



Univerza v Mariboru

Fakulteta za strojništvo

VPLIV FIZIKALNO-KEMIJSKIH PARAMETROV VLAKEN NA REZULTATE PROTIMIKROBNIH TESTIRANJ

Magistrsko delo

Študentka: Nives VODIŠEK
Študijski program
2. stopnje: Oblikovanje in tekstilni materiali
Smer: Tekstilni materiali

Mentor: izr. prof. dr. Lidija Fras Zemljič
Somentor: red. prof. dr. Simona Strnad

Maribor, marec 2014

Vložen original sklepa o potrjeni
temi magistrskega dela

ZAHVALA

Zahvaljujem se mentorici izr. prof. dr. Lidija Fras Zemljič in somentorici red. prof. dr. Simona Strnad za pomoč in vodenje pri opravljanju magistrskega dela. Zahvaljujem se tudi vsem v laboratoriju, ki so mi pomagali pri izvedbi.

Še posebno se zahvaljujem družini, ki mi je stala ob strani in omogočila študij.

KAZALO

1	UVOD	- 1 -
2	TEORETIČNI DEL	- 3 -
2.1	TEKSTILNI MATERIALI.....	- 3 -
2.1.1	Celulozna vlakna- bombažna in viskozna	- 5 -
2.1.2	Vlakna poliestra	- 12 -
2.2	PROTIMIKROBNA TESTIRANJA	- 15 -
2.2.1	ASTM E 2149 – Standardizirana metoda za določanje imobiliziranih protimikrobnih sredstev z dinamičnim kontaktom (Stresalna metoda)	- 20 -
2.2.2	ASTM E 2315 Time-kill metoda	- 21 -
2.2.3	JIS L 1902 Testiranje protimikrobne aktivnosti in učinkovitosti na tekstilnih proizvodih	- 23 -
2.3	POVRŠINSKE LASTNOSTI TEKSTILNIH MATERIALOV-TENZIOMETRIJA	- 24 -
2.3.1	Hidrofobno-hidrofilni značaj.....	- 24 -
2.3.2	Stični kot	- 25 -
2.3.3	Površinska napetost.....	- 30 -
2.3.4	Površinska energija	- 34 -
3	EKSPERIMENTALNI DEL	- 39 -
3.1	MATERIALI.....	- 40 -
3.1.1	Uporabljene kemikalije	- 40 -
3.2	METODE.....	- 42 -
3.2.1	Metode priprave vzorcev vlaken in tkanin	- 42 -
3.2.2	Metode analize vzorcev.....	- 43 -
4	MERITVE IN REZULTATI	- 51 -
4.1	HIDROFILNI/HIDROFOBNI ZNAČAJ.....	- 51 -
4.1.1	Rezultati določanja konstante navzemanja vzorcev	- 51 -
4.1.2	Rezultati določanje površinske napetosti	- 52 -
4.1.3	Rezultati določanja stičnih kotov	- 52 -
4.1.4	Rezultati določanja prostih površinskih energij.....	- 53 -
4.2	REZULTATI DOLOČANJA NABOJA	- 55 -
4.3	MORFOLOŠKE ZNAČILNOSTI POVRŠINE VLAKEN	- 56 -

4.4	REZULTATI PROTIMIKROBNIH TESTIRANJ	- 59 -
5	DISKUSIJA	- 59 -
5.1	OPREDELITEV HIDROFILNO-HIDROFOBNEGA ZNAČAJA VZORCEV.....	- 59 -
5.2	NABOJ.....	- 66 -
5.3	PROTIMIKROBNO TESTIRANJE.....	- 68 -
6	SKLEP	- 71 -
	SEZNAM UPORABLJENIH VIROV	- 73 -

VPLIV FIZIKALNO-KEMIJSKIH PARAMETROV VLAKEN NA REZULTATE PROTIMIKROBNIH TESTIRANJ

Ključne besede: celuloza, bombaž, viskoza, PES vlakna, mikrobiološko testiranje, time-kill metoda ASTM E 2315, stresalna metoda ASTM E 2149, JIS L 1902, tenziometer, stični kot, površinska napetost, površinska energija

UDK klasifikacija: 677.1/.4.017.86(043.2)

POVZETEK

Potreba in zahteva po protimikrobni obdelavi tekstilij je zelo velika. Raziskanih je že precej različnih spojin, ki imajo te lastnosti, vendar jih je veliko škodljivih za ljudi in okolje. Zato je trend v iskanju naravnih in neškodljivih protimikrobnih sredstev. Žal pa je njihova vezava na tekstilno matrico in tudi stopnja učinkovitosti po navadi slabša.

Problem s katerim smo se soočili že v diplomskem delu je, da smo dobili redukcijo mikroorganizmov na vzorcih, ki sploh niso bili obdelani s protimikrobnim sredstvom. Učinkovitost obdelanih tekstilij s protimikrobnimi sredstvi se določa z različnimi metodami, standardiziranimi in nestandardiziranimi. Vsaka od teh metod ima različen pristop k vrednotenju. Najbolj pogosto uporabljene so AATCC 100, AATCC 147, ASTM E 2149 in JIS L 1902.

Problem pri nekaterih metodah je, da so rezultati pokazali nerazumljivo inhibicijo patogenih organizmov, kjer naj ne bi bila prisotna kot na primer pri neobdelanem vzorcu. Velikokrat prihaja tudi do napačne interpretacije rezultatov. Zato smo se v tem magistrskem delu osredotočili na testiranje neobdelanih tekstilnih vzorcev po različnih metodah. Izbrali smo najbolj pogoste in nam dostopne metode ASTM E 2149, ASTM E 2315 in JIS L 1902. Vzorce smo dali testirati v različne laboratorije.

Kot vidimo v poglavju, Rezultati in meritve v preglednici 4.10 smo kljub temu dobili redukcijo mikroorganizmov. Zato smo preučili vpliv fizikalno-kemijskih parametrov vlaken, na mikrobiološke lastnosti vlaken.

THE INFLUENCE OF FIBRE PHYSICO-CHEMICAL PARAMETERS ONTO THEIR ANTIMICROBIAL PROPERTIES

Key words: cellulose, cotton, viscose, PES fibers, microbial methods, time-kill method ASTM E 2315, shake-flaske method ASTM E 2149, JIS L 1902, tensiometer, contact angle, surface tension, surface energy

ABSTRACT

Antimicrobial treatment of textiles is nowadays widespread. On market there are a lot of different substances, which have that kind of properties, but a lot of them are dangerous for people and environment. That is way there is a need for explore natural and harmless agents. But their properties of binding and level of their effectiveness is not so good.

The problem, which we also have in my bachelor work, was that we get the inhibition of microorganisms on samples, which were not antimicrobial treated. Efficiency of treated textiles with antimicrobial agents is measure with varied methods, standardized and non-standardized. Each of these methods has a different way to evaluate an antimicrobial treatment. The most used methods are AATCC 100, AATCC 147, ASTM E 2149 and JIS L 1902. Antimicrobial test methods should be performed under controlled, standardised conditions to guarantee reproducibility of the results. A back draw of the standardized tests is also that, they are performed in conditions that are rarely found during the normal use of textile product.

Problem of some methods are that, some of the results show illogical inhibition of pathogenic microorganisms, where it should not, for example at untreated samples. Or the interpretation of their results is wrong.

Regarding all this many laboratories apply, in addition to standardized methods, also other tests for screening antimicrobial activity of functionalized surfaces.

In this master's work we decided to focus on testing the untreated samples with various standardized methods. We selected the one that are most used and were in our access, ASTM E 2149, ASTM E 2315 in JIS L 1902. As you can see in fourth chapter in table 4.10, in spite of all that sometimes we still got the inhibition of microorganisms. Because we want to know the reasons, we studied physic-chemical properties.

UPORABLJENI SIMBOLI

A	površina
c	konstanta navzemanja
F _w	Wilhelmy-eva sila
KR	kopelno razmerje
m ² /t	kapilarna hitrost
n _k	število kapilar
r, R	polmer
RV	relativna vlažnost
T	temperatura
T ₀	začetni čas
T ₁	končni čas
W	delo
β	korekcijski faktor
γ ^D	disperzna komponenta površinske napetosti/energije
γ _L	površinska napetost med tekočo in plinasto fazo
γ ^P	polarna komponenta površinske napetosti/energije
γ _S	površinska napetost med trdno in plinasto fazo
γ _{SL}	površinska napetost med trdno in tekočo fazo
ΔG _i	prosta energija omakanja trdne površine
η	viskoznost
θ	stični kot
ρ	gostota

UPORABLJENE KRATICE

AATCC	American Association of Textile Chemists and Colorists
ASTM	American Society for Testing and Materials
CFU	število bakterijskih kolonij
DMT	dimetiltereftalat
DP	Povprečna stopnja polimerizacije
ETG	etilenglikol
ISO	International Organisation for Standardization
JIS	Japanese Industrial Standards
PES	poliester
PET	polietilentreftalat
PTFE	politetrafluoroetilen
SEM	vrstična elektronska mikroskopija
TPA	tereftalna kislina

1 UVOD

Pomembno je vrednotenje protimikrobne učinkovitosti funkcionaliziranih tekstilnih materialov, ki se uporabljajo na področju medicine in varstva zdravja.

Celuloza je pogosto uporabljena na področju medicine, zaradi lastnosti kot so visoka adsorpcija vlage in tekočin, nizka prisotnost nečistoč, antistatično obnašanje in dobre mehanske lastnosti. Trenutno je površinska modifikacija celuloze najboljši način za doseg protimikrobne funkcionalizacije na tekstilnih materialih.

Raziskovanje protimikrobnosti je pomembno zaradi zaščite materiala pred mikrobi, da preprečimo prenašanje in širjenje patogenih mikroorganizmov. Poskušamo zasnovati material, ki bi imel preventivno in/ali kurativno funkcijo. Še vedno je veliko neznank na področju raziskovanja povezav med bakterijami oziroma glivami in bioaktivno površino tekstilije.

Da zanesljivo ugotovimo učinek obdelanega materiala, je pomembno, da izberemo primerno metodo za vlakno ali tkanino. Za testiranje protimikrobne aktivnosti funkcionaliziranih tekstilij lahko izbiramo med dvema kategorijama standardiziranih testnih metod:

Med kvalitativne metode spadajo AATCC TM147 (American Association of Textile Chemists and Colorists Test Method), AATCC TM 30, ISO/DIS 20645, EN ISO in ISO 11721 (International Standard Organization), SN 195 920 (Swiss Norm). Med kvantitativne metode spadajo AATCC TM 100, ISO 20743, SN 195 924, JIS L 1902 (Japanese Industrial Standard), ASTM E 2149 (American Society for Testing and Materials) in ASTM E 2315.

Pogosto standardizirane metode prilagajamo in potemtakem težko primerjamo rezultate med različnimi laboratoriji. Problem standardnih testnih metod za preverjanje protimikrobne aktivnosti je, da pogoji ne odražajo realne uporabe tekstilij. Večina laboratorijev pa poleg standardnih metod uporablja še druge nestandardizirane metode: kalorimetrično-analitične metode, preizkusi živosti (tetrazolij-formazanski test) viabilino barvanje, mikroskopija, pretočna citometrija in molekularna tehnika.

Rezultate moramo interpretirati izredno previdno, treba je imeti vsaj osnovno razumevanje mikrobiologije, poznavanje prednosti in omejitve vsakega testa ter razumevanja načina delovanja izbranega protimikrobnega sredstva.

Predvidevamo, da imajo fizikalno-kemijski parametri vzorcev pomembno vlogo na rezultate testiranja. Zato smo uporabili različne oblike vzorcev (vlakna, tkanine in narezana

vlakna) ter vzorce z različnim hidrofilnim/hidrofobnim značajem. Uporabili smo polietilentereftalno tkanino (PET), ki je zelo hidrofobna, bombažna in viskozna vlakna/tkanina pa so v primerjavi s PET zelo hidrofilne in med najbolj uporabljenimi materiali za protimikrobno funkcionalizacijo.

Hidrofilnost oziroma hidrofobnost vzorcev in površinske energije smo določili na tenziometru z merjenjem stičnega kota. Naboj vlaken smo določali s potenciometrično titracijo. Površino vzorcev pa smo si pogledali z vrstičnim elektronskim mikroskopom. Med seboj smo primerjali tri različne standardne metode ASTM E 2315, ASTM E 2149 in JIS L 1902. Vzorce, ki smo jih testirali po stresalni metodi ASTM E 2149 pa smo tudi pogledali pod svetlobnim mikroskopom, pri tem pa smo obarvali vzorce z metil modrim barvilom, saj nas je zanimalo, če so se bakterije prilepile na površino vlakna oziroma tkanine.

Nekatere vzorce smo kasneje tudi pregledali s fluorescenčnim mikroskopom, kjer smo bakterije obarvali s posebnim barvilom. V sklepu smo podali vpliv fizikalno-kemijskih lastnosti vlaken na rezultate mikrobiološkega testiranja.

2 TEORETIČNI DEL

2.1 Tekstilni materiali

Poznamo veliko različnih razvrstitev tekstilnih vlaken, najpogosteje jih razvrščamo glede na izvor:

- ❖ *Naravna vlakna* (delimo v 3 razrede):
 - Celulozna, ki so pridobljena iz različnih delov rastlin (stebela, listi in semena).
 - Proteinska, ki jih pridobivamo iz volne, dlak in svile.
 - Mineralna, edino mineralno naravno vlakno je azbestno, vendar je zelo škodljiv.
- ❖ *Umetna vlakna* (so lahko tudi razdeljena v 3 glavne skupine):
 - Regenerirana vlakna, ki so izdelana na podlagi naravnega polimera in so s kemijsko modifikacijo v vlakna.
 - Sintetična vlakna, so tista, ki so izdelana iz neobnovljivega vira.
 - Anorganska vlakna, kot so keramična, steklena, kovinska in ogljikova vlakna.

Karakteristike tekstilnih materialov

Tekstilni materiali so verjetno še najboljše opisani s finostjo, imajo majhen premer v primerjavi z dolžino vlakna. V naravi je veliko število vlaknatih struktur, ampak samo tiste, ki jih lahko preoblikujemo v prejo, so primerne za konstrukcijo tekstilij. Večina naravnih vlaken obstaja v obliki štapelnih vlaken (dolžina: 2-50 cm, presek: 10-40 μm). Štapelna vlakna so preoblikovana v prejo s pomočjo procesa predenja. Sintetična vlakna so izdelana kot neskončni filamenti, tako kot svila, ki jo proizvaja sviloprejka. Vendar te sintetične filamente režemo na željno dolžino, odvisno od uporabe (mešanica z viskozo ali z bombažem).

Geometrija in morfologija vlaken sta zelo pomembni lastnosti. Večina naravnih vlaken ima kar kompleksno morfologijo. Najpomembnejše lastnosti, ki jih tekstilije zahtevajo, da jih lahko uporabimo, so močno odvisne od kemijske zgradbe in lastnosti polimerov, ki sestavljajo tekstilna vlakna.

Ker imajo tekstilna vlakna zelo visoko razmerje med dolžino in presekom, morajo zaradi tega biti tudi takšne tudi molekule, ki jih sestavljajo. Komponente polimerov morajo

biti linearne. Medtem ko so polimerne verige, sestavljene iz bifunkcionalnih ponavljajočih se enot linearne, prisotnost trifunkcionalnih enot vodi v razvejane verige [16]. Če je koncentracija le-teh previsoka se pojavi prečno povezovanje, ki vodi v 3D mrežo. Intermolekularne povezave med verigami vplivajo tudi na žilavost vlaken in na sposobnost upogibanja. Čeprav intermolekularne povezave obstajajo med polimernimi verigami katerekoli kemijske strukture na podlagi Van der Waalsovih sil, močnih dipolov in skupin, ki lahko tvorijo vodikove vezi, znatno povišajo moč teh povezav in zato vplivajo na trdnost vlaken. Sile privlačnosti med sosednjimi polimernimi verigami jih držijo skupaj in privedejo do kohezije vlaknate strukture ter vzdržujejo orientiranost verige.

Med sintetičnimi vlakni, verižna fleksibilnost in intermolekularne povezave močno vplivajo tudi na temperaturo tališča T_m . In prav tako na temperaturo steklastega prehoda T_g , temperatura pri kateri se polimer zmehča in postane bolj gumijast.

Parameter, ki je prav tako pomemben poleg porazdelitve mase, je stopnja polimerizacije (DP), ki predstavlja povprečno število ponavljajočih se enot v polimerni verigi. Pri vlaknih je DP med 500 in 10 000.

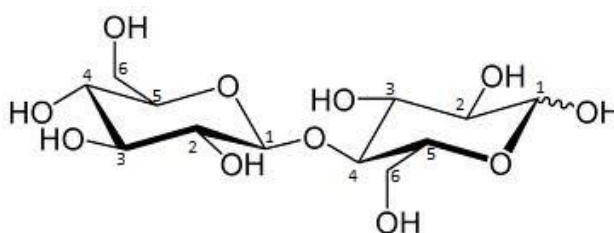
Različne aplikacije zahtevajo različne lastnosti, za oblačila so mehkost, fleksibilnost, absorpcija vlage in sposobnost za barvanje ene od ključnih karakteristik/lastnosti. Industrijske tekstilije pa so, po drugi strani, konstruirani za bolj zahtevne aplikacije in potrebujejo lastnosti, kot so: trdnost, boljša togost in odpornost na utrujanje. Obseg lastnosti vlaken mora biti upoštevan glede na končno uporabo.

Preglednica 2.1: Lastnosti tekstilnih vlaken. [16]

Pomembne lastnosti vlaken	
MEHANSKE	Napetost
	Kompresija
	Odpornost na utrujanje
TERMIČNE	Temperatura taljenja
	Termična degradacija
	Temperatura steklastega prehoda
	Vnetljivost
ELEKTRIČNE	Statična napetost
	Električna prevodnost
OPTIČNE	Lom
	Absorpcija
	Odboj
POVRŠINSKE	Omočenje
	Adhezije
	Trenje
BIOLOŠKE	Odpornost na mikroorganizme
	Toksičnost
	Biokompatibilnost
	Kontroliran razpad <i>in vivo</i>

2.1.1 Celulozna vlakna- bombažna in viskozna

Celuloza je glavna sestavina rastlinskih celičnih sten. Celuloza je polisaharid, ki je sestavljen iz niza glukopiranozih obročev. Osnovna enota je celobioza, ki obsega dva glukopiranozna obroča. Sestavljena je iz kisika (50%), ogljika (44%) in vodika (6%). Empirična formula celuloze je $(C_6H_{10}O_5)_n$.



Slika 2.1: Osnovna enota makromolekule celuloze.

Strukturni nivoji celuloze:

❖ Molekulska struktura:

Molekulska struktura celuloze opredeljuje kemijsko sestavo, molekulsko maso, porazdelitev molekulskih mas, prisotne funkcionalne skupine, medmolekulske povezave, dolžine verig makromolekul, konformacijske oblike, sekundarne interakcije.

Kot lahko vidimo iz slike 1, sta glukopiranozna obroča povezana z β -1,4-glukozidno vezjo. Molekule celuloze lahko zavzemajo različne konformacijske oblike, energetsko pa je najbolj ugodna in stabilna oblika »stola« [23]. Ta konformacija omogoča intramolekularne in intermolekularne vodikove vezi. Konformacijske oblike glukopiranoznega obroča vplivajo na reakcijske sposobnosti hidroksilnih skupin in določajo značilno polikristalino strukturo celuloze [20].

Na glukoznem ostanku so kar tri hidroksilne skupine, primarno na šestem ogljiku ter dve sekundarni na drugem in tretjem ogljikovem atomu glukoznega obroča. Hidroksilne skupine so hidrofilne, vzrok za to je nabreklijivost celuloze. Poleg hidroksilnih in aldehydskih so prisotne še keto, karboksilne in metoksilne skupine [20]. Da je celuloza poltog polimer, je posledica ciklične strukture osnovnega gradnika in prisotnosti polarnih hidroksilnih skupin.

Posledica intermolekularnih in intramolekularnih sekundarnih interakcij je visoka gostota zlaganja in onemogoča dostop do $-OH$ skupin v kristalinih področjih. Poznamo več vrst dimenzij monoklinske celice, v bombažnih vlaknih je celuloza I, v viskoznih vlaknih pa celuloza II. Do te spremembe pride v postopku izdelave, pri katerem se ne spremeni kemijska struktura, ampak dimenzije monoklinske celice. Sprememba iz celuloze I v celulozo II je nepovratna. Sekundarne vezi celuloze II so močnejše in bolj kompleksne kot pri celulozi I. V regenerirani celulozi so krajše sekundarne interakcije [20].

Preglednica 2.2: Dimenzije polimorfnih kristalnih struktur. [29]

	a [nm]	b [nm]	c [nm]	α [°]	β [°]	γ [°]
Celuloza I	0,835	1,034	0,79	90	84	90
Celuloza II	0,814	1,03	0,914	90	62	90
Celuloza III	0,748	1,03	0,861	90	58	90
Celuloza IV	0,795	1,02	0,795	90	90	90

Preglednica 2.3: Lastnosti celuloze I in celuloze II.

	Celuloza I (bombaž)	Celuloza II (viskoza)
Orientacija	velika	Manjša
Odstotek kristalnega področja	60 – 70 %	40 – 50 %
Odstotek amorfnega področja	30 – 40 %	50 – 60 %
Povprečna velikost kristalitov	60 × 6 nm	30 × 4
Povprečna polimerizacijska stopnja (DP)	2500 – 3000	200 – 250
Nabrekanje	manjše	Večje

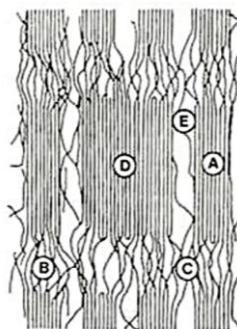
❖ Nadomolekulska struktura:

Nadmolekulska struktura celuloze opredeljuje urejenost v amorfnih in kristalinih področjih, stopnjo orientiranosti, medsebojno ureditev makromolekul, strukturo kristalitov, mikro- in makrofibrilov, fibrilarnih snopov.

