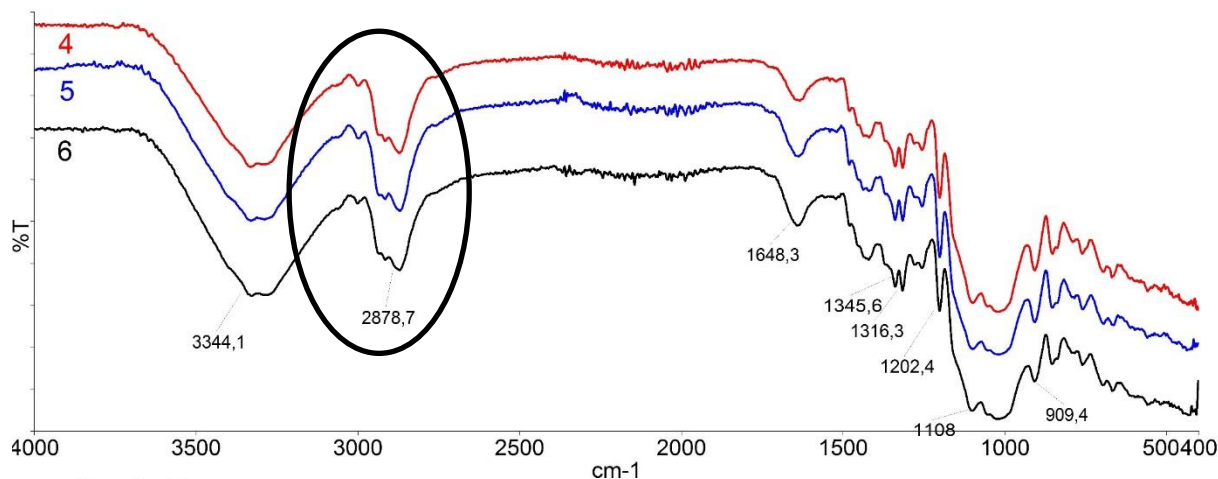


**Slika 19:** FTIR spektar – uzorak 1, 2 i 3 (ultrazvučna homogenizacija sola)

Iz slike 19, tj. FTIR spektra za uzorak 1 (2 g češnjaka), 2 (4 g češnjaka) i 3 (6 g češnjaka) gdje je provedena ultrazvučna homogenizacija uočava se velika podudarnost pikova iz koje je razvidno da masa ne utječe na pomak pika ili njegov intenzitet.

Pri analizi spektra uočava se dodatno preklapanje vrpca, tj. onih za pamuk kao i onih za GLYMO, a vrpce češnjaka nisu izražene. Analizu malo manje otežava preklapanje u području

2875,4  $\text{cm}^{-1}$  (slika 18) i 2878,7  $\text{cm}^{-1}$  (slika 19) za što se pretpostavlja da je došlo do konverzije metoksidnih skupina GLYMO-a, a što se kroz diplomske radove s prirodnim aktivnim tvarima ponavlja.



**Slika 20:** FTIR spektar – uzorak 4, 5 i 6

Analizom FTIR spektra na slici 20 uočava se ista analogija sa spektrom prikazanim na slici 19, Temeljna razlika je u homogenizaciji sola ultrazvučna (slika 18), miješanje na magnetskoj miješalici (slika 19), a koja se ne uočava, tj. nije zabilježena ikakvom razlikom u prisutnim vrpčama.

Ono što je razvidno iz FTIR spektra na slici 19 i 20 je da je došlo do proširenja, tj. širenja vrpce, a što prema literaturnim podacima upućuje na konverziju metoksidnih skupina GLYMO-a [3].

Navedeno područje se učestalo na isti način ponavlja kod svih modifikacija pamučne tkanine sol-gel postupkom i nekom od prirodnih aktivnih tvari ili nanoprahom [20-23].

Kod FTIR spektara od uzorka 1 do uzorka 6, područje nastajanja silikatnih mreža preklopljeno je s karakterističnim skupinama za pamuk i zapravo je vrlo teško sa sigurnošću zaključiti koje skupine nastaju, a koje ne.

Svi prikazani spektri normalizirani su na najveću vrijednost ordinate u zadanom području od 4000 do 400  $\text{cm}^{-1}$ .

