

Rezumatul RAPORTULUI ȘTIINȚIFIC
Perioada de raportare: 1 ianuarie 2015 – 31 decembrie 2015

În etapa unică 2015 au fost atinse toate obiectivele etapei și obținute rezultatele scontate. Rezultatele științifice obținute arată că extractele antocianice de fructe de pădure (afine, mure) optimizate prin metodologiile descrise anterior pot fi aplicate cu succes pentru vopsirea unor suporturi textile (de in și în funcționalizat cu MCT-β-CD) prin două metodologii investigate – epuizare și respectiv, ultrasonare. Rezultatele obținute în urma caracterizării materialelor textile vopsite prin tehnici analitice microscopice (SEM), spectroscopice (FT-IR) și de analiză BET au demonstrat că tehnica ultrasonării este utilă în optimizarea capacității de vopsire, exprimată prin intermediul valorilor K/S, comparativ cu metoda convențională de vopsire prin epuizare. Comparând valorile de rezistență a culorii și comportamentul la abraziune, rezultatele indică rezistențe slabe către satisfăcătoare, atât pentru probele funcționalizate, cât și pentru cele vopsite, folosind ambele metode de vopsire. Rezultatele obținute arată că, alegerea variantei de vopsire naturală cu extracte de afine și mure a țesăturilor de in grefate cu ciclodextrină au dovedit a fi o bună alternativă de optimizare a rezistențelor la spălare și frecare.

Vizibilitatea producției științifice a echipei proiectului este garantată prin publicarea în 2015 a 2 articole în reviste cotate ISI, acceptarea spre publicare a 1 articol în revistă cotată ISI, 2 articole publicate în reviste indexate BDI, 3 participări cu brevet la saloanele de invenție și 5 lucrări prezentate/publicate la conferințe internaționale, în 2015. A fost finalizată 1 lucrare de licență în domeniu. Vizibilitatea internațională este probată și de obținerea în 2015 a 7 citări ale articolelor deja publicate din proiect. Pagina web a proiectului a fost actualizată.

Experimentarea vopsirii diferitelor materiale textile cu coloranții extrași

- *Teste experimentale de vopsire a suporturilor textile cu extracte antocianice de afine și mure*
- *Pretratamentul materialului*
- *Metodologia de vopsire: prin epuizare și ultrasonare*
- *Suporturi textile utilizate: IN, IN FUNCȚIONALIZAT*

Au fost supuse extracției de antociani și dozării cantității acestora, fructele de afine și mure, conform metodologiei optimizate stabilite anterior. Prezența extractelor naturale în țesăturile textile este importantă, întrucât contribuie la igiena consumatorului și la procesele nepoluante. Aplicarea pe suporturile textile a extractelor antocianice din fructe ar putea îmbunătăți în plus anumite proprietăți, precum antimicrobiene, antiinflamatorii și anticancerigene.

Procesul convențional de vopsire implică folosirea agenților chimici și a energiei termice. Prin folosirea ultrasunetelor, băile de vopsire pot avea temperatură mai redusă fiind favorizată dispersarea și aplicarea coloranților.

În ceea ce privește metodologia experimentală, studiile vizează în primul rând o îmbunătățire preliminară a substratului de in, realizată prin folosirea monoclorotriazinil-β-cyclodextrinei (MCT-β-CD). În al doilea rând, în protocolul experimental, extractele de afine sau mure au fost aplicate pe materialului de in, atât prin procedee de vopsire prin epuizare cât și prin ultrasonare. Motivarea cercetărilor constă în îmbunătățirea proprietăților precum rezistența culorii suporturilor textile vopsite, prin folosirea capacității cavității hidrofobe de MCT-β-CD de a forma complecși de incluziune cu coloranții, pe baza selectivității lor. Mai mult decât atât, s-a evidențiat formarea complexului de incluziune între colorantul antocianic și MCT-β-CD.

Caracterizarea materialelor textile vopsite (rezistențe fizico-chimice, coordonate tricromatice, rezistențe la diferiți factori)

Caracterizarea morfologică, structurală și a proprietăților de rezistență ale materialelor vopsite a fost realizată folosind un sistem complex de investigare SEM, spectroscopie FT-IR, analiza suprafeței specifice prin metoda BET și rezistențele vopsirilor. Rezultatele analizei au evidențiat uniformizarea probelor, în ceea ce privește vopsirea lor, în cazul metodei US. În plus, optimizarea rezistenței la spălare și la frecare s-a cuantificat prin valorile majorate cu 0.5-1 puncte. Morfologia

fibrelor de in după grefare și vopsirea prin cele două metode a fost evaluată prin microscopia SEM. Rezultatele au arătat că, structura fină a probelor este destul de diferită de fibrele de in nefuncționalizate, iar proprietățile de absorbție ale extractului natural se datorează probabil microcavităților create după funcționalizarea cu derivatul de MCT-β-ciclodextrină. Prin ultrasonare, morfologia fibrelor devine foarte netedă.