Celuloza je sestavljena iz urejenih-kristalinih in manj urejenih – amorfnih področjih. V manj urejena področja lažje dostopa voda in ostale kemikalije.

Monoklinska celica je najmanjša ponovljiva enota v kristalitu. Sestavljena je iz štirih ostankov celobioze, ki potekajo skozi štiri robove celice in na sredini je še en ostanek celobioze, ki je premaknjen za polovico dolžin glukoznega ostanka [23].

Elementarni gradnik je mikrofibril, v katerem si v vzdolžni smeri izmenjujejo kristalina in amorfn področja. Fibril je sestavljen iz 36 vzporednih celuloznih molekul, ki so med seboj povezane z vodikovimi vezmi. Vzdolž fibrila se izmenjujejo kristalina in amorfn območja. Molekule, ki med seboj povezujejo dva kristalina območja skozi vmesno amorfn področje, imenujemo interfibrillarne vezne molekule. 100 do 200 mikrofibrilov sestavlja makrofibril, 10 do 20 makrofibrilov pa tvori snop.



Slika 2.2: Struktura mikrofibrila celuloznih vlaken. (A – kristalino področje, B – amorfno področje, C – interfibrilarne vezne molekule, E – praznine)

❖ Morfološka struktura

Morfološka struktura celuloze opredeljuje razporeditev slojev in sestavo, geometrijsko obliko in strukturo slojev. Opredeljuje prečni in vzdolžni videz vlaken. Bombaž in viskoza imata zelo različen videz.

Bombaž

Bombažna vlakna spadajo med naravna rastlinska vlakna, v podskupino semenskih vlaken. Bombažno vlakno je pridobljeno iz semena rastline vrste *Gossypium*. Vlakna se uporabljajo za izdelavo tekstilij že nekaj stoletij, celo tisočletja, najprej na Kitajskem in Indiji, v 18. stoletju pa je bil uvožen tudi v Združeno kraljestvo [16].

Bombaž pridelujejo v Indiji, na Kitajskem, v ZDA, v Pakistanu, v Braziliji, v Rusiji, v Sudanu, v Egiptu, v Turčiji in v Avstraliji. Bombaž je precej občutljiv glede pogojev, ki jih zahteva rast npr. toplo in vlažno podnebje ter peščena tla. Pogoji rasti imajo velik vpliv na kvaliteto vlaken, kot sta dolžina in finost. Najvišje kvalitetna vlakna so Sea Land in Egipčanski bombaž, njihova dolžina pa je med 25 in 65 mm, medtem ko so standardna dolžina med 13 in 33 mm [16].

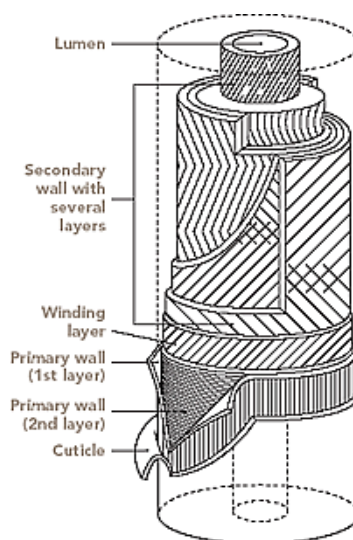
Pridobivanje bombažnih vlaken

Seme bombaža 8 dni po setvi vzklije. Po dveh mesecih zraste približno 30 cm, rasti začnejo stranske veje z listi in cvetovi. Po enem mesecu rastlina začne cveteti in nato dozori. Vlakna nato rastejo samo v dolžino, in se začnejo iz protoplazme izločati plasti celulozne lamele. Zrela vlakna, ki zrastejo iz semen, nato vlakna poberejo in očistijo v posebnih napravah, kjer odstranijo nečistoče.

Polimerizacijska stopnja bombažnih vlaken je med 2500 in 3000.

Morfologija vlaken

Vlakno predstavlja eno celico. Med rastjo ima vlakno okrogel prerez, znotraj je lumen, ki je napolnjen s protoplazmo. Vlakno ima tri celične stene primarno, sekundarno in terciarno. Ko nastane celotna sekundarna stena je vlakno zrelo in se začne sušiti. Terciarna celična stena vsebuje ostanke posušene protoplazme. Zavoji vlaken nastanejo, medtem ko vlakna rastejo v širino. Ledvičasta oblika prereza je posledica, stiskanja vlakna med procesom sušenja.



Slika 2.3: Morfologija bombažnih vlaken.

Morfologija bombažnih vlaken:

- ❖ Kutikala (sestavljena je iz voskov in pektinov ter je neurejena)
- ❖ Primarna celična stena (slaba orientacija makromolekul, približno 10 % celuloze)
- ❖ Sekundarna celična stena (fibrili gosto zloženi in sestavljena je iz treh slojev)
- ❖ Terciarna celična stena (veliko beljakovin iz protoplazme in malo celuloze)
- ❖ Lumen (votel prostor z ostanke protoplazme)

Kutikula je voskasta zunanja plast, ki nudi zaščito. Je voodporna in tako ščiti vlakno pred prodiranjem vode. Za nadaljnje barvanje in predobdelavo, je nujno potrebno odstraniti kutikulo z uporabo detergentov, saj drugače snovi ne morejo prehajati v vlakno. Kutikula je zelo tanki sloj (sloj je širok samo nekaj molekul) in takoj pod njim je primarna stena, ki je široka približno 200 nm. Primarna stena je sestavljena iz fibrilov celuloze debelih približno 20 nm in so spiralno urejena po dolžini vlaken.

Sekundarna stena predstavlja večji del bombažnega vlakna in je sestavljena iz nekaj celuloznih fibrilov, vsak od njih ima premera približno 20 nm, ti so spiralno razporejeni glede na os vlakna. Poznamo tri pomembnejše sloje S₁, S₂, in S₃.

Lumen je glavna pora, po kateri potuje sok iz hranilnih snovi (razredčene raztopine sladkorjev, proteinov in mineralov) med rastjo.

Glavna komponenta bombaža je celuloza, čeprav je točna količina celuloze odvisna od vira bombaža in pogojev rasti. Vlakno ima različno kemijsko sestavo v notranjosti in zunanosti vlakna.

Preglednica 2.4: Povprečna sestava bombažnega vlakna [16] Kemijska sestava vlaken je odvisna tudi od sorte in pogojev rasti.

Snov	Odstotek snovi [%]	
	Celo vlakno	Površina vlakna
Celuloza	88-96	52
Pektin	0,7-1,2	12
Vosek	0,4-1,0	7
Proteini	1,1-1,9	12
Ostale organske snovi	0,5-1,0	14
Pepel	0,7-1,6	3

Če želimo pridobiti hidrofilno bombažno vlakno, ki bo dovzetno za barvilo in ostala funkcionalna sredstva, ga je potrebno pripraviti po posebnih postopkih. Pred-obdelava bombažnih vlaken, obsega alkalno izkuhanje in beljenje, vlakna je treba obdelati zaradi nadaljnjih postopkov, kot so barvanje, tiskanje in apretiranje.

Viskoza

Viskozna vlakna spadajo med regenerirana celulozna vlakna, so narejena iz kemično čiste celuloze. Vlakna so pridobljena po ksantogenatnem postopku. So zelo uporabna, narašča pa tudi njihova uporaba za medicinske in higienske tekstilije, ker je viskoza cenovno ugodna in ima dobre lastnosti, kot so biorazgradljivost ter visoka absorpcija vlage in tekočin [23].

Pridobivanje

Za viskozna vlakna uporabljamo celulozo različnega izvora. Uporabljamo les različnih dreves: smreke, bukve, bora, topola in breze. Les vsebuje različne necelulozne primesi, kot so lignin, pektin, smole, masti, voske in podobno. Zato je potrebno uporabiti različne mehanske fizikalne - kemijske procese.

Celulozo s polimerizacijsko stopnjo med 800 in 1000 najprej alkaliziramo z 18% raztopino natrijevega hidroksida in pri tem pride do velikega nabrekanja, nastane pa alkalna celuloza. Nato odstranimo presežek NaOH, kjer nastane nova kristalina rešetka Na-celuloza I. Sledi faza predzorenja, nato pa še ksantogeniranje. Pri postopku ksantogeniranja obdelamo celulozo z ogljikovim disulfidom, nastane ksantogenat, ki je topen v NaOH. Nastane viskozna raztopina, sledi faza filtriranja, zorenja in izpredanja. Vlakno izpredamo v obarjalno kopel, ki je sestavljena z žveplove (VI) kisline, natrijevega sulfata (VI), magnezijevega sulfata (VI) in cinkovega sulfata (VI). V obarjalni kopeli poteče reakcija nevtralizacije in regeneracija celuloze. Prečni prerez vlaken ni okrogel, vlakna pa imajo zaradi sušenja gube na plašču, ker se skrčijo. Nepravilni oziroma ne okrogli prečni presek je odvisen od koncentracije raztopine in hitrosti koagulacije ter raztezanja.

Lastnosti viskoznih vlaken so odvisne od kakovosti uporabljenih surovin, stopnje alkaliziranja, predzorenja, stopnje ksantogeniranja, sposobnosti koagulacije, parametrov oblikovanja vlaken (sestava koagulacijske kopeli, hitrosti, temperature in raztezanja izpredanih niti), stabiliziranje strukture.

Polimerizacijska stopnja konvencionalnih viskoznih vlaken je med 200 in 250.

Vlakna so mehkega otipa, imajo dobre lastnosti navzemanja, so precej hidrofilna, posledica tega je manjša statična naelektritev. Vlakna imajo tudi zaradi svoje strukture visoko afiniteto do barvil.

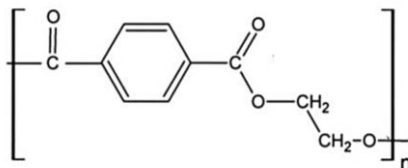
Vendar pa imajo viskozna vlakna tudi nekaj slabosti, kot so posebna nega, nizke trdnosti v mokrem in suhem ter slaba obstojnost na drgnjenje, zapleten in ekološko oporečen postopek proizvodnje. Slabe elastične lastnosti in slaba dimenzijska stabilnost v mokrem.

2.1.2 Vlakna poliestra

Vlakna poliester (PES) so sintetična vlakna, ki jih sintetiziramo po postopku polikondenzacije. Najbolj razširjena vlakna poliester so polietilentereftalna vlakna (PET), ki jih v svetovnem merilu proizvedemo med vsemi vlakni letno kar več kot 33 %, med sintetičnimi vlakni pa kar 60 % [17].

Vlakna so najpogosteje narejena iz dimetiltereftalata (DMT) in etilenglikola (ETG), bolj redko pa iz tereftalne kisline (TPA) in etilenglikola (ETG). Po standardu ISO 2076 so PES vlakna, definirana kot vlakna, ki vsebujejo minimalno 85 % estra TPA in diola.

Da lahko iz PET izdelamo vlakna, sta leta 1939 odkrila angleška kemika J. R. Whinfield in J. T. Dickson. Vlakna so prvič proizvedli v angleškem podjetju ICI leta 1947, leta 1950 pa je ameriško podjetje DuPont v ZDA začel s proizvodno poliesternih vlaken imenovanih Dacron. PET je ester tereftalne kisline in etilenglikola.



Slika 2.4: Strukturna formula (poli)etilentereftalata

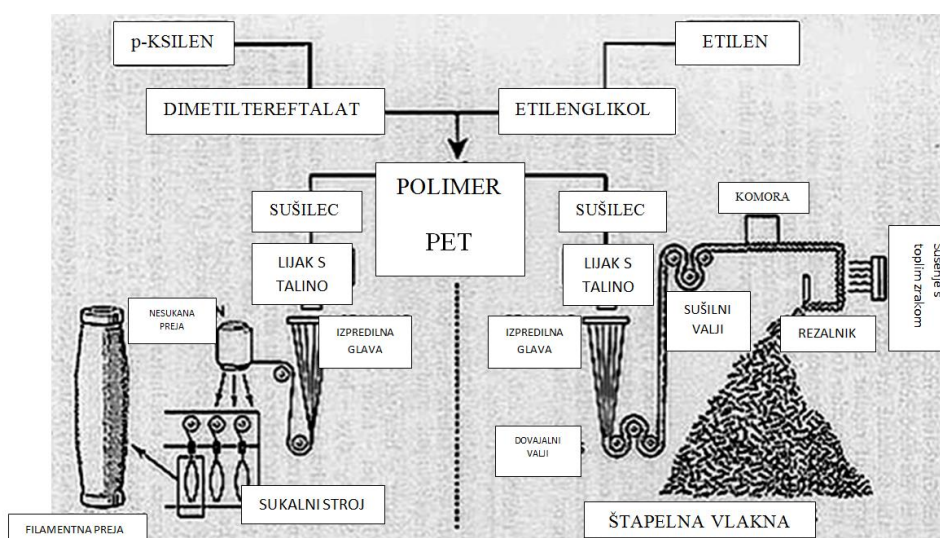
Poznamo dva postopka sinteze PET:

- ❖ Neposredno zaestrenje tereftalne kisline z etilenglikolom v bis(2-hidroksietil-tereftalat)
- ❖ Preestrenje 1,4-dimetiltereftalata z etilenglikolom v bis (2-hidroksietil-tereftalat) dokler molekule ne dosežejo potrebne dolžine, poteka naknadna stopenjska polimerizacija. Preestrenje je v osnovi metoda izmenjave enega alkohola z drugim v estru.

Postopek pridobivanja PET vlaken:

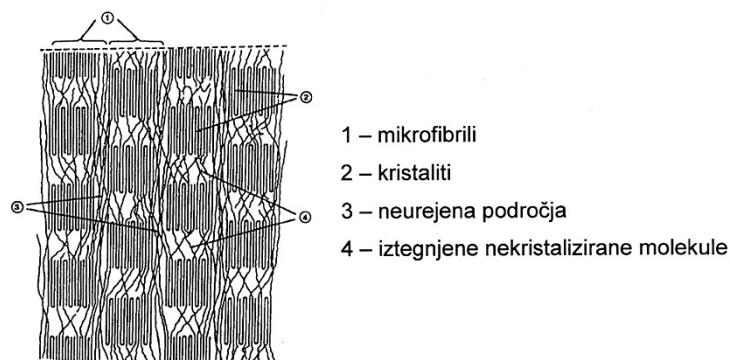
- Raztapljanje dimetiltereftalata v etilenglikolu
- Polikondenzacija diglikoltereftalata v PET
- Izdelava polimernih sekancev
- Priprava taline
- Oblikovanje vlaken in obdelava. Raztezanje, pri čemer vlakna pridobijo vlaknato strukturo in dobre mehanske lastnosti. Nato sledi postopek toplotne relaksacije, pri tem postopku dobimo dobre dimenzijske stabilnosti.

Niti so mono- ali multifilamentne in so rezane na različne dolžine odvisno od namena uporabe. Vlakna imajo lahko različen prečni prerez npr. okrogel, poln ali votel.



Slika 2.5. Shema postopka pridobivanja vlaken. [39]

PET vlakna imajo fibrilarno morfologijo: v smeri osi se izmenjujejo urejena – kristalina in neurejena – amorfna območja, ki so vertikalno razporejena v fibrile. Vlakna, ki so pridobljena po konvencionalnem postopku, so pretežno amorfna, odstotek kristaliničnosti je zelo majhen 1 – 5 %. Poznamo več modelov nadmolekulske strukture, najbolj med njimi pa je razširjen Prevorškov model. Makromolekulo sestavlja 75 – 100 monomerih enot, ki so povezane z vodikovimi vezmi med –CO (karbonilna skupina) in vodikom iz –CH₂– (metilna skupina), poleg tega pa še z Van der Waalsovimi silami.



Slika 2.6: Struktura visoko razteznih PES vlaken po Prevoršku.[3]

Lastnosti

Odlične mehanske lastnosti vlaken se tudi v mokrem ne spreminjajo. Trdnost standardnega tipa vlaken je med 30 in 70 cN/tex, pretežni raztezek pa med 20 in 30 %.

PET je hidrofoben in navzema majhno količino vlage zaradi odsotnosti hidrofilnih skupin. Vsebnost vlage pri standardnih klimatskih pogojih ($RV = 65\%$ in $T = 20^{\circ}C$) v vlaknih je nizka in je med 0,2 in 0,5 %. Posledica nizkega navzemanja vlage pa je tudi elektrostatičnost, zaradi tega vežejo vlakna nase maščobo, olja, znoj, ki jih težko očistimo s tekstila. Hitro sušenje in dimenzijska stabilnost sta pozitivni lastnosti hidrofobnih vlaken.

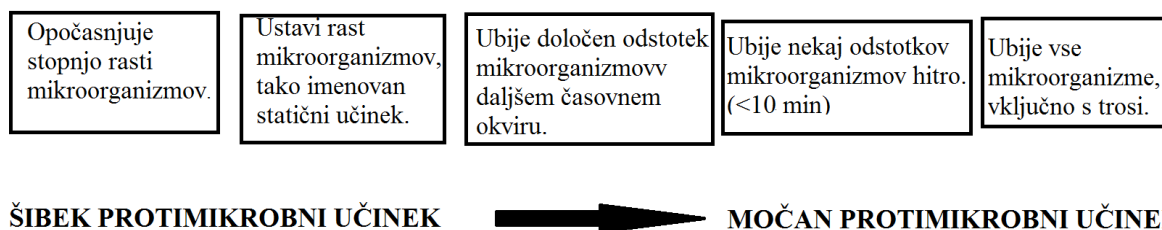
PET vlakna so razmeroma dobro kemijsko obstojna. PET je odporen na kisline pri sobni temperaturi, vendar pa ni odporen proti alkalijam. NaOH povzroči lupljenje vlaken, posledici sta manjši premer in hrapava površina.

V talino med postopkom izdelave dodajamo matirno sredstvo, da zmanjšamo visok lesk vlaken. PES vlakna so odporna na mečkanje.

Obstojnost PES vlaken na toploto je visoka. Pri $230^{\circ}C$ se začnejo mehčati, goreti začnejo pri približno $510^{\circ}C$. Goriijo z majhnim plamenom, po gorenju ostane talina.

2.2 Protimikrobna testiranja

Kaj je protimikrobnost? Najbolj splošno lahko rečemo, da je protimikrobno vse, kar ima negativen vpliv na mikroorganizme.



Slika 2.7: Protimikrobnost [28]

Protimikrobi z zelo slabim učinkom upočasnijo stopnjo rasti mikroorganizmov, verjetno samo eno ali nekaj vrst. Takšna stopnja protimikrobne aktivnosti lahko preprečuje vonj in vpliva na estetski videz tekstilije, ampak ne vpliva na širjenje mikroorganizmov. Močnejša sredstva na tekstilu ubijejo nekaj odstotkov patogenov v določenem času.

Moč protimikroba je produkt koncentracije le-tega in čas kontakta, tako da lahko zaključimo, da so obdelane tekstilije, ki reducirajo mikroorganizme najhitreje po navadi tudi najbolj učinkovite. Večji odstotek redukcije je dosežen, če je čas stik daljši in še takrat samo ob določenih pogojih. Zato veliko tekstilij nudi stopnjo, ki je uporabna za estetično zaščito, ampak ne za nadzor infekcije. Aktivnost sredstev, ki uničijo nekaj odstotkov organizmov v manj, kot desetih minutah, je v grobem enaka nizko-stopenjskimi dezinfekcijskimi in sanitetnimi sredstvi.

Spodnji del diagrama je primarno zaseden s toksičnimi sterilnimi kemikalijami, saj javnosti še niso poznane obdelane tekstilije, ki bi dosegle tako dober protimikrobni učinek.

Edina možnost preverjanja stopnje protimikrobne aktivnosti je previdno, realistično mikrobiološko testiranje. V splošno metode pogosto uporabljene za testiranje protimikrobnosti tekstilij so prilagojene za odkrivanje nizke stopnje v daljšem časovnem obdobju, v primerjavi s testiranjem tekočih kemijskih dezinfekcijskih in sanitetnih sredstev, kjer opazujemo visoko aktivnost v kratkem času.

Veliko pogosto uporabljenih metod sploh nima uspešnega kriterija – interpretacija rezultatov je popolnoma odvisna od interesentov.

V tekstilni industriji se najpogosteje uporabljajo štiri metode za določanje protimikrobnosti tekstilij, to so AATCC 100, AATCC 147, ASTM E 2149 in JIS L 1902.

Mikroorganizmi:

❖ *Staphylococcus aureus*

Staphylococcus aureus je anaerobna- pozitivna stafilokoki bakterija. Bakterijo jo pogosto najdemo v človeških dihalih in na koži. Čeprav *Staphylococcus aureus* ni vedno patogena, je vseeno pogosto vzrok za okužbe kože, bolezni dihal (pljučnica, meningitis). Pojavile so se oblike bakterije, ki so odpore na antibiotike, kar je velik problem klinične medicine po vsem svetu. Znano je, da je okoli 20 % populacije ljudi dolgoročnih prenašalcev te bakterije.

❖ *Escheria coli*

Escherichia coli je Gram- negativna, anaerobna paličasta bakterija, ki se običajno nahaja v črevesju toplokrvnih organizmov. Večina sevov *Escherichie coli* je neškodljivih, sevi so del normalne flore v črevesju in koristijo človeku, ker proizvajajo vitamin K₂ in preprečujejo nastanek patogenih bakterij v črevesju. Vendar lahko nekateri serotipi lahko povzročijo resno zastrupitev.

❖ *Streptococcus agalactie*

Streptococcus agalactie je gram pozitivna bakterija, ki je po navadi prisotna v črevesni flori, lahko pa tudi v senčilih, kar je lahko nevarno pri porodu za dojenčka. Za dojenčka je lahko zastrupitev celo smrtna.

❖ *Candida albicans*

Candida albicans je gliva iz vrst kvasovk iz rodu Candid. Je normalni del črevesne flore, prisotna je v človeških ustih in prebavnem traktu, prekomerna razmnožitev povzroči kandiozo.