Kao zaključno razmatranje snimljenih FTIR spektara, uočava se da koliko god da je instrumentalna tehnika brza, jednostavna i precizna, još uvijek je vrlo teško analizirati modifikacije tekstila. Kada je riječ o prirodnim vlaknima, osim poznatih parametara (spojeva

koji se koriste za obradu) postoji i dodatan utjecaj genetske prirode samog vlakna, utjecaj predobrada i različitih preparacija.

Kako bi se dobio dodatan uvid u modifikaciju, provedena je SEM analiza.

Nažalost, u ovom radu nije provedena EDS analiza, tj. mikroanaliza kemijskih elemenata na površini iz koje bi se moglo dodatno utvrditi prisustvo Si, a na temelju čega bi se sa sigurnošću potvrdila modifikacija.

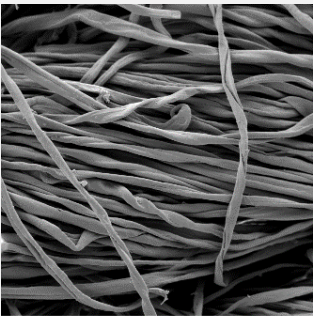
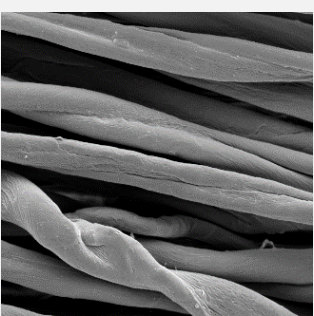
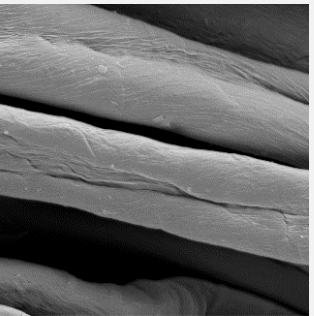
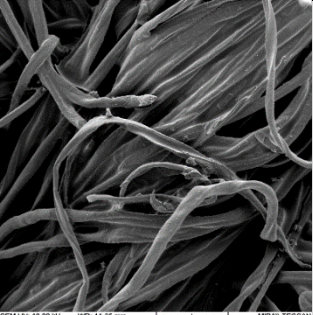
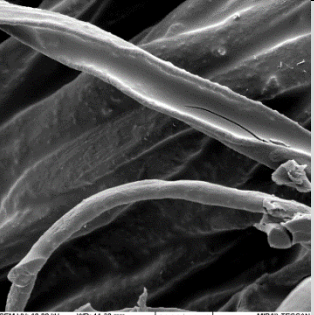
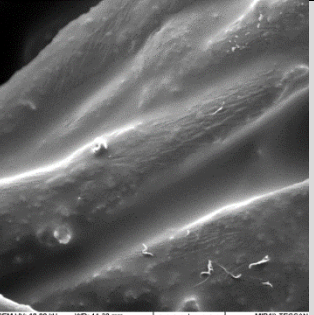
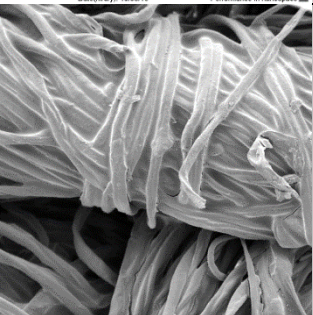
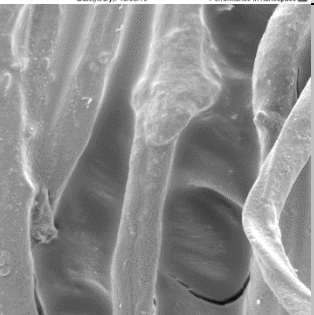
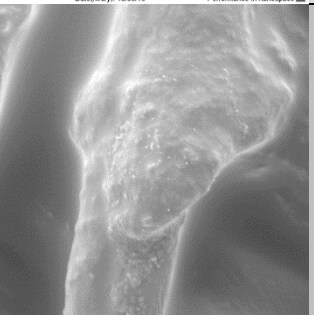
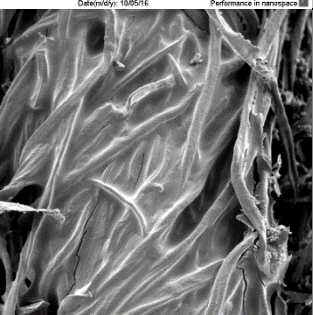
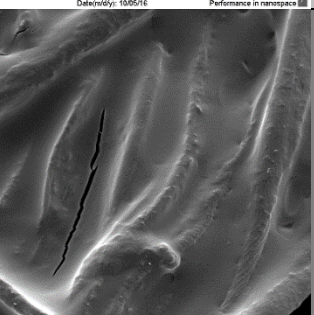
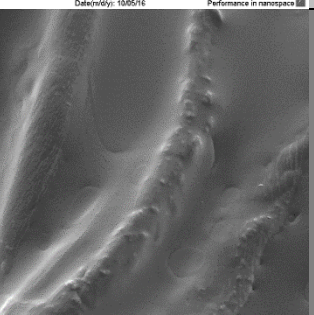
EDS analiza je bila provedena u radovima kada su bili korišteni ZnO, AgNO<sub>3</sub> i sl., a kod prirodnih aktivnih tvari ne. Velika većina znanstvenika kao metode karakterizacije prirodnih spojeva koriste:

- ultraljubičasta – vidljiva spektroskopija (UV-VIS IR),
- infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom (FTIR-ATR),
- rentgenska difrakcija/difrakcija rentgenskih zraka (XRD)
- skenirajući elektronski mikroskopom (SEM) i
- mikroskopija atomskom silom (AFM) [24].

## 10.2. Rezultati morfoloških karakteristika (SEM)

Snimke površina prevlaka neobrađenih uzoraka i uzoraka s dodatkom češnjaka na pamučnoj tkanini prikazane su od tablice 9 do tablice 11.

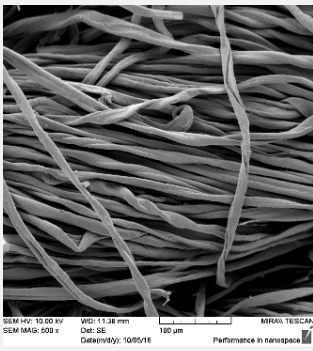
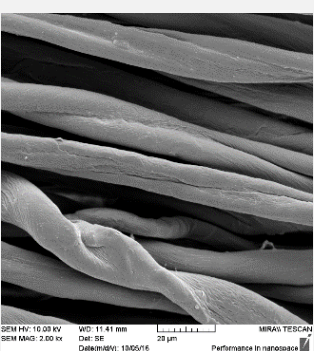
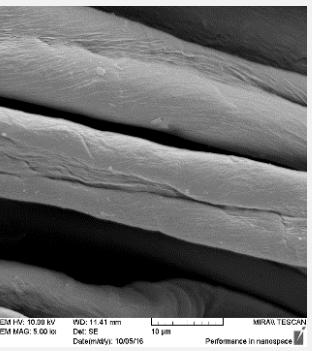
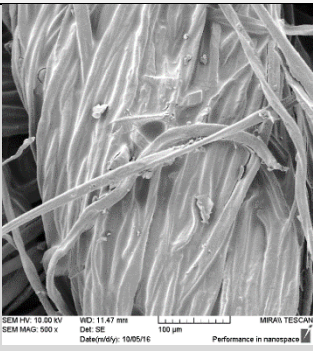
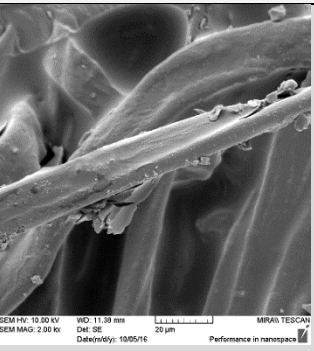
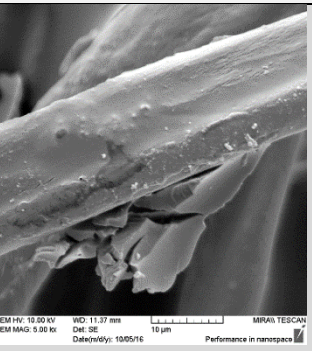
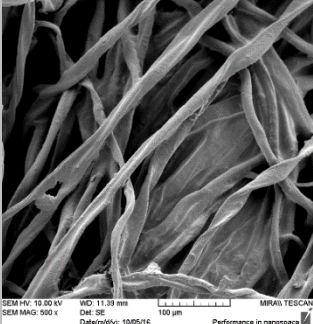
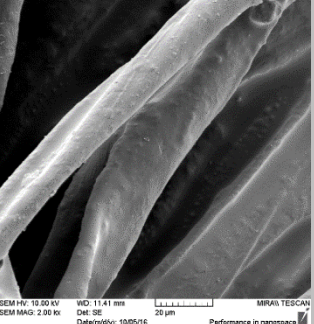
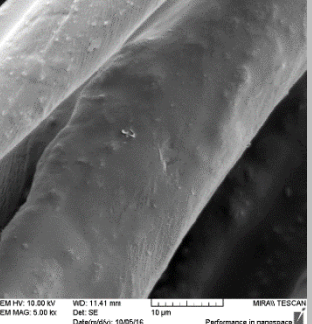
**Tablica 9** Površine prevlaka pamučnih uzoraka neobrađenog i uzoraka *sola homogeniziranog ultrazvukom*

