

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
TEKSTILNO-TEHNOLOŠKI FAKULTET

Valentina Kuduzović

ODRŽIVOST PROCESA HIDROLIZE POLIESTERSKE TKANINE
AMANOLIPAZAMA

Zagreb, 2021.

Ovaj rad je izrađen u Zavodu za tekstilnu kemiju i ekologiju Sveučilišta u Zagrebu Tekstilno-tehnološkog fakulteta pod vodstvom izv. prof. dr. sc. Anite Tarbuk i predan je na natječaj za dodjelu Rektorove nagrade u akad. god. 2020./2021.

SADRŽAJ

1. UVOD	1
1.1. Poliesterska vlakna	1
1.1.1. Hidroliza poli(etilen-tereftalat)a (PET)	3
1.1.2. Enzimatska hidroliza PET-a	5
2. HIPOTEZE ili SPECIFIČNI CILJEVI.....	8
3. EKSPERIMENTALNI DIO	9
3.1. Zadatak	9
3.2. Materijal.....	10
3.3. Postupci obrade	11
3.4. Mjerne metode	12
3.4.1. Određivanje gubitka površinske mase	12
3.4.2. Određivanje mehaničkih karakteristika	13
3.4.3. Pretražna elektronska mikroskopija (SEM)	14
3.4.4. Određivanje spektralne remisije i stupnja bjeline.....	14
4. REZULTATI	16
5. RASPRAVA	27
6. ZAKLJUČAK.....	33
ZAHVALE	34
POPIS LITERATURE	35
SAŽETAK.....	38
SUMMARY	40
ŽIVOTOPIS	42

1. UVOD

1.1. Poliesterska vlakna

Poliesterska vlakna definiraju se kao vlakna izgrađena od linearnih makromolekula u kojima je maseni udio estera tereftalne kiseline i nekog dialkohola najmanje 85%. Za makromolekule koje izgrađuju poliestersko vlakno karakteristično je prisustvo esterskih (-CO-O-) veza. Prema BISFA-International Bureau for the Standardisation of Man-Made Fibres, međunarodna kratica ovih vlakana je PES [1, 2]. Sintetska vlakna dominiraju tržištem još od sredine 1990.-ih kada su po proizvodnji i uporabi nadmašila pamuk. S godišnjom proizvodnjom od 57,7 milijuna tona poliesterska vlakna ostvarila su 52,2 % proizvodnje vlakana u 2019. godini [1, 3].

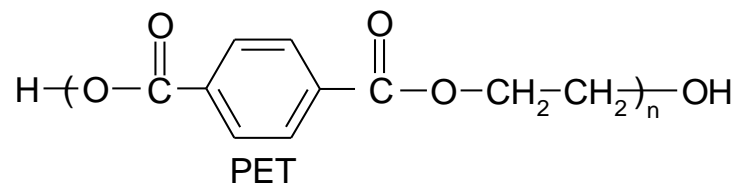
Izborom različitih monomera moguće je dobiti različite poliesterske polimere koji se razlikuju po kemijskoj građi makromolekula, a time i svojstvima. Unatoč razlikama, sve vrste poliesterskih polimera za vlakna su termoplastični i taljivi polimeri pa se ispredaju postupkom iz taline. Odabir naknadnih obrada na ispredenom vlaknu, kao i odabir tehnoloških procesnih parametara, ovisi o brzini ispredanja vlakana i predviđenoj namjeni vlakna. Konvencionalnim postupkom ispredanja postiže se brzina ispredanja vlakana između 1000 i 2000 m/min, a postoje i brži postupci. Ovisno o brzini ispredanja, vlakna tj. njihove filamentne pređe mogu biti potpuno istegnute, odnosno potpuno, djelomično te slabo orijentirane strukture. Zahvaljujući vrlo ekonomičnim postupcima različitih brzina ispredanja koji se međusobno razlikuju i u brojnim procesnim parametrima, danas se proizvode poliesterska vlakna raznovrsnih svojstava za brojna područja primjene. Uz standardne tipove vlasastih i filamentnih vlakana, proizvodi se i teksturirana pređa te brojne varijante vlakana 3. generacije, npr.: vlakna slična pamuku, svili i vuni, mikrovlakna, vlakna smanjene sklonosti pilingu, vlakna smanjene sklonosti nabijanju statičkim električitetom, teško goriva vlakna, vrlo kovrčava vlakna, vlakna posebnih estetskih karakteristika, sjajna do zagasita vlakna, vlakna velike čvrstoće za izradu tehničkog tekstila i dr. [1, 4].

Unatoč njihovoj raznolikosti, treba istaknuti zajednička svojstva primjerice finoća, duljina, sjaj, mehanička svojstva, gustoća, sposobnost upijanja vlage i vode, kemijska otpornost, otpornost na toplinu, UV zračenje i mikroorganizme te električna vodljivost. PES vlakna proizvode se kao mono- i multi- filamentna vlakna neograničene dužine. Za primjenu kao vlasasta vlakna u zamjenu za prirodna ili za mješavinu s prirodnim vlaknima, njihova se duljina, čvrstoća i finoća prilagođavaju duljini i finoći prirodnih vlakana. Klasificiraju se kao čvrsta vlakna, a njihova čvrstoća se gotovo ne smanjuje ni u mokrom stanju. Karakteristika poliesterskih vlakana je relativno velik stupanj kristalnosti čija osnovna kristalna rešetka pripada triklinskom sustavu. Radi toga slabo upijaju vodu i vlagu iz zraka te njihova repara iznosi samo 0,4 %. Veliku otpornost imaju prema razrijeđenim kiselinama, a na sobnoj temperaturi i prema koncentriranim kiselinama. Smanjenu otpornost imaju na alkalije, osobito koncentriranim pri povišenoj temperaturi. Sklona su nabijanju statičkim električnom radi velikog električnog otpora od oko 1014 Ω koji se ne smanjuje ni pri višim relativnim vlagama zraka zbog male sposobnosti upijanja vlage. Imaju vrlo dobru termičku otpornost radi visoke temperature mekšanja iznad 230°C, a tale se između 250 i 260 °C. Relativno su otporna na UV zračenje te djelovanje mikroorganizama. Što se tiče morfoloških karakteristika, standardni tipovi poliesterskih vlakana imaju glatku površinu i kružan poprečni presjek. Ovisno o zahtjevima za sjaj vlakna, ona mogu biti veoma sjajna, zagasito sjajna i bez sjaja. U posljednje vrijeme do izražaja je došla i proizvodnja profiliranih i bikomponentnih vlakana različitih oblika poprečnog presjeka. Poprečni presjek može biti različitih oblika: kružni (standardni tip vlakna), triobalni (vlakna smanjene sklonosti pilingu), cvjetasto izbrazdani (vlakna povećane apsorptivnosti), kružno-konjugirani (bikomponentna vlakna), zvjezdasto-konjugirani (mikrovlakna), kružni s uzdužnom šupljinom (šuplja vlakna) i dr. [1].

Poli(etilen-tereftalat) je najvažniji tip poliesterskog vlakna. Obzirom na odličnu vlačnu i udarnu čvrstoću, kemijsku otpornost, obradivost i umjerenu toplinsku stabilnost PET ima široku primjenu. Upotrebljava se kao sintetsko vlakno, za izradu folija i filmova, u elektrotehnici i elektronici kao konstrukcijski materijal, za ambalažu (boce za pića, vrećice), kao rasvjeta, automobilske proizvodi, sportska oprema i dr. [1, 5].

1.1.1. Hidroliza poli(etilen-tereftalat)a (PET)

PET vlakna izgrađena su od linearnih makromolekula u kojima se pravilno izmjenjuju dijelovi tereftalne kiseline i etilen-glikola (sl.1). Tereftalna kiselina odgovorna je za krutost polimera, dok etilen-glikol donekle osigurava savitljivost. Dijelovi tereftalne kiseline i etilen-glikola međusobno su povezani esterskim ($-\text{CO}-\text{O}-$) vezama. Prosječni stupanj polimerizacije (DP) ovih vlakana iznosi 75 – 100, a relativna molekularna masa 20 000 – 30 000.

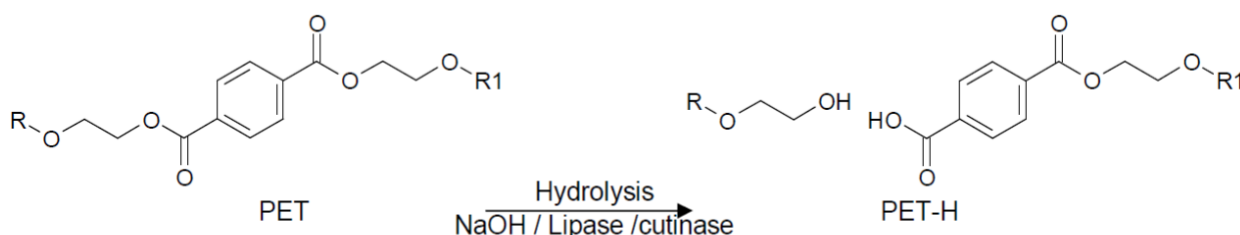


Slika 1. Ponavljajuća konstitucijska jedinica poli(etilen-tereftalata)

Makromolekule se orijentiraju prema osi vlakna kako bi došlo do poprečnog povezivanja susjednih lanaca vodikovim vezama koje nastaju između karbonilnih skupina i vodika u metilenskim skupinama, te van der Waals-ovim vezama. Kada se postigne dobra orijentacija strukture, ova vlakna odlikuju se velikim udjelom kristalnih područja koja dosežu od 65 do 85%. Gustoća se razlikuje ovisno o amorfnim i kristalnim područjima strukture PET vlakna. Slaba hidrofilnost ovih vlakana posljedica je velikog udjela kristalnosti te kemijske građe vlakna koja ne sadrži slobodne aktivne skupine (npr. hidroksilne) na koje bi mogla vezati molekule vode. Iz istog se razloga ova vlakna teško boje, pa su kao rješenje problema razvijeni specijalni postupci uz primjenu nosača ili termosoliranja. Pretežito se upotrebljavaju disperzna bojila, no ugradnjom spojeva s prikladnim aktivnim skupinama omogućava se afinitet i za druge vrste bojila. Zbog male reprize mehanička svojstva vlakana se gotovo ne mijenjaju u mokrom stanju, a imaju i dobru dimenzijsku stabilnost pri pranju. S jedne strane, ovakve karakteristike vlakna smatraju se nedostatkom za termofiziološku udobnost pri nošenju odjeće, dok je s druge strane prednost jer se prilikom održavanja odjeća lako pere i suši [1].

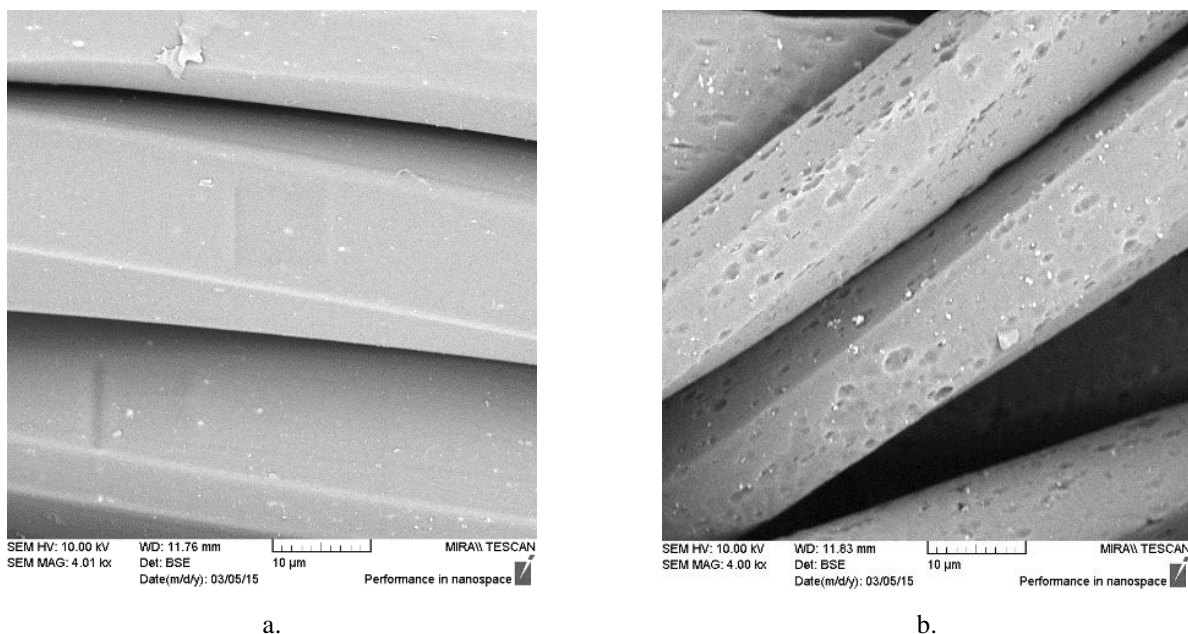
Budući da radi velikog udjela kristalnih područja postoji mali broj slobodnih aktivnih skupina, tkanine izrađene od PET-a imaju malu sorpciju bojila i tekstilnih pomoćnih sredstava te je neophodno provesti modifikaciju površine [1, 5, 6].

Kako bi se uklonili ovi nedostaci sve češće se primjenjuje hidrolitička modifikacija površine poliesterskih materijala u svrhu bolje adsorptivnosti a time i udobnosti, smanjenja nabijanja statičkim elektricitetom, te postizanja opipa i izgleda nalik svili. Mehanizam hidrolize prikazan je na sl.2.



Slika 2. Hidroliza poli(etilen-tereftalata) [6]

Tradicionalno se hidroliza provodi u lužini što nije ekološki prihvatljivo te se posljednjih godina istražuju ekološki prihvatljiviji procesi hidrolize, primjerice enzimi. Alkalna hidroliza se provodi s natrijevom (NaOH) ili kalijevom (KOH) lužinom koncentracije 4-20% pri temperaturi od 100°C u vremenu 60 min ili uz dodatak određenih kationskih spojeva koji služe kao akceleratori oko 15 min. Rezultat je izbrazdana površina vlakna pa postupak stoga nosi ime ljuštenje poliestera (sl.3b). Obradom se postiže veća hidrofilnost, bolja apsorpcijska i bojadisarska svojstva te se smanjuje nabijanje statičkim elektricitetom i stvaranje pilinga. Tkanina ima bolji estetski izgled i pad, ugodan opip, udobna je, te ju je vrlo teško razlikovati od prirodne svile. Sredinom prošlog stoljeća postupkom je gubitak mase iznosio od 2 do 5%. Danas se, novim postupcima, taj gubitak povećao te iznosi između 20 i 30%. Vidljivi rezultati vezani uz opip i pad materijala primjećuju se već pri gubitku mase između 5 i 10%. Oštrijim uvjetima obrade dolazi do pukotina, a često i rupica što znači da je lužina na tim mjestima reagirala s vlaknom u poprečnom smjeru. Zbog ireverzibilnosti reakcije, potrebno ju je kontrolirano voditi na strojevima koji omogućavaju dobru reproducibilnost obrade [6-10].