❖ *Candida glabrata*

Candida glabrata spada v družino gliv, je kvasovka, ki spada v rod Candid. Še pred časom smo mislili, da *Candida glabrata* ni patogen mikroorganizem. Še posebej je razširjena pri ljudeh s HIV+ in pri starejših. Kljub temu, da je navedena kot druga najbolj agresivna kvasovka, je na voljo zelo malo informacij o zdravljenju in identifikaciji. Nekateri menijo, da

ima *Candida glabrata* naravno imunost, vendar je verjetno, da je mikroorganizem razvil odpornost na zdravila.

Protimikrobna sredstva

Protimikrobna sredstva preprečujejo reprodukcijo celic, poškodujejo celično steno ali celično prepustnost in blokirajo encime patogenih mikroorganizmov.

Sredstva lahko delimo glede na način delovanja na:

- ❖ Sredstva, ki zavirajo mikrobo samo na površini vlaken (adsorbira se na površini)
- ❖ Sredstva, ki se počasi sproščajo na površino in/ali iz površine (substance s kontroliranim sproščanjem)

Za obdelavo tekstilij uporabljamo številne kemikalije: anorganske soli, organokovine, jodofore (snovi, ki počasi sproščajo jod), fenole, antibiotike, heterocikle za anionskimi skupinami, dušikove spojine, ureo, derivate formaldehida in amine. Veliko teh kemikalij je strupenih za ljudi in niso razgradljive v okolju. Tekstilna industrija tako nadaljuje z iskanjem okolju prijaznih kemikalij. Raziskujejo se polisaharidi in njihovi derivati, ki imajo potrebne protimikrobne lastnosti. Iz te perspektive so amino polisaharidi, vključno s hitozanom odlični za protimikrobno obdelavo tekstilij. Obstaja še veliko ne raziskanih pojavov na področju interakcij med glivami/bakterijami in protimikrobno obdelano tekstiljo.

Protimikrobo lahko delimo na različne načine na primer na: biocide in biostate; spirajoče in nespirajoče; kontrolirano sproščanje in sredstva, ki »gradijo« zaščito pred patogeni: sintetične in naravne; z dobrimi in slabimi pralnimi obstojnostmi. Najbolj pogosto jih delimo na sredstva, ki imajo baktericidni in bakteriostatični učinek na rast mikroorganizmov:

Biocidi (bakteriocidi in fungocidi) ubijejo patogene. Biostati (bakteriostati in fungostati) inhbirajo rast mikroorganizmov.

Metode za določanje protimikrobne aktivnosti tekstilnih materialov

Delimo jih na kvalitativne in kvantitativne metode.

Večina *kvalitativnih metod* temelji na agar-difuzijskem testu. Metode so relativno hitre, poceni in preproste, vendar pa so subjektivne ter niso primerne za vse vrste tekstilij in za vse vrste protimikrobnih sredstev. Sredstva imajo lahko različne hitrosti difuzije skozi agar ali pa sploh ne. med kvalitativne metode spadajo AATCC TM147, AATCC TM 30, ISO/DIS 20645, EN ISO in ISO 11721, SN 195 920.

Kvantitativne metode pa so po drugi strani bolj širše uporabne, ampak so bolj časovno odvisne in dražje, ker je prisotno dejansko preštevanj, ki prikazuje nivo baktericidne oziroma fungicide aktivnosti. Uporabljamo jih lahko pri vseh vrstah tekstilijah in protimikrobnih sredstvih, med seboj lahko primerjamo tudi različna protimikrobna sredstva. Med kvantitativne metode spadajo AATCC TM 100, ISO 20743, SN 195 924, JIS L 1902, ASTM E 2149 in ASTM E 2315.

Med najbolj pogosto uporabljenimi so AATCC TM 147 in ISO 20645 med kvantitativnimi metodami. Med kvalitativnimi pa so najpogosteje uporabljene AATCC TM 100, JIS L 1902 in ISO 20743.

Pomembno je, da so metode za določanje protimikrobnosti izvedene pod kontroliranimi standardnimi pogoji, saj s tem lahko zagotavljamo ponovljivost rezultatov. Večina metod ne navaja absolutnega standarda za učinkovitost in so pogosto spremenjene. Slabost standardnih metod je, da so izpeljane v pogojih, ki ne odražajo realnih oziroma normalne okoliščine uporabe tekstilije. Veliko uporabljenih metod ne poda uspešnih kriterijev, kar posledično vodi k napačni interpretaciji rezultatov. Natančnost vseh omenjenih metod je odvisna od tega, kako poteka pridobivanje podatkov o redukciji patogenov na primer pri ASTM E 2149 preštejemo število mikrobov po določenem času v raztopini. Poleg tega pa so v uporabi še različne nestandardizirane metode, ki jih uporabljamo vzporedno s standardiziranimi.

Ker je velika potreba in povpraševanje po bolj zanesljivih hitrih ter cenovno ugodnih metod za določanje protimikrobnosti, se raziskujejo in iščejo nove ter izboljšujejo obstoječe metode, ki bi podale čim bolj natančne informacije o protimikrobnosti vzorca. Da določimo protimikrobni učinek pravilno je zelo pomembno, da izberemo primerno metodo glede na naš

vzorec in mikroorganizem. Vzorce smo testirali po treh različnih standardiziranih testnih metodah: JIS L 1902, ASTM E 2315 in ASTM E 2149, v treh različnih laboratorijih.

Preglednica 2.5: Povzetek uporabljenih metod.

Metoda	Proces	Prednosti	Slabosti
ASTM E 2149	Testno in referenčno tkanino postavimo v vsako svojo bučko, v kateri je vsaj 50 mL tekočega medija z mikroorganizmi. Bučke nato stresamo. Koncentracijo mikrobov določimo pri času »0« in po izbranem času (ponavadi 1 ura). Iz izmerjene koncentracije izračunamo redukcijo.	Kvantitativna, enostavna in konsistentna	Nerealistična, ni povezave z drugimi kvantitavnimi metodami
ASTM E 2315	Določeno koncentracijo mikroorganizmov smo dodali v tekoči medij. Vzorce smo dali v bučko ter poskrbeli, da so vzorci popolnoma omočeni. Mikroorganizme smo prešteli takoj ob času »0« in po izbranem časovnem obdobju. Rezultate smo podali kot \log_{10} redukcije.	Raztopine so razmeroma poceni. Parametri metode so enostavni za nadzor v laboratorijskem okolju in lahko medseboj primerjamo različne proizvode, ki jih testiramo pod enakimi pogoji. Zelo kratek kontaktni stik raziskan razmeramo enostavno.	
JIS L 1902	Testna in referenčna tkanina (v treh replikativ) sta inokulirani v tekočem mediju s specifično koncentracijo mikrobiološke suspenzije. Preštejemo mikroorganizme pri času »0« in po določenem času. Rezultate predstavimo kot \log_{10} redukcije.	Kvantitativna, realistična, fleksibilna, občutljiva in rezultati so ponovljivi.	Zamudna in precej draga metoda.

2.2.1 ASTM E 2149 – Standardizirana metoda za določanje imobiliziranih protimikrobnih sredstev z dinamičnim kontaktom (Stresalna metoda)

Metoda je bila razvita za rutinsko kvalitativno preverjanje in za »screening« teste, s katero bi premagali težave klasičnih metod za določanje protimikrobnega učinka. Med težave klasičnih metod spadajo zagotavljanje stika inokuluma z obdelano površino, uporaba neprimernih statičnih pogojev, občutljivost in ponovljivost.

Ta metoda omogoča vrednotenje različnih tipov protimikrobno obdelanih substratov in na širokem naboru mikroorganizmov.

Površinska protimikrobna aktivnost je določena s primerjavo med testnim in referenčnim vzorcem, ki sta testirana paralelno.

Protimikrobnost substrata je odvisna od stika med mikrobi in aktivnim kemijskim sredstvom. Metoda določa protimikrobnost s stresanjem vzorca v koncentrirani bakterijski suspenziji 1 uro.

Število preživetih oziroma mrtvih mikroorganizmov določimo iz suspenzije in izračunamo odstotek (redukcije) ali \log_{10} redukcije v primerjavi z referenco.

Protimikrobi, ki so kemijsko vezani, se ne morejo difundirati v okolje v normalnih okoliščinah uporabe. Standardna metoda ASTM E 2149 zagotavlja s stresanjem bučke dober stik med bakterijami in protimikrobno obdelano tekstiljo.

Presnovno stanje izbranih patogenih vrst lahko direktno vpliva na učinkovitost meritev določenih protimikrobnih sredstev ali koncentracije teh sredstev. Občutljivost izbranih patogenov na določene biocide se lahko spreminja glede na njihovo življenjsko fazo (cikel). Kontaktni čas 1 ure v pufni raztopini dopusti presnovni zastoj v populaciji. Ker ta metoda poteka v tekočem mediju so vzorci popolno omočeni, po potrebi uporabljamo tudi površinsko aktivne snovi, ki izboljšujejo omakanje substrata. Ta metoda ni primerna za neposredno primerjavo spirajočih in nespirajočih protimikrobnih sredstev. V tekočem mediju lužni biocidi sproščajo aktivno sestavino pri različni stopnji.

2.2.2 ASTM E 2315 Time-kill metoda

Metoda podaja spremembo populacije aerobnih mikroorganizmov v izbranem časovnem okviru »*in vitro*«. Protimikrobna aktivnost specifičnega materiala je lahko odvisna od različnih spremenljivk. Pomembno je, da poznamo omejitve »*in vitro*« testov, še posebej v primerjavi z rezultati pod drugimi okoliščinami.

Vzorci damo v posodo z znano populacijo mikroorganizmov za določen čas na izbrano temperaturo. Preizkušance nevtraliziramo na izbrane vzorčne intervale (30s, 60s,...) in preštejemo preživete mikroorganizme. Odstotek ali \log_{10} redukcije izračunamo iz začetne ali referenčne mikrobiološke populacije in po izbranem času.

Postopek za izračun mikrobiološke redukcije:

Korak 1: Izmerimo začetno mikrobiološko populacijo reference v \log_{10} skalo. Če pa uporabljamo več kot eno bučko za določanje začetne mikrobiološke populacije, pretvorimo vrednosti v \log_{10} in izračunamo srednjo vrednost ter standardni odklon.

Korak 2: Izmerjeno vrednost preživete mikrobiološke populacije pretvorimo v \log_{10} . Če pa uporabljamo več kot eno bučko, pretvorimo vrednosti v \log_{10} in izračunamo srednjo vrednost ter standardni odklon.

Korak 3: Formula za izračun redukcije:

$$\log 10_r = \log 10_{zmp} - \log 10_{pmp} \quad (2.1)$$

$\log 10_r$ – redukcija mikrobiološke populacije

$\log 10_{zmp}$ – začetna mikrobiološka populacija

$\log 10_{pmp}$ – preživeta mikrobiološka populacija

Natančnost metode je odvisna predvsem od izbire testnega organizma, gojišča rastnega medija in testnega materiala. Popravki v praksi so posledica nekaterih izmed zgoraj naštetih spremenljivk. Dve dodatni spremenljivki sta odvisni od specifičnih procesov uporabe vrednotenja testnega materiala: Predvidevamo, da vsaka CFU (število bakterijskih kolonij) izvira iz posameznega mikroba. V realnosti, mikrobi pogosto formirajo agregate, ki tvorijo posamezno kolonijo. Posledično, podatki o preštevanju podcenjujejo skupno število živih organizmov v vzorcu.

Na presnovno stanje individualnih mikrobov lahko vplivajo številni fizikalno-kemijski parametri. Poškodovane celice ali celice, ki imajo relativno dolgi čas generacije, mogoče ne bodo oblikovale kolonije v času testiranja. Tako, da lahko ti rezultati podcenjujejo število mikrobov v vzorcu.

2.2.3 JIS L 1902 Testiranje protimikrobne aktivnosti in učinkovitosti na tekstilnih proizvodih

Standardna testna metoda za vrednotenje protimikrobne aktivnosti tekstilnih materialov JIS L 1902 je del japonskih standardov. Uporabna je pri vseh tekstilnih materialih in omogoča primerjavo med različnimi protimikrobnimi obdelavami. JIS L 1902 je sestavljena iz kvantitativnega dela, ki je podoben AATCC TM100. Edina razlika je, da AATCC TM100 uporablja bolj hranljivo gojišče kot japonski standard. Testno in referenčno tkanino inokuliramo s suspenzijo. Koncentracijo določimo pri času 0 in po izbranem inkubacijskem obdobju. Redukcija mikrobov ali inhibicija rasti je kvantitativno analizirana in jo izračunamo z razliko med številom mikrobov pri času 0 in po izbranem časovnem obdobju.

Drugi del standarda je sestavljen iz kvalitativnega dela, ki je podoben AATCC TM147. Pri AATCC TM147 površino plošče agarja prekrijemo s trakovi testne tkanine, ki jo pred tem inokuliramo s testno kulturo, po koncu inkubacije kvalitativno določimo področja inhibicije. Na površini, kjer ni zaznana rast bakterij, pomeni, da je protimikrobno sredstvo inhibiralo bakterije.

Kot smo že našteali zgoraj obstaja precej različnih metod, vsaka izmed njih ima določene prednosti in slabosti. Najboljše, da izberemo metodo glede na svoj vzorec in seveda glede na to, na kateri mikroorganizem testiramo.

2.3 Površinske lastnosti tekstilnih materialov-tenziometrija

2.3.1 Hidrofobno-hidrofilni značaj

Površinske lastnosti vlake bistveno vplivajo na obnašanje v vodnih raztopinah. Prisotnost ter količina polarnih funkcionalnih skupin, kot so hidroksilna, karboksilna, aminska določa hidrofilnost vlaken.

Vlakna, ki imajo veliko polarnih skupin, so hidrofilna, to so predvsem celulozna, beljakovinska in vinila (PVA).

Vpliv vode na vlakna je odvisen od fizikalne in kemijske strukture ter zunanjih vplivov. Voda se veže na površino z adsorpcijo ali prodira v notranjost amorfnih področij, pri čemer lahko pride do spremembe nadmolekulske strukture vlaken.

Pri absorpciji vode prihaja do sprememb mase, premera, dolžine, surovinske sestave, odpornosti na drgnjenje, vpliva pa prav tako tudi na elektrostatično nabijanje. Boljši prevodnik so hidrofilna vlakna, ki zaradi večje vsebnosti vlage odvajajo statični naboj, hidrofobna vlakna pa se elektrostatično nabijejo.

Voda v vlaknu v amorfnih področjih prekine sekundarne interakcije med molekulami polimera. Molekule vode se vežejo z vodikovimi vezmi, vlaknom se pri tem povečata premer in dolžina [13].

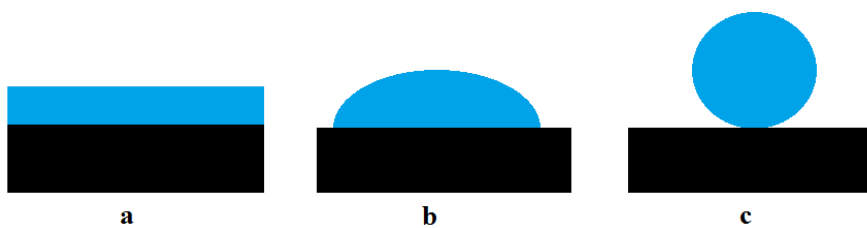
Struktura in kemijska sestava vplivajo tudi na lastnosti, kot so: navzemanje barvil; na trdnost, razteznost ter na električne, termične in ostale lastnosti.

Hidrofilnost in hidrofobnost tekstilnih materialov lahko določamo ugotavljanjem sposobnosti omakanja vzorca s kapljevino oziroma tekočino. Za ovrednotenje površinske in medfazne napetosti (tekoče-tekoče, tekoče-plinasto, trdno-tekoče), lahko uporabljamo tudi tenziometrijo.

Tenziometrija se uporablja v različnih industrijskih panogah: tekstilni, papirni, farmacevtski, kozmetični in dentalni,....

2.3.2 Stični kot

Omakanje v splošnem vključuje sistem s 3 fazami, od katerih sta vsaj dva fluida (tekočina ali fluid). Tekočina omaka trdno snov v plinastem okolju. Namesto plina pa je lahko prisotna še ena tekočina, ki se ne meša s prvo tekočino. Fenomen omakanja lahko opazujemo okoli sebe vsak dan. Dežna kapljica na oknu, raztapljanje kakava v mleko,... Pri večini aplikaciji nam je pomembno, da imamo popolno omočenje – vpijanje črnila po papirju, premazih in barvah. Porazdelitev herbicidov po površini listov ali razporeditev insekticidov na epidermisu insektov. V ostalih primerih pa želimo preprečiti omočenje – voda se ne sme premočiti oblačil, ki naj bi bila vodoodporna. Pri veliko industrijskih aplikacijah kot so flotacija ali čiščenje, stični koti igrajo odločilno vlogo [5].



Slika 2.8: Shema obnašanja kapljice tekočine na površini trdne snovi

Merjenje stičnega kota omogoča boljše razumevanje omakanja oziroma interakcij med trdno in tekočo fazo ali med dvema tekočinama, ki se ne mešata med seboj. Leta 1805 je T. Young prvi opisal ravnovesni stični kot. Vektorska vsota sil na točki tri-faznega sečišča, je podana z Yung-ovo enačbo :

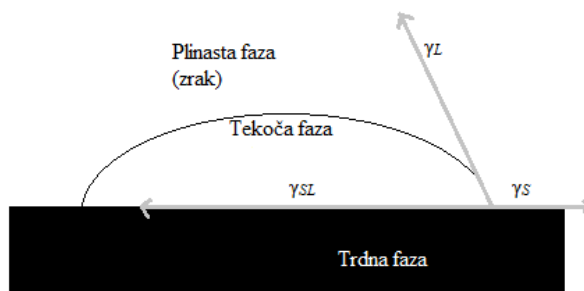
$$\gamma_S - \gamma_{SL} = \gamma_L \cos \theta \quad (2.2)$$

γ_S – površinska napetost med trdno in plinasto fazo [mN/m²]

γ_{SL} – površinska napetost med trdno in tekočo fazo [mN/m²]

γ_L – površinska napetost med tekočo in plinasto fazo [mN/m²]

θ – stični kot [°]



Slika 2.9: Shema stičnega kota.

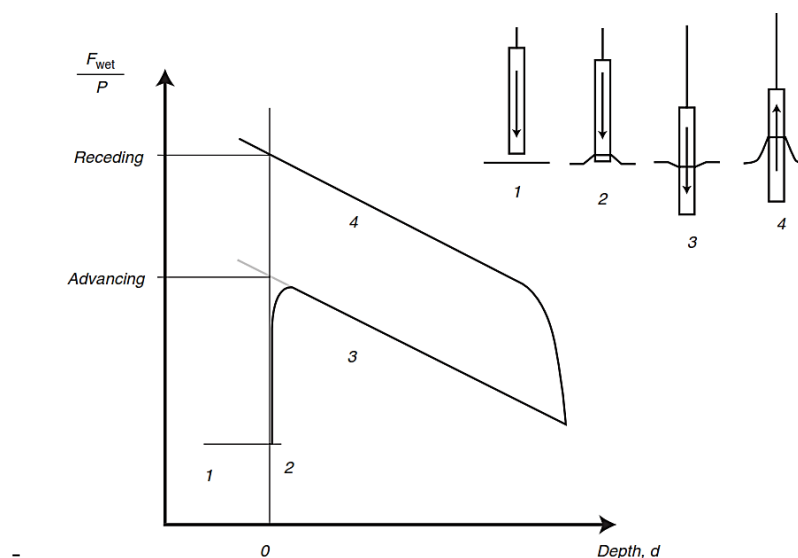
Ko se kapljica popolnoma razlije po trdni površini pride do popolnega omočenja ($\theta = 0$), če pa se kapljica ne razlije oziroma se površina trdne faze ne omoči, pomeni da je kot večji od 90° , če je vrednost stičnega kota med 0° in 90° , pomeni da se je tekočina delno omočila trdno fazo (slika 2.9) [13].

Čeprav je težko pravilno izmeriti stični kot na trdni snovi, obstaja veliko število zanesljivih virov, ki povezujejo podatke o stičnih kotih s površinsko napetostjo. Interakcije med trdno snovjo in tekočino igrajo ključno vlogo pri razumevanju kemijskih in fizikalnih procesov v številnih industrijskih panogah [5].

Stični kot lahko določimo z naslednjimi metodami [20]:

- Z metodo ležeče kapljice,
- z Wilhelmy-ovo dinamično metodo ali
- z metodo kapilarnega dviga.

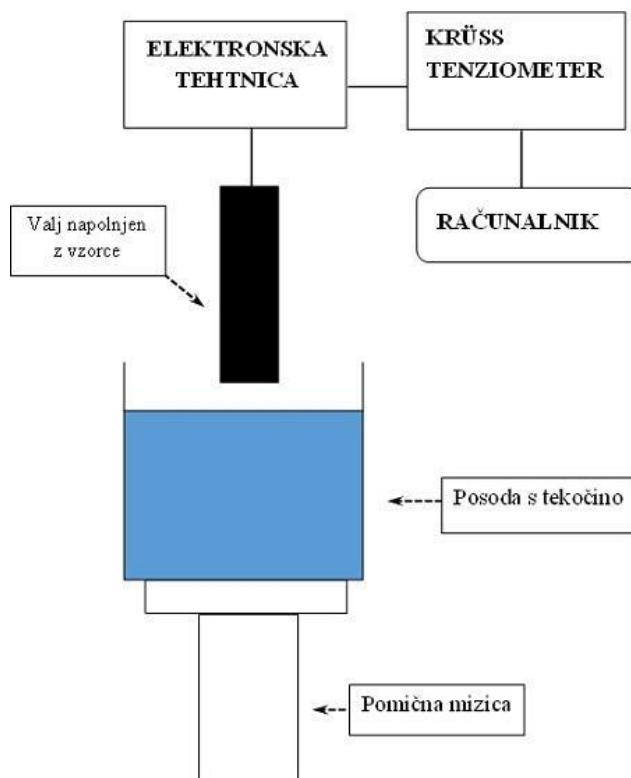
Pri Wilhelmyevi dinamični metodi opazujemo histerezo stičnega kota, ki poteka od maksimalnega (naraščajočega) do minimalnega stičnega kota (pojemačnega). Ravnovesni stični kot je znotraj teh dveh vrednosti in ga lahko izračunamo, odraža relativno moč interakcij molekul tekočine, trdne snovi in pare oziroma plina [33].