Uz.	500x	2000x	5000x
0			
1			
2			
3			

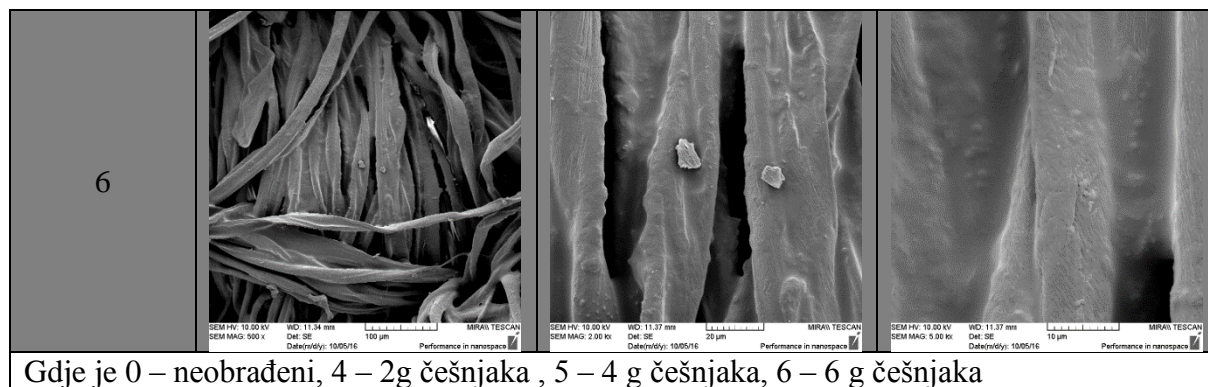
Gdje je 0 – neobrađeni, 1 – 2g češnjaka, 2 – 4 g češnjaka, 3 – 6 g češnjaka

Iz tablice 9 kod početnog uzorka vidljivi su za pamuk karakteristični uvoji. Analizom SEM snimki modificirane pamučne tkanine solom homogeniziranog ultrazvukom uočava se prevlaka, koja pri većem povećanju međusobno povezuje vlakna, a na nekim mjestima je napukla (pretpostavka prilikom rezanja uzorka i pripreme za SEM analizu). Prevlaka je jednolika, poput prozirnog filma s mjestimičnim česticama češnjaka različite veličine u vidu manjih aglomerata.