Slika 3. SEM slike pri povećanju od 4000x: a. neobrađene i b. alkalno hidrolizirane PET tkanine [11]

1.1.2. Enzimatska hidroliza PET-a

Prvi enzimi u tekstilstvu pojavili su se sredinom XX. stoljeća u sastavu deterdženata, prvenstveno amilaze za razgradnju škroba, a kasnije lipaze za razgradnju lipida i masti, celulaze za uklanjanje pilina celuloznih materijala, i drugo. Enzimi djeluju na specifičnu vezu nekog supstrata te ne dolazi do njegova oštećenja, djeluju u umjerenim uvjetima te su biorazgradivi. Najviše se koriste enzimi koji pripadaju skupini hidrolaza. Budući da enzimi u procesima tekstilne industrije mogu zamijeniti štetne kemikalije i ubrzati reakciju, krajem XX. stoljeća započela je primjena amilaza u procesu škrobljenja, pektinaza u maceraciji i iskuhavanju, celulaza u doradi. Enzimi kao glukooksidaze, katalaze, lakaze i dr. su u fazi istraživanja za primjenu u tekstilnoj industriji.

Posljednjih godina započeto je istraživanje enzima za primjenu i na sintetskim materijalima. Za površinsku modifikaciju PET materijala, može se koristiti više vrsta enzima poput: hidrolaza, esteraza, hidrolaza karboksilnih estera, triacilglicerol lipaza, kutinaza, PETaza (PET hidrolaze), MHETaze (mono(etilen-tereftalat) hidrolaze). Za enzimatsku hidrolizu PET-a koriste se enzimi iz skupine hidrolaza (tab.1) [9, 11-14].

Tablica 1. Enzimatske modifikacije poli(etilen-tereftalata) [14]

Enzim	Organizmi	Metoda analize
Kutinaze	<i>Thermobifida fusca</i>	Otpuštanje tereftalne kiseline, hidrofilnost
	<i>Penicillium citrinum</i>	Otpuštanje oligomera, hidrofilnost
	<i>Fusarium oxysporum</i>	Otpuštanje tereftalne kiseline, hidrofilnost
	<i>Fusarium solani</i>	XPS, otpuštanje oligomera
Lipaze	<i>Candida antarctica</i>	Test pilinga, otpuštanje produkata hidrolize, hidrofilnost
	<i>Humicola sp., Candida sp., Pseudomonas sp.</i>	Test pilinga, otpuštanje produkata hidrolize, hidrofilnost
	<i>Thermomyces lanuginosus</i>	Otpuštanje oligomera, hidrofilnost
Serin esteraze	<i>Pseudomonas spp.</i>	Otpuštanje tereftalne kiseline, test vezivanja bojila, hidrofilnost, test pilinga
Nitro-benzil-esteraze	<i>Bacillus sp</i>	Hidroliza bis-(p-metilbenzojeve kiseline)-etilenglikol ester, dimiltereftalat i dietiltereftalat, uklanjanje pilinga

Hidrolaze su skupina enzima (hidrolitički enzimi) koji kataliziraju hidrolizu kemijskih veza C–O, C–N, C–C i nekih drugih. Iz te skupine posebice se koriste esteraze, kutinaze i lipaze.

Esteraze su enzimi koji kataliziraju hidrolizu esterske veze, npr. lipida (lipaze, fosfolipaze), nukleinskih kiselina (nukleaze) i drugih međuprodukata metabolizma. Wu i sur. proveli su modifikaciju površine poliesterske tkanine esterazom i utvrdili kako to može biti ekološki prihvatljiv i učinkovit način modifikacije poliestera [15].

Kutinaze su hidrolitički enzimi koji razgrađuju kutin – poliesterski polimer izgrađen od hidroksi i epoksi masnih kiselina; prevladavaju esterske veze, iako su prisutni i peroksidni mostovi i eterske veze. Kutinaze se koriste za modifikaciju površine poliesterskih vlakana pri čemu nastaje povećan broj karboksilnih i hidroksilnih skupina zbog hidrolize esterskih veza. Obrada kutinazama rezultira hidrofilnijim poliesterskim tkaninama s poboljšanom udobnošću, uklanjanjem mrlja i boljim mehaničkim svojstvima, ali bez značajnih oštećenja tkanina [11, 16-18].

Posljednjih desetak godina intenzivno se provode istraživanja lipaza za biorazgradnju, odnosno hidrolizu poliestera. Lipaze su skupina enzima koji kataliziraju hidrolizu lipida. Dokazano je da obrada poliesterske tkanine lipazama dovodi do poboljšanja sorpcijskih i bojadisarskih svojstava, a moguće je bojadisanje reaktivnim i baznim bojilima. [16,19-21]. Amanolipaze su vrsta

lipaza dobivenih iz različitih bakterija i gljivica. Amanolipaza dobivena iz gljivice *Aspergillus niger* nosi trgovački naziv *Lipase A Amano 6*. Osim iz gljivica, amanolipaze se mogu dobiti i iz bakterija. Primjer je amanolipaza dobivena iz bakterije *Pseudomonas fluorescens*, trgovačkog naziva *Lipase AK Amano* [22].

Zbog karakteristične veličine enzima hidroliza je ograničena samo na površinu poliesterskog vlakna. Time se povećava broj hidroksilnih i karboksilnih skupina dok glavne karakteristike vlakna ostaju nepromijenjene. Prilikom ispredanja vlakana struktura je kompaktnija, odnosno veće uređenosti čime je enzimu teže prodrijeti u unutrašnjost vlakna. Smanjenjem promjera vlakna dolazi do povećanja specifične površine, a time i povećanog gubitka na masi tijekom hidrolize. Čvrstoća vlakna se smanjuje između 3,5 i 10 %, a prekidno istezanje između 7 i 25 %, dok se adsorptivnost vlage hidrolizom povećava [9].

Zanimljiva je činjenica da unutar jednog razreda enzima (npr. kutinaze) svaki od predstavnika pokazuje značajno drugačije aktivnosti na PET vlaknu. Primjerice, komercijalno dostupni enzimi Evo Hydrolase (Evocatal GmbH) i NS 29061 (Novozymes) daju bolje rezultate hidrofilnosti PET vlakna nego što to daju enzimi TfCut2 (*Thermobifida fusca* kutinaza) i Texazym PES (Inotex). Posljednja dva navedena enzima daju rezultate hidrofilnosti slične konvencionalnoj metodi obrade s NaOH. Kao što je već navedeno, obrada s NaOH vrlo je agresivna, stoga se koriste enzimi kojima se dobivena hidrofilnost može postići u znatno blažim uvjetima i kraćem vremenu bez potrebe korištenja kemikalija. Iako sva četiri enzima pripadaju skupini hidrolaza, njihov izvor, način djelovanja i reaktivnost supstrata se razlikuju [9].

2. HIPOTEZE ili SPECIFIČNI CILJEVI

Nedostaci alkalne hidrolize su upotreba jakih lužina koje mogu uzrokovati nepovratna oštećenja na materijalu te visoke temperature za vrijeme postupka što zajedno čini visok stupanj opterećenja za okoliš. Uz navedeno, gubitak čvrstoće PET vlakna dodatan je razlog zbog kojeg sve više dolazi do primjene enzima u modifikaciji površine. Pregledom literature vezane uz enzimatsku hidrolizu tekstilija iz poli(etilen-tereftalat)a (PET) pronađen je relativno mali broj radova (većina se odnosi na filnove i folije, a ne na tekstil). Navedeni radovi odnose se na enzim kutinazu, laboratorijski pripravke lipaza, a za amanolipaze na tekstilu postoji samo jedan rad u kojem se spominje. Postoji i veći broj radova koji se odnose na enzimatsko iskuhavanje/odmašćivanje vune. Primjena enzima za ovu namjenu još nije u potpunosti istražena, niti su razvijeni postupci kojima bi se moglo zamijeniti lužinu enzimima u industrijskoj proizvodnji.

Iz tog razloga postavljaju se specifični ciljevi ovog istraživanja:

1. Istražiti može li se hidroliza poli(etilen-tereftalnog) vlakna u tkanini provesti ekološki povoljnim sredstvom (enzimima amanolipazama) umjesto lužinom;
2. Istražiti može li se hidroliza PET tkanine provesti pri sniženoj temperaturi, odnosno na energetski povoljniji način;
3. Istražiti može li se hidroliza PET tkanine provesti primjenom niže koncentracije enzima, odnosno na ekonomski povoljniji način te
4. Na osnovu istraženog predložiti uvjete procesa hidrolize PET tkanine amanolipazom kako bi proces bio održiv.

Postavljaju se dvije hipoteze:

H1: *Hidroliza poli(etilen-tereftalnog) vlakna u tkanini može se provesti na ekološki prihvatljiv način – amanolipazama.*

H2: *Proces hidrolize PET tkanine amanolipazom je održiv – ekonomski i energetski učinkovitiji proces.*

3. EKSPERIMENTALNI DIO

3.1. Zadatak

Zadatak ovog rada je istražiti učinkovitost dva enzima – amanolipaze različita podrijetla za hidrolizu vlakana iz poli(etilen-tereftalata) – PET vlakana s ciljem postizanja održivog procesa - ekološkog, ekonomskog i energetski prihvatljivog.

U skladu s postavljenim specifičnim ciljevima istraživanja – hidroliza ekološki povoljnim sredstvom (enzimima amanolipazama) pri sniženoj temperaturi i u nižoj koncentraciji, istražena je učinkovitost oba enzima u kiselom i lužnatom mediju u vremenu od 60 i 120 min.

Plan rada:

- Obrada PET tkanine amanolipazama koncentracija 0,1 i 0,2 g/l pri pH 3,5 i 9, temperaturi 60 i 100°C u vremenu od 60 i 120 min.
- Na temelju odvaga uzoraka prije i nakon obrade izračunati gubitak površinske mase.
- Ispitati čvrstoću i prekidno istezanje uzoraka prije i nakon obrade te izračunati pad čvrstoće.
- Uzorke obraditi optičkim bjelilom pri temperaturi od 120°C u vremenu od 60 min kako bi se indirektno utvrdila adsorptivnost.
- Na odabranim uzorcima pomoću SEM mikroskopije pretražiti površinu vlakana u tkanini.
- Za potvrdu utjecaja koncentracije enzima na učinke obrade, odabrane uzorke obraditi i s koncentracijom od 0,5 g/l amanolipaza.
- Na osnovu rezultata istraživanja predložiti uvjete održivog procesa hidrolize PET tkanine amanolipazom.

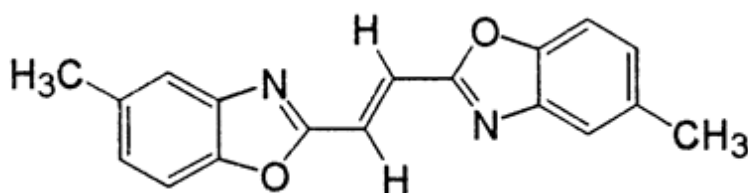
3.2. Materijal

Tkanina.

Komercijalna poliesterska tkanina tvrtke Belira, Banja Luka, BiH. Tkanina je proizvedena od 100% poli(etilen-tereftalnog) vlakna (PET), površinske mase 60 g/m² stabilizirana vrućim zrakom. Izrađena je od multifilamentne pređe i u osnovi i u potki. Finoća pređe iznosi Tt = 50 dtex, a broj vlakana u pređi je 16f.

Kemikalije.

- Enzimi:
 - Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA), SIGMA-ALDRICH Co.
 - Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK), SIGMA-ALDRICH Co.
- NaOH za postizanje lužnatog medija i KCl za postizanje kiselog medija, SIGMA-ALDRICH
- Optičko bjelilo: Uvitex ERN-P, Ciba (sl. 4).



Slika 4. Strukturna formula Uvitex ERN-P (Ciba)

C.I.Fluorescent Brightener 135, C.I.45152, derivat benzoksazola [23]

3.3. Postupci obrade

Enzimatska hidroliza PET-a

- PET tkanina, $m = 2,000$ g
- Koncentracija enzima: 0,1 i 0,2 g/l
- 0,1 mol/L NaOH za postizanje lužnatog medija (pH 9)
- 0,1 mol/L KCl za postizanje kiselog medija (pH 3,5)
- Omjer kupelji, OK 1:50
- Temperatura, $T = 60$ i 100°C
- Vrijeme obrade, $t = 60$ i 120 min
- Ispiranje u vrućoj, mlakoj i hladnoj destiliranoj vodi
- Sušenje u sušioniku i eksikatoru do apsolutno suhog

Enzimatska hidroliza PET-a provedena je obradom u kupelji u aparatu za obradu Linitest (Original Hanau) (sl. 5). U svaku kivetu stavljen je uzorak mase 2 g i 100 ml kupelji te se obrada provodila pri zadanim temperaturama i u zadanom vremenu.



Slika 5. Linitest, Original Hanau

Optičko bijeljenje

PET tkanine su optički bijeljene s ciljem utvrđivanja sorpcijskih svojstava prije i nakon obrade amanolipazama. Optičko bijeljenje je provedeno postupkom iscrpljenja na aparatu Linitest, Original Hanau pri sljedećim uvjetima:

- Koncentracija optičkog bjelila: 1,2% na masu materijala
- Omjer kupelji, OK 1:50
- Temperatura, T = 120°C
- Vrijeme obrade, t = 60 min

Nakon obrade slijedi zračno sušenje uzoraka.

3.4. Mjerne metode

3.4.1. Određivanje gubitka površinske mase

Gubitak površinske mase (m) [g/m^2] uzoraka određen je vaganjem na digitalnoj vagi KERN, model ALJ 220-5DNM s točnošću mjerenja 0,0001 g prema HRN ISO 3801:2003 *Tekstil - Tkanine - Određivanje mase po jedinici duljine i mase po jedinici površine* te je izračunat gubitak mase (Δm) prema formuli:

$$\Delta m = \frac{m_{\text{prije}} - m_{\text{poslije}}}{m_{\text{prije}}} \cdot 100 [\%] \quad (1)$$

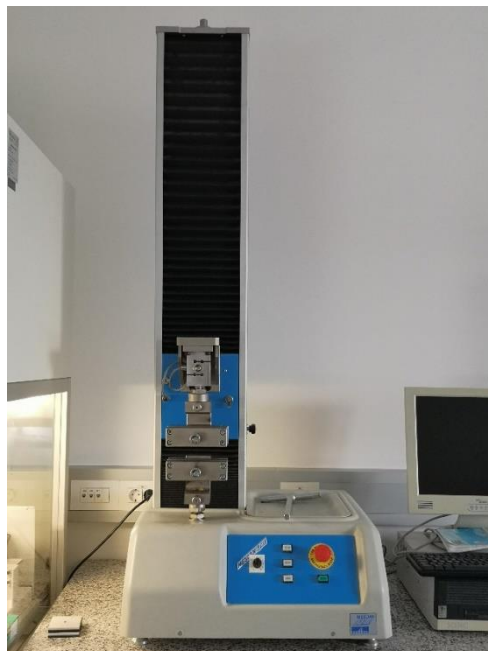
gdje je:

m_{prije} - površinska masa uzorka prije obrade [g],

m_{poslije} - površinska masa poslije obrade [g].