Slika 2.10: Dinamični stični kot izmerjen z uporabo Wilhelmy-ovo metodo. (1. vzorec je nameščen nad gladino tekočine; 2. vzorec se dotakne površine tekočine; 3. vzorec je potopljen v tekočino in podan je naraščajoči stični kot; 4. Ko vzorec doseže željeno globino, ga potegnemo ven, pri tem se izmeri pojemajoči stični kot).

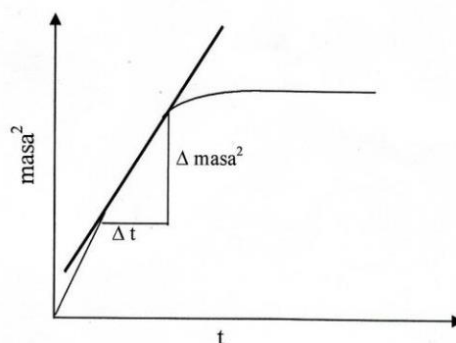
Določanje stičnih kotov praškastih in vlaknatih vzorcev

Za praškaste in vlaknate vzorce je bila metoda merjenja na teziometru modificirana in razvita bila metoda kapilarnega dviga (slika 2.11). Pri tej metodi poseben stekleni valj napolnimo z vzorcem, pri čemer sta masa in gostota polnjenja natančno definirana. Stični kot določimo z merjenjem spremembe mase valja po času zaradi adsorpcije tekoče faze.



Slika 2.11. Merjenje stičnega kot vlaknom.

Stični kot, pri tem izračunamo z modificiramo Washburn-ovo enačbo (2.3), ki temelji na izmerjeni kapilarni hitrosti $\left(\frac{m^2}{t}\right)$. Kapilarna hitrost je merilo adsorpcije tekoče faze, izračunamo jo s kvadriranjem izmerjene mase vzorca po stiku s tekočo fazo (m^2) v odvisnosti od časa merjenja (t). Za določitev $\left(\frac{m^2}{t}\right)$ je bistven začetni linearni del krivulje $m^2 = f(t)$. Stični kot dobimo z naklona tangente na krivulji (slika 2.12) [13].



Slika 2.12: Določanje stičnega kota iz naklona krivulje $m^2(t)$. [13]

$$\cos \theta = \frac{m^2}{t} \times \frac{\eta}{\varphi^2 \gamma_L c} \quad (2.3)$$

θ – stični kot [°]

m^2/t – kapilarna hitrost [g^2/s]

η – viskoznost tekočine [mPas]

ρ – gostota tekočine [g/cm^3]

γ_L – površinska napetost tekoče faze [mN/m]

c – konstanta materiala [cm^5]

Konstanta materiala c je opisana z enačbo 2.4 in je odvisna od lastnosti vzorca in merilnega valja. Določimo jo s kapljevino, ki popolnoma omaka vzorec (na primer heptan ali heksan), zaradi tega je stični kot enak 0. Ker je stični koti enak 0° , pomeni, da je $\cos\theta=1$ in v tem primeru konstanto lahko izračunamo z enačbo 2.5.

$$c = \frac{1}{2} \pi^2 r^5 n_k^2 \quad (2.4)$$

c – konstanta materiala [cm^5]

r – polmer kapilare [mm]

n_k – število kaplilar

$$c = \frac{m^2}{t} \frac{\eta}{\varphi^2 \gamma_L \cos \theta} \quad (2.5)$$

c – konstanta materiala [cm^5]

θ – stični kot [°]

m^2/t – kapilarna hitrost [g^2/s]

η – viskoznost tekočine [mPas]

ρ – gostota tekočine [g/cm^3]

γ_L – površinska napetost tekoče faze [mN/m]

2.3.3 Površinska napetost

Površinska napetost je fizikalna količina nam pove, koliko dela oziroma energije je potrebno vložiti, da bi nadvladali kohezivne sile na površini, da bi se površina tekočine povečala za eno enoto površine:

$$dW = \gamma dA \left[\frac{N}{m} \right] \quad (2.6)$$

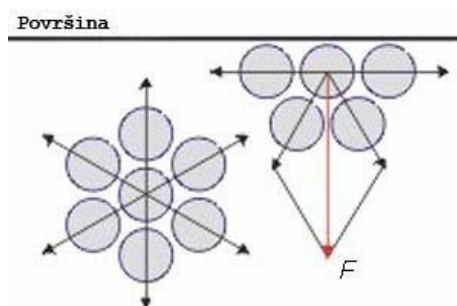
W – uporabljeno delo [J]

γ – površinska napetost tekočine [mN/m]

A – površina [m²]

Ko sta prisotni dve tekočini, ki se ne mešata, govorimo o medfazni površinski napetosti. Če pa je ena od faz tekočina, druga pa plin govorimo o površinski napetosti, ki je pravzaprav poseben primer medfazne napetosti.

Molekule v notranjosti tekočine so namreč iz vseh strani obdane s sebi enakimi molekulami. Rezultanta sil, ki delujejo nanjo, je tako enaka 0 (slika 2.3). Molekule na površini so delno obdane z enakimi molekulami tekočine, delno pa so v stiku z zrakom. Zaradi tega je rezultanta sil usmerjena proti notranjosti tekočine in bo tekočina težila k zmanjšanju stične površine z zrakom.



Slika 2.13: Slika prikazuje, kako delujejo sile na molekule v notranjosti in na površini tekočine.[21]

Če ima trdna površina nižjo površinsko energijo od tekočine, privlači molekule tekočine z nižjo silo, kot se med seboj privlačijo molekule tekočine. Molekule tekočine na stični površini čutijo močnejšo privlačnost v notranjost tekoče faze kot pa proti trdni fazi.

Površinsko napetost kapljev in tekočin γ_L lahko določimo z naslednjimi metodami:

- Z metodo viseče kapljice,
- z Du Noüy-evo metodo z obročkom ali
- z Wilhelmy-evo metodo s ploščico.

Na tenziometru lahko površinsko napetost tekočin določamo z dvema metodama: s ploščico po Wilhelmy-evi metodi ali z obročkom po Du Noüy-evi. Ustrezno metodo izberemo glede na vrsto kapljevine [20].

Du Noüy-eva metoda z obročkom

Površinsko napetost določimo z merjenjem sile (F), ki je potrebna, da se obroček »odlepi« od površine tekočine. Izmerjena sila je proporcionalna površinski napetosti in masi tekočine na obroček [7]. Površinsko napetost izračunamo po enačbi:

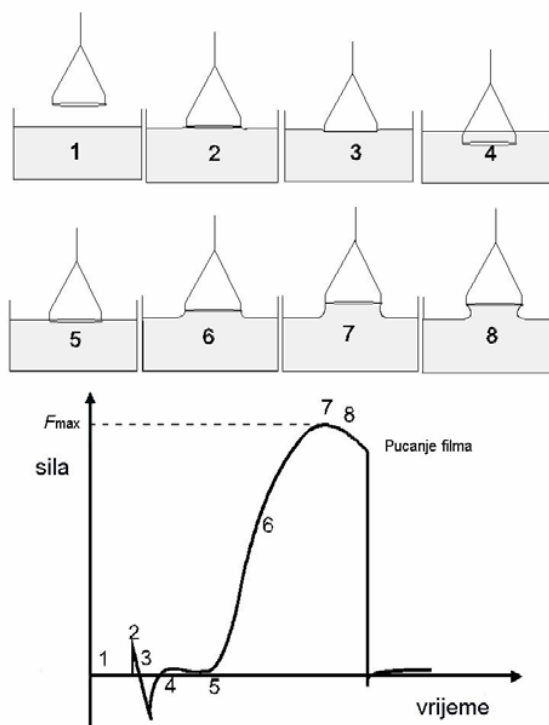
$$\gamma = \frac{\beta F}{4\pi R} \quad (2.7)$$

F – sila s katero vlečemo [N]

R – polmer obroča [mm]

β – korekcijski faktor

γ – površinska napetost [mN/m]



Slika 2.14: Shema poteka meritve z Du Noüy-evim obročkem in diagram funkcijske odvisnosti sile na obroček tekom Du Noüy-eve metode. [21]

Prednosti Du Noüy-eve pred Wilhelmy-evo metodo [5]:

- Kratek čas merjenja.
- Omočena dolžina ploščice je 3-krat manjša od tiste na obročku. Sila, ki deluje na ravnovesje prstana, je večja in preciznejša. To je pomembno pri določevanju nižjih/manjših vrednosti površinske napetosti.
- Nima vpliva na kot omakanja.

Wilhelmy-eva metoda s ploščico

Je metoda za določanje površinske napetosti tekočin. Posodo s tekočino dvignemo do spodnjega roba platinaste ploščice, ki jo nato potopimo v kapljevino do določene globine. Ko se posoda pomika navzdol, merimo silo (F_w) izvleka iz tekočine:

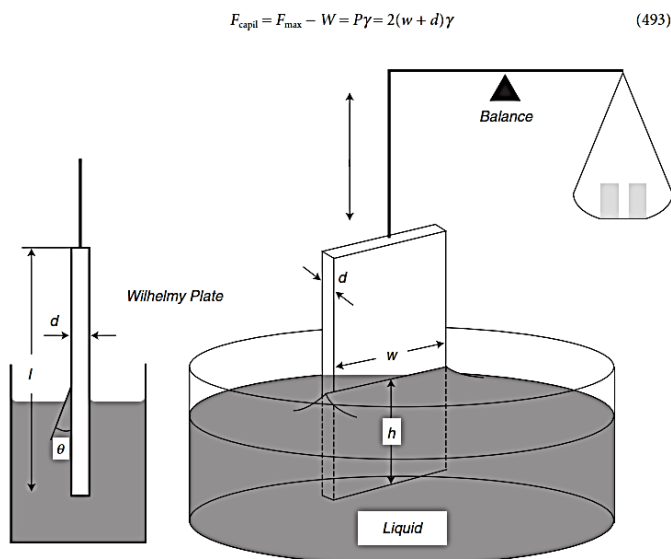
$$\gamma = \frac{F_w}{L \cos \theta} \quad (2.8)$$

γ – površinska napetost [mN/m]

F_w – Wilhelmy-eva sila [N]

L – dolžina omočenja [m]

θ – stični kot [°]



Slika 2.15: Shema Wilhelmy-eve metode s ploščico.[5]

Prednosti Wilhelmy-ove pred Du Noüy-ovo metodo [5]:

- Z obročkom se pogosto izmeri maksimalna sila v trenutku, ko še difuzijsko ravnovesje na površini vzorca ni doseženo. Razlog tega je prehitro premikanje obročka ali omakanje v visoko viskozni raztopini ali pa prisotnost »velikih« molekul. Medtem ko se ploščica samo »prislanja« na tekočino, tako se pri Wilhemy-evi metodi se izognemo temu problemu.
- Pridobljenih podatkov ni potrebno popravljati.
- Ni potrebno poznati gostote tekočine, da lahko določimo površinsko napetost.

2.3.4 Površinska energija

Pri trdni fazi izraza površinska napetost in energija nista ekvivalentna. Neposredno določanje površinske energije trdnih teles ni mogoče, zato uporabljamo posredne metode, kot je na primer merjenje stičnega kota s tekočino.

S pomočjo izmerjenih vrednosti stičnih kotov med izbranimi testnimi tekočinami in trdno fazo ter znanih karakteristik tekoče faze, lahko določimo površinsko energijo trdne faze.

Površinska energija je na splošno definirana kot delo, ki je potrebno za povečanje površine trdne oziroma tekoče faze za eno enoto [34]. Zato je lahko definirana kot presežek energije na površini materiala v primerjavi z notranjostjo. Za tekočine sta površinska napetost in površinska energija enaki [35].

Skupna površinska energija trdnih snovi in tekočin sta odvisni od različnih vrst molekularnih interakcij, kot so disperzne, polarne in kisló/bazične interakcije in je izražena kot vsota vseh teh neodvisnih komponent [34].

Prosta energija omakanja trdne snovi se izračuna po naslednji enačbi:

$$\Delta G_i = \gamma_{SL} - \gamma_S \quad (2.9)$$

ΔG_i – prosta energija omakanja [mJ/m^2]

γ_{SL} – površinska energija med trdno in tekočo fazo [mJ/m^2]

γ_S – površinska energija med trdo in plinasto fazo [mJ/m^2]

Iz enačb 2.9 in 2.2 dobimo uporabno definicijo Gibbsove proste energije:

$$\Delta G_i = -\gamma_L \cos \theta \quad (2.10)$$

ΔG_i – prosta energija omakanja [mJ/m^2]

γ_L – površinska napetost med plinasto in tekočo fazo [mN/m^2]

θ – stični kot [$^\circ$]

Enačba 2.10 kaže, da je prosta energija omakanja negativna (omakanje je energetsko prednostno), če je stični kot θ med tekočo in trdno fazo nižji od 90° . Oziroma čim nižji je stični kot in istočasno čim višja je površinska napetost tekoče faze (γ_L), večja je negativna vrednost Gibbsove proste energije.

Pri tekočinah lahko vse tri količine za določanje proste energije stične površine neposredno izmerimo. Izračunamo jo po enačbi 2.11:

$$\Delta G_{1,2} = \gamma_{1,2} - \gamma_1 - \gamma_2 \quad (2.11)$$

$\Delta G_{1,2}$ – prosta energija oblikovanja stične površine med dvema tekočinama [mJ/m²]

$\gamma_{1,2}$ – površinska energija med tekočima fazama [mJ/m²]

γ_1 – površinska energija prve tekočine [mJ/m²]

γ_2 – površinska energija druge tekočine [mJ/m²]

Good je trdil, da možno je predvidevati energijo, ki oblikuje stično površino je med dvema tekočinama, zato je razvil teorijo o »dvokomponentnosti« površinske energije. Prosta energija tvorjenja stične površine tekoče-tekoče je bolj negativna, čim bolj sta tekočini kompatibilni in sta njuni komponenti (polarna in disperzna) med seboj podobni [24].

$$\Delta G_{1,2} = -2 \left[\sqrt{\gamma_1^D \gamma_2^D} + \sqrt{\gamma_1^P \gamma_2^P} \right] \quad (2.12)$$

$\Delta G_{1,2}$ – prosta energija oblikovanja stične površine med dvema tekočinama [mJ/m²]

γ_1^D – disperzna komponenta površinske napetosti tekočine 1 [mJ/m²]

γ_2^D – disperzna komponenta površinske napetosti tekočine 2 [mJ/m²]

γ_1^P – polarna komponenta površinske napetosti tekočine 1 [mJ/m²]

γ_2^P – polarna komponenta površinske napetosti tekočine 2 [mJ/m²]

Pri nekompatibilnih tekočinah, je prosta energija omakanja enaka 0. Vendar takšnega pojava v realnosti ni, zato je prosta energija vedno nižja od 0. [24]

Good je s kombinacijo dveh enačb 2.11 in 2.12 Izpeljal še:

$$\gamma_{1,2} = \gamma_1 + \gamma_2 - 2 \left[\sqrt{\gamma_1^D \gamma_2^D} + \sqrt{\gamma_1^P \gamma_2^P} \right] \quad (2.14)$$

$\Delta G_{1,2}$ – prosta energija oblikovanja stične površine med dvema tekočinama [mJ/m²]

γ_1^D – disperzna komponenta površinske napetosti tekočine 1 [mJ/m²]

γ_2^D – disperzna komponenta površinske napetosti tekočine 2 [mJ/m²]

γ_1^P – polarna komponenta površinske napetosti tekočine 1 [mJ/m²]

γ_2^P – polarna komponenta površinske napetosti tekočine 2 [mJ/m²]

S tem je podal dobro osnovno izpeljavo enačbe za določanje površinske proste energije na stiku med tekočo in trdno fazo:

$$\gamma_{SL} = \gamma_S + \gamma_L - 2 \left[\sqrt{\gamma_S^D \gamma_L^D} + \sqrt{\gamma_S^P \gamma_L^P} \right] \quad (2.15)$$

γ_{SL} – prosta energija oblikovanja stične površine med tekočo in trdno fazo [mJ/m^2]

γ_S – površinska energija trdne faze [mJ/m^2]

γ_L – površinska napetost tekočine [mN/m]

γ_S^D – disperzna komponenta površinske energije trdne faze [mJ/m^2]

γ_L^D – disperzna komponenta površinske napetosti tekoče faze [mN/m]

γ_S^P – polarna komponenta površinske energije trdne faze [mJ/m^2]

γ_L^P – polarna komponenta površinske napetosti tekoče faze [mN/m]

Kasneje so Owens, Wendt in Fowkes dokazali, da je s pomočjo Good-ove enačbe za tekočine, mogoče določati polarno in disperzno komponento površinske energije trdne snovi. S kombinacijo 2.15 in 2.2 namreč dobimo osnovno enačbo za določitev polarne in disperzne komponente površinske energije [24]:

$$\sqrt{(\gamma_L^D \times \gamma_S^D)} + \sqrt{(\gamma_L^P \times \gamma_S^P)} = \gamma_L \times \frac{(\cos \theta + 1)}{2} \quad (2.16)$$

γ_L – površinska napetost tekočine [mN/m]

γ_S^D – disperzna komponenta površinske energije trdne faze [mJ/m^2]

γ_L^D – disperzna komponenta površinske napetosti tekoče faze [mN/m]

γ_S^P – polarna komponenta površinske energije trdne faze [mJ/m^2]

γ_L^P – polarna komponenta površinske napetosti tekoče faze [mN/m]

θ – stični kot [$^\circ$]

Na podlagi enačbe 2.16 lahko z naslednjim postopkom določimo polarno in disperzno komponento tekoče faze:

Disperzno komponento površinske napetosti tekočine določimo z Wilhelmy-evo metodo določanja stičnega kota tekočine in PTFE (politetrafluoroetilen) površine (ploščice). PTFE ni sposoben polarnih interakcij s tekočinami:

$$\gamma_L^D = \frac{\gamma_L^2}{72} \times \frac{(\cos \theta_{PTFE} + 1)}{2} \quad (2.17)$$

γ_L – površinska napetost tekočine [mN/m]

γ_L^D – disperzna komponenta površinske napetosti tekoče faze [mN/m]

θ – stični kot tekočine s PTFE [$^\circ$]

Polarno komponento pa izračunamo iz razlike med površinsko napetostjo tekočine in izračunano disperzno komponento (2.18):

$$\gamma_L^P = \gamma_L - \left(\frac{\gamma_L^2}{72} \times \frac{(\cos \theta_{PTFE} + 1)}{2} \right) = \gamma_L - \gamma_L^D \quad (2.18)$$

γ_L – površinska napetost tekočine [mN/m]

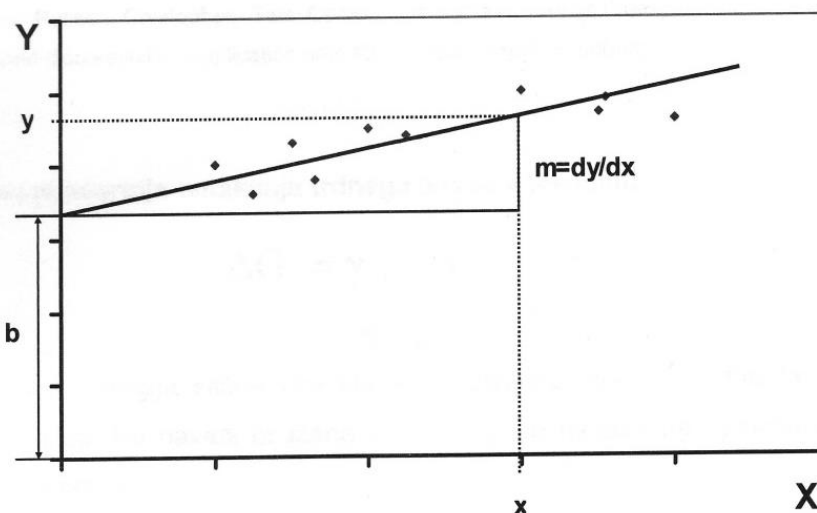
γ_S^D – disperzna komponenta površinske energije trdne faze [mJ/m²]

γ_L^D – disperzna komponenta površinske napetosti tekoče faze [mN/m]

γ_L^P – polarna komponenta površinske napetosti tekoče faze [mN/m]

Določanje polarne in disperzne komponente površinske energije trdnih površin po Owens, Wendt, Rabel in Kaelble-ju:

Owens in Wendt sta uporabila dve kapljevini, nato pa je Rabel dodal merjenje z različnimi kapljevini in vnesel linearno regresijo. Kaelble pa je za vsako različno kapljevino uporabil postopek po Owens-Wendt-u in iz dobljenih vrednosti izračunal srednjo vrednost [24]:



Slika 2.16: Določanje disperzne in polarne komponente površinske energije trdnih teles po Owens, Wendt, Rabel in Kaelble-ju. [24]

Torej, če poznamo površinsko napetost tekočin in vrednost polarne in disperzne komponente različnih testnih tekočin in izmerjene stične kote med temi tekočinami in vzorcem (trdno površino), potem lahko z linearno aproksimacijo dobljenih vrednosti za x in y , izračunamo komponenti površinske energije vzorca.

$$y = mx + b \quad (2.19)$$

$$x = \sqrt{\frac{\gamma_L - \gamma_L^D}{\gamma_L^D}} = \sqrt{\frac{\gamma_L^P}{\gamma_L^D}} \quad (2.20)$$

$$y = \frac{1 + \cos \theta}{s} \times \frac{\gamma_L}{\sqrt{\gamma_L^D}} \quad (2.21)$$

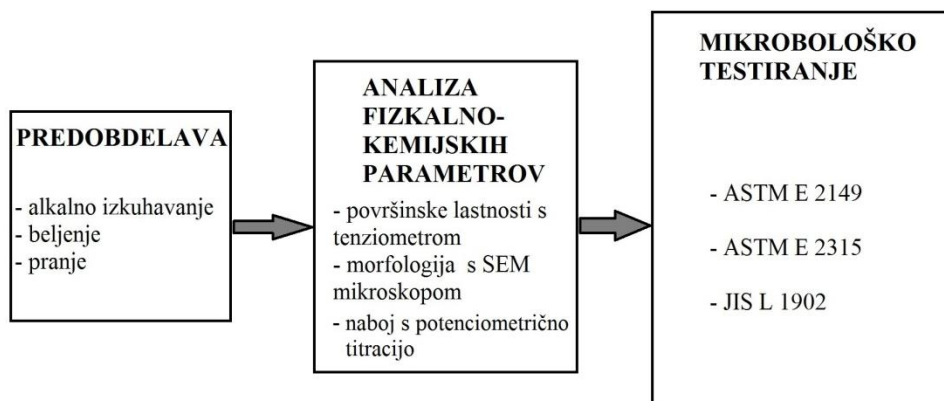
$$m = \sqrt{\gamma_S^P} \quad (2.22)$$

$$b = \sqrt{\gamma_S^D} \quad (2.23)$$

3 EKSPERIMENTALNI DEL

Hipoteza te naloge je bila, da imajo fizikalno-kemijski parametri vzorcev pomemben vpliv na rezultate testiranja protimikrobnosti z različnimi metodami za preverjanje hipoteze je eksperimentalni del naloge obsegal:

- predobdelavo bombažnih in viskoznih vlaken; ter viskozne, bombažne ter poliestrne tkanine.
- Analiza fizikalno-kemijskih parametrov vzorcev:
 - določanje stičnega kota na tenziometru ter izračun proste površinske energije
 - določanje naboja vzorcev z uporabo potenciometrične titracijske metode
 - analiza površinske morfologije vlaken z elektronskim mikroskopom
- Mikrobiološko testiranje vzorcev
- Shema poteka eksperimentalnega dela je prikazana na sliki 3.1



Slika 3.1: Shema eksperimentalnega dela.