**Tablica 10** Površine prevlaka pamučnih uzoraka neobrađenog i uzoraka *sola homogeniziranog u termostatu*

Uz.	500x	2000x	5000x
0			
4			
5			

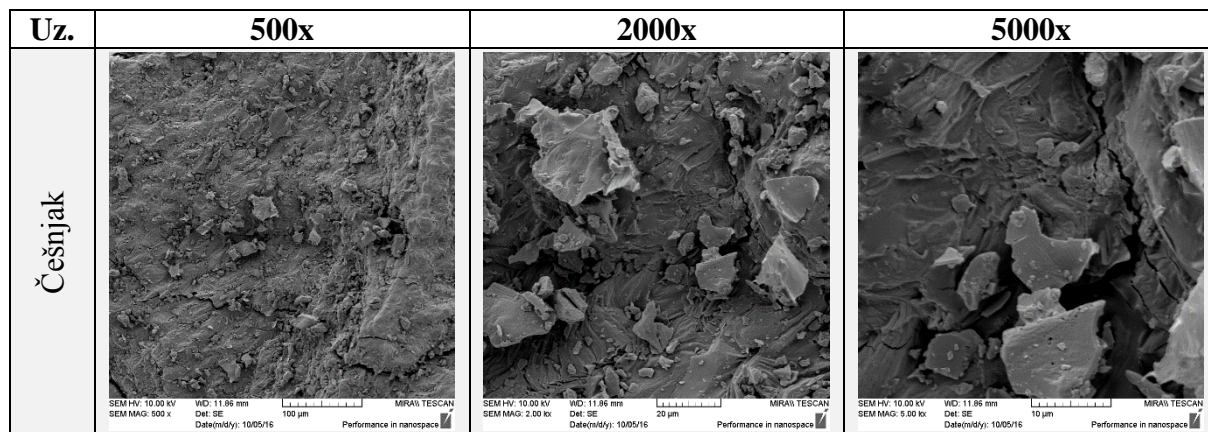




Analizom SEM snimki modificirane pamučne tkanine solom homogeniziranog u termostatu uočava se prevlaka, na svakom vlaknu zasebno (za razliku od ultrazvučno homogenizirane). Prevlaka je jednolika, poput prozirnog filma s mjestimičnim česticama češnjaka različite veličine i oblika u vidu manjih aglomerata na samoj prevlaci dok su dodatno same granule raspoređene po cijeloj dužini vlakana.

Iz tablice 10 može se zaključiti da je obrada gdje je sol homogenizirana vizualno znatno jednoličnija i time daje dojam „urednosti“ i dobrog tekstilnog karaktera.

**Tablica 11** Snimka granula češnjaka



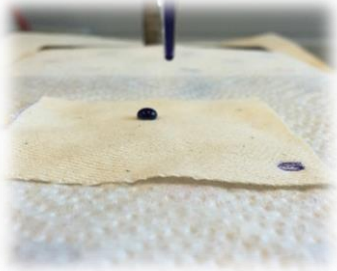



Snimke granula češnjaka pri različitim povećanjima ukazuju na različite veličine granula češnjaka, ali i oblike. Oblici su od kvadrata, pravokutnika, trapeza i dr. geometrijskih oblika, a prisutan je i prah od njihovog „ljuštenja“. Po svojoj površini kod većih granula prisutne su šupljine.




### 10.3. Rezultati određivanja vremena upijanja kapi

Rezultati ispitivanja vremena upijanja kapi metilenskog modrila prikazani su u tablici 12.

U tablici su prikazani rezultati ispitivanja celulozne tkanine modificirane sol-gel postupkom uz dodatak bioaktivne tvari – češnjaka s ciljem utvrđivanja postignute hidrofilnosti, odnosno hidrofobnosti.

**Tablica 12:** Rezultati ispitivanja utjecaja sol-gel postupka i bioaktivne tvari na vrijeme potrebno za upijanje kapi pamučne tkanine

Uzorak /Obrada	t[s]	Izgled
<i>0 (početni)</i>	> 60	
<i>1 (češnjak 2 g, UZV)</i>	> 60	
<i>2 (češnjak 4 g, UZV)</i>	> 60	
<i>3 (češnjak 6 g, UZV)</i>	> 60	

<b>4</b> (češnjak 2 g, bez UZV)	> 60	
<b>5</b> (češnjak 4 g, bez UZV)	> 60	
<b>6</b> (češnjak 6 g, bez UZV)	> 60	

Neobrađeni uzorak, odnosno početni uzorak s obzirom na svoje konstrukcijske karakteristike pokazao je svojstvo hidrofobnosti.

Modifikacije su također postigle svojstvo hidrofobnosti s nešto boljim učinkom prema obliku kapi.

Iz samog oblika kapi, tj. pravilnog oblika možemo zaključiti i o ravnomjernoj modifikaciji. Prema obliku kapi i njenom „zadržavanju“ oblika zaključuje se o egalnoj obradi i jednoliko postignutoj silikatnoj mreži.