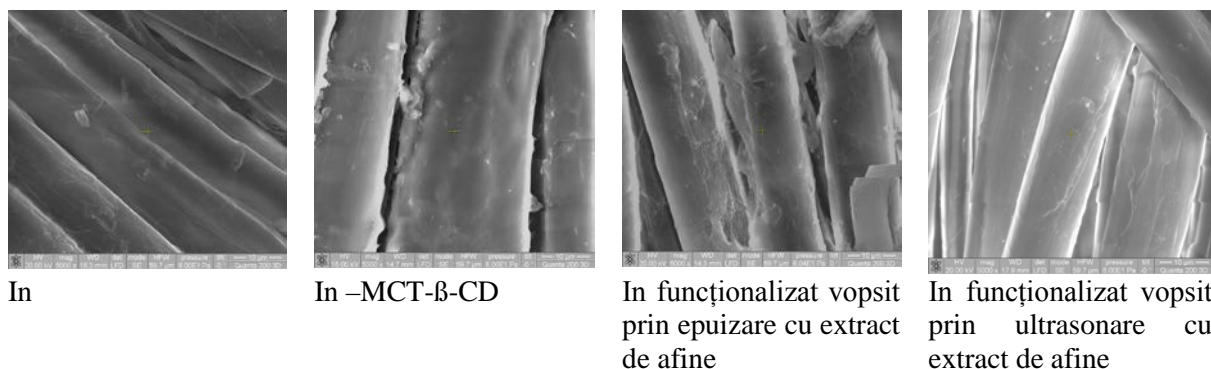


Fig. 1: Imagini SEM asociate suporturilor fibroase de in funcționalizate și de referință vopsite prin epuizare și ultrasonare cu extract de 2% afine (*Vaccinium myrtillus*) la o magnitudine de $\times 5000$

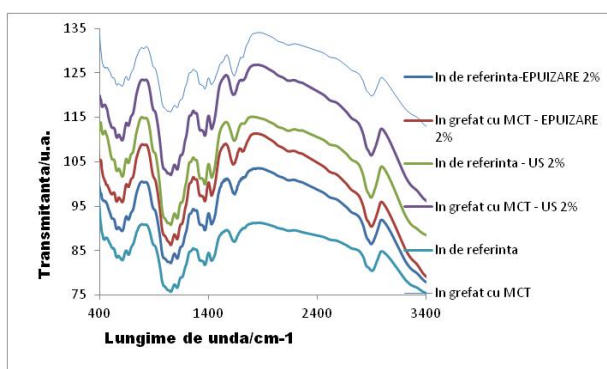


Fig. 2: Spectrele FT-IR pentru suporturile de in vopsite prin procedeul de epuizare și prin procedeul de ultrasonare (US), cu extract natural de afine 2%

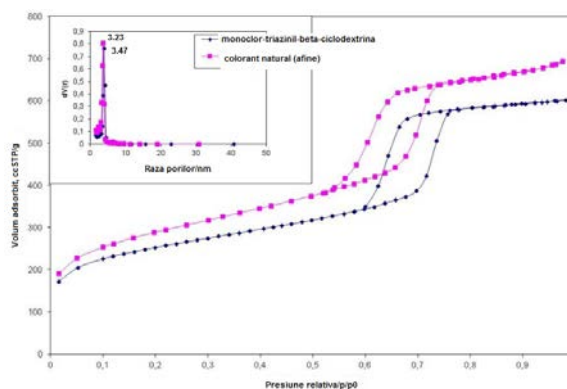


Fig. 3: Izotermele de adsorbție/desorbție ale compusului de incluziune (MCT-β-ciclodextrina ca molecula gazdă și colorant natural ca moleculă oaspete)

Investigațiile spectroscopice demonstrează formarea compusului de incluziune. În plus, există modificări în spectrele IR, care se pot observa la 1634, 1180, 1127, 900 cm^{-1} , datorită legării de MCT-β-CD. Aceasta este bine susținută și de analiza BET, relevând entraparea moleculei de colorant în interiorul MCT-β-ciclodextrinei.