3.1 Materiali

Preglednica 3.1: Lastnosti uporabljenih vlaken.

	Dolžina [mm]	Finost [dtex]
Viskozna vlakna	39	1,3
Bombažna vlakna	40	1,6

Preglednica 3.2: Lastnosti uporabljenih tkanin.

	Površinska masa [g/m ²]	Gostota niti po osnovi [niti/cm]	Gostota niti po votku [niti/cm]	Vezava
Bombažna tkanina	135,00	26	27	platno
Viskozna tkanina	153,00	37	29	platno
PET tkanina	163,67	20	20	platno

3.1.1 Uporabljene kemikalije

Predobdelava vlaken

Sandoclean PC – neionsko, omakalno sredstvo, uporaben je pri vseh vrstah vlaken, odstrani mineralna olja in izboljša sposobnost navzemanja.

Tanatarge INF (Tanatex) – neionsko pralno in omakalno sredstvo.

HCl (0,01M) – klorovodikova kislina je anorganska kislina, ki smo jo uporabili pri postopku demineralizacije vlaken.

Tanawet BC(Tanatex) – je visoko učinkovito anionsko omakalno in pralno sredstvo, uporabili smo ga pri alkalnem izkuhavanju.

Tanasperse OH (Tanatex) – je sekvestrirno sredstvo za beljenje celuloznih vlaken. Je prozorna alkalna tekočina, dobro topna v vodi, odporna proti alkalijam in oksidacijskim sredstvom.

Vodikov peroksid H₂O₂ – smo uporabali za beljenje bombažnih vlaken in tkanin.

Tanatex Geo (Tanatex) – neionski stabilizator, narejen iz naravnih mineralov, uporablja se pri nekontinuiranem beljenju z vodikovim peroksidom. Zagotavlja visoko belino in dobro stopnjo polimerizacije.

NaOH – Natrijev hidroksid je močna baza. Je trdna snov brez vonja in barve. Pri preobdelavi se uporablja v postopku alkalnega izkuhavanja, pri katerem odstranjujemo nečistoče z bombažnih vlaken, da se izboljša hidrofilnost.

Tenziometrija

MiliQ voda – je oznaka/blagovna znamka Mili Corporation in označuje ultra čisto vodo, tip 1, ki je definirana v ISO 3696. Voda gre skozi postopek membranskega filtriranja in deioniziranja.

Heptan – ogljikovodik sestavljen iz sedmih atomov ogljika in 16 atomov vodika. Pri teziometriji je uporaben, zaradi tega, ker je popolno nepolarno topilo.

Etilen glikol – je dvovalentni alkohol, je sladkega okusa, brez barve in precej gost.

Etanol – je alkohol, ki je prisoten v alkoholnih pijačah, poleg tega pa se uporablja tudi kot razkužilo, topilo in gorivo.

Preglednica 3.3: Gostota testnih tekočin.

	ρ [g/cm ³]
Voda	0,998
Heptan	0,684
Etilenglikol	1,109
Etanol	0,789

Potenciometrična titracija

KCl – kalijev klorid

KOH – kalijev hidroksid

HCl – klorovodikova kislina

3.2 Metode

3.2.1 Metode priprave vzorcev vlaken in tkanin

Pranje

Regenerirano celulozo in poliestrno tkanino smo prali, 30 minut pri 40 °C v raztopini neionogenega pralnega sredstva v aparatu Ahiba 1000 Turbomat (Datacolor, Švica).

Receptura:

- KR = 1:30 (Pomeni, da na 1 g vlaken uporabimo 30 ml kopeli)
- 1 g/L Sandoclean PC/Tanatarge INF

Bombažna vlakna pa smo najprej alkalno obdelali, da smo odstranili nečistoče in primesi. Nato smo vlakna še belili.

Alkalna obdelava je potekala 90 minut pri 98 °C v aparatu Ahiba 1000 Turbomat (Datacolor, Švica), kopel je bila pripravljena po naslednji recepturi:

- KR = 1:30
- 20 g/L NaOH
- 4 mL/L Tanawet BC
- 2 mL/L Tanasperse OH

Beljenje je potekalo 30 minut pri 98 °C v aparatu Ahiba 1000 Turbomat (Datacolor, Švica).

Receptura:

- KR = 1:30
- 6 mL/L H₂O₂
- 2 mL/L Tanatex Geo

Demineralizacija

Bombažna vlakna in regenerirana celulozna vlakna smo po končanih predobdelavah obdelali z 0,01 mol/L klorovodikovo kislino, pri tem postopku smo z vlaken odstranili katione (Ca⁺, Na⁺)

Receptura:

- KR = 1:50
- 2 uri v 0,01 mol/L HCl

Po vsaki fazi smo vzorce spirali z destilirano vodo do konstantne prevodnosti.

3.2.2 Metode analize vzorcev

3.2.2.1 Tenziometrija (KRÜSS K12)

Priprava vzorcev za merjenje na tenziometru

Vlakna smo po pranju in spiranju do konstantne prevodnosti posušili pri sobni temperaturi. Ko so se posušila, smo jih razvlaknili, da ni bilo skupkov vlaken, ki bi ovirali pravilno in ponovljivo merjenje. Primerno maso vlaken smo določili s preliminarnimi poskusi:

- Bombažna vlakna na 0,5g
- Liocelna, modala in viskozna vlakna pa na 0,7g

Vzorci tkanin smo po pranju narezali na pravokotnike dimenzij 1×3 cm. Vse pripravljene vzorce smo najmanj 24 ur klimatizirali pri standardnih klimatskih pogojih (T=20 °C ± 1, relativna vlažnost 65 % ± 2).

Določanje površinske napetosti vode

Površinsko napetost vode smo določili po Du Noüy-evi metodi z obročkom. Najprej smo obroček očistili z žarjenjem nad plinskim gorilnikom. Na mizico smo postavili čašo z MiliQ vodo, ki smo jo prej termostatirali pri 20 °C. V prižemo smo vpeli obroček, ter ga s posebnim vijakom sprostili. Maksimalna sila izvleka obročka in površinska napetost vode se izračuna v skladu z enačbo:

$$\gamma = \gamma^* \cdot F = \frac{P}{2\pi \cdot (R_i + R_o)} \cdot F \quad (3.1)$$

γ – prava površinska napetost [mN/m]

γ^* – izmerjena vrednost površinske napetosti [mN/m]

F – korekcijski faktor, ki vključuje maso, ki je dvignjena z obročkom

P – maksimalna sila na obroček [N]

R_i – radij na notranji stani obročka [mm]

R_o – radij na zunanji stani obročka [mm]

Meritev smo ponovili 5-krat in nato izračunali srednjo vrednost in standardno deviacijo.

Določanje površinske napetosti etilen glikola in etanola

Površinski napetosti etilen glikola in etanola sta bili določeni po Wilhelmy-evi metodi s platinasto ploščico. Površina ploščice je raskava oziroma hrapava, da je boljše omakanje. Ploščico smo prav tako kot obroček, očistil z žarjenjem nad plinskim gorilnikom. V čašo smo nalili izbrano topilo ter ga termostatirali na temperaturo 20 °C. V prižemo smo vpeli ploščico, v programu LabDesk (Krüss) smo z ukazom »start« sprožili popolnoma avtomatizirano izvedbo meritve. Mizica se je dvignila in ko je bila zaznana površina izbranega topila/nična točka/zero balance se je merjenje pričelo. Ploščica je zaradi površinske napetosti ob stiku s topilom potisnjena v topilo, nato pa se nivo ploščice z dvigovanjem uravnava na nično točko, pri čemer iz izmerjene sile v skladu z enačbo 2.8 izračuna površinska napetost tekočine.

Opravili smo 10 meritev za vsako topilo in nato izračunali srednjo vrednost in standardno deviacijo.

Določanje polarnih in disperznih komponent topil

Izmerjeni površinski napetosti topil smo nato še določili disperzno in polarno komponento. Izmerili smo jo s pomočjo teflonske (PTFE) ploščice s pomočjo izmerjenih stičnih kotov med topilom in PTFE ploščico, smo izračunali polarno komponento z enačbo 2.17. Disperzno komponento pa smo dobili z razliko med površinsko napetostjo topila in izračunano polarno komponento v skladu z enačbo 2.18.

PTFE ploščico smo pred merjenjem dali v ultrazvočno kopel za kratek čas, da smo jo dobro očistili. Nato smo jo vpeli v posebno držalo, ki smo ga vstavili v prižemo tenziometra ter jo sprostili. S pritiskom na ukaz »start« se je mizica začela dvigovat do stika med PTFE ploščico in gladino. Ploščica se je potopila v topilo in nato se je izvlekla pri tem sta bili v skladu z dinamično Wilhelmy-evo metodo izmerjeni potisna in izvlečna sila, na osnovi teh pa izračunan stični kot.

Določanje konstante vzorcev

Konstanto svojih vzorcev vlaken in tkanin smo določili z merjenjem kapilarne hitrosti omakanja. Kot topilo smo uporabili n-heptan, saj je znan po svoji disperznosti, zaradi katere odlično omoči skoraj vse trdne snovi [13]. V čašo smo natočili n-heptan ter ga položili na pogonsko mizico tenziometra. Vzorce tkanin smo vpeli v posebno držalo, iz vlaken pa smo oblikovali čep in ga dali, v posebne stekleni valju ter jih pokrili s pokrovom.

Valj smo nato vpeli v prižemo tenziometra ter ga sprostili. S pritiskom na ikono »start« smo začeli meritev. Spodnja površina vlaken v valju oziroma spodnji rob tkanine je prišel zaradi dviga mizice v stik s tekočino in jo začel adsorbirati. Izmerjena sprememba mase vzorca po času tako imenovano kapilarno hitrost $\left(\frac{mass^2}{t}\right)$. Konstanta vzorcev je bila izračunana v skladu z enačbo 2.5.

Določanje površinskih energij i polarno disperznih komponent

Površinske energije vzorcev vlaken in tkanin smo določili v skladu z metodo, ki so jo predlagali Owens, Wendt, Rabel in Kaelble in je opisana v poglavju 2.3.4.

Meritve so potekale enako, kot je že opisano zgoraj za vlakna in tkanine, le da so bila tokrat kot tekoča faza uporabljene testne tekočine z znanimi površinskimi napetostmi in njihovimi polarnimi in disperznimi komponentami. Uporabili smo tri topila, in sicer vodo, etilen glikol in etanol. Polarne in disperzne komponente so bile izračunane s pomočjo enačb od 2.19 do 2.23.

3.2.2.2 Potenciometrična titracija

Uporabili smo kislinsko-bazično nevtralizacijsko titracijo v vodnem mediju, kjer titriramo vodno raztopino kisline z bazo ali obratno [31]. Med titracijo s stekleno elektrodo, ki je najbolj primerene potenciometrični senzor za spremljanje spremembe koncentracije oksonijevih ionov, kar zasledujemo s spremembo pH vrednosti [31]. Titracijska krivulja prikazuje odvisnost merjenje količine (pH ali potenciala) v odvisnosti od dodanega volumna titrata. Sprememba potenciala indikatorske elektrode je največja v bližini ekvivalentne točke ter naklon krivulje največji [31]. Oblika krivulje je odvisna od: narave in koncentracije titranta in jakosti titrirane baze ali kisline [31]. Manjša kot je koncentracija kisline oziroma baze, manjša je konstanta disociacije, manjši je preskok v bližini ekvivalentne točke [31]. Ko titracija poteka v vodnem mediju, zaznamo skok potenciala v ekvivalentni točki v primeru, ko je titrirana kislina ali baza močnejša kot voda (topilo) [31].

Uporabili smo avtomatski titrator MT T70 (Mettler Toledo, Švica). V čašo smo nalili 200mL 0,1 mol/L vodne raztopine kalijevega klorida (KCl). Raztopini smo dodali 5 mL koncentrirane klorovodikove kisline (HCl), raztopino smo nato zmešali z magnetnim mešalom 30 minut. Za titriranje raztopine smo uporabili 0,1 mol/L kalijev hidroksid (KOH), sz elektrodo smo merili potencial v odvisnosti od dodanega volumna KOH. Med titracijo smo raztopino z vzorcem prepihovali z dušikom, da je bila dosežena inertnost atmosfere. Iz podatkov smo izračunali množino aaminskih skupin po enačbi:

$$A_i = \frac{[(V_{Eq2} - V_{Eq1}) \times c_{KOH}]}{m_{vz}} \quad (3.2)$$

A_i – množina karboksilnih skupin na vzorcu [mmol/kg]

V_{Eq2} – volumen porabljenega titrata v 2 ekvivalentni točki [mL]

V_{Eq1} – volumen porabljenega titrata v 1 ekvivalentni točki [mL]

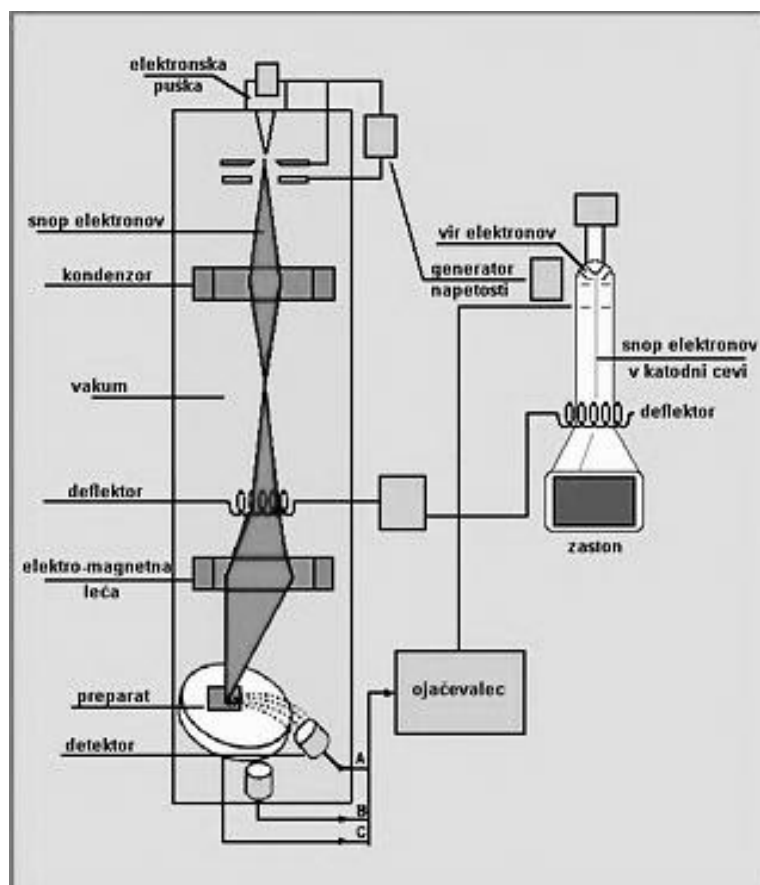
c_{KOH} – koncentracija titrata, kalijevega hidroksida [mmol/L]

m_{vz} – masa vzorcev [kg]

3.2.2.3 Elektronska mikroskopija

Za analizo površinske morfologije vlaken smo uporabili vrstično elektronsko mikroskopijo (SEM), ki za izdelavo slike uporablja snop elektronov (slika 3.2). SEM omogoča študij površine trdnih snovi z ločljivostjo pod 10 nm. Vzorci, ki jih želimo opazovati s SEM mikroskopom, morajo biti elektronsko prevodni, zato slabo prevodne vzorce napršimo s tankim slojem zlata ali ogljika.

SEM je namenjen opazovanju površine, zato ni pomembna debelina površina. Je pa ločljivost zelo odvisna od obstojnosti (prevodnosti) vzorca med mikroskopiranjem.



Slika 3.2: Skica SEM mikroskopa. [38]

3.2.2.4 Metode protimikrobnega testiranja

Protimikrobna testiranja so bila izvedena na štirih različnih ustanovah (A) Zavod za zdravstveno varstvo, (B) Tosama in Biotehniška fakulteta Ljubljana in (C) Faramceutsko-Biokemijska fakulteta Zagreb, ki imajo metode dobro vpeljane in so mikrobiološka testiranja vlaken in tkanin izvajali v skladu s tremi različnimi standardi: Japonski standard JIS L 1902, ASTM E 2149 in ASTM E 2315.

Testing for antibacterial activity and efficacy on textile products: JIS L 1902

❖ *Material, oprema in aparature:*

- Naprava za merjenje optične gostote (OD)- čitalec za kivete
- erlenmajerice
- epruvete, epice
- gojišči- tekoče NB (1,5L) in NA (90 plošč)
- mikrobiološki organizmi: *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Candida albicans*
- testirani vzorci: surova viskozna vlakna, oprana viskozna vlakna, mleta viskozna vlakna, surova viskozna tkanina, oprana viskozna tkanina, PET tkanina

❖ *Postopek:*

Zanko bakterijske kulture so nacepli v 10 mL tekočega gojišča NB. Suspenzija so dali inkubirati preko noči na 37 °C. Izmerili so optično gostot pri 600 nm in suspenzijo so redčili tako, da je bila optična gostota pri $OD_{\lambda=600\text{nm}} = 0,5$ ($\sim 10^8$ CFU/mL).

1g posameznega vzorca so dali v 150 mL erlenmajerico ter jih avtoklavirali 15 minut pri 121°C. Nato so vzorcem dodali 50 mL tekočega gojišča NB in vzorci so mirovali 1 uro, da so se prepojili z gojiščem. Dodali so 50 μL bakterijske kulture, ki je vsebovala približno 10^8 celic/mL (končno redčenje v erlenmajerici je bila približno 10^5 CFU/mL). Iz erlenmajerice so takoj odvzeli malo suspenzije (T_0).

Na plošče NA so nanegli 100 μL inkuluma posameznega redčenja. Končni redčenja na ploščah sta bila 10^{-2} in 10^{-3} . Pripravljene plošče so inkubirali 18 ur na 37 °C.

Po 18 urah so prešteli zrasle kolonije na ploščah v času T_0 .

Suspenzijo iz erlenmajerice so ponovno redčili in na plošče nanegli 100 μL inokuluma in ponovili so 18 urno inkubacijo na 37 °C. Končno redčenje na ploščah (T_1):

Escherichia coli: 10^{-6} , 10^{-7} , 10^{-8}

Staphylococcus aureus: 10^{-5} , 10^{-6} , 10^{-7}

Candida albicans: 10^{-4} , 10^{-5} , 10^{-6}

Standard test Method for Determining the Antimicrobial Agents under Dynamic Contact Conditions ASTM E 2149

❖ Material, oprema in aparature:

- Naprava za merjenje optične gostote- čitalec kivet
- 150 mL erlenmajerice
- Epruvete in 1,5 mL epice
- tekoče gojišče NB (1L) in trdno gojišče NA (30 plošč)
- mikrobiološki organizmi: *Staphylococcus aureus* in *Escherichia coli*
- testirani vzorci: surova viskozna vlakna, oprana viskozna vlakna, surova viskozna tkanina, oprana viskozna tkanina, PET tkanina

❖ Postopek:

Bakterijsko kulturo so nacepili v 10 mL tekočega gojišča NB. Suspenzijo so inkubirali pri 37 °C čez noč. Potem so pomerili optično gostoto pri 600 nm in suspenzijo redčili, da je bila optična gostota pri 600 nm približno 10^8 CFU/mL.

1 g posameznega vzorca so dali v erlenmajerico in jo avtoklavirali 15 minut pri 121 °C. V erlenmajerico so dodali 50 mL tekočega gojišča NB in pustili 1 uro pri miru, da se je vzorec prepojil z gojiščem. Dodali so 50 µL bakterijske kulture, ki je vsebovala približno 10^8 celic/mL (končno redčenje v erlenmajerici je bila približno 10^5 CFU/mL). Takoj so iz erlenmajerice odvzeli vzorec suspenzije (T_0).

Erlenmajerice so nato inkubirali na stresalniku 1 uro pri 37 °C. Po končanem stresanju so odvzeli vzorec suspenzije (T_1) in ga nanegli na trdno gojišče NA 100 µL inokuluma posameznega redčenja. Končna redčenja na ploščah so bila pri *Escherichia coli* 10^{-4} in 10^{-5} ter 10^{-3} in 10^{-4} za *Staphylococcus aureus*. Plošče so inkubirali 3 dni na 37 °C.

Assessment of Antimicrobial Activity Using a Time-Kill Procedure: ASTM E 2315

Postopek za določanje protimikrobnosti po standardu E 2315, so opravili v Zagrebu na Farmaceutusko-biokemijski fakulteti.