3.4.2. Određivanje mehaničkih karakteristika

Prekidna sila (F) i prekidno istezanje (ϵ) izmjereni su prema HRN EN ISO 13934-1:2008 *Tekstilije – Vlačna svojstva plošnih tekstilija - 1. dio: Određivanje maksimalne sile i istezanja pri maksimalnoj sili metodom trake* na dinamometru Tensolab, MESDAN-LAB (sl.6). Mjerenje je provedeno po osnovi, razmak među klemama 100 mm. Rezultati su prikazani kao srednja vrijednost dva mjerenja.



Slika 6. Dinamometar Tensolab, MESDAN-LAB

Iz vrijednosti prekidne sile izračunat je pad prekidne sile (ΔF) koji ukazuje na smanjenje čvrstoće prema formuli:

$$\Delta F = \frac{F_{prije} - F_{poslije}}{F_{prije}} \cdot 100 [\%] \quad (2)$$

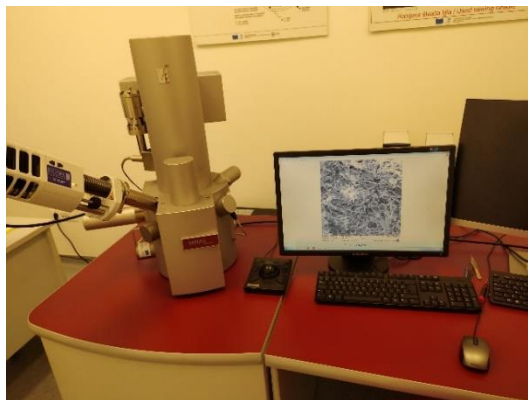
gdje je:

F_{prije} – prekidna sila prije obrade [N],

$F_{poslije}$ – prekidna sila poslije obrade [N].

3.4.3. Pretražna elektronska mikroskopija (SEM)

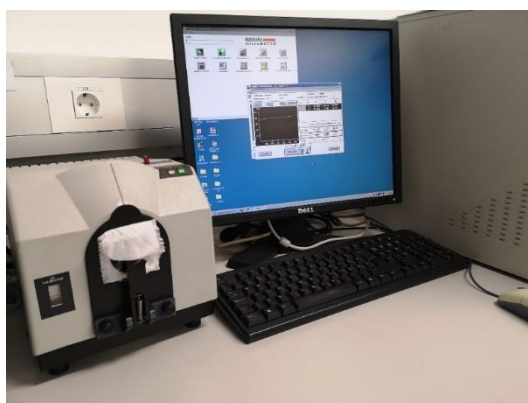
Osnove rada pretražnog elektronskog mikroskopa sastoje se od pretraživanja površine ispitivanog uzorka vrlo precizno fokusiranim snopom elektrona koji pobuđuje elektrone u sastavu atoma uzorka i stvara sliku. Odabrani uzorci PET tkanina su naslojeni tankim slojem kroma u trajanju od 120 sekundi. Slike su snimljene pri povećanju od 1000x na elektronskom mikroskopu FE-SEM, Mira II, LMU, Tescan (sl.7).



Slika 7. Elektronski mikroskop FE-SEM, Mira II, LMU, Tescan

3.4.4. Određivanje spektralne remisije i stupnja bjeline

Spektralna remisija poliesterske tkanine nakon obrada i optičkog bijeljenja izmjerena je na remisijskom spektrofotometru Spectraflash SF 300 tvrtke Datacolor (sl.8).



Slika 8. Remisijski spektrofotometar Spectraflash SF 300 PLUS-CT

Stupanj bjeline, W (eng. Whiteness), je automatski izračunat prema formuli izračunavanja indeksa bjeline po CIE:

$$W = Y + 800 (x_n - x) - 1700 (y_n - y) \quad (3)$$

gdje x , y i Y predstavljaju koordinate boje za izvor svjetla D65 standardnog promatrača, a x_n i y_n predstavljaju koordinate kromatičnosti za izvor svjetla, u skladu s HRN EN ISO 105-J02:2003 *Tekstil – Ispitivanje postojanosti obojenja – Dio J02: Instrumentalno određivanje relativne bjeline*.

Odstupanje tona boje (TD), automatski je dobiven prilikom mjerenja, te su koloristička značenja svakog prikazana u tab. 2.

Tablica 2. Međuovisnost između broja odstupanja tona boje, odstupanje tona boje i kolorističkog značenja [23]

Broj odstupanja tona boje FAZ	Odstupanje tona boje FA	Kolorističko značenje	
<-5,5	RR	Obojeno u smjeru crveno-ljubičasto	
-5,5 do -4,51	R5	vrlo jako	
-4,5 do -3,51	R4	Jako	crveno-ljubičasti
-3,5 do -2,51	R3	Jasno	slojevi kao bijeli
-2,5 do -1,51	R2	Jako	Standard
-1,5 do -0,51	R1	Tragovima	
0,5 do -0,49	N	Nikakav znatna odstupanja tona boje od neutralno bijeke bijelog standarda	
0,5 do -1,49	G1	nešto u tragovima	
1,5 do -2,49	G2	tragovima	plavo-zelena slojni
2,5 do -3,49	G3	Jasno	Kao bijeli
3,5 do -4,49	G4	Jako	Standard
4,5 do -5,49	G5	vrlo jako	
>-5,5	GG	obojeno u smjeru plavo-zelene	

4. REZULTATI

U radu je provedena modifikacija površine PET tkanine enzimatskom hidrolizom, primjenom dviju amanolipaza: Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) i Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK). Prikazani su rezultati obrada amanolipazama u kiselom (pH 3,5) i lužnatom (pH 9) mediju primjenom 0,1 i 0,2 g/l enzima na 60 i 100°C u vremenu obrade od 60 i 120 min. PET tkanine su obrađene pri pH 9 s 0,5 g/l ALA te pri pH 3,5 s 0,5 g/l ALAK kako bi se dodatno istražio utjecaj koncentracije enzima na učinke obrade.

Rezultati gubitka mase izračunati su prema (1) i prikazani u tab. 3. i 4. Rezultati prekidne sile, produljenje te pad prekidne sile prema (2) prikazani su u tab. 5. i 6.

Kako bi se utvrdila promjena tona u enzimatskim obradama provedeno je mjerenje spektralne remisije i izračunat stupanj bjeline prema CIE. Rezultati su prikazani stupnjem bjeline i odstupanjem od idealno bijelog tona u tab. 7. i 8.

Kako bi se utvrdilo je li došlo do povećanja adsorptivnosti provedeno je optičko bijeljenje s 1,2 % na m.m. optičkog bjelila C.I. Fluorescent Brightener 135 (Uvitex ERN-P). Adsorptivnost je razmatrana kroz promjene bjeline i pomake spektra remisije. Rezultati su prikazani krivuljama remisije na sl. 9-16, te stupnjem bjeline i odstupanjem od idealno bijelog tona u tab. 9. i 10.

Na odabranim uzorcima pomoću SEM mikroskopije pretražena je površina vlakana u PET tkanini (sl. 17. i 18.), te su rezultati uspoređeni s početnom neobrađenom tkaninom uz osvrt na alkalno hidroliziranu (sl.3).

Tablica 3. Mase prije i nakon obrade s Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA), te gubitak mase u odnosu na neobrađeni uzorak

Oznaka obrade	m_{prije} [g]	$m_{poslije}$ [g]	Δm [%]
ALA-pH 3,5-0,1-60°C-60	2,0594	2,0314	1,360
ALA-pH 3,5-0,1-60°C-120	2,0737	2,0480	1,239
ALA-pH 3,5-0,2-60°C-60	2,0617	2,0345	1,321
ALA-pH 3,5-0,2-60°C-120	2,0464	2,0156	1,505
ALA-pH 3,5-0,1-100°C-60	2,0301	2,0056	1,207
ALA-pH 3,5-0,1-100°C-120	2,0153	1,9893	1,290
ALA-pH 3,5-0,2-100°C-60	2,0263	2,0016	1,219
ALA-pH 3,5-0,2-100°C-120	2,0387	2,0107	1,373
ALA-pH 9-0,1-60°C-60	2,0868	1,9914	4,572
ALA-pH 9-0,1-60°C-120	2,0708	2,0127	2,806
ALA-pH 9-0,2-60°C-60	2,0629	1,9967	3,209
ALA-pH 9-0,2-60°C-120	2,083	1,9987	4,047
ALA-pH 9-0,1-100°C-60	2,0684	1,9602	5,231
ALA-pH 9-0,1-100°C-120	2,0695	1,9553	5,518
ALA-pH 9-0,2-100°C-60	2,0554	1,9419	5,522
ALA-pH 9-0,2-100°C-120	2,0528	1,9365	5,665
ALA-pH 9-0,5-100°C-60	2,0121	1,9697	2,107
ALA-pH 9-0,5-100°C-120	2,0648	2,0286	1,753

Tablica 4. Masa prije i nakon obrade s Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK), te gubitak mase u odnosu na neobrađeni uzorak

Oznaka obrade	m_{prije} [g]	$m_{poslije}$ [g]	Δm [%]
ALAK-pH 3,5-0,1-60°C-60	2,0755	2,0435	1,543
ALAK-pH 3,5-0,1-60°C-120	2,0504	2,0173	1,614
ALAK-pH 3,5-0,2-60°C-60	2,0519	2,0251	1,310
ALAK-pH 3,5-0,2-60°C-120	2,0533	2,0125	1,987
ALAK-pH 3,5-0,1-100°C-60	2,0584	2,0204	1,846
ALAK-pH 3,5-0,1-100°C-120	2,0115	1,9791	1,609
ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-60	2,0781	2,0109	3,234
ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-120	2,0641	1,9940	3,399
ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-60	2,0299	1,9951	1,714
ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-120	2,1057	2,0157	4,274
ALAK-pH 9-0,1-60°C-60	2,0796	1,9973	3,957
ALAK-pH 9-0,1-60°C-120	2,0976	2,0003	4,639
ALAK-pH 9-0,2-60°C-60	2,0885	1,9928	4,582
ALAK-pH 9-0,2-60°C-120	2,1051	2,0037	4,817
ALAK-pH 9-0,1-100°C-60	2,0520	1,9632	4,327
ALAK-pH 9-0,1-100°C-120	2,0566	1,9572	4,833
ALAK-pH 9-0,2-100°C-60	2,0451	1,9548	4,415
ALAK-pH 9-0,2-100°C-120	2,0402	1,9424	4,794

Tablica 5. Prekidna sila i produljenje prije i nakon obrade s Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA), te pad prekidne sile

Oznaka obrade	F [N]	ΔF [%]	ϵ [%]
N	683,0	-	24,2
ALA-pH 3,5-0,1-60°C-60	652,5	4,466	30,0
ALA-pH 3,5-0,1-60°C-120	632,5	7,394	29,4
ALA-pH 3,5-0,2-60°C-60	635,5	6,955	30,9
ALA-pH 3,5-0,2-60°C-120	632,5	7,394	29,7
ALA-pH 3,5-0,1-100°C-60	661,5	3,148	40,6
ALA-pH 3,5-0,1-100°C-120	666,0	2,489	43,2
ALA-pH 3,5-0,2-100°C-60	664,0	2,782	42,4
ALA-pH 3,5-0,2-100°C-120	656,5	3,880	42,1
ALA-pH 9-0,1-60°C-60	649,0	4,978	47,2
ALA-pH 9-0,1-60°C-120	648,5	5,051	44,9
ALA-pH 9-0,2-60°C-60	641,5	6,076	45,1
ALA-pH 9-0,2-60°C-120	636,5	6,808	51,3
ALA-pH 9-0,1-100°C-60	657,0	3,807	47,2
ALA-pH 9-0,1-100°C-120	666,5	2,416	44,9
ALA-pH 9-0,2-100°C-60	664,0	2,782	45,1
ALA-pH 9-0,2-100°C-120	675,0	1,171	51,3
ALA-pH 9-0,5-100°C-60	678,5	0,659	43,3
ALA-pH 9-0,5-100°C-120	675,0	1,171	42,0

Tablica 6. Prekidna sila i produljenje prije i nakon obrade s Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK), te pad prekidne sile

Oznaka obrade	F [N]	ΔF [%]	ϵ [%]
N	683,0	-	24,2
ALAK-pH 3,5-0,1-60°C-60	623,0	8,785	30,1
ALAK-pH 3,5-0,1-60°C-120	649,0	4,978	31,9
ALAK-pH 3,5-0,2-60°C-60	643,5	5,783	31,9
ALAK-pH 3,5-0,2-60°C-120	646,0	5,417	31,2
ALAK-pH 3,5-0,1-100°C-60	652,5	4,466	41,4
ALAK-pH 3,5-0,1-100°C-120	679,0	0,586	45,4
ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-60	643,0	5,857	39,3
ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-120	691,5	-1,245	41,7
ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-60	675,0	1,171	44,6
ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-120	661,5	3,148	44,7
ALAK-pH 9-0,1-60°C-60	664,5	2,709	45,4
ALAK-pH 9-0,1-60°C-120	653,0	4,392	45,2
ALAK-pH 9-0,2-60°C-60	652,5	4,466	45,8
ALAK-pH 9-0,2-60°C-120	645,0	5,564	46,8
ALAK-pH 9-0,1-100°C-60	665,0	2,635	45,4
ALAK-pH 9-0,1-100°C-120	660,5	3,294	45,1
ALAK-pH 9-0,2-100°C-60	666,5	2,416	45,8
ALAK-pH 9-0,2-100°C-120	672,0	1,611	46,8

Tablica 7. Stupanj bjeline prema CIE te odstupanje tona od idealno bijele prije i nakon obrade s Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA)

Oznaka obrade	W _{CIE}	TD	Odstupanje tona - opis
N	70,4	/	/
ALA-pH 3,5-0,1-60°C-60	71,4	/	/
ALA-pH 3,5-0,1-60°C-120	71,7	/	/
ALA-pH 3,5-0,2-60°C-60	72,6	/	/
ALA-pH 3,5-0,2-60°C-120	71,3	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALA-pH 3,5-0,1-100°C-60	71,4	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALA-pH 3,5-0,1-100°C-120	72,8	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALA-pH 3,5-0,2-100°C-60	71,3	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALA-pH 3,5-0,2-100°C-120	71,6	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALA-pH 9-0,1-60°C-60	70,8	/	/
ALA-pH 9-0,1-60°C-120	70,2	/	/
ALA-pH 9-0,2-60°C-60	71,7	/	/
ALA-pH 9-0,2-60°C-120	68,5	/	/
ALA-pH 9-0,1-100°C-60	72,0	/	/
ALA-pH 9-0,1-100°C-120	70,2	/	/
ALA-pH 9-0,2-100°C-60	71,2	/	/
ALA-pH 9-0,2-100°C-120	71,5	/	/
ALA-pH 9-0,5-100°C-60	71,7	/	/
ALA-pH 9-0,5-100°C-120	72,6	/	/

