



Gimnazija Franca Miklošiča Ljutomer

IZOLACIJA BARVIL IZ INVAZIVNIH TUJERODNIH RASTLIN IN NJIHOVA APLIKATIVA UPORABA

Raziskovalna naloga na področju tehnike in tehnologije – tekstil

Avtorica: Kristina Genc

Mentorica: Mateja Godec, prof. kemije

Somentorica: Monika Horvat, mag. kemije

Lektorirala: Klaudija Tivadar, prof. slovenščine in nemščine

Radoslavci, februar 2022

Zahvala

Iskreno se zahvaljujem vsem, ki ste kakorkoli pripomogli k nastanku te raziskovalne naloge.

Hvala šolski laborantki Sonji Koroša, ki je z mano v laboratoriju preživela največ časa in mi dajala nove ideje za izvedbo laboratorijskega dela.

Hvala profesorici Mateji Godec, ki me je navdihnila za izdelavo naloge in mi tako omogočila, da sem izdelala svojo prvo raziskovalno nalogo.

Še posebej se zahvaljujem magistrici Moniki Horvat s Fakultete za kemijo in kemijsko tehnologijo UL, ki si je vzela čas in mi razložila vse potrebne postopke za izvedbo vaje. Hvala za vse napotke, namige, priporočila in za vaš čas.

Najlepša hvala vsem.

POVZETEK

Že v preteklosti so ljudje uporabljali barvila naravnega izvora, pridobljena iz mineralov, rastlin in živali, vendar se je njihova uporaba močno zmanjšala z odkritjem prvega sintetičnega barvila mauveina. Ker so le-ta škodljiva za naše zdravje in okolje, sem se odločila raziskati učinkovitost barvanja različnega tekstilnega materiala z naravnimi barvili, pridobljenimi iz rastlinskega materiala, ki nam je enostavno dostopen. V svoji nalogi sem iz invazivnih tujerodnih rastlin raznozobega grinta (*Senecio inaequidens*) in octovca (*Rhus typhina*) ter domačih ameriških borovnic (*Vaccinium corymbosum* L.) s procesom navadne maceracije in ekstrakcije po Soxhletu izolirala naravna barvila različnih barv. Pri izolaciji sem uporabila polarno protično topilo etanol in polarno aprotično topilo etil acetat, ki sem ju po izvedenem postopku uparila. Iz pridobljenih barvil sem pripravila etanolne raztopine (99,8 % koncentracija etanola) ter preverila kako se spreminja njihova barva glede na pH. pH raztopine, ki je dal najbolj intenzivno obarvanje sem uporabila za barvanje naravnih in umetnih tekstilnih materialov. Barvanje sem izvedla z namakanjem tekstila v raztopini barvila pri povišani temperaturi. Po opravljanjem delu sem primerjala uspešnost ekstrakcije glede na uporabljeno metodo in topilo. Proučila sem, da topilo in način izolacije barvila iz rastlinskega materiala vplivata na obarvanost topila.

ABSTRACT

In the past, people used naturally derived dyes from minerals, plants and animals, but their use was greatly reduced with the discovery of the first synthetic dye. As these are harmful to our health and the environment, I decided to investigate the effectiveness of dyeing different textiles with natural dyes derived from plant material that is easily accessible to us. In my thesis, I isolated natural dyes of different colours from the invasive non-native plants *Senecio inaequidens* and *Rhus typhina* and the native American blueberry (*Vaccinium corymbosum* L.) by Soxhlet maceration and extraction. For the isolation, I used the polar protic solvent ethanol and the polar aprotic solvent ethyl acetate, which I evaporated after the procedure. I prepared ethanol solutions (99,8 % ethanol concentration) of the dyes and checked how their colour changes with pH. I used both man-made and natural materials as a source of textile material. The dyeing was carried out by soaking the textile in a dye solution at elevated temperature. After the work was done, I compared the extraction performance according to the method and solvent used. I have examined the effect of the solvent and the way in which the dye is isolated from the plant material on the solvent colouration.