❖ Material, oprema in aparature:

- Sterilne vialne oziroma testne tube
- sterilna vodna kopel ali komora z nadzorom temperature
- naprava za štetje kolonij
- inkubator
- sterilizator
- magnetno mešalo pipete
- redčilo
- tekoče gojišče in gojišče v obliki plošč
- sterilizirana deionizirana voda
- uporabljeni mikroorganizmi: *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* in *Candida albicans*

❖ Postopek:

Uporabili so tri različne mikroorganizme, *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* in *Candida albicans*.

Suspenzijo inokuluma so pripravili tako, da so dosegli 2×10^6 CFU/mL mikrobiološke populacije. Plošče triptic-soja (za *S. aureus* in *E. coli*) in glukoznega agarja (za *C. albicans*) so inkubirali na temperaturi 37°C 48 ur.

Po določenem času so prešteli kolonije (CFU/ploščo) in s tem določili število preživetih organizmov. Uporabili so povprečje dveh paralelk in pomnožili so s faktorjem redčenja, da so izračunali mikrobiološko populacijo reference in vzorca.

4 MERITVE IN REZULTATI

Za pravilno interpretacijo rezultatov mikrobioloških testov vlaknatih materialov je izredno pomembno poznavanje dejavnikov, ki lahko vplivajo na rezultate. Preverjali smo hipotezo, da fizikalno-kemijski parametri tekstilij vplivajo na rezultate različnih standardnih metod testiranja protimikrobnosti. V ta namen smo uporabili različna vlakna po izvoru in kemizmu, in sicer bombaž, viskozo in PET, ki smo jih testirali v različnih oblikah – zmleta vlakna, vlakna in tkanina. Kemijsko-fizikalne parametre smo določili s pomočjo teziometra, potenciometrične titracije in SEM mikroskopa. Mikrobiološke lastnosti pa smo testirali v različnih laboratorijih v skladu z različnimi standardnimi metodami.

4.1 Hidrofilni/hidrofobni značaj

4.1.1 Rezultati določanja konstante navzemanja vzorcev

Hidrofilno/hidrofobni značaj vlaken smo določili s tenziometrijo. Vsem vzorcem, smo najprej določili konstanto navzemanja c . Rezultati so predstavljeni v preglednici 4.1.

Preglednica 4.1 Konstante vzorcev.

Vzorec	Konstanta c [cm^5]
Neoprana bombažna vlakna	$2,6 \times 10^{-4}$
Oprana bombažna vlakna	$2,14 \times 10^{-4}$
Neoprana viskozna vlakna	$1,27 \times 10^{-4}$
Oprana viskozna vlakna	$1,38 \times 10^{-4}$
Neoprana bombažna tkanina	$1,61 \times 10^{-7}$
Oprana bombažna tkanina	$1,85 \times 10^{-7}$
Neoprana viskozna tkanina	$2,71 \times 10^{-8}$
Oprana viskozna tkanina	$9,67 \times 10^{-8}$
Oprana PET tkanina	$4,38 \times 10^{-7}$

4.1.2 Rezultati določanje površinske napetosti

Površinsko napetost vode smo določili po Du-Nouyevi metodi. Srednje vrednosti izmerjenih površinskih količin vode:

Preglednica 4.2: Površinske lastnosti vode.

Površinska napetost [mN/m]	72,1
Disperzna komponenta [mN/m]	19,9
Polarna komponenta [mN/m]	52,2

4.1.3 Rezultati določanja stičnih kotov

Površinsko napetost topil smo določili po metodi Wilhelmy-evi metodi s platinasto ploščico, disperzno komponento s PTFE ploščico. Rezultati določanja površinskih energij in njihovih komponent za testne tekočine, so predstavljeni v preglednici 4.3.

Tabela 4.3: Površinska napetost in polarna ter disperzna komponenta uporabljenih topil..

	Etanol	Etilen glikol
Površinska napetost [mN/m]	22,1	48,1
Disperzna komponenta [mN/m]	17,5	29,9
Polarna komponenta [mN/m]	4,6	18,2

Stični kot smo določili grafično na podlagi izmerjenih kapilarnih hitrosti oziroma iz naklona krivulje $m^2(t)$ in konstante vzorcev.

Tabela 4.4: Stični koti med topili in vlakni.

	Stični kot [°] Neoprana bombažna vlakna	Stični kot [°] Oprana bombažna vlakna	Stični kot [°] Neoprana viskozna vlakna	Stični kot [°] Oprana viskozna vlakna
Voda	100,0	76,0	86,5	82,1
Etilen glikol	89,7	37,8	47,9	22,3
Etanol	28,8	22,0	34,9	19,9

Preglednica 4.5: Stični koti med topili in tkaninami.

	Stični kot [°] Neoprana bombažna tkanina	Stični kot [°] Oprana bombažna tkanina	Stični kot [°] Neoprana viskozna tkanina	Stični kot [°] Oprana viskozna tkanina	Stični kot [°] PET tkanina
Voda	83,0	71,8	79,4	82,3	100,0
Etilen glikol	52,5	37,0	36,6	33,3	67,5
Etanol	58,3	43,7	44,6	44,1	44,9

4.1.4 Rezultati določanja prostih površinskih energij

V preglednici 4.6 in 4.7 so podane izračunane vrednosti disperznih in polarnih komponent površinskih energij vlaken in tkanin, ki smo jih določili v skladu s teorijo po Owens Wendet, Rabel in Kaelble v skladu z Good-ovo teorijo in enačbo (2.13) smo izračunali ΔG omakanja in prosto energijo mejne površine.

Preglednica 4.6: Izračunane vrednosti površinske energije vlaken.

Vzorec	Površinska energija [mJ/m ²]	Polarna komponenta [mJ/m ²]	Disperzna komponenta [mJ/m ²]	ΔG omakanja [mJ/m ²]	Prosta energija mejne površine [mJ/m ²]	Odstotek polarnosti [%]
Neoprana bombažna vlakna	17,59	10,19	7,40	-70,40	19,29	57,93
Oprana bombažna vlakna	30,22	16,35	13,88	-91,67	10,65	54,10
Neoprana viskozna vlakna	25,11	8,66	16,45	-78,71	18,5	34,49
Oprana viskozna vlakna	30,7	9,16	21,54	-85,14	17,66	29,84

Preglednica 6.7: Izračunane vrednosti površinske energije tkanin.

Vzorec	Površinska energija [mJ/m ²]	Polarna komponenta [mJ/m ²]	Disperzna komponenta [mJ/m ²]	ΔG omakanja [mJ/m ²]	Prosta energija mejne površine [mJ/m ²]	Odstotek polarnosti [%]
Neoprana bombažna tkanina	24,11	16,18	7,94	-83,26	12,95	67,11
Oprana bombažna tkanina	32,74	24,31	8,43	-97,15	7,69	74,25
Neoprana viskozna tkanina	27,78	15,67	12,11	-88,25	11,63	56,41
Oprana viskozna tkanina	27,03	12,37	14,66	-84,98	14,15	45,76
Oprana PET tkanina	19,94	2,75	17,18	-60,94	31,10	13,79

4.2 Rezultati določanja naboja

S polielektrolitsko titracijo smo določili protonizacijsko stanje celuloznih vlaken, in ugotovili, da vlakna izkazujejo anionski značaj, zaradi deprotoniranih karboksilnih skupin. Deprotonirane karboksilne skupine dajejo anionski značaj, in na ta način omogočajo elektrostatski naboj med vlakni/tkanino in bakterijsko membrano, ki je negativno nabita, kar zavira inhibicijo mikroorganizmov. Določitev teh skupin je torej bistvenega pomena za razumevanje vpliva le-teh na mikrobiološko inhibicijo vlaken.

Preglednica 4.8: Naboj vzorcev vlaken.

<i>Vzorec</i>	<i>Naboj mmol/kg</i>
Neoprana bombažna vlakna	52
Oprana bombažna vlakna	36
Neoprana viskozna vlakna	49
Oprana viskozna vlakna	45

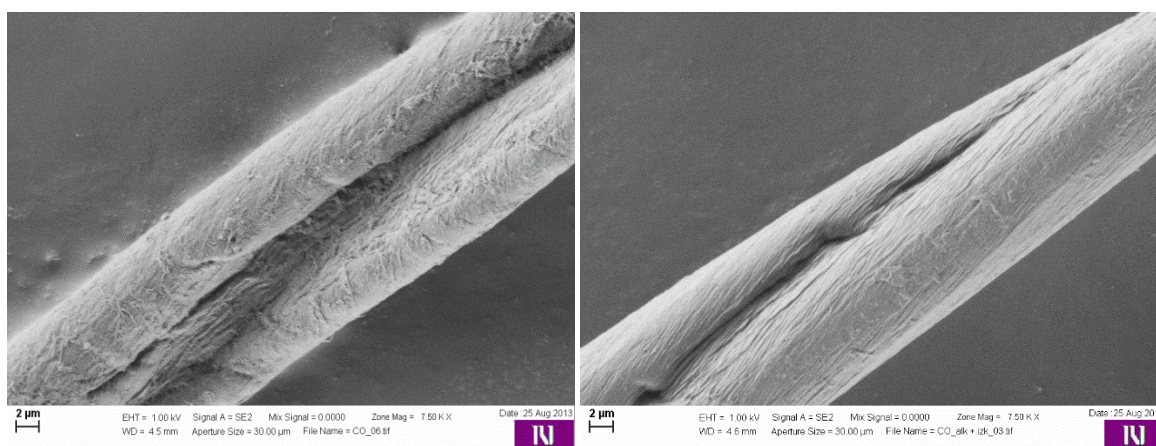
Preglednica 4.9: Naboj vzorcev tkanin.

<i>Vzorec</i>	<i>Naboj mmol/kg</i>
Neoprana bombažna tkanina	41
Oprana bombažna tkanina	33
Neoprana viskozna tkanina	56
Oprana viskozna tkanina	50
PET tkanina	0

4.3 Morfološke značilnosti površine vlaken

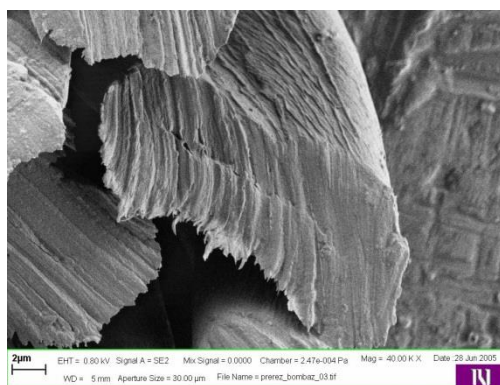
Površinsko morfologijo vlaken smo opazovali z vrstičnim elektronskim mikroskopom in svetlobnim mikroskopom. Rezultati so predstavljeni na slikah od 4.1 do 4.6.

Pri bombažnih vlaknih smo opazili značilne zavoje, ki so prisotni pri nemerцерiziranih vlaknih, na površini vlaken so vidni fibrilarni snopi, ki potekajo v smeri zavojev in osi vlakna (slika 4.1 in 4.2). Prerez bombažnih vlaken je ledvičaste oblike (Slika 4.3).



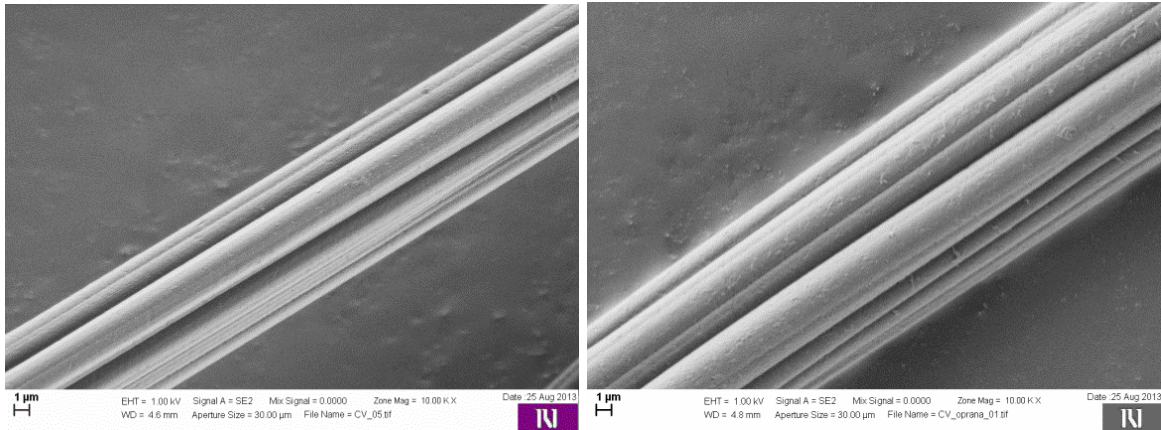
Slika 4.1: Neoprana bombažna vlakna.

Slika 4.2: Bombažna vlakna po pred obdelavi.



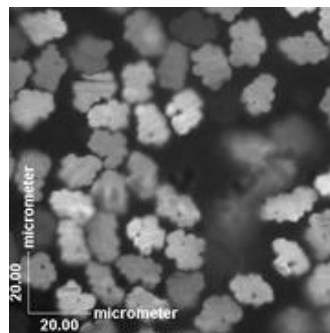
Slika 4.3: Prerezi bombažnih vlaken.

Pri viskozni vlakni pa je iz SEM slik razvidno, da imajo vlakna vzdolžno nagubano površino (Slika 4.4 in 4.5), ki nastane po sušenju iz raztopine oblikovanega vlakna. Prerez vlaken je nepravilno krpast (slika 4.6).



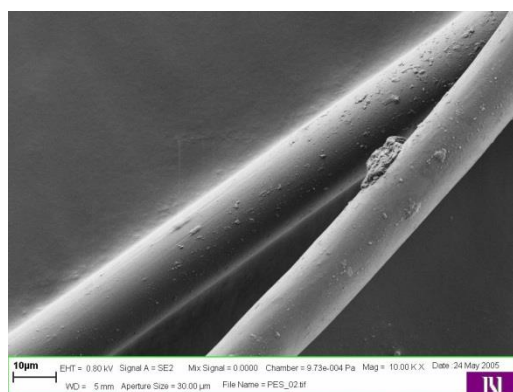
Slika 4.4: Neoprana viskozna vlakna.

Slika 4.5: Oprana viskozna vlakna.



Slika 4.6: Prerezi viskoznih vlaken.[40]

PET vlakna, ki sestavljajo PET tkanino imajo gladko površino brez posebnih morfoloških značilnosti (slika 4.7). Prerez vlaken večinoma okrogel.



Slika 4.7: Površinska morfologija vlakna poliester.

4.4 Rezultati protimikrobnih testiranj

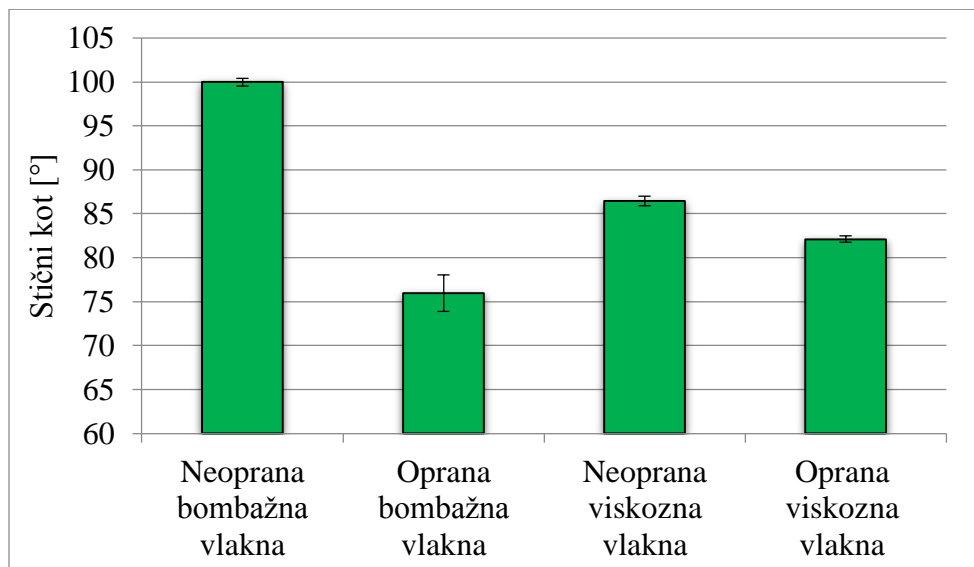
Rezultati protimikrobnih testiranj po različnih standardnih metodah na različnih institucijah so prikazani v preglednici 4.10.

Preglednica 4.10: Pregled rezultatov protimikrobnega testiranja, ✓ –redukcija, ✗– ni redukcije, – –testiranje ni bilo izvedeno.

Mikroorganizem	STAPHYLOCOCCUS AUREUS				ESCHERICHIA COLI				STREPTOCOCCUS AGALACTIE				CANDIDA ALBICANS				CANDIDA GLABRATA			
	A	B	C	B	A	B	C	B	A	B	C	B	A	B	C	B	A	B	C	B
Izvajalec	ASTM E 2149	ASTM E 2149	ASTM E 2315	JIS L 1902	ASTM E 2149	ASTM E 2149	ASTM E 2315	JIS L 1902	ASTM E 2149	ASTM E 2149	ASTM E 2315	JIS L 1902	ASTM E 2149	ASTM E 2149	ASTM E 2315	JIS L 1902	ASTM E 2149	ASTM E 2149	ASTM E 2315	JIS L 1902
Neoprana bombažna vl.	✓	-	✗	-	✗	-	✗	-	✗	-	-	-	✗	-	✗	-	✓	-	-	-
Oprana bombažna vl.	✓	-	✗	-	✓	-	✗	-	✗	-	-	-	✗	-	✗	-	✗	-	-	-
Neoprana viskozna vl.	✓	✗	✗	✗	✓	✗	✗	✗	✗	-	-	-	✗	-	✗	✗	✗	-	-	-
Oprana viskozna vl.	✓	✗	✗	✗	✓	✗	✗	✗	✓	-	-	-	✗	-	✗	✗	✓	-	-	-
Oprana nareza. vis. vl.	✓	-	✗	✗	✗	-	✓	✗	✗	-	-	-	✗	-	✗	✗	✗	-	-	-
Neoprana bombažna tk.	✗	-	✗	-	✗	-	✗	-	✗	-	-	-	✗	-	✗	-	✗	-	-	-
Oprana bombažna tk.	✗	-	✗	-	✗	-	✗	-	✗	-	-	-	✗	-	✗	-	✓	-	-	-
Neoprana viskozna tk.	✗	✗	✗	✗	✗	✗	✗	✗	✗	-	-	-	✗	-	✗	✗	✓	-	-	-
Oprana viskozna tk.	✗	✗	✓	✗	✗	✗	✓	✗	✗	-	-	-	✗	-	✗	✗	✗	-	-	-
Neoprana PET tkanina	✗	-	-	-	✗	-	-	-	✗	-	-	-	✗	-	✗	-	✓	-	-	-
Oprana PET tkanina	✗	✗	✗	✗	✗	✗	✗	✗	✗	-	-	-	✗	-	✗	✗	✗	-	-	-

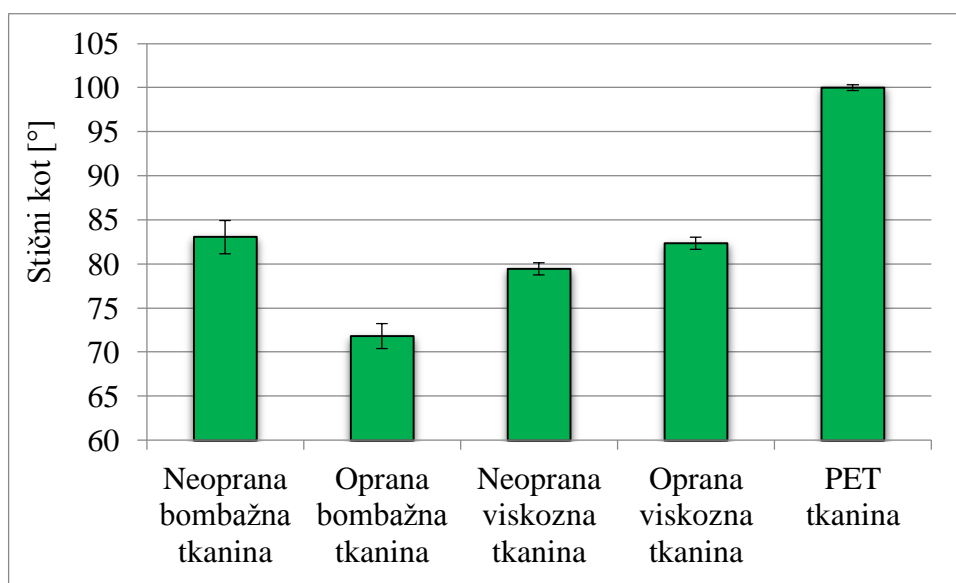
5 DISKUSIJA

5.1 Opredelitev hidrofilno-hidrofobnega značaja vzorcev



Slika 5.1: Stični koti z vodo vzorcev vlaken.

Najvišji stični kot z vodo izkazujejo neoprana bombažna vlakna, ki so zaradi prisotnih voskov in ostalih nečistoč, zelo hidrofobna. Po predobdelavi se stični kot zniža na 75°, kar priča o povišanju hidrofilnosti vlaken po predobdelavi in odstranitvi hidrofobnih voskov in nečistoč. Viskozna vlakna izkazujejo relativno visok stični kot z vodo (86°), ki se tudi po pranju ne spremeni bistveno.