Tablica 8. Stupanj bjeline prema CIE te odstupanje tona od idealno bijele prije i nakon obrade s Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK)

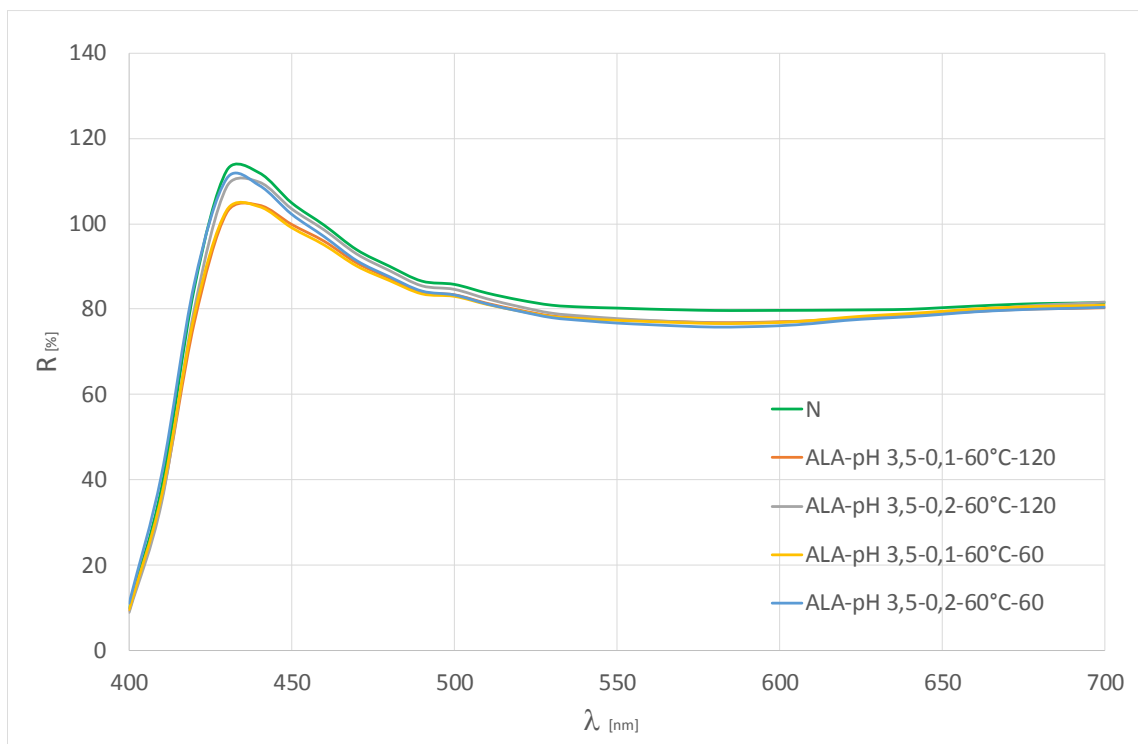
Oznaka obrade	W _{CIE}	TD	Odstupanje tona - opis
N	70,4	/	/
ALAK-pH 3,5-0,1-60°C-60	64,8	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,1-60°C-120	68,9	/	/
ALAK-pH 3,5-0,2-60°C-60	63,8	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,2-60°C-120	63,7	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,1-100°C-60	68,9	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,1-100°C-120	74,4	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-60	70,2	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-120	72,0	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-60	65,4	/	/
ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-120	64,6	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALAK-pH 9-0,1-60°C-60	70,0	/	/
ALAK-pH 9-0,1-60°C-120	67,8	/	/
ALAK-pH 9-0,2-60°C-60	67,7	/	/
ALAK-pH 9-0,2-60°C-120	67,3	/	/
ALAK-pH 9-0,1-100°C-60	69,4	/	/
ALAK-pH 9-0,1-100°C-120	72,7	/	/
ALAK-pH 9-0,2-100°C-60	69,1	/	/
ALAK-pH 9-0,2-100°C-120	68,3	/	/

Tablica 9. Stupanj bjeline prema CIE te odstupanje tona od idealno bijele prije i nakon obrade s Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P

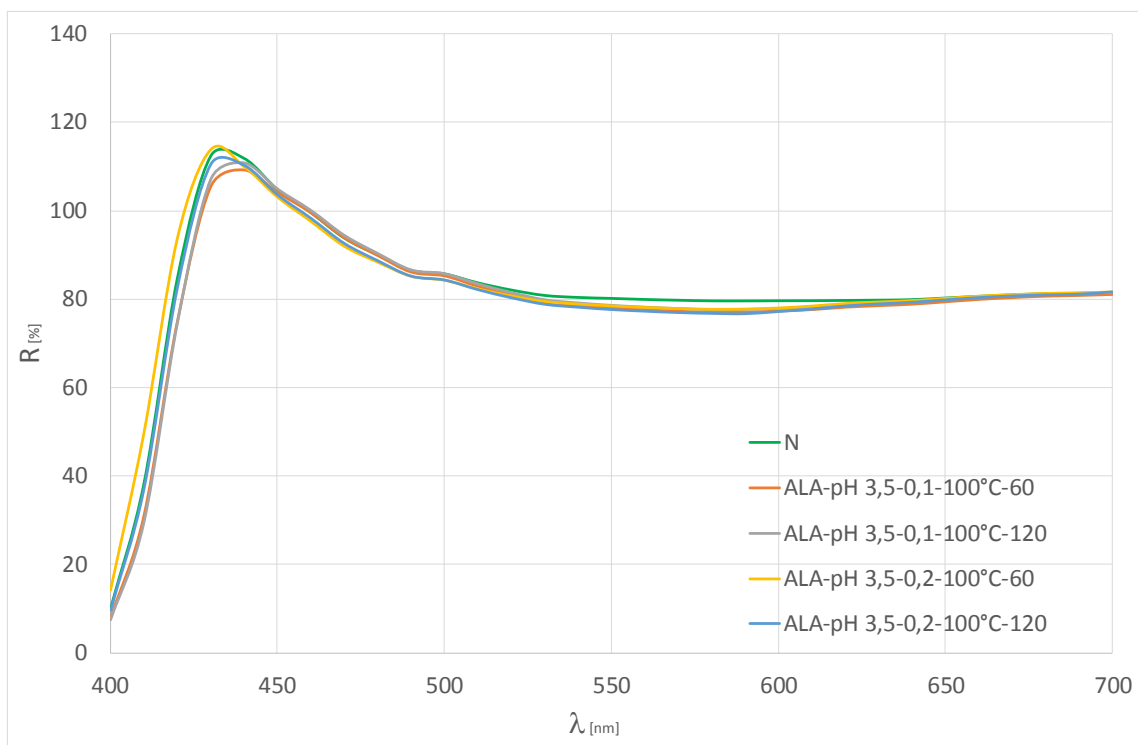
Oznaka obrade	W _{CIE}	TD	Odstupanje tona - opis
N-OB	135,0	/	/
ALA-pH 3,5-0,1-60°C-60	125,1	/	/
ALA-pH 3,5-0,1-60°C-120	125,5	/	/
ALA-pH 3,5-0,2-60°C-60	136,9	/	/
ALA-pH 3,5-0,2-60°C-120	134,8	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALA-pH 3,5-0,1-100°C-60	132,6	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALA-pH 3,5-0,1-100°C-	133,2	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALA-pH 3,5-0,2-100°C-60	138,1	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALA-pH 3,5-0,2-100°C-	136,0	/	/
ALA-pH 9-0,1-60°C-60	136,5	/	/
ALA-pH 9-0,1-60°C-120	135,7	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALA-pH 9-0,2-60°C-60	133,1	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALA-pH 9-0,2-60°C-120	133,6	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALA-pH 9-0,1-100°C-60	136,3	/	/
ALA-pH 9-0,1-100°C-120	137,8	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALA-pH 9-0,2-100°C-60	138,3	/	/
ALA-pH 9-0,2-100°C-120	136,1	/	/
ALA-pH 9-0,5-100°C-60	136,7	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALA-pH 9-0,5-100°C-120	126,0	/	/

Tablica 10. Stupanj bjeline prema CIE te odstupanje tona od idealno bijele prije i nakon obrade s Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P

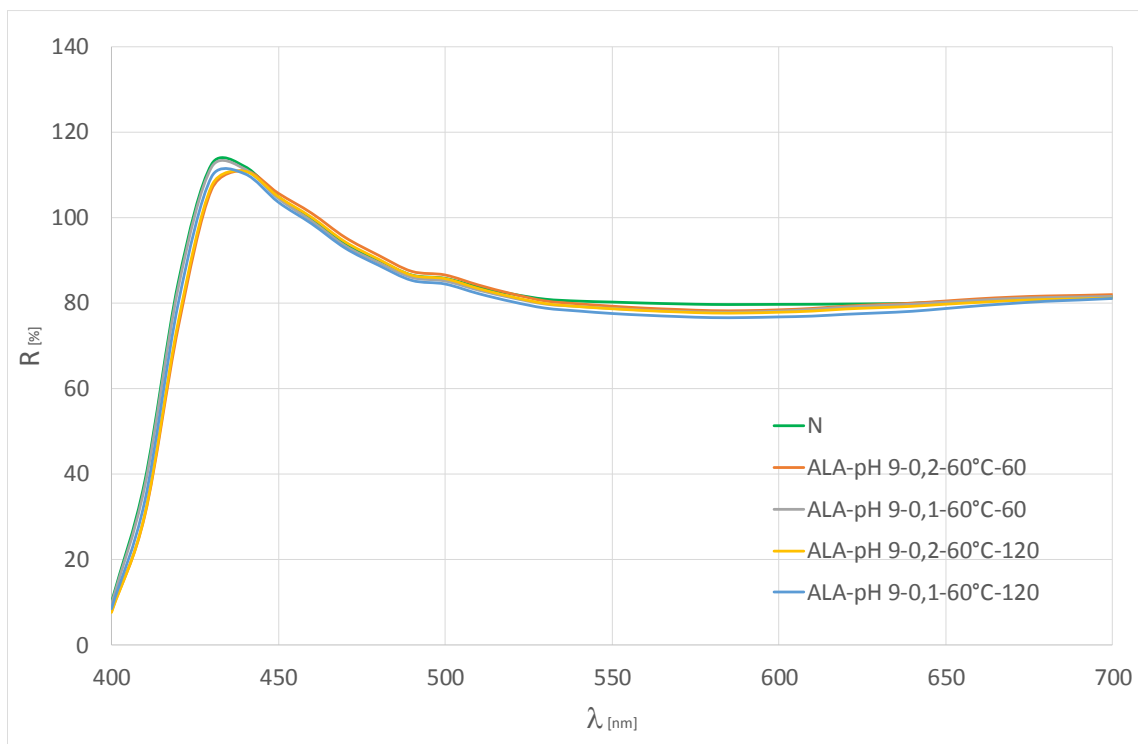
Oznaka obrade	W _{CIE}	TD	Odstupanje tona - opis
N-OB	135,0	/	/
ALAK-pH 3,5-0,1-60°C-60	130,4	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,1-60°C-120	130,1	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,2-60°C-60	134,3	/	/
ALAK-pH 3,5-0,2-60°C-120	131,2	R1	obojeno u smjeru crveno-ljubičasto - u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,1-100°C-60	135,9	/	/
ALAK-pH 3,5-0,1-100°C-120	135,3	/	/
ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-60	125,8	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - u tragovima
ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-120	120,9	/	/
ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-60	126,2	/	/
ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-120	129,5	/	/
ALAK-pH 9-0,1-60°C-60	135,7	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALAK-pH 9-0,1-60°C-120	135,6	/	/
ALAK-pH 9-0,2-60°C-60	133,5	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALAK-pH 9-0,2-60°C-120	134,5	G1	obojeno u smjeru plavo-zelene - nešto u tragovima
ALAK-pH 9-0,1-100°C-60	135,0	/	/
ALAK-pH 9-0,1-100°C-120	127,5	G2	obojeno u smjeru plavo-zelene - u tragovima
ALAK-pH 9-0,2-100°C-60	120,6	G2	obojeno u smjeru plavo-zelene - u tragovima
ALAK-pH 9-0,2-100°C-120	138,6	/	/



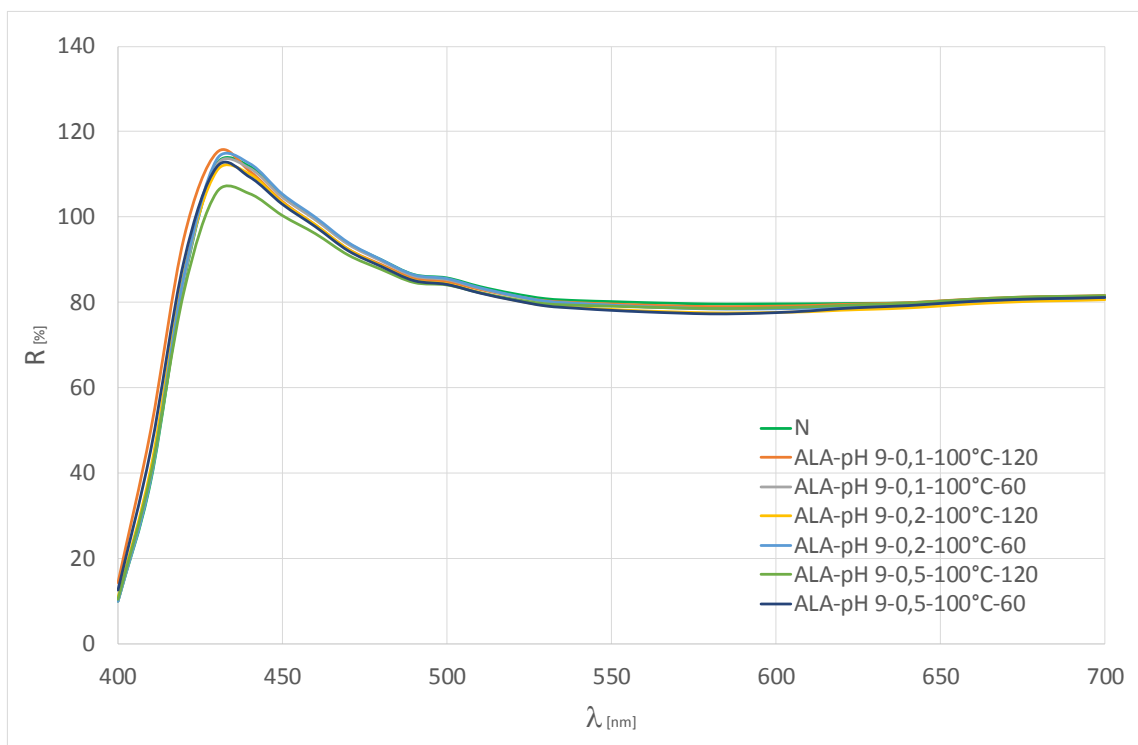
Slika 9. Remisijske krivulje PET tkanina prije i nakon obrade s Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) pri pH 3,5 na 60 °C te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P