Kazalo vsebine

1 UVOD	5
2 TEORETIČNI DEL	6
2. 1 Invazivne tujerodne rastline	6
2. 1. 1 Raznozobi grint (<i>Senecio inaequidens</i>).....	7
2. 1. 2 Octovec (<i>Rhus typhina</i>).....	8
2. 1. 3 Ameriške borovnice (<i>Vaccinium corymbosum L.</i>).....	9
2. 2 Barvila prisotna v rastlinah	10
2. 2. 1 Flavonoidi	10
2. 2. 3 Antociani.....	11
2. 3 Načini barvanja tekstila in uporaba naravnih barvil	12
2. 3. 1 O barvilih in barvanju	12
2. 3. 2 Struktura vlaken	12
2. 3. 3 Zadrževanje barvila	12
2. 3. 4 Tekstilna barvila	13
2. 3. 5 Uporaba naravnih barvil.....	13
2. 4 Navadna maceracija	14
2. 5 Ekstrakcija po Soxhletu	15
3 METODE DELA	16
3. 1 Nabiranje rastlinskega materiala	17
3. 2 Izolacija barvila	17
3. 3 Priprava raztopin	19
3. 5 pH senzoričnost	20
3. 6 Barvanje tekstila	21
4 REZULTATI DELA IN RAZPRAVA	23
4. 1 Izolacija barvil	23
4. 2 Vpliv pH-vrednosti na barvne spremembe raztopin	24
4. 3 Barvanje tekstilnega materiala	26
4. 3. 1 Raznozobni grint.....	27
4. 3. 2 Octovec.....	28
4. 3. 3 Ameriške borovnice	29
5 ZAKLJUČEK	31
6 VIRI IN LITERATURA	34

1 UVOD

Barvila so prisotna in imajo pomembno vlogo v našem vsakdanjem življenju. Ker so prisotna v naših domovih, oblačilih, slikah ipd. sem se odločila, da bom tekom raziskovalnega dela proučila možnost barvanja tekstilnega materiala z naravnimi barvili, ki jih lahko pridobim iz rastlin prisotnih v našem okolju. Tekom prebiranja literature sem zasledila, da invazivne tujerodne rastline, ki so nevarne za okolje in se pojavljajo tudi v Sloveniji v enormnih količinah, vsebujejo v svojih plodovih spojine, ki so odgovorne za njihovo obarvanje in jih lahko z izolacijo pridobimo ter uporabimo kot vir naravnih barvil. Hkrati se invazivnih tujerodnih rastlin v Sloveniji lahko znebimo le z izkopavanjem in sežiganjem. Posledično bi bilo zaželeno, da bi jih pretvorili v nekaj uporabnega.

Namen raziskovalne naloge:

Namen raziskovalne naloge je izolacija barvil iz različnih invazivnih tujerodnih rastlin (raznozobi grint (*Senecio inaequidens*) in octovec (*Rhus typhina*)) ter iz ameriških borovnic (*Vaccinium corymbosum* L.) z enostavnimi ekstrakcijskimi tehnikami ter njihova uporaba za barvanje tekstilnega materiala. Pri razvoju ekstrakcijske metode se bom osredotočila na enostavnost izvedbe ter uporabo okolju prijaznih topil. Z enostavno metodo bi tako lahko zamenjali in nadomestili trenutno uporabljene okolju škodljive in nevarne kemikalije, ki se uporabljajo za barvanje tekstilij, hkrati pa bi poskrbeli za uporabo nevarnih in škodljivih rastlin ter njihovo pretvorbo v nekaj uporabnega.

Hipoteze raziskovalne naloge:

1. Iz invazivnih tujerodnih rastlinskih vrst (raznozobi grint, octovec) in iz ameriških borovnic lahko naravna barvila pridobimo s pomočjo ekstrakcije.
2. Boljši izkoristek barvil lahko pridobimo z ekstrakcijo po Soxhletu kot z navadno maceracijo.
3. Boljši izkoristek ekstrakcije barvila bo v primeru uporabe topila etanol, kot etil acetata.
4. Izolirana barvila iz rastlin bodo pH senzorična.
5. Naravni materiali (lan, bombaž in volna) bodo naravna barvila bolje absorbirali kot umetni (poliamid in viskoza).