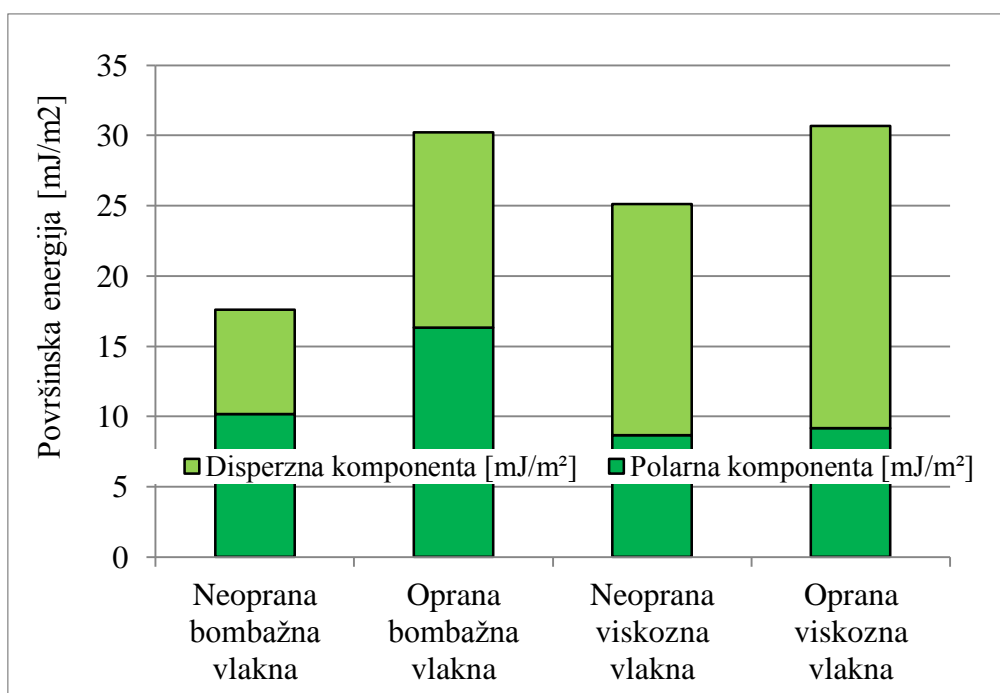
Slika 5.2: Stični kot z vodo vzorcev tkanin.

V skladu s pričakovanjem je najbolj hidrofobna med vzorci tkanin PET tkanina, ki izkazuje stični kot višji od 90° . Tudi bombažni tkanini, tako kot vlaknom, se stični kot bistveno zniža po predobdelavi, ko ima med vsemi vzorci tkanin najnižji kot. Neoprana bombažna tkanina ima za 15,7 % višji stični kot od predobdelane, medtem ko se viskozni tkanini po pranju kot ne spremeni bistveno oziroma je razlika za približno 3° v mejah merilne napake.

Ker se PET tkanina na teziometru zaradi visoke hidrofobnosti ni omočila, in smo sklepali, da to lahko vpliva na napako pri merjenju, smo stični kot poliestrne tkanine izmerili tudi na goniometru. Tako izmerjen stični kot je znašal 129° .

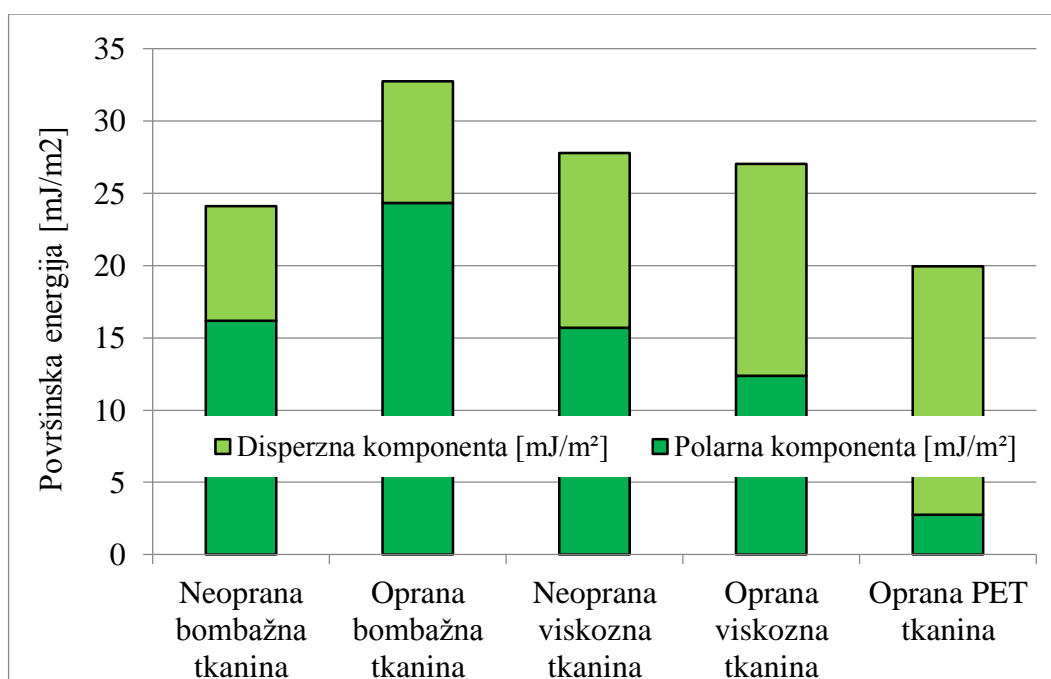


Slika 5.3: Kapljica vode na PET tkanini. Meritev opravljena na goniometru.



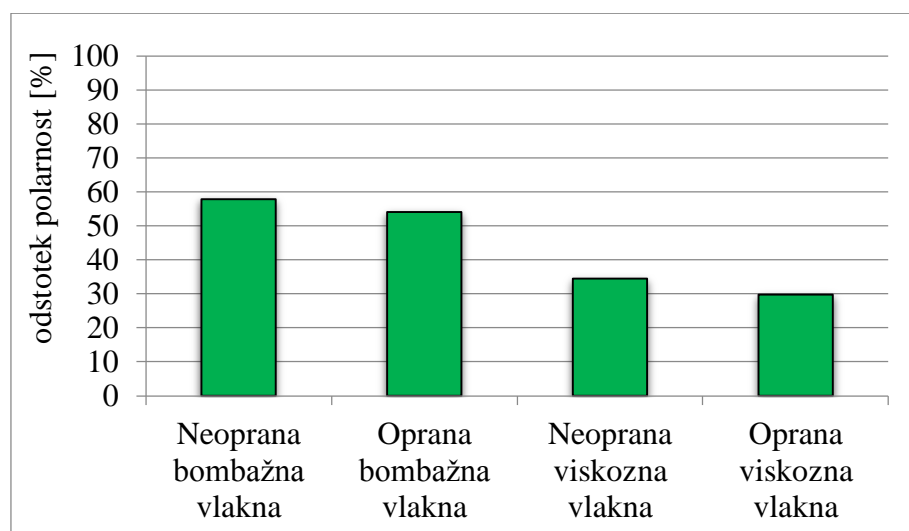
Slika 5.4: Površinska energija polarne in disperzne komponente vzorcev vlaken.

Iz diagrama na sliki 5.4 je razvidno, da imajo predobdelana bombažna vlakna in oprana viskozna vlakna višjo površinsko energijo. V primeru predobdelanih bombažnih vlaken gre ta razlika predvsem na račun povečanja polarne komponente, medtem ko se po pranju viskoznih vlaken poveča njihova disperzna komponenta. Od koder izvira zvišanje stičnega kota z vodo in s tem znižanje hidrofilitnosti teh vlaken. Bombažna vlakna imajo za kar 72 % višjo površinsko energijo od neobdelanih bombažnih vlaken. Pri čemer ostane razmerje med polarno in disperzno komponento praktično nespremenjeno. Oprana viskozna vlakna pa imajo za 22,3 % večjo površinsko energijo od neopranih viskoznih vlaken, pri čemer se vsebnost polarne komponente zniža.



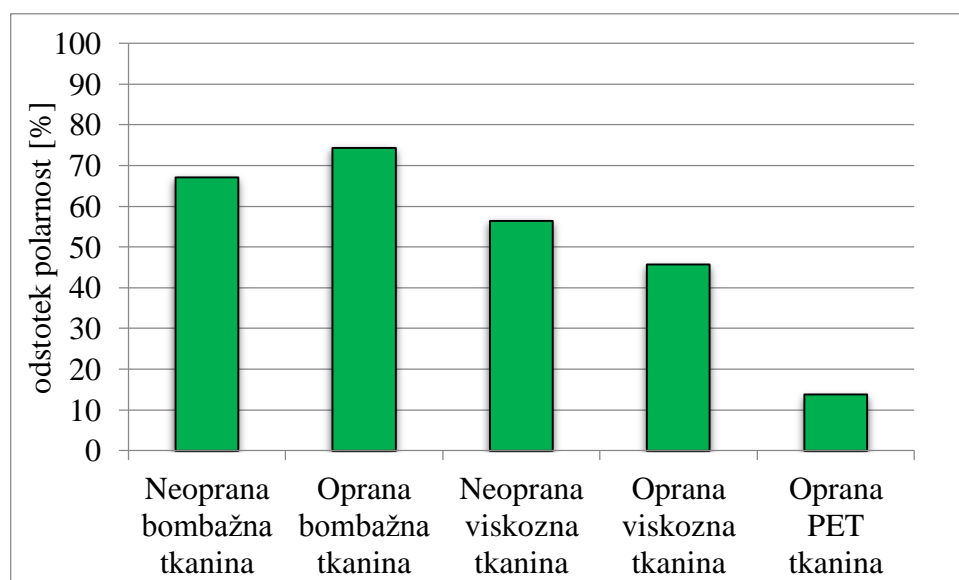
Slika 5.5: Površinska energija polarne in disperzne komponente vzorcev tkanin.

Na sliki 5.5 lahko vidimo, da ima najvišjo površinsko energijo oprana bombažna tkanina, sledita neoprana in oprana viskozna tkanina (za 2,8 % višja površinska energija pri neoprani viskozni tkanini), nato sledita najbolj hidrofobna vzorca neobdelana bombažna in PET tkanina (PET tkanina ima za 40 % nižjo površinsko energijo od neobdelane bombažne tkanine). Oprana bombažna tkanina ima za 35,8 % višjo površinsko energijo od neobdelane bombažne tkanine. Podobno, ko pri vzorcih vlaken, se tudi tukaj polarna komponenta bombažne tkanine po predobdelavi zviša, medtem ko se po pranju viskoze tako polarna komponenta kakor skupna površinska energija zniža.



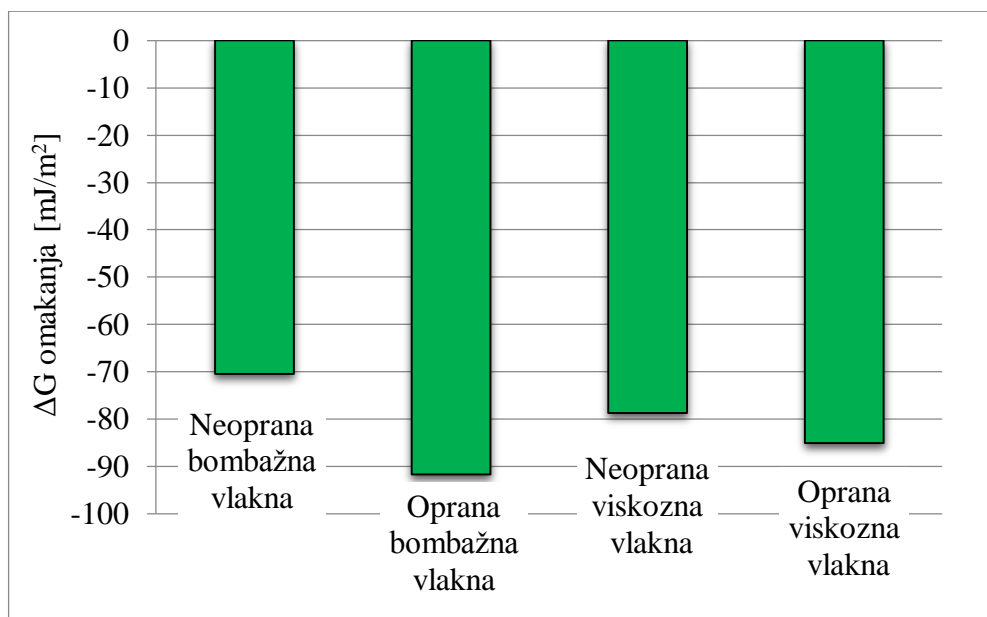
Slika 5.6: Delež polarne komponente površinske energije vlaken v odstotkih.

Na slikah 5.4 in 5.6 lahko vidimo, da imajo najvišji delež polarne komponente površinske energije med vzorci vlaken neoprana bombažna, sledijo oprana bombažna, neoprana viskozna in oprana viskozna vlakna. Pri obojih se delež polarnosti po predobdelavi oziroma pranju zniža za okrog 3 %.



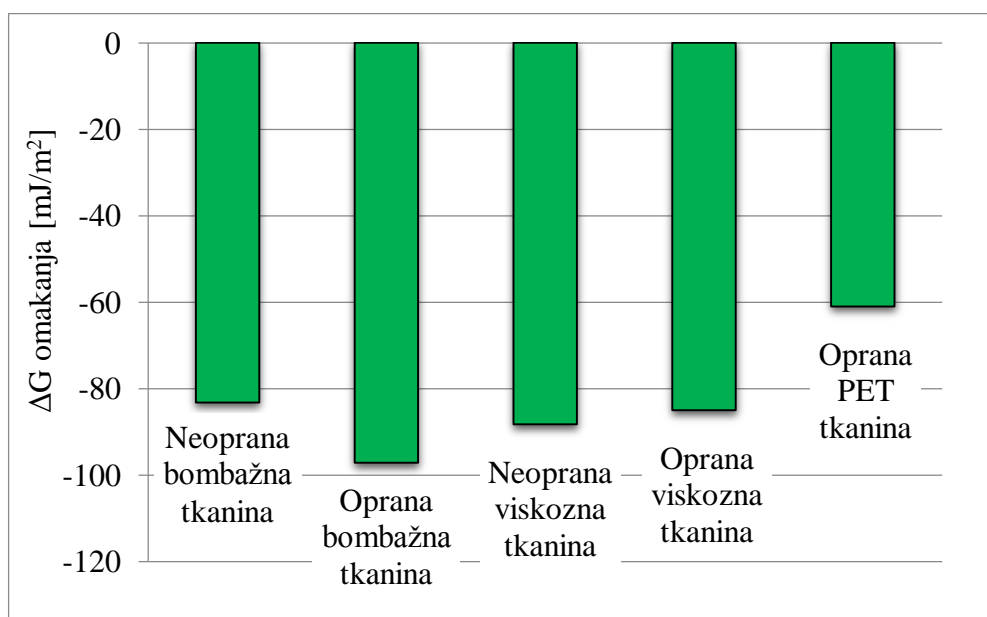
Slika 5.7: Delež polarne komponente površinske energije tkanini v odstotkih.

Po predobdelavi bombažne tkanine se delež polarne komponente površinske energije zviša za okrog 1 %. Pri viskozni tkanini pa se po pranju delež polarne komponente za okrog 18 % zniža. Delež polarne komponente PET tkanin znaša le 13,8 %.



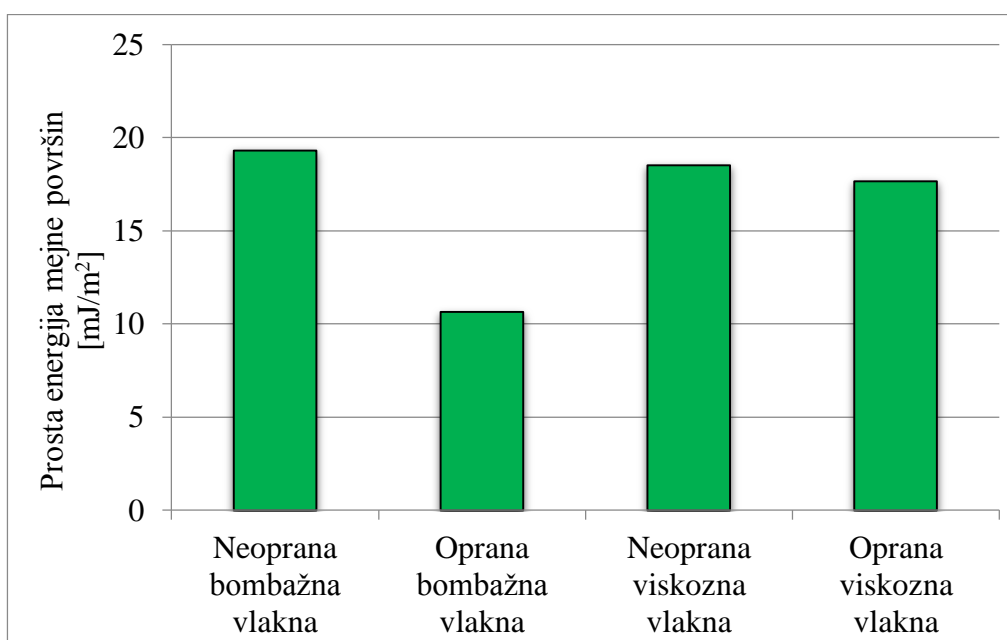
Slika 5.8: ΔG omakanja vzorcev vlaken.

Bolj kot je, ΔG omakanja negativna, bolj so vzorci kompatibilni s tekočo fazo, kar pomeni, da tekoča faza te vzorce bolje omaka. Iz diagrama je razvidno, da se negativnost ΔG omakanja zviša po predobdelavi oziroma pranju vzorcev. Predobdelana bombažna vlakna ($\Delta G = -91,67$ mJ/m²) voda najbolje omoči. Oprana viskozna vlakna imajo za 7,12 % nižjo ΔG omakanja od opranih bombažnih vlaken.



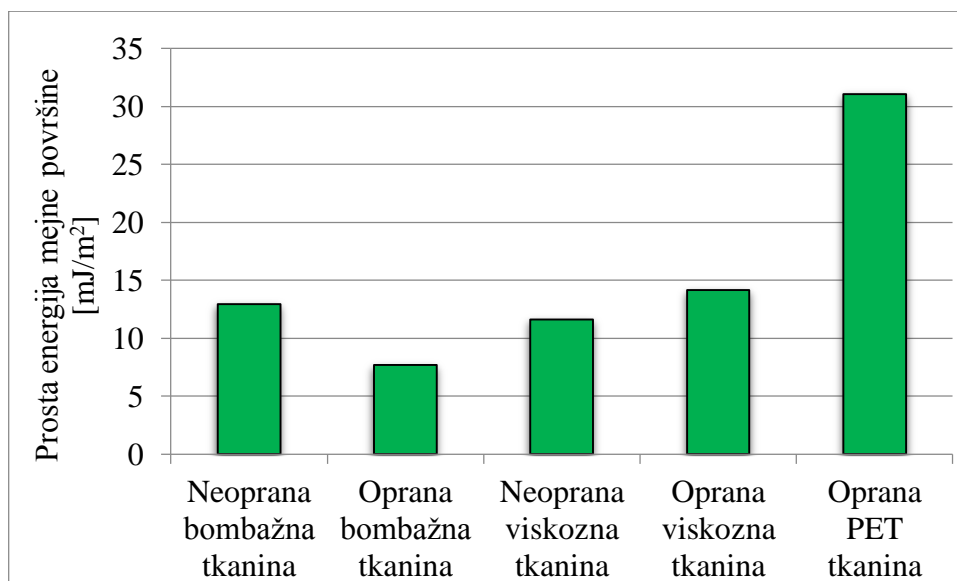
Slika 5.9: ΔG omakanja vzorcev tkanin.

Med tkaninami ima najnižjo ΔG omakanja PET tkanina ($\Delta G = -60,94 \text{ mJ/m}^2$). Najbolje omočljiva z vodo med tkaninami je oprana bombažna tkanina ($-97,15 \text{ mJ/m}^2$, višja za 59,4%). Oprana viskozna tkanina ima za 12,5 % nižjo negativno vrednost ΔG omakanja od predobdelane bombažne tkanine.



Slika 5.10: Prosta energija mejne površine med vodo in vlakni.

Največjo prosto energijo mejne površine med vodo in vlakni izkazujejo neoprana bombažna vlakna. Ta za 81 % višja, v primerjavi s prosto energijo mejne površine med opranimi bombažnimi vlakni in vodo. Pri viskoznih vzorcih prihaja do manjših razlik, neoprana viskozna vlakna imajo za 4,8 % višjo prosto energijo mejne površine od opranih viskoznih vlaken. Oprana viskozna vlakna imajo za 65,8 % višjo prosto energije mejne površine z vodo v primerjavi z opranimi bombažnimi vlakni.



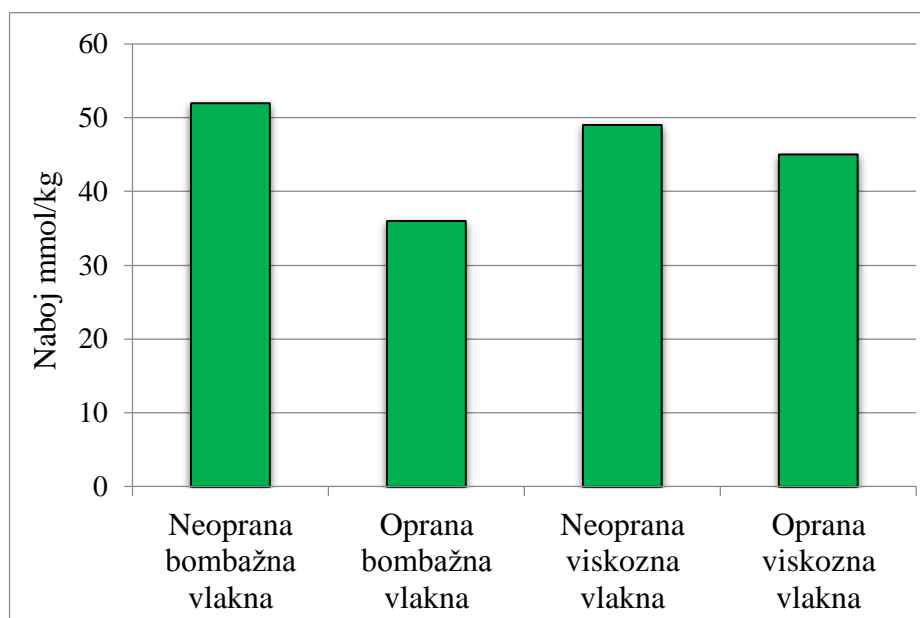
Slika 5.11: Prosta energija površine med vodo in tkaninami.