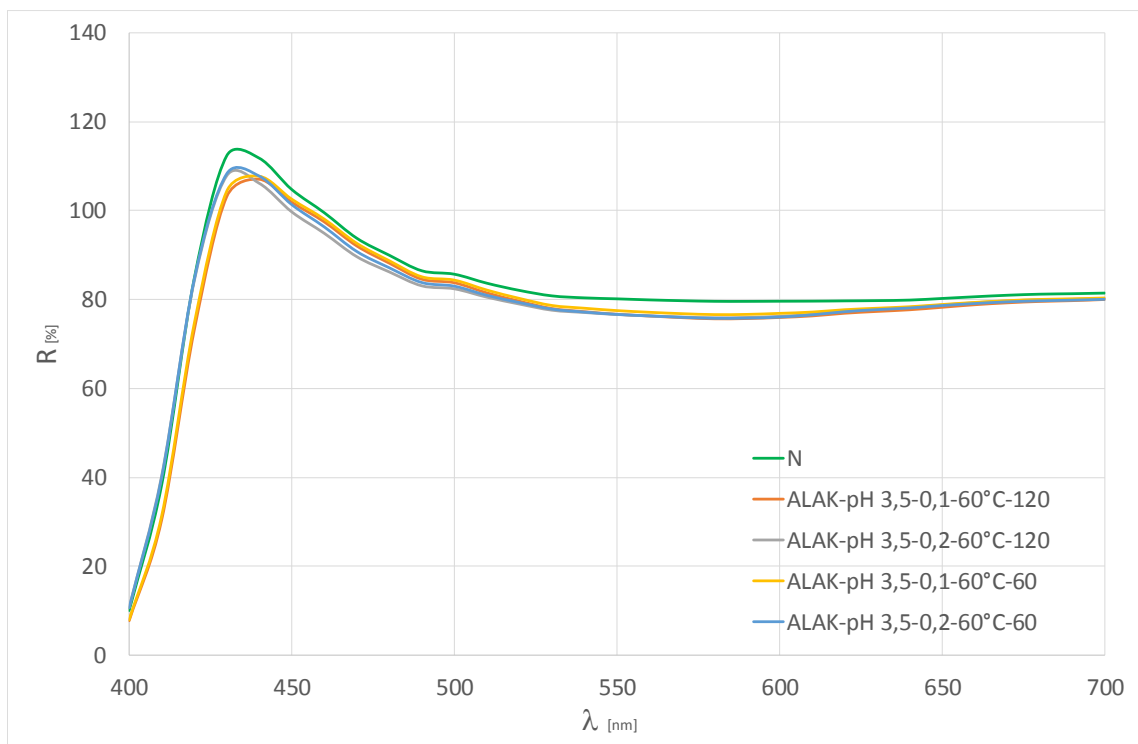
Slika 10. Remisijske krivulje PET tkanina prije i nakon obrade s Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) pri pH 3,5 na 100 °C te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P



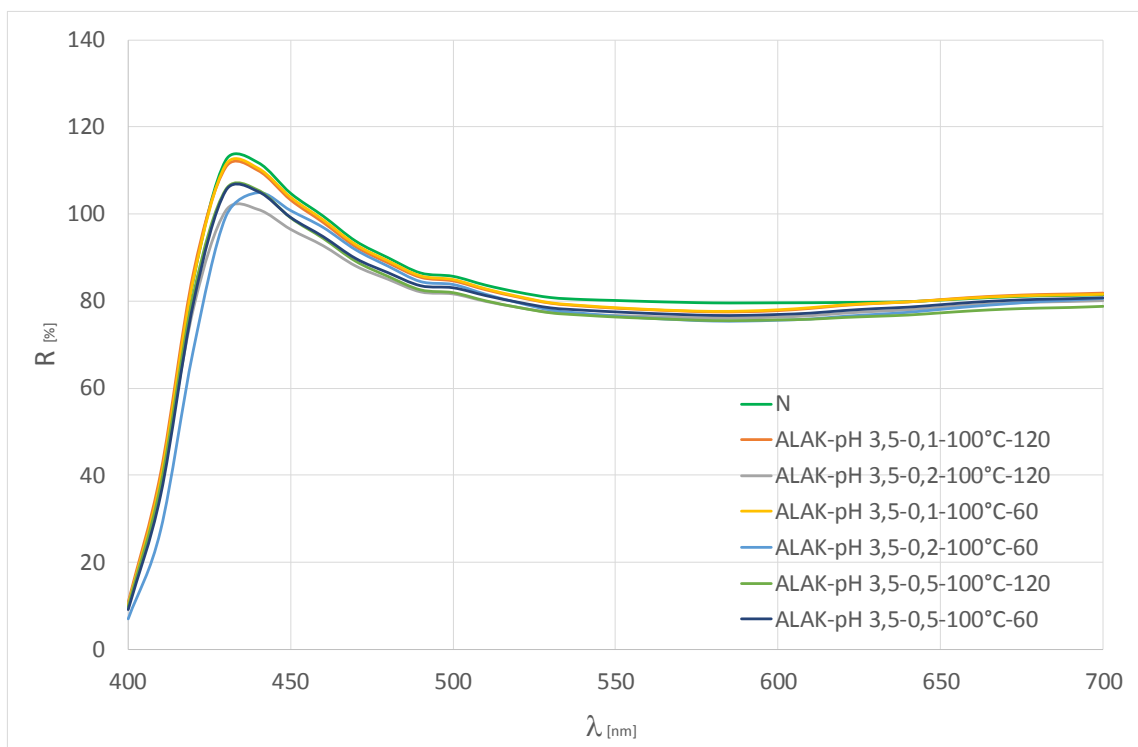
Slika 11. Remisijske krivulje PET tkanina prije i nakon obrade s Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) pri pH 9 na 60 °C te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P



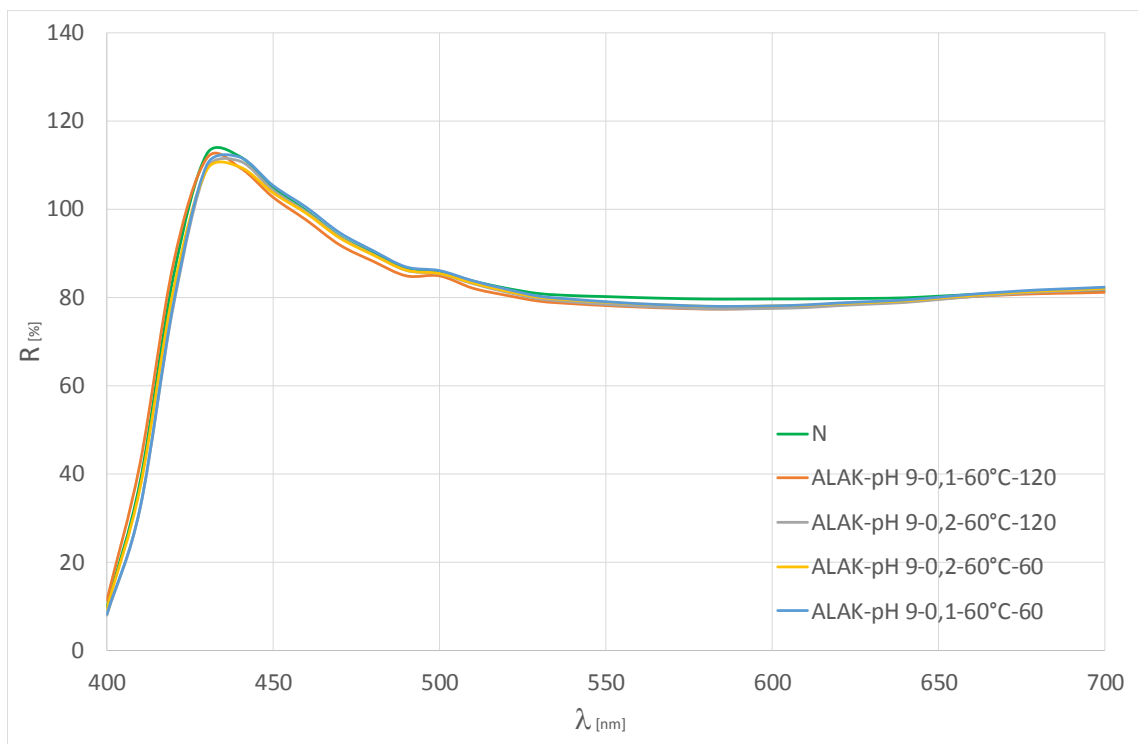
Slika 12. Remisijske krivulje PET tkanina prije i nakon obrade s Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) pri pH 9 na 100 °C te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P



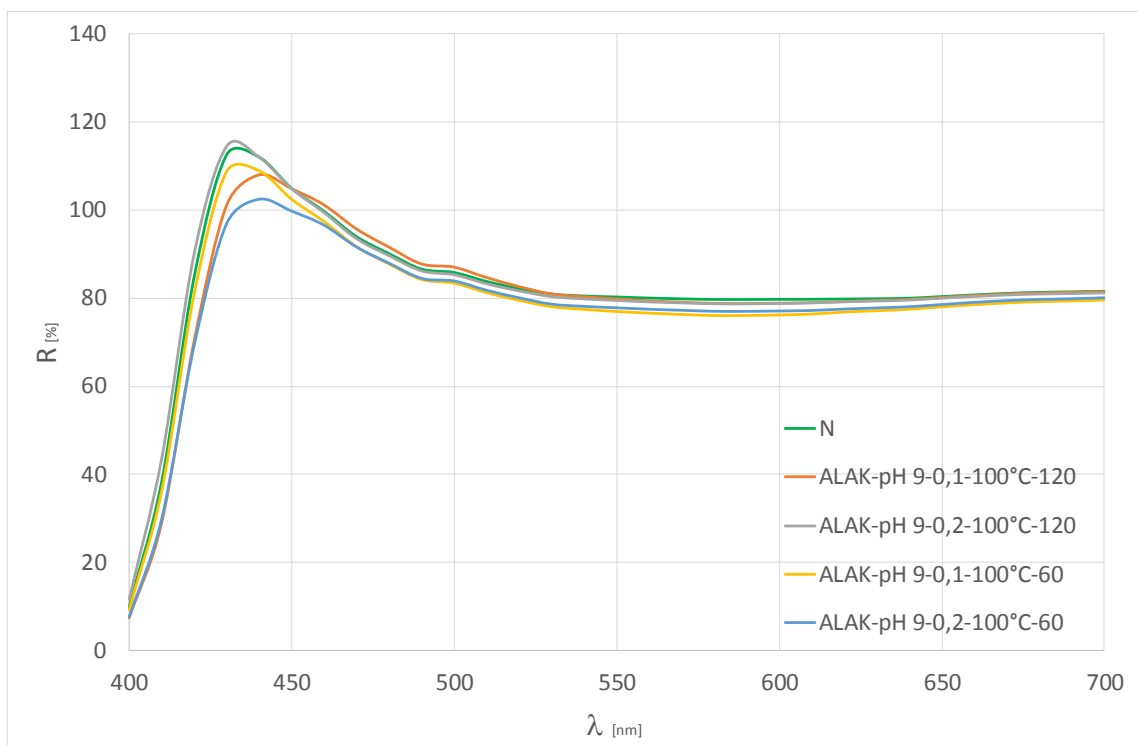
Slika 13. Remisijske krivulje PET tkanina prije i nakon obrade s Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) pri pH 3,5 na 60 °C te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P



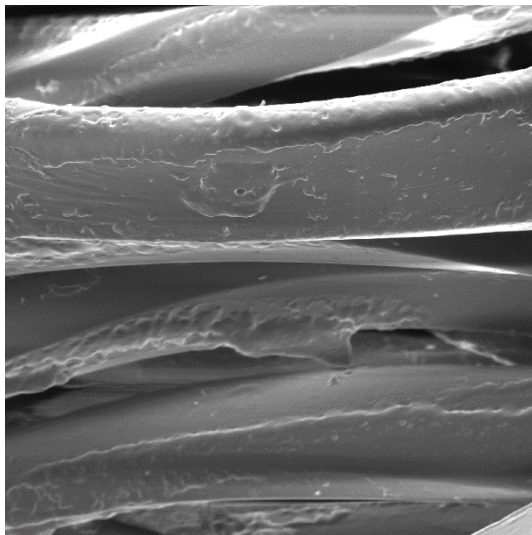
Slika 14. Remisijske krivulje PET tkanina prije i nakon obrade s Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) pri pH 3,5 na 100 °C te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P



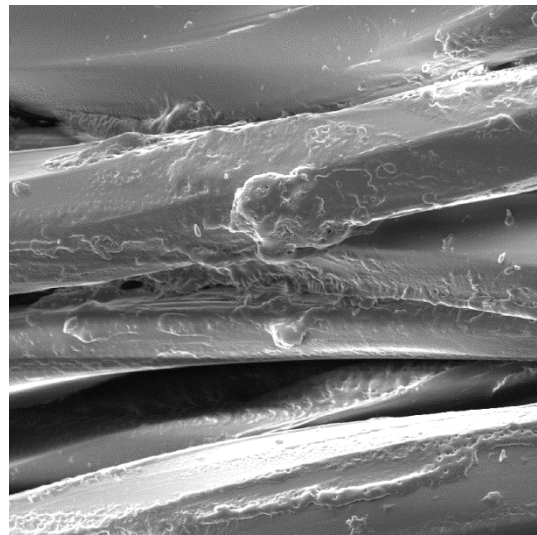
Slika 15. Remisijske krivulje PET tkanina prije i nakon obrade s Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) pri pH 9 na 60 °C te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P



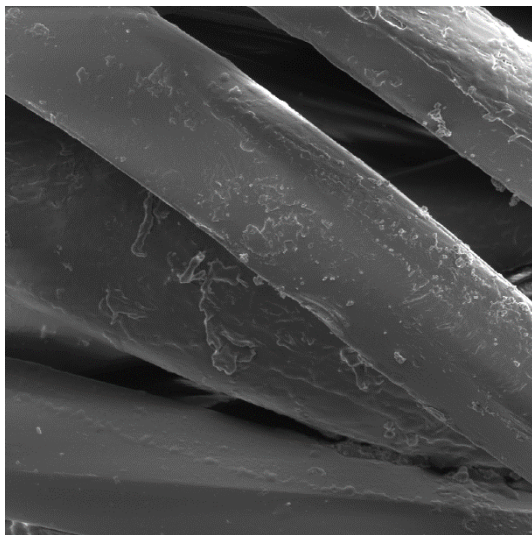
Slika 16. Remisijske krivulje PET tkanina prije i nakon obrade s Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) pri pH 9 na 100 °C te optičkog bijeljenja s Uvitex ERN-P



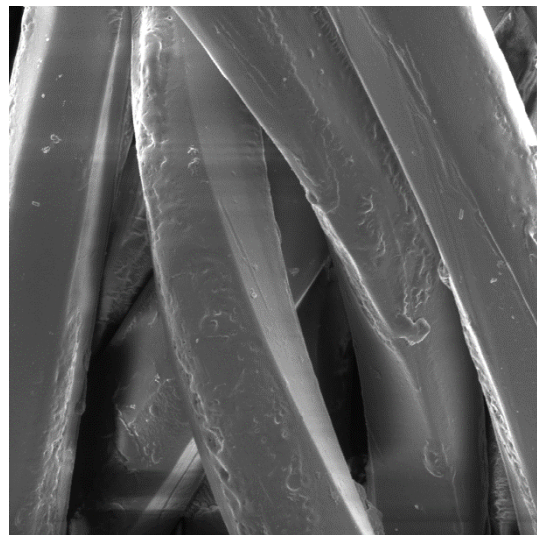
a.



b.