Evaluarea materialelor vopsite cu extracte relevante pentru tehnologia tinctorială s-a completat prin rezistențele vopsirilor și atributele coloristice corelate ale suporturilor tratate. Intensitățile vopsirilor, respectiv valorile K/S ale suporturilor lignocelulozice vopsite au fost măsurate cu spectrofotometrul portabil Datacolor 110 LAV, testarea la abraziune s-a realizat cu aparatul NU-Martindale pentru abraziune și pilling, iar testul de frecare cu aparatul Crockmaster.

Tabelul 1 prezintă rezultatele măsurătorilor rezistenței la spălare și la frecare ale țesăturilor vopsite cu extract de afine, comparativ cu probele de referință (in sau in grefat cu MCT-β-ciclodextrina), alături de valorile atribuite razelor nanocavității de MCT-β-ciclodextrină și a moleculei de colorant.

Tabelul 1: Valorile rezistențelor și raportul razei ciclodextrină/colorant, în cazul țesăturilor de in vopsite cu extract de afine.

Proba	Rezistența la frecare uscată	Rezistența la frecare umedă	Rezistența la spălare	Raport raza CD / raza colorant, nm
În	2	1-2	2-3	
În / MCT-β-ciclodextrina	3-4	2	4-5	
În vopsit prin epuizare cu extract de afine	3	3	2-3	-
În funcționalizat vopsit prin epuizare cu extract de afine	4-5	3-4	4-5	2.17 / 2.76
În vopsit prin ultrasonare cu extract de afine	3-4	3	4	-
În funcționalizat vopsit prin ultrasonare cu extract de afine	5	4	4-5	3.23 / 3.47

Pe parcursul testelor experimentale, valorile de rezistență a culorii pentru probe vopsite cu extractele antocianice de afine și mure relevă rezistențe la spălare și la frecare moderate către bune, pentru marea majoritate a probelor, în special pentru cele funcționalizate în prealabil și vopsite prin procedura ultrasonării. Atributele de culoare ale probelor vopsite natural demonstrează sustenabilitatea prin rezistențe superioare la spălare, frecare și abraziune, datorită procesului de încapsulare. Aceste experimente au relevanță pentru folosirea tehnicii de încapsulare/micro-încapsulare a unui colorant natural direct pe materialul textil tratat MCT-β-CD, față de tehnica convențională de vopsire prin asistarea de mordanți. Acest proces are potențial de substituire a tratamentului clasic, favorizând aplicații de perspectivă, în vederea obținerii de noi materiale textile ecologice.

Valorile de rezistență a culorii pentru probele vopsite cu extract antocianic de mure au relevat faptul că, rezistențele la spălare și frecare, la marea majoritate a probelor sunt de la moderat către bune, în special pentru acele suporturi textile funcționalizate și vopsite.

Tabelul 2: Valorile modificărilor coloristice după testul de abraziune la țesăturilor de in vopsite cu extract de mure.

Probe	Rezistența la abraziune			Raportul razei MCT-β-ciclodextrină / raza moleculei de colorant, nm	
	ΔE	K/S			
	Proba de referință	abradată	control	abradată	control
În	-	-	2.74	-	
În/ MCT-β-ciclodextrină	-	-	2.53	-	
În vopsit prin epuizare cu extract de mure	5.20	3.14	6.52	5.42	8.34
În funcționalizat vopsit prin epuizare cu extract de mure	8.74	6.34	7.89	6.47	7.15
În vopsit prin ultrasonare cu extract de mure	3.57	2.26	4.30	3.60	6.8
În funcționalizat vopsit prin ultrasonare cu extract de mure	3.78	2.11	4.60	3.59	4.7

Rezultatele cumulate din tehnicile analitice, însemnând microscopie SEM, spectroscopie FT-IR și analiză BET au demonstrat că tehnica ultrasonării este utilă în optimizarea capacității de vopsire, exprimată prin intermediul valorilor K/S, comparativ cu metoda convențională de vopsire prin epuizare. Comparând valorile de rezistență a culorii și comportamentul la abraziune, rezultatele indică rezistențe slabe către satisfăcătoare, atât pentru probele funcționalizate, cât și pentru cele vopsite, folosind ambele metode de vopsire. Rezultatele obținute arată că, alegerea variantei de vopsire naturală cu extracte de afine și mure a țesăturilor de in grefate cu ciclodextrină au dovedit a fi o bună alternativă de optimizare a rezistențelor la spălare și frecare.