## 11. ZAKLJUČAK

Na temelju saznanja dobivenih pregledom znanstveno-stručne literature pokazalo se da su istraživanja mogućnosti primjene sol-gel procesa i fitoterapeutika, tj. češnjaka vrlo aktualna. Općenito u svim granama industrije kao i aspektima života jača ekološka svijest uz tendenciju povratka prirodi i korištenja rješenja iz prirode. Korištene granule komercijalno dobavljivog češnjaka su odabrane obzirom na osnovna svojstva, tj. djelovanje češnjaka (antibakterijsko, antivirusno, antifungalno, antiparazitsko i antioksidacijsko djelovanje). Time su se nastojala spojiti najbolja svojstva češnjaka (fitoterapeutika) i sol-gel procesa s ciljem dobivanja specifičnog tekstilnog materijala koji svoju primjenu nalazi u području medicinskog tekstila, tj. kao tekstilni materijali koji se ne ugrađuju odnosno služe za vanjsku primjenu kao zaštita od infekcija i za pospješivanje zacjeljivanja (komprese, zavoji, flasteri i sl.).

Ultrazvučna homogenizacija kod sol-gel postupka i fitoterapeutika vrlo je važan dio znanstvenih istraživanja, kako zbog izuzetno zanimljivih svojstava tako i zbog mogućnosti koje pruža sam postupak gdje su struktura i svojstva konačnog materijala određena u reakcijskim uvjetima.

Kao zaključno razmatranje snimljenih **FTIR** spektara, uočava se da koliko god da je instrumentalna tehnika brza, jednostavna i precizna, još uvijek je vrlo teško analizirati modifikacije tekstila. Kada je riječ o prirodnim vlaknima, osim poznatih parametara (spojeva koji se koriste za obradu) postoji i dodatan utjecaj genetske prirode samog vlakna, utjecaj predobrada i različitih preparacija. Pri analizi spektra uočava se dodatno preklapanje vrpce, tj. onih za pamuk kao i onih za GLYMO, a vrpce češnjaka nisu izražene. Analizu malo manje otežava preklapanje u području  $2875,4\text{ cm}^{-1}$  (slika 18) i  $2878,7\text{ cm}^{-1}$  (slika 19) za što se pretpostavlja da je došlo do konverzije metoksidnih skupina GLYMO-a, a što se kroz diplomske radove s prirodnim aktivnim tvarima ponavlja. Pri analizi spektra uočava se dodatno preklapanje vrpce, tj. onih za pamuk kao i onih za GLYMO, a vrpce češnjaka nisu izražene.

Analizom **SEM** snimki modificirane pamučne tkanine solom homogeniziranog u termostatu uočava se prevlaka, na svakom vlaknu zasebno (za razliku od ultrazvučno homogenizirane). Prevlaka je jednolika, poput prozirnog filma s mjestimičnim česticama češnjaka različite veličine i oblika u vidu manjih aglomerata na samoj prevlaci dok su dodatno same granule raspoređene po cijeloj dužini vlakana. Iz čega se daje zaključiti da je obrada vizualno znatno jednoličnija i time daje dojam „urednosti“ i dobrog tekstilnog karaktera.

Rezultati *testa kapi* su ukazali na postignutu hidrofobnost uz pravilan oblik kapi, a što dodatno ukazuje na ravnomjernu modifikaciju i egalnu obradu, tj. jednoliko postignutu silikatnu mrežu.

Primjena anorganskih i organskih tvari uz dodatak češnjaka omogućuje pripremu medicinskog tekstila jedinstvenih svojstava s dobrim antibakterijskim, antivirusnim, antifungalnim, antiparazitskim i antioksidacijskim djelovanjem.