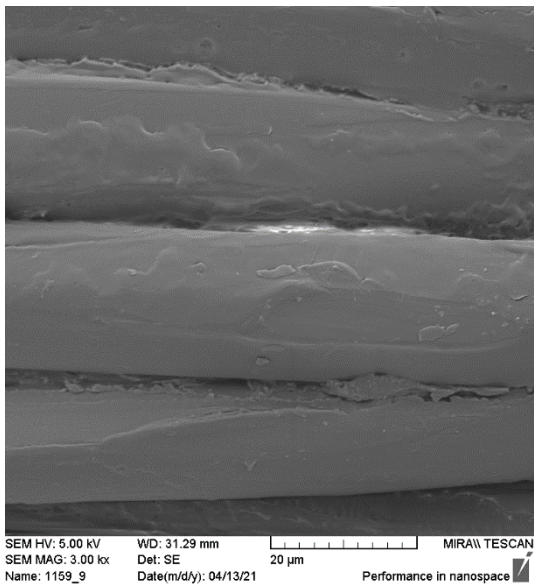


c.

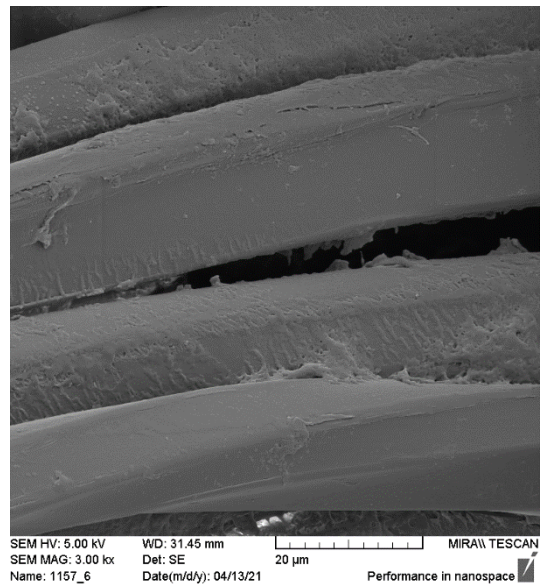


d.

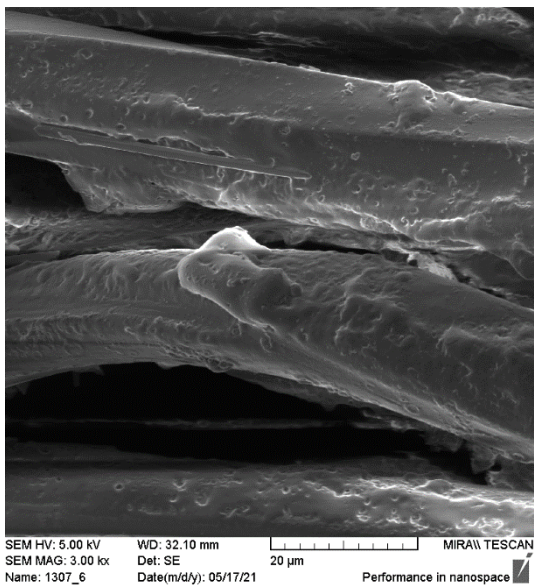
Slika 17. SEM slike PET tkanina obrađenih amanolipazama pri povećanju od 3000x: a. ALA-pH 9-0,1-100°C-60, b. ALA-pH 9-0,2-100°C-60, c. ALAK-pH 9-0,1-100°C-60, d. ALA-pH 9-0,5-100°C-60



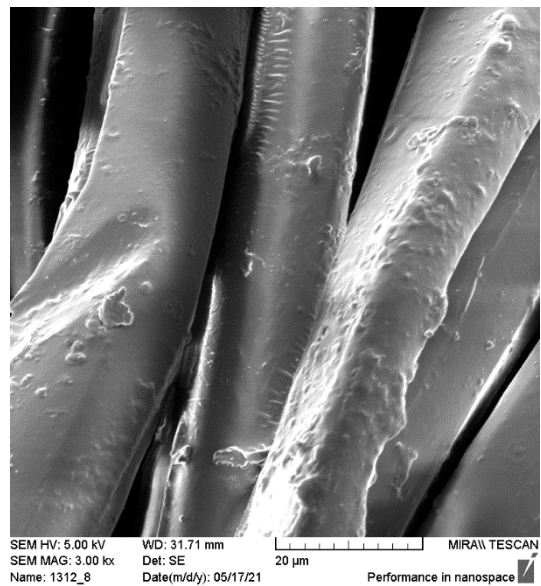
a.



b.



c.



d.

Slika 18. SEM slike PET tkanina obrađenih amanolipazama pri povećanju od 3000x: a. ALAK-pH 9-0,1-60°C-60, b. ALAK-pH 9-0,2-60°C-60, c. ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-60, d. ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-60

5. RASPRAVA

Poznato je kako tijekom alkalne hidrolize može doći do nepovratnog oštećenja vlakna u tkanini iz poli(etilen-tereftalat)a, PET tkanini, uslijed djelovanja jakih lužina te visoke temperature procesa. Dodatno, ovaj proces nije ekološki niti energetski prihvatljiv i značajno opterećuje okoliš. Primjena enzima za ovu namjenu još nije u potpunosti istražena, niti su razvijeni postupci kojima bi se moglo zamijeniti lužinu enzimima u industrijskoj proizvodnji. Upravo iz tog razloga, a u skladu sa strateškim smjernicama Europske tehnološke platforme za budućnost tekstila i odjeće, tema 3: Održiva kemija, koja obuhvaća dizajn, razvoj i primjenu ekoloških prihvatljivijih proizvoda i energetski učinkovitih procesa, ovo istraživanje usmjereno je ekološki prihvatljiv proces hidrolize poli(etilen-tereftalnog) vlakna u tkanini, a koji bi ujedno bio i održiv.

H1: *Hidroliza poli(etilen-tereftalnog) vlakna u tkanini može se provesti na ekološki prihvatljiv način – amanolipazama.*

Obzirom na postavljene specifične ciljeve ovog istraživanja najprije je istraženo može li se hidroliza poli(etilen-tereftalnog) vlakna u tkanini provesti ekološki povoljnim sredstvom (enzimom) umjesto lužinom. U tu svrhu primijenjene su dvije amanolipaze tvrtke SIGMA-Aldrich različita podrijetla: Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) i Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) u konc. 0,1 i 0,2 g/l pri pH 3,5 i 9 u vremenu 60 i 120 min. Istraživanje je provedeno pri uobičajenih 100 °C, te pri sniženoj temperaturi od 60°C, odnosno na energetski povoljniji način. Kako bi se utvrdila mogućnost primjene niže koncentracije enzima, za ALA pri pH 9 i ALAK pri pH 3,5 istražena je učinkovitost 0,5 g/l enzima pri 100°C u vremenu 60 i 120 min. Po provedenim obradama amanolipazama u danim uvjetima, učinci enzimatske hidrolize evaluirani su uzevši u obzir najprije mehanička svojstva PET tkanina: gubitak površinske mase i pad prekidne sile, a potom određivanjem temeljne bjeline i bjeline nakon optičkog bijeljenja te istraživanjem površine odabranih uzoraka pretražnom elektronskom mikroskopijom (SEM).

Uzorci obrađeni enzimom Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) u kiselom mediju (pH 3,5) pri temperaturama 60 i 100°C te koncentracijama 0,1 i 0,2 g/l pokazuju gubitak mase nakon obrade u području 1,207 i 1,505% (tab.3). Obzirom da je postotak gubitka mase nizak za pretpostaviti je kako ovi uvjeti nisu podesni za hidrolizu. Iako se radi o malim i vrlo sličnim rezultatima gubitka mase, pad prekidne sile obrađenih uzoraka enzimom ALA (pri pH 3,5) variraju od 2,489 do 7,394% (tab. 5). Zanimljivo je da je najveći pad prekidne sile (7,349%) zabilježen kod dvaju uzoraka koji su obrađeni pri istoj temperaturi i vremenu obrade, ali pri različitim koncentracijama (ALA-pH 3,5-0,1-60°C-120 i ALA-pH 3,5-0,2-60°C-120) te njihova prekidna istežanja iznose 29,4 i 29,7 %. Temeljna bjelina nakon obrade nije se značajno promijenila, primjerice sa 70,4 N na 71,3 ALA-pH 3,5-0,2-60°C-120 (tab. 7). Iako imaju jednaki pad prekidne sile, te sličnu temeljnu bjelinu, vrijednosti stupnja bjeline nakon obrade optičkim bjelilom se razlikuju (tab. 9, sl. 9 i 10). Tako uzorak obrađen manjom koncentracijom enzima postiže manju vrijednost bjeline – 125,5 (nižu i od nemođificiranog uzorka obrađenog optičkim bjelilom), što ukazuje da nije došlo do povećanja adsorptivnosti na 60°C. Nasuprot tome, uzorak obrađen većom koncentracijom enzima ima vrijednost bjeline 134,8 i pokazuje odstupanje u tonu boje u smjeru plavo-zelene a iz krivulja remisije prikazanih na sl.9 vidi se batokromni pomak prema višim valnim duljinama. Može se pretpostaviti da je došlo do pojave koncentracijskog gašenja fluorescencije [25, 26] što znači da uzorak ALA-pH 3,5-0,2-60°C-120 ima bolju adsorptivnost a za postizanje izvrsnog stupnja bjeline bila bi dovoljna i niža koncentracija optičkog bjelila od primijenjene.

Uzorci obrađeni enzimom Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) u lužnatom mediju (pH 9) pri temperaturama 60 i 100°C te koncentracijama 0,1 i 0,2 g/l daju bolje rezultate. Gubitak mase nakon obrade u lužnatom mediju iznosi više od 5% (tab.3). Uzorci obrađeni ovim uvjetima obrade pokazuju povećanje temeljne bjeline u odnosu na nemođificirani uzorak (tab. 7). Posebno se ističu rezultati gubitka mase nakon obrade pri temperaturi od 100°C pri koncentracijama 0,1 i 0,2 g/l u vremenskom razdoblju od 60 i 120 min čije su vrijednosti od 5,213 do 5,665%. Valja istaknuti kako je gubitak mase pri 100°C u vremenu 60 min za obje koncentracije gotovo isti kao i pri obradi od 120 min. To ukazuje kako je enzim dovoljno učinkovit i u kraćem vremenu, što doprinosi energetskej učinkovitosti procesa. Uspoređivši rezultate gubitka mase obzirom na koncentraciju enzima od 0,1 i 0,2 g/l (pri 100°C i 60 min) vidljiva je vrlo mala razlika, što ukazuje na ekonomičnost ovog procesa. Može se pretpostaviti kako je obrada enzimom ALA u lužnatom mediju pri temperaturi od 100°C, koncentraciji 0,1 g/l i vremenu od 60 min optimalna. To dokazuje

i porast bjeline nakon obrade na 136,3 (tab.9). Međutim, usporedbom pada prekidne sile tih dvaju obrađenih uzoraka primjećujemo da uzorak obrađen manjom koncentracijom ima veći pad prekidne sile (3,807%) od uzorka obrađenog većom koncentracijom (2,782%). Prekidno istežanje uzorka obrađenog ALA-pH 9-0,1-100°C-60 iznosi 47,25%, a uzorka obrađenog ALA-pH 9-0,2-100°C-60 45,15% (tab.5). Za usporedbu s alkalnom hidrolizom pri kojoj je pad prekidne sile 20-40%, obje obrade daju i više nego zadovoljavajuće rezultate. Za istaknuti su dobri učinci procesa pri sniženoj temperaturi. PET tkanina obrađena na 60°C (ALA-pH 9-0,1-60°C-60) ima gubitak mase od 4,572%, i pad prekidne sile od 4,978% što je najmanji pad prekidne sile u skupini uzoraka obrađenih enzimom ALA u lužnatom mediju pri temperaturi od 60°C (tab. 3 i 5). Vrijednost prekidnog istežanja ovog uzorka iznosi 47,25%, a bjelina nakon obrade optičkim bjelilom 136,5.

Provedena je i obrada uzoraka enzimom ALA koncentracije 0,5 g/l u lužnatom mediju pri temperaturi od 100°C u vremenu od 60 i 120 min. Postignut rezultat gubitka mase nakon obrade od 60 min je 2,107%, a nakon 120 min 1,753% (tab.3), a optičkim bijeljenjem se ne postiže veći stupanj bjeline. Može se zaključiti kako povećanje koncentracije enzima ne doprinosi poboljšanju procesa, a nije ni ekonomično. Rezultati pretraživanja površine to potvrđuju. Sa SEM slika prikazanih na sl.17 vidljivo je ljuštenje površine uz nastanak brazdi kod uzoraka obrađenih na 100°C u vremenu 60 min koncentracijom enzima ALA od 0,1 g/l (sl.17a) i 0,2 g/l (sl.17b) dok je slabiji učinak jasno vidljiv na sl.17d za konc. 0,5 g/l.