Zaradi svoje hidrofobnosti ima daleč najvišjo prosto energijo mejne površine med vzorci tkanin poliestrska tkanina (31,10 mJ/m²). Tudi tukaj izkazuje najnižjo prosto energijo mejne površine z vodo predobdelana bombažna tkanina. Oprana viskozna tkanina ima za 84 % višjo prosto energijo mejne površine z vodo v primerjavi s predobdelano bombažno tkanino.

Če primerjamo površinske energije obeh skupin vzorcev, vlaken in tkanin med seboj, lahko ugotovimo, da v splošnem vzorci tkanin izkazujejo nekoliko nižje stične kote z vodo in višje površinske energije ob višjih deležih polarnosti. Vzrok tem razlikam je lahko predvsem različna oblika preizkušanca in s tem drugačna morfologija dostopne površine vzorca.

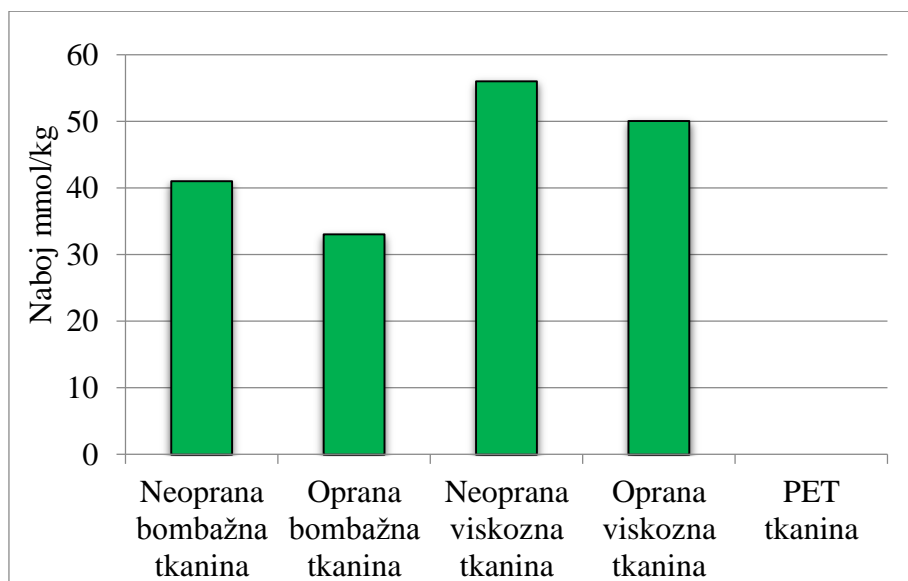
5.2 Naboj

S potenciometrično titracijo smo določili naboj vzorcev.



Slika 5.12: Naboj vlaken.

Kot lahko opazimo na sliki 5.12, je prisotnost karboksilnih skupin na viskoznih vlaknih zelo podobna, ker pri neopranih vlaknih ni prisotnih veliko nečistoč (za 8 % nižja količina karboksilnih skupin pri opranih viskoznih vlaknih). Med bombažnimi vlakni pa je precej večja razlika (za 31 % manj karboksilnih skupin pri opranih bombažnih vlaknih). Predvidevamo, da zaradi prisotnih nečistoč in ostalih primesi kot so voski in pektin, ki jih odstranimo v procesih predobdelave (alkalno izkuhavanje in beljenje).



Slika 5.13: Naboj tkanin.

Enak trend rezultatov je moč zaslediti tudi pri vzorcih tkanin. Po predobdelavi bombažne tkanine imajo za 20 % manj karboksilne skupine. Po predobdelavi viskozne tkanine imajo za 11 %. Pričakovano smo na inertni PET tkanini določili ničelni naboj.

5.3 Protimikrobno testiranje

Rezultati mikrobioloških testiranj o predstavljeni v preglednici 4.10. kot je razvidno pri večini testiranj ni prišlo do redukcije nobene vrste mikroorganizmov. Redukcija se pojavlja pri isti testni metodi ASTM E 2149 in istem izvajalcu.

ASTM E 2149 Izvajalec A

Izvajalec A je testiral protimikrobnost vzorcev po standardni metodi ASTM E 149 – stresalni test.

Neoprana bombažna vlakna, oprana bombažna vlakna, neoprana viskozna vlakna, oprana viskozna vlakna in oprana narezana so inhibirala *Staphylococcus Aureus*.

Oprana bombažna vlakna, neoprana in oprana viskozna vlakna so inhibirala *Escherichia Coli*.

Oprana viskozna vlakna so inhibirala *Streptococcus agalactiae*.

Candido albicans ne inhibira noben testirani vzorec.

Neoprana bombažna vlakna, oprana viskozna vlakna, oprana bombažna tkanina, neoprana viskozna tkanina in neoprana PET tkanina so inhibirala *Candido Glabrato*.

ASTM E 2149 Izvajalec B

Izvajalec B je testiral vzorce po stresalni metodi. Uporabili so 2 vrsti mikroorganizmov *Staphylococcus Aureus* in *Escherichio Coli*. Uporabljeni vzorci viskoze in PET tkanine. Po 1 uri nobeden od vzorcev ni inhibiral izbranih patogenih mikroorganizmov. Vzorce so prav tako vnaprej namočili v gojišču brez mikroorganizmov, vzorci prav tako niso inhibirali mikroorganizmov.

Na slikah vzorcev fluorescentnega mikroskopa ni vidna vezava/ ni vidno lepljenje mikroorganizmov na/v vlakna. Pri tej metodi je v stiku z vzorcem zelo mala količina mikroorganizmov (10^{-5} mL) in zelo kratek kontaktni čas (ni razmnoževanja), prav tako je tako majhna koncentracija celic neprimerna za mikroskopiranje.

ASTM E 2315 Izvajalec C

Izvajalec C je preizkusil protimikrobnost vzorec po standardni metodi ASTM E 2315 (Time-kill metoda). Uporabili so tri mikroorganizme *Stapylococcus Aureus*, *Escherichia Coli* in *Candido Albicans*.

Oprana viskozna tkanina je inhibirala *Staphylococcus Aureus*.

Oprana narezana viskozna vlakna in oprana viskozna tkanina sta inhibirala *Escherichia Coli*. *Candido Albicans* ne inhibira noben vzorec.

JIS L 1902 Izvajalec B

Izvajalec B je poleg ASTM E 2149 vzorce testiral po japonskem standardu JIS L 1902. Uporabili so tri mikroorganizme *Stapylococcus Aureus*, *Escherichia Coli* in *Candido Albicans*.

Nobeden od izbranih vzorcev ni inhibiral mikroorganizmov. Vzorci 18 urah na inhibirajo bakterijsko rast. Opazovanje s flourscentnim mikroskopom e pokazalo, da so vlakna precej gladka in mikroorganizmi se ne oprijemajo – bakterije so prisotne le v suspenziji.

Nekatere vzorce testirane, po standardu ASTM E 2315 so pregledali tudi pod svetlobnim mikroskopom, na vlaknih oziroma tkaninah niso opazili prisotnih živih mikroorganizmov. Protimikrobna testiranja vlaknatih vzorcev, so pokazala, da neobdelani vzorci reducirajo mikroorganizmov, tudi zaradi tega, ker so na primer surova bombažna vlakna zaščiteni z voski in ostalimi primesmi in tako pride do redukcije patogenov, prav tako pa je 1 ura prekratek kontakten čas.

JIS L 1902: različni vzorci po 18 urah ne inhibirajo bakterijske rasti. Opazovanje s fluorescentnim mikroskopom je pokazalo, da so vlakna gladka in se ne oprijemajo – prisotne le v suspenziji.

ASTM E 2149 (izvajalec B): vzorci po 1 uri niso inhibirali bakterijske rasti.

Pred testiranjem smo sklepali, da se pri tem standardu, lepijo mikroorganizmi na vlakna in tudi zaradi tega ne dobimo realnega števila inhibiranih mikroorganizmov.

S fluorescentnim mikroskopom so pregledali suha in predhodno namočena viskozna vlakna. Tako kot pri japonskem standardu ni vidna vezava oziroma lepljenje bakterijskih celic na vzorce.

Razlogi, da nismo opazili mikroorganizmov, sta tudi visoko redčenje in malo celic v testnih erlenmajericah (10^{-5} /mL). Tako majhna koncentracija celic je za mikroskop neprimerna.

Glede rezultatov mikrobioloških testov lahko povzamemo, da najpogosteje izkazujejo redukcijo (ASTM E 2149) oprana viskozna vlakna, in sicer na štiri mikroorganizme, iz česar bi lahko sklepali, da večja, kot je kontaktna površina viskozna vlaken v primerjavi z bombažnimi, vpliva na povečano redukcijo mikroorganizmov. Vendar rezultati drugih

mikrobioloških testiranj tega niso potrdili in torej teh razlik ne moremo smatrati za signifikantne. Pri tem tudi ne moremo govoriti o kakršnem koli vplivu polarnosti oziroma disperznosti površine ali hidrofilno/hidrofobnega karakterja vzorcev. Prav tako ni mogoče govoriti o vplivu naboja na mikrobiološke rezultate. Višji naboj vlaken bi namreč predstavljal večji prispevek k odbojnim elektrostatskim interakcijam med nabojem vzorca in celično membrano mikroorganizmov. Slednje, pomeni, da viskoza ne bi smela izkazovati redukcije. PET tkanina z izrazito hidrofobnim značajem in nizko površinsko energijo in nabojem, kakor tudi večina drugih vzorcev ni povzročila redukcije nobene testne vrste mikroorganizmov.

6 SKLEP

Rezultate mikrobioloških testov vlaknatih materialov je pogosto težko uskladiti z drugimi rezultati raziskav, zato smo v okviru te magistrske naloge želeli preveriti, ali in do kakšne mere fizikalno-kemijske lastnosti vlaknatih vzorcev vplivajo na rezultate različnih mikrobioloških testov.

V ta namen smo uporabili različne vlaknate materiale po izvoru, kemizmu in obliki oz morfologiji: bombaž, viskozo in PET. Kemijsko-fizikalne parametre smo določili s pomočjo tenziometra, polielektrolitskih titracij in elektronske mikroskopije. Mikrobiološke lastnosti pa smo testirali v različnih laboratorijih v skladu z različnimi standardnimi metodami (ASTM E2315, ASTM E 2149 in JIS L 1902) na različnih institucijah, kjer so te metode dobro vpeljane.

Na podlagi rezultatov metod lahko zaključimo, da:

1. SEM mikroskopija: ugotovili smo, da morfološke značilnosti ne vplivajo bistveno na rezultate protimikrobnih testiranj. Kot smo, pa lahko vidimo, v tabeli 4.10 se je redukcija pojavlja večino krat pri vlaknih in v redkih primerih pri tkaninah.
2. Tenzimetrija: pri hidrofilnejših vzorcih je večkrat prišlo do redukcije, problem pri hidrofobnih vzorcih (neoprana bombažna vlakna in PET tkanina) je bil, da suspenzija ni omakala vzorcev.
3. Potenciometrična titracija: negativen naboj, ki omogoča elektrostatski odboj med vzorci in bakterijsko membrano, ki je negativno nabita kar, zavira inhibicijo mikroorganizmov.

Zanimal nas je vpliv nepravilnega krpastega preseka viskoznih vlaken na stresalno metodo ASTM E 2149. Vzorce smo po testiranju pregledali s svetlobnim in fluorescentnim mikroskopom, pod mikroskopom nismo opazili »zalepljenih« živih mikroorganizmov na/in v notranjosti vlaken. Z metodo ASTM E 2149 smo primerjali tudi suha in vnaprej namočena viskozna vlakna, ker nas je zanimal, kakšen je učinek na rezultate testiranja, pri obeh testiranjih nismo dobili redukcije.

Na osnovi raziskave podajamo naslednje zaključke:

- Po predobdelavi bombaža se njegova površinska energija in polarnost signifikantno povečata. Stični kot z vodo se zniža za 24 % pri vlaknih in za 13 % pri tkanini, kar

priča o močno povečani hidrofилnosti.

- Postopek pranja viskoze ne vpliva bistveno na spremembo površinske energije ali hidrofилno/hidrofobnega značaja teh vlaken. Razlike so bile v mejah merilne napake.
- PET tkanina je izkazovala najnižjo površinsko energijo in najnižji delež polarnosti (13,8 %). Stični kot PET tkanine z vodo, ki smo ga izmerili s pomočjo goniometra, je znašal 129°.
- Protimikrobni učinek je bil zaznan v glavnem pri eni metodi (ASTM 2149), in sicer pri vzorcu opranih viskoznih vlaken na tri bakterije in eno glivo. Pri isti metodi so rezultati pokazali tudi signifikantne razlike med vzorci vlaken in tkanin, saj je bila pri večini vzorcev vlaken zabeležena redukcija, medtem ko le-te ni bilo v nobenem primeru z vzorci tkanin.
- Med izvajanjem metod določanja protimikrobnosti je prišlo do težav pri močno hidrofobnih vzorcih, ki se zaradi te lastnosti niso dovolj dobro omakali z inokulom, ki je na vodni osnovi.
- Na osnovi rezultatov raziskave ne moremo z gotovostjo trditi, da imajo površinska energija, polarnosti površin, hidrofилno/hidrofobni karakter ali morfologija površin vlaknatih vzorcev signifikantni vpliv na njihov protimikrobni učinek.
- Ugotovili smo, da so rezultati metod za določanje mikrobiološkega učinka v največji meri odvisni od natančnosti izvedbe postopka, pa tudi od interpretacije rezultatov.
- Tako na osnovi rezultatov raziskav ne moremo z gotovostjo trditi, da imajo površinska energija, polarnosti površin, hidrofилno/hidrofobni karakter, naboj in morfologija površin vlaknatih vzorcev signifikantni vpliv na rezultate protimikrobnih testiranj
- Na podlagi zaključkov smo hipotezo zavrgli.

SEZNAM UPORABLJENIH VIROV

- [1] ASTM E 2149. *Standard Test Method for Determining the Antimicrobial Activity of Immobilized Antimicrobial Agents Under Dynamic Contact Conditions*. ASTM International, 2010.
- [2] ASTM E 2315. *Standard Guide for Assessment of Antimicrobial Activity Using a Time-Kill Procedure*. ASTM International, 2008.
- [3] Blagovič Mateja. *Barve in funkcionalne lastnosti materialov: magistrsko delo*. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2013.
- [4] Butt Hans-Jürgen, Graf Karlheinz, Kappl Michael. *Physicic and Chemistry of Interfaces*. Weinheim: Wiley-WCH, 2003.
- [5] Erbil Yildirim. *Surface Chemistry of Solid and Liquid Interfaces*. Oxford: Blackwell Publishing Ltd, 2006.
- [6] Hribernik Silvo. *Študij predobdelave in oplaščanja regeneriranih celuloznih vlaken z nano delci: doktorska disertacija*. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2010.
- [7] Jazbec Anita. *Površinske lastnosti bombažnih vlaken: magistrsko delo*. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2004.
- [8] JIS L 1902. *Testing for antibacterial activity and efficacy on textile products*. Japanese Standard Association Tokyo, 2002.
- [9] Jug Mario, Kosalec Ivan, Maestrelli Francesca, Mura Paola. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*.
- [10] Kreže Tatjana, Stana-Kleinschek Karin, Ribitsch Volker, Peršin Zdenka, Sfiligoj-Smole Majda. *Ability of Cellulosic Materials As a Function of Fine Structure and Helmholtz Surface Energy*. *Materials Research Innovations* (2005), vol. 9, no. 1, str. 130-141.
- [11] Kreže Tatjana, Stana-Kleinschek Karin, Ribitsch Volker. *The Sorption Behaviour of*

- Cellulose Fibres*. Lenzinger Berichte (2001), str. 28-31.
- [12] Laboratory desktop software LabDesk 2.0: instruction manual. Krüss GmbH Hamburg, 2001.
- [13] Lozinšek Karmen. Študij vpliva obdelave s hitozanom na hidrofobno/hidrofilni karakter vlaken: diplomsko delo. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2011.
- [14] Luketič Lilijana. *Obdelave za zmanjšanje UV prepustnosti materialov: diplomsko delo*. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2011.
- [15] Mahon Vivienne. *An overview of methods used to evaluate the efficacy of antibacterial treated surfaces and textiles*. [svetovni splet]. http://www.airmidhealthgroup.com/resources/articles/336_an_overview_of_methods_used_to_evaluate_the_efficacy_of_antibacterial_treated_surfaces_and_textiles.html. [26.3.2013]
- [16] Mather Robert R., Wardman Roger H.. *The Chemistry of Textile Fibers*. Cambridge: Royal Society of Chemistry, 2011.
- [17] Munda Marko. *Elementarna karakterizacija funkcionaliziranih vlaken: diplomsko delo*. Maribor:Fakulteta za strojništvo, 2001.
- [18] Myers Drew. *Surfaces, Interfaces and Colloids:Principles and Applications* (2nd edition). Weinheim: Wiley-VCH, 1999.
- [19] Peršin Zdenka, Stana-Kleinschek Karin, Sfiligoj-Smole Majda, Kreže Tatjana, Ribitsch Volker. Determining the Surface Free Energy of Cellulose Materials with the Powder Contact Angle Method. *Textile Research Journal*, 2004, vol. 44 no. 5, str. 55-62.
- [20] Peršin Zdenka. *Uporaba tenziometrije za spremljanje sorpcijskih lastnosti obdelanih celuloznih vlaken: magistrsko delo*. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2001.
- [21] Radošević Jelena. *Napetost površine vodnih otopina: Utjecaj pH i suprotno nabijenih polielektrolita*. Zagreb: Pridoslovno-matematičkifakultet, 2009.

- [22] Ristić Tijana, Fras-Zemljič Lidija, Novak Monika, Kralj Kunčič Marjetka, Sonjak Silva, Gunde Cimerman Nina, Strnad Simona. *Antimicrobial efficiency of functionalized cellulose fibers as potential medical textiles*.
- [23] Ristić Tijana. *Polisaharidi za razvoj medicinskih tekstilij: diplomsko delo*. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2009.
- [24] Rulison Crystopher. Two component surface energy characterisation as a predictor of wettability and dispersibility. Application note #213, Hamburg: Krüss GmbH.
- [25] Skoog Douglas H., West Donald M., Holler F. Jones. *Analytical Chemistry: An Introduction (7th edition)*. Foreword:Saunders College Publishing, a division of Hartcourt College Publishers, 2000.
- [26] Slemenik Petra. *Funkcionalizacija celuloze s hitozanom in njegovimi derivati: diplomsko delo*. Maribor: Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo, 2011.
- [27] Stana-Kleinschek Karin, Ribitsch Volker, Kreže Tatjana, Fras Lidija. Determination of the adsorption character of cellulose fibers using surface tension and surface charge. *Materials Research Innovations (2002)*, vol. 6, no. 13.
- [28] Tanner Benjamin. *Antimicrobial Fabrics – Issues and Opportunities in the Era of Antibiotic Resistance*. *AATCC Review (2009)*, vol. 9, no. 11, str. 30-33.
- [29] Tompa Jasna. *Spremljanje brezformaldehidnega zamreženja vlaken z uporabo fizikalno-kemijskih metod: diplomsko delo*. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2008.
- [30] Velkova Nena. *Obdelava vlaken z modificiranim ksilanom za doseg hemokompatibilnih lastnosti: diplomsko delo*. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2010.
- [31] Vodišek Nives. *Funkcionalizacija vlaken za doseg bioaktivnih lastnosti materiala: diplomsko delo*. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2010.
- [32] Zorić Nataša, Horvat Igor, Kopjar Nevenka, Vučemilović Ante, Kremer Dario, Tomić Siniša, Kosalec Ivan. *Hydroxytyrosol Express Antifungal Activity in vitro*. Bentham Science Publishers, 2013.

- [33] [Spletni vir] http://en.wikipedia.org/wiki/Contact_angle [26.3.2013]
- [34] [Spletni vir] http://en.wikipedia.org/wiki/Sessile_drop [26.3.2013]
- [35] [Spletni vir] http://en.wikipedia.org/wiki/Surface_energy [26.3.2013]
- [36] [Spletni vir] http://en.wikipedia.org/wiki/Surface_tension [26.3.2013]
- [37] [Spletni vir] http://loppm.fs.uni-mb.si/Text_S/tensiometrija.html [27.3.2013]
- [38] [Spletni vir] <http://web.bf.uni-lj/bi/mikroskopija/mikroskop.phb> [5.3.2013]
- [39] [Spletni vir] <http://www.engr.utk.edu/mse/Textiles/Polyester>
- [40] Fras Zemljič Lidija, Olivera Šauperl, Tanja Kreže, Simona Strnad.Characterization of regenerated cellulose fibers antimicrobial functionalized by chitosan. Sage, 2012.

ŽIVLJENJEPIS

Nives Vodišek

Stopce 3

3270 Laško

nives.vodisek@gmail.com

Datum rojstva: 20. 07. 1988

Kraj rojstva: Celje

Država rojstva: Slovenija

Šolanje:

1995 – 2003 Osnovna šola Primoža Trubarja Laško

2003 – 2007 Gimnazija Lava Celje

2007 – 2010 Oblikovanje in tekstilni materiali (1. st), Fakulteta za strojništvo Maribor

2010 – 2014 Tekstilni materiali (2. st), Fakulteta za strojništvo Maribor

UNIVERZA V MARIBORU

FAKULTETA ZA STROJNIŠTVO

IZJAVA MAGISTRSKEGA KANDIDATA

Podpisani **Nives Vodišek** vpisna številka S2000552

izjavljam,

da je magistrsko delo z naslovom: **Vpliv fizikalno-kemijskih parametrov vlaken na rezultate protimikrobnih testiranj**

- rezultat lastnega raziskovalnega dela,
- da je predloženo delo v celoti ali v delih ni bilo predloženo za pridobitev kakršnekoli izobrazbe po študijskem programu druge fakultete ali univerze,
- da so rezultati korektno navedeni in
- da nisem kršila avtorskih pravic in intelektualne lastnine drugih.

Maribor, marec 2014

Podpis: _____