## 12. LITERATURA

- [1] [http://repositorij.fsb.hr/1903/1/06\\_07\\_2012\\_Vanja\\_Jug\\_zavrzni\\_rad.pdf](http://repositorij.fsb.hr/1903/1/06_07_2012_Vanja_Jug_zavrzni_rad.pdf), srpanj, 2017.
- [2] Somogyi, M.: Modifikacija naslojenih tekstilija za osobnu zaštitu primjenom sol-gel procesa, Zagreb, Tekstilno tehnološki fakultet Sveučilišta u Zagrebu, doktorski rad, 2010.
- [3] Macan, J.: Priprava hibridnih materijala za prevlake sol-gel procesom, Zagreb, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije Sveučilišta u Zagrebu, disertacija, 2006..
- [4] Filetin, T.; Grilec, K.: Postupci modificiranja i prevlačenja površina: Sol-gel slojevi, 1. izd. Zagreb : Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, 2004.
- [5] Brinker, C.J.; Scherer, G.W.: Sol-gel science: the physics and chemistry of sol-gel processing, Academic Press, Inc. an Imprint of Elsevier, United States of America, 1990.
- [6] <http://arabiangazette.com/wp-content/uploads/2011/12/self-cleaning-fabric.png>, srpanj 2017.
- [7] <http://www.belladonna.hr/fitoterapija/>, srpanj, 2017.
- [8] <http://www.poliklinika-harni.hr/Fitoterapija-i-endometrioza.aspx>
- [9] <https://authoritynutrition.com/11-proven-health-benefits-of-garlic/>
- [10] <http://alternativa-za-vas.com/index.php/clanak/article/cesnjak>
- [11] <http://www.centarzdavlja.hr/hrana-i-zdravlje/zdrava-prehrana/je-li-cesnjak-doista-toliko-zdrav/>
- [12] <https://www.krenizdravo.rtl.hr/zdravlje/biljna-ljekarna/cesnjak-sva-ljekovita-svojstva>
- [13] [https://www.hielscher.com/bs/homogenize\\_01.htm](https://www.hielscher.com/bs/homogenize_01.htm), srpanj 2017.
- [14] <https://www.biobio.hr/suhi-cesnjak-u-granulama-proizvod-20772/>, srpanj 2017.
- [15] <http://www.manufacturingsolutionscenter.org/absorbency-testing.html>, srpanj 2017.
- [16] Kovačić, T.: Struktura i svojstva polimera, skripta, Split, veljača 2010.
- [17] Fan, M.; Dai, D.; Huang, B.: Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres, Fourier Transform – Material Analysis, Ed. Salih Mohammed Salih, ISBN 978-953-51-0594-7, Publisher: InTech, 2012
- [18] <http://aip.scitation.org/doi/pdf/10.1063/1.4945494>, srpanj, 2017.

- [19] Xiaonan Lu, Jun Wang, Hamzah M. Al-Qadiri , Carolyn F. Ross, Joseph R. Powers, Juming Tang , Barbara A. Rasco: Determination of total phenolic content and antioxidant capacity of onion (*Allium cepa*) and shallot (*Allium oschaninii*) using infrared spectroscopy, *Food Chemistry* 129 (2011) 637–644
- [20] Jurešić, S.: Utjecaj ultrazvuka na pripremu ZnO hibridnih medicinskih tekstilija / završni rad - diplomski/integralni studij, Zagreb : Tekstilno-tehnološki fakultet, 12.12. 2016., 38 str. Voditelj: Somogyi Škoc, Maja
- [21] Ivanšić, M.: Priprema organsko-anorganskih hibrida s ZnO sol-gel postupkom za medicinski tekstil / završni rad - diplomski/integralni studij, Zagreb : Tekstilno-tehnološki fakultet, 19.7. 2016., 55 str. Voditelj: Somogyi Škoc, Maja.
- 22[] Čvorig, T: Priprema organsko-anorganskih hibrida s AgNO<sub>3</sub> sol-gel postupkom za medicinski tekstil / završni rad - diplomski/integralni studij, Zagreb : Tekstilno-tehnološki fakultet, 30.09. 2016., 55 str. Voditelj: Somogyi Škoc, Maja.
- [23] Petrak, V.: Priprema bioaktivnog medicinskog tekstila s prirodnim aktivnim tvarima sol-gel postupkom / završni rad - diplomski/integralni studij, Zagreb : Tekstilno-tehnološki fakultet, 3.02. 2016., 54 str. Voditelj: Somogyi Škoc, Maja.
- [24] Esam J. Al-Kalifawi, Tagreed M. Al-Saadi , Sanaa A. Al-Dulaimi and Entisar E. Al-Obodi: Biosynthesis of silver nanoparticles by using onion (*Allium cepa*) extract and study antibacterial activity, *Journal of Gene c and Environmental Resources Conserva on*, 2015, 3(1):1-9.