Gubitci mase nakon obrade enzimom Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) u kiselom mediju (pH 3,5) pri 60°C vrlo su niski (između 1,310 i 1,987%). Uzorak obrađen obradom ALAK-pH 3,5-0,1-60°C-60 ima gubitak mase nakon obrade samo 1,846% (tab.4), ali i pad prekidne sile od 8,785% (tab.4) što je najveći pad između uzoraka obrađenih enzimom ALAK u kiselom mediju. Uzorci obrađeni pri temperaturi od 100°C pokazuju zadovoljavajuće rezultate gubitka mase pri obradama konc. 0,2 i 0,5 g/l. Uzorak obrađen obradom ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-60 ima gubitak mase 3,234% dok uzorak obrađen obradom ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-120 ima gubitak mase 3,399% (tab.4). Iz rezultata je vidljivo da su razlike gubitaka mase ovih dviju obrada vrlo male iz čega se može zaključiti da je obrada koncentracijom 0,2 g/L pri 100°C u vremenu od 60 min energetski povoljnija. Također, ta obrada ima zadovoljavajući pad prekidne sile od 5,857% što ju čini optimalnom obradom za PET tkaninu ovim enzimom u navedenom pH području. Rezultati temeljne bjeline (tab.8) pokazuju smanjenje stupnja bjeline nakon obrada. Međutim, nakon obrade optičkim bjelilom niske vrijednosti bjeline nisu rezultat

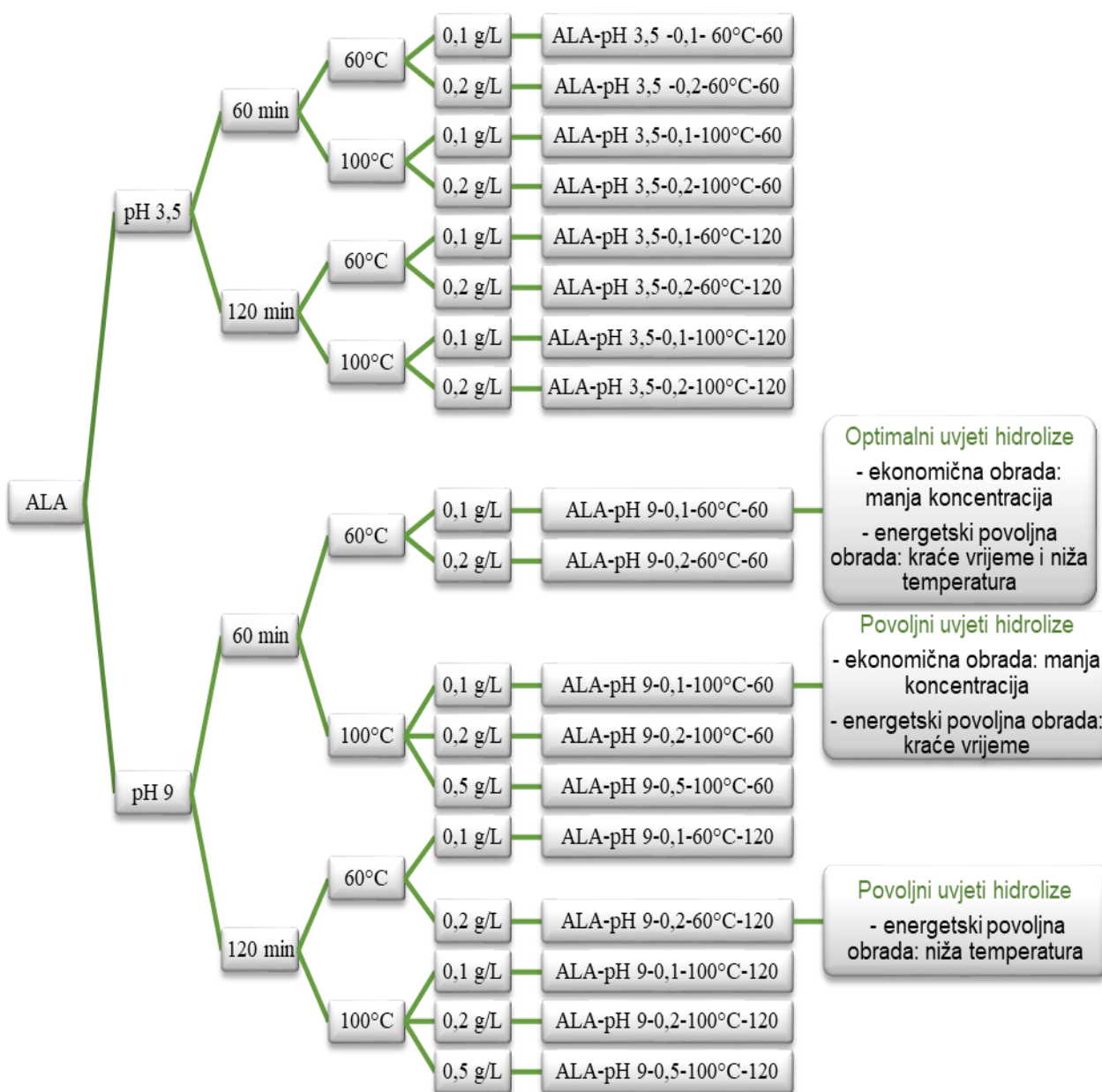
male adsorpcije, već suprotno, povećane koja dovodi do gašenja fluorescencije. Rezultati prikazani na sl. 14 za uzorak ALAK-pH 3,5-0,2-100°C-60 i odstupanje u tonu boje prema plavo-zelenom obojenju (tab.8) to potvrđuju iz čega se može zaključiti da se maksimalno iscrpljenje moglo postići i pri nižoj koncentraciji. SEM slike prikazane na sl.18 c i 18d ukazuju na najveće ljuštenje površine koja je razlogom povećanja adsorptivnosti. Uzorak obrađen obradom ALAK-pH 3,5-0,5-100°C-120 pokazuje najbolji rezultat gubitka mase od 4,274%. Međutim, ova obrada je energetski i ekonomski nepovoljna zbog visoke temperature, dugog vremena obrade i velike koncentracije koji su bili potrebni za postizanje rezultata.

Uzorci obrađeni Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) u lužnatom (pH 9) mediju pokazuju bolje rezultate nego što je to slučaj kod uzoraka obrađenih istim enzimom u kiselom (pH 3,5) mediju. Gotovo svi rezultati gubitka mase (tab.4) nakon obrade postižu vrijednosti veće od 4%, uključujući i obrade provedene pri temperaturi od 60°C. Uspoređujući uzorke na 60°C pri manjoj koncentraciji valja istaknuti uzorak ALAK-pH 9-0,1-60°C-120 s s gubitkom mase nakon obrade od 4,639%, ali takav rezultat zahtjeva dužu vremensku obradu. Uzevši u obzir kraće vrijeme obrade, ali s višom koncentracijom istaknula bi se obrada ALAK-pH 9-0,2-60°C-60 s gubitkom mase nakon obrade od 4,582%. Pad prekidne sile nakon ovih obrada vrlo je sličan te iznosi 4,392% i 4,466% (tab.6). Prekidno istezanje prati sličnost rezultata pada čvrstoće te iznosi 45,179% za uzorak obrađen obradom ALAK-pH 9-0,1-60°C-120 i 45,861% za uzorak obrađen obradom ALAK-pH 9-0,2-60°C-60. Sa SEM slika prikazanih na sl.18a i 18b vidljivo je zadovoljavajuće ljuštenje površine. Ipak najbolje rezultate pada prekidne sile (5,564%) pokazao je uzorak obrađen ALAK-pH 9-0,2-60°C-120 s vrijednošću prekidnog istezanja od 46,8% i gubitkom mase od 4,817%. Iako su postignuti dobri rezultati pri obradama enzimom ALAK u lužnatom mediju i temperaturi od 100°C zaključujemo da su rezultati dobiveni pri temperaturi od 60°C energetski povoljniji pri čemu bi izdvojili uzorak obrađen koncentracijom enzima 0,1 g/l u trajanju od 120 min čiji je stupanj bjeline veći od nemodificiranog uzorka.

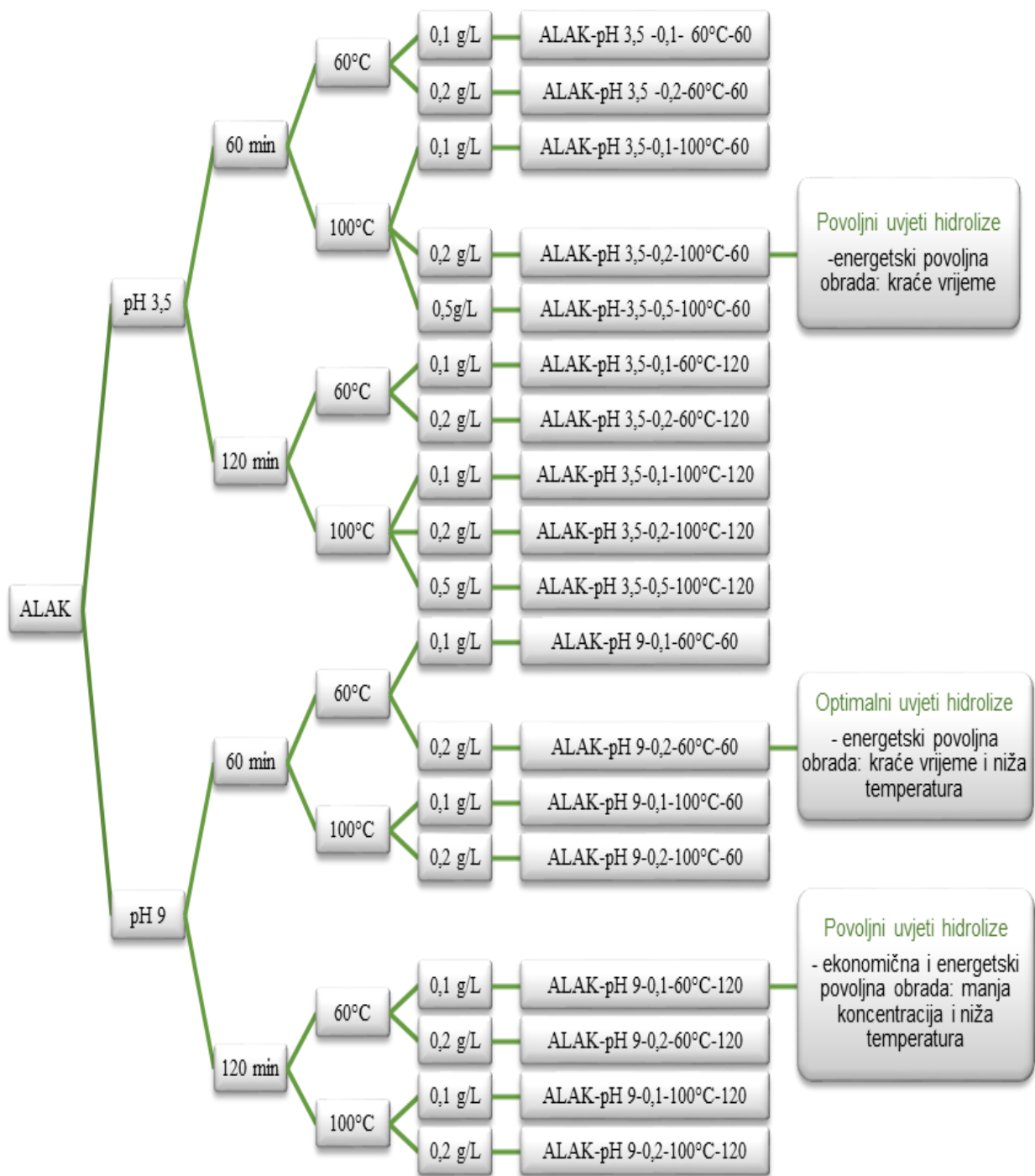
Enzim ALA pokazao je najbolje rezultate obrada i to u lužnatom mediju pri temperaturi od 100°C i koncentracijama 0,1 i 0,2 g/l, dok pri pH 3,5 ovaj enzim nije dovoljno učinkovit. Enzim ALAK pokazao se učinkovit i u kiselom i u lužnatom mediju. Prednost treba dati lužnatom mediju jer se postižu učinkovite obrade i pri nižim temperaturama (60°C). Općenito su postignuti nešto bolji rezultati postignuti pri višim temperaturama (100°C), no energetski je prihvatljivija niža temperatura pri vremenu obrade od 60 min.

H2: Proces hidrolize PET tkanine amanolipazom je održiv – ekonomski i energetski učinkovitiji proces

Analiza održivosti procesa hidrolize, odnosno odabir povoljnih uvjeta obrade na osnovu rezultata i gornje rasprave shematski je prikazana na sl. 19 i 20.



Slika 19. Analiza održivosti procesa hidrolize za obradu enzimom Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA)



Slika 20. Analiza održivosti procesa hidrolize za obradu enzimom Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens*

Za enzim Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) potvrđeno je da je učinkovit u lužnatom mediju. Pokazalo se da je najniža koncentracija enzima od 0,1 g/l dovoljna, a obradu je moguće provesti i pri sniženoj temperaturi od 60°C iako je obrada na 100°C učinkovitija.

Enzim Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) je učinkovit i u kiselom i u lužnatom mediju. U kiselom mediju najbolje rezultate daje pri srednjoj koncentraciji od 0,2 g/l na temperaturi od 100°C. U lužnatom je moguće postići zadovoljavajuće rezultate pri najnižoj koncentraciji od 0,1 g/l pri sniženoj temperaturi i u kraćem vremenu obrade.

6. ZAKLJUČAK

Cilj ovog rada bio je istražiti može li se provesti hidroliza poli(etilen-tereftalnog) vlakna u tkanini na ekološki prihvatljiv način – amanolipazama, te utvrditi je li navedeni proces održiv – ekonomski i energetski učinkovitiji proces.

Pokazalo se da je moguće provesti hidrolizu poli(etilen-tereftalnog) vlakna u tkanini na ekološki prihvatljiv način – amanolipazama, pri čemu je moguće postići i energetske i ekonomske uštede. Može se zaključiti kako se pravilnim odabirom parametara procesa može na ekološki, energetski i ekonomski prihvatljiv način provesti hidroliza površine PET tkanine. Za enzim Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) procesni parametri su sljedeći: pH 9, koncentracija enzima 0,1 g/l, 60°C, 60 min. Za enzim Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK) procesni parametri su sljedeći: pH 9, koncentracija enzima 0,2 g/l, 60°C, 60 min.

Dodatno, valja istaknuti kako za implementaciju ovog održivog procesa nije potrebna nikakva izmjena industrijskog postrojenja već samo kemije, što bi tvrtkama omogućilo jednostavan transfer znanja iz istraživanja u pogon. Na taj način, tvrtke bi bile konkurentne a direktno bi se pozitivno utjecalo na zaštitu okoliša.

ZAHVALE



Ovaj rad je sufinancirala Hrvatska zaklada za znanost projektom UIP-2017-05-8780 *Bolničke zaštitne tekstilije*.

Istraživanje je u okviru znanstveno-istraživačkog projekta *Bio-inovirani poliesteri* u sklopu zajedničke hrvatsko-srpske suradnje u trajanju od 1. svibnja 2019. do 31. prosinca 2021. godine.

Ovim putem zahvaljujem se svojoj mentorici izv. prof. dr. sc. Aniti Tarbuk na ukazanom povjerenju i prilici da budem dio ovog istraživanja. Zahvaljujući njezinoj pomoći, dobronamjernim savjetima, motivaciji i podršci tijekom izrade rada stekla sam vrlo važno znanstveno i životno iskustvo.

Također, zahvaljujem se i asistentici Ivani Čorak, mag. ing. techn. text. na iznimnoj pomoći tijekom izvođenja eksperimentalnog dijela rada.

Za kraj, zahvaljujem se svojoj obitelji i prijateljima na velikoj podršci i razumijevanju tijekom cjelokupnog procesa izrade ovog rada.

POPIS LITERATURE

- [1] Čunko R., Andrassy M.: Vlakna, Zrinski d.d., Zagreb, 2005.
- [2] BISFA Terminology of man-made fibers, 2017. dostupno na: <https://www.bisfa.org/wp-content/uploads/2018/06/2017-BISFA-Terminology-final.pdf> pristupljeno 2021.
- [3] Textile Exchange, Preferred Fiber and Materials, Market Report 2020. dostupno na: https://textileexchange.org/wp-content/uploads/2020/06/Textile-Exchange_Preferred-Fiber-Material-Market-Report_2020.pdf, pristupljeno 2021.
- [4] Bathie Leslie A: POY and FOY in Continuous Filament Polyester Sewing Thread, Service Thread, 2015.
- [5] Awaja, F., Pavel, D., Recycling of PET, Eur. Polym. J., 41 (2005) 1453 – 1477.
- [6] Tarbuk A., Đorđević D., Flinčec Grgac S. i sur.: The influence of lipase surface modification to polyester crystallinity and absorbility, Book of Proceedings of the 13th International Scientific-professional Symposium Textile Science and Economy, 2020., Zagreb, Croatia
- [7] Grancarić A. M. i sur.: Utjecaj obrade na efekte alkalne hidrolize poliestera, Tekstil 37 (1988.) 12, 689-694
- [8] Grancarić A. M. et al.: Modifikacija poliesterskog vlakna, Polimeri 12 (1991) 9-12, 141-146
- [9] Čorak I., Pušić T., Tarbuk A.: Enzimi za hidrolizu poliestera, Tekstil 68 (7-9) 142-151 (2019.)
- [10] Tarbuk, A.; Grancarić, A. M.; Jančijev, I.; Sharma S.: Zaštita od ultraljubičastog zračenja površinski modificiranom poliesterskom tkaninom; Tekstil 55 (2006) 8, str. 383-394
- [11] Tarbuk, A., Grancarić, A.M., Čorak, I.: Cutinase Hydrolysis of Poly(ethylene-terephthalate) Fabric, u knjizi: Book of Proceedings of the 8th Central European Conference on Fiber-grade Polymers, Chemical Fibers and Special Textiles; Dekanić, T.; Tarbuk, A. (ur). ISBN 978-953-7105-63-1, Zagreb, University of Zagreb, Faculty of Textile Technology, (2015.), str. 97-102

- [12] Doshi R., V. Shelke: Enzymes in textile industry- An environment-friendly approach, *Indian Journal of Fibre & Textile Research* 26 (2001) March-June, pp. 202-205
- [13] Parvinzadeh M., R. Assefipour, A. Kiumarsi: Biohydrolysis of nylon 6,6 fiber with different proteolytic enzymes, *Polymer Degradation and Stability* 94 (2009) 1197-1205
- [14] Guebitz G. M., A. Cavaco-Paulo: Enzymes go big: surface hydrolysis and functionalisation of synthetic polymers, *Trends in Biotechnology* 26 (2008) 1, 32-38
- [15] Wu, J., Cai, G., Liu, J., Ge, H., Wang, J.: Eco-friendly surface modification on polyester fabrics by esterase treatment. *Applied Surface Science*, 295 (2014) 150–157
- [16] Tarbuk, A., Grancarić, A.M., Đorđević, D., Demirović, O., Majcen Le Marechal, A.: Eco Surface Modifications of PET Fabric, *Book of Proceedings of the 7th International Textile, Clothing & Design Conference*, Dragčević, Z., Hursa Šajatović, A., Vujasinović, E. (ur.). Zagreb, University of Zagreb, Faculty of Textile Technology, 2014, 250-255, ISSN 1847-7275
- [17] Kanelli, M.; Vasilakos, S.; Nikolaivits, E.; Ladas, S.; Christakopoulos, P.; Topakas, E.: Surface modification of poly(ethylene terephthalate) (PET) fibers by a cutinase from *Fusarium oxysporum*, *Process Biochemistry* 50 (2015) 11, pp. 1885-1892
- [18] Dutta, K., Sen, S., Veeranki, V.D.: Production, characterization and applications of microbial cutinases, *Process Biochemistry* 44 (2009), pp. 127-134
- [19] El-Shemy, N.S., El-Hawary, N.S., El-Sayed, H.: Basic and Reactive-Dyeable Polyester Fabrics Using Lipase Enzymes. *J Chem Eng Process Technol* 7 (2016) 1, 1000271, p.5. doi:10.4172/2157-7048.1000271
- [20] Đorđević D., Petronijević Ž., Dimitrijević S., Đorđević S.: Primjena komercijalnog i laboratoriskog enzimskog preparata lipaze u obradi poliesterske tkanine radi poboljšanja sorpcijskih i bojadiarskih svojstava, *Tekstil* 55 (2006) 8, 410-418
- [21] Hasan F. et al.: Industrial applications of microbial lipases, *Enzyme and Microbial Technology* 39 (2006) 235-251

[22] Ferreira, I. M., Yoshioka, S. A., Comasseto, J. V., Porto, A. L. M.: Immobilization of Amano lipase from *Pseudomonas fluorescens* on silk fibroin spheres: an alternative protocol for the enantioselective synthesis of halohydrins, RSC Advances (2017), 7, 12650–12658

[23] Fluorescent Brightener 135, C.I. 45152, Uvitex ERN-P (Ciba), dostupno na: <http://www.dyestuffintermediates.com/fluorescent-brightener/fluorescent-brightener-135.html>

[24] R. Griesser, Metode i mogućnosti upotrebe metričke ocjene boje bjeline tekstila Ciba-Geigy-brošura br. 9334 D, 1980

[25] Soljačić, I.: O optičkim bjelilima, Tekstil 21 (1972) 5, str. 377-398

[26] Grancarić, A. M., Tarbuk, A: Quenching of Fluorescence in World of Whiteness; Book of Papers of 11th AIC 2009, Sydney, Australia, The Colour Society of Australia, 2009. pp. 395-401

SAŽETAK

Valentina Kuduzović

Održivost procesa hidrolize poliesterske tkanine amanolipazama

Poli(etilen-tereftalat) (PET) je najkorištenije sintetsko vlakno koje se odlikuje izvrsnim mehaničkim svojstvima, no ima i nedostatke. Niska hidrofilnost PET tkanine (repriza od 0,4%) uzrokuje poteškoće u doradi, pranju i bojadisanju, dolazi do nakupljanja statičkog elektriciteta i stvaranja pilinga. Radi poboljšanja ovih svojstava tradicionalno se površina modificirala hidrolizom i aminolizom. Dodatno, upotreba jakih lužina te visoke temperature dovode do nepovratnih oštećenja na materijalu, ali i opterećenja za okoliš. Kao alternativa kemijskoj obradi alkalijama i aminima zadnjih godina značajno se istražuju ekološki prihvatljiviji enzimi. Pregledom literature vezane uz enzimatsku hidrolizu tekstilija iz poli(etilen-tereftalata) (PET) pronađen je relativno mali broj radova (većina se odnosi na filmove i folije, a ne na tekstil), upotrebene su kutinaze i laboratorijski pripravci enzima ali ne i amanolipaze. Primjena enzima za ovu namjenu još nije u potpunosti istražena, niti su razvijeni postupci kojima bi se moglo zamijeniti lužinu enzimima u industrijskoj proizvodnji.

*Iz tog razloga, u ovom radu istražena je mogućnost hidrolize poli(etilen-tereftalnog) vlakna u tkanini na ekološki prihvatljiv način – amanolipazama, te je utvrđena održivost procesa – ekonomski i energetski učinkovitiji proces. U radu je provedena modifikacija površine PET tkanine enzimatskom hidrolizom, primjenom dviju amanolipaza: Amano Lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) i Amano Lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK). Procesni parametri su varirani u svrhu određivanja održivosti procesa. Obrade amanolipazama su provedene u kiselom (pH 3,5) i lužnatom (pH 9) mediju primjenom 0,1 i 0,2 g/l enzima na 60 i 100°C u vremenu obrade od 60 i 120 min. PET tkanine su obrađene pri pH 9 s 0,5 g/l ALA te pri pH 3,5 s 0,5 g/l ALAK kako bi se dodatno istražio utjecaj koncentracije enzima na učinke obrade.*

Pokazalo se da je moguće provesti hidrolizu amanolipazama, pri čemu je moguće postići i energetske i ekonomske uštede. Za enzim Amano Lipase A from Aspergillus Niger (ALA) potvrđeno je da je učinkovit u lužnatom mediju. Pokazalo se da je najniža koncentracija enzima od 0,1 g/l dovoljna, a obradu je moguće provesti i pri sniženoj temperaturi od 60°C iako je obrada na 100°C učinkovitija. Enzim Amano Lipase from Pseudomonas fluorescens (ALAK) je učinkovit i u kiselom i u lužnatom mediju. U kiselom mediju najbolje rezultate daje pri srednjoj koncentraciji od 0,2 g/l na temperaturi od 100°C. U lužnatom je moguće postići zadovoljavajuće rezultate pri najnižoj koncentraciji od 0,1 g/l pri sniženoj temperaturi i u kraćem vremenu obrade. Pravilnim odabirom parametara procesa može se na ekološki, energetski i ekonomski prihvatljiv način provesti hidroliza površine PET tkanine. Analizom rezultata obzirom na održivost procesa hidrolize utvrđeno je da su za obradu enzimom Amano Lipase A from Aspergillus Niger (ALA) optimalni procesni parametri: pH 9, koncentracija enzima 0,1 g/l, 60°C, 60 min.; a za enzim Amano Lipase from Pseudomonas fluorescens (ALAK): pH 9, koncentracija enzima 0,2 g/l, 60°C, 60 min.

Dodatno, valja istaknuti kako za implementaciju ovog održivog procesa nije potrebna nikakva izmjena industrijskog postrojenja već samo kemije, što bi tvrtkama omogućilo jednostavan transfer znanja iz istraživanja u pogon. Na taj način, tvrtke bi bile konkurentne a direktno bi se pozitivno utjecalo na zaštitu okoliša.

Ključne riječi: *PET (poli(etilen-tereftalat)) tkanina, enzimatska hidroliza, amanolipaze, adsorptivnost, prekidna sila, održivost procesa*

SUMMARY

Valentina Kuduzović:

Sustainability of hydrolysis process of PET fabric using Amano lipase

Poly (ethylene terephthalate) (PET) is the most widely used synthetic fiber. It is characterized by excellent mechanical properties, but it has disadvantages, as well. The low hydrophilicity of PET fabric (0.4% replay) influences problems in finishing, washing, and dyeing processes, accumulation of static electricity, and the formation of peeling. To improve these properties, the surface is traditionally modified by hydrolysis and aminolysis. Additionally, the use of strong alkalis and high temperatures lead to irreversible damage of the material but also to the environment. As an alternative to chemical treatment with alkalis and amines, environmentally friendly enzymes have been significantly investigated in recent years. A review of the literature related to enzymatic hydrolysis of PET textiles revealed a relatively small number of papers (most related to films and foils, but not textiles), cutinases, and enzyme lab preparations, but not Amano lipases. The use of enzymes for this purpose has not yet been fully investigated, nor have procedures been developed to replace the alkali with the enzyme in industrial production.

*For this reason, in this paper, the possibility of hydrolysis of poly(ethylene-terephthalic) fiber in fabric with environmentally friendly - Amano lipases, was researched and the sustainability of the process - economically and the energy-efficient process was determined. In this paper the surface of PET fabric was modified by enzymatic hydrolysis, using two Amano lipases: Amano lipase A from *Aspergillus Niger* (ALA) and Amano lipase from *Pseudomonas fluorescens* (ALAK). Process parameters are different for the purpose of viability process determination. Amanolipase treatments were performed in acidic (pH 3.5) and alkaline (pH 9) medium using 0.1 and 0.2 g/l enzymes at 60 and 100 °C at a treatment time of 60 and 120 min. PET fabric was treated at pH 9 with 0.5 g/l ALA and at pH 3.5 with 0.5 g/l ALAK to investigate the effect of enzyme concentration on the effects of treatment.*

It has been shown that it is possible to carry out hydrolysis of Amino lipases, while it is possible to achieve both energy and economic savings. The enzyme Amano Lipase A from Aspergillus Niger (ALA) has been confirmed to be effective in an alkaline medium. It has been shown that a minimum enzyme concentration of 0.1 g/l is sufficient, and the treatment can be carried out at a reduced temperature of 60 °C, although the treatment at 100 °C is more efficient. The enzyme Amano Lipase from Pseudomonas fluorescens (ALAK) is effective in both acidic and alkaline media. It gives the best results in an acidic medium at a medium concentration of 0.2 g/l at a temperature of 100 °C. In an alkaline medium, it is possible to achieve satisfactory results at the lowest concentration of 0.1 g/l at reduced temperature and in a shorter processing time. By proper selection of the process parameters, the surface of PET fabric can be hydrolyzed in an environmentally, energetically, and economically acceptable way. Analysis of the results with regard to the sustainability of the hydrolysis process showed that the process parameters were optimal for treatment with Amano Lipase A enzyme from Aspergillus Niger (ALA): pH 9, enzyme concentration 0.1 g/l, 60 °C, 60 min; and for the enzyme Amano Lipase from Pseudomonas fluorescens (ALAK): pH 9, enzyme concentration 0.2 g/l, 60 °C, 60 min.

In addition, it should be noted that the implementation of this sustainable process does not require any modification of the industrial plant but only the chemistry, which would allow companies to easily transfer knowledge from research to industrial processing. In this way, companies would be competitive and would have a direct positive impact on environmental protection.

Keywords: *PET (poly (ethylene terephthalate)) fabric, enzymatic hydrolysis, Amano lipases, adsorption, breaking force, process sustainability*

ŽIVOTOPIS

Valentina Kuduzović

rođena je 14. veljače 1995. u Zagrebu, Hrvatska. Od malih nogu interesirala ju je kreativnost, istraživanje i stvaranje. Upisuje dramsku grupu u Zagrebačkom kazalištu mladih gdje se oblikuje kroz glumu, ples, glazbu, režiju i pisanje te je aktivni član kazališta više od 10 godina s preko 50 izvedbi. Tijekom međunarodne suradnje ZKM-a s kazalištem u Braunschweigu, Njemačka nosi glavnu glumačku i plesnu ulogu za koju dobiva priznanje. Uz sve glumačke uspjehe i svojevrsno predodređeni glumački put, tijekom srednjoškolskog obrazovanja (XIII. Gimnazija, opći smjer, Zagreb) otkriva kemiju te se, osim ljubavi prema glumačkom stvaralaštvu, javlja ljubav prema kemiji i inženjerstvu. Tijekom srednjoškolskog obrazovanja uz kemiju, ističe se odličnim rezultatima i u drugim prirodno znanstvenim područjima poput fizike i biologije. Po završetku gimnazijskog obrazovanja 2013. godine uzima dvogodišnju pauzu te odlazi na tržište rada gdje stječe nova iskustva i obogaćuje svoje radne navike. Iako je ljubav prema glumi bila gotovo neraskidiva, ipak odlučuje svoj put pronaći u inženjerskoj struci. Godine 2015. upisuje Tekstilno-tehnološki fakultet u Zagrebu, smjer: Tekstilna tehnologija i inženjerstvo, modul: Tekstilna kemija, materijali i ekologija gdje napokon spaja svoju kreativnost, istraživački duh i znanost. Ostvaruje odlične uspjehe za koje u akademskoj godini 2020./2021. dobiva Dekanovu nagradu za uspjeh. Poseban interes su joj vlakna novih generacija poboljšanih svojstava kao i obrade kojima ona dobivaju još bolje značajke. Ima pregršt ideja za inovacije u području tekstila i ekologije te čeka dan kada će ih praktično izraziti.