2 TEORETIČNI DEL

2. 1 Invazivne tujerodne rastline

Tujerodne rastline, kot so rastline za hrano, krmne rastline, medonosne rastline, okrasne cvetlice, grmi, drevesa ipd., je človek naselil namerno, v upanju, da bo od njih dobil številne koristi. Te rastline predstavljajo blaginjo in si življenje brez njih težko predstavljamo. Med tujerodnimi rastlinami pa najdemo tudi takšne, ki jih je človek na nova območja nanese nenamerno, zlasti z embalažo, s prevoznimi sredstvi in podobnimi izdelki.¹

V večini tujerodne vrste v novem okolju ne preživijo, ker se iz različnih razlogov ne morejo prilagoditi. Razmnoževanje je uspešno izključno s posredovanjem človeka. Obstajajo pa tudi redke tujerodne vrste, ki so se sposobne udomačiti, se razmnoževati, razširjati in celo povzročati škodo na novem območju. Takrat govorimo o invazivnih tujerodnih vrstah ali, na kratko, invazivkah.¹⁻²

Invazivne tujerodne rastline imajo škodljive vplive na domorodne rastline in ekosisteme, pa tudi neposredno na zdravje ljudi in gospodarstvo. Številne invazivne tujerodne rastline so se sposobne hitro razraščati in tvoriti goste sestoje, pri čemer lahko spremenijo življenjske razmere za domorodne vrste, da slednje tu ne morejo več uspevati. Spremenijo se medvrstni odnosi med organizmi, kroženje snovi, kemijski in fizikalni dejavniki, kar povzroči, da se tudi sam ekosistem v celoti spremeni.²

Nepopravljive posledice ima za domorodne vrste tudi križanje s tujerodnimi vrstami. Če je tujerodna rastlina uspešnejša pri razmnoževanju, bo postopoma nadomestila domorodno vrsto ali pa se bodo ohranili zgolj križanci. Znani so tudi primeri, v katerih tujerodna starševska vrsta ni bila invazivna, njen križanec pa.¹⁻²

V Sloveniji so izredno razširjene invazivne tujerodne rastline japonski dresnik, octovec, žlezava nedotika, raznozobni grint ipd. Omenjene rastline se pri nase nenadzorovano širijo in razraščajo, ter tako negativno vplivajo na ljudi in okolje. Trenutno se jih pri nas lahko znebimo le s sežiganjem.¹

2. 1. 1 Raznozobi grint (*Senecio inaequidens*)

Raznozobi grint (*Senecio inaequidens*) je rastlina, katere življenjska doba znaša od pet do sedem let ter je široko razrasla trajnica, ki lahko zraste od 20 do 80 cm v višino. Listi so ozki, nepecljati in dolgi od 2 do 10 cm, v širino pa merijo približno 1 cm. Praviloma so goli, po robu imajo pogosto različno velike zobce. Cvetovi so rumene barve, v številnih rumenih koških pa dosežejo premer do 25 mm (*Slika 1*). Rastlina cveti od julija pa vse do zmrzali; tam, kjer ne zmrzuje, cveti tudi januarja. Plodovi (rožke) so zelo drobni, veliki od 2 do 3 mm, s tankimi ščetinami. Korenine so razmeroma plitve in valjaste.¹



Slika 1. Raznozobi grint (Senecio inaequidens).

Senecio inaequidens izvira iz Južne Afrike (JAR, Lesoto). Kljub temu, da je afriškega izvora, je na mraz zelo dobro prilagojen, zato se predvideva, da izvira iz gorskih predelov Južne Afrike. V Nemčijo, Italijo in Francijo je bil zanesen ob koncu 19. stoletja, najverjetneje z uvozom volne. V Slovenijo se je razširil iz Italije. Pri nas so ga prvič opazili leta 1991 pri Podpeči na Primorskem. Dandanes je razširjen marsikje po Srednji, Zahodni in Južni Evropi. Pri nas ga največ zasledimo na Primorskem, kjer se od robov cest širi tudi v notranjost.³

Uspeva na sončnih ruderalnih območjih, kjer je vegetacija prizadeta zaradi različnih motenj, to je ob cestah in železnicah, bolj popasenih pašnikih, v vinogradih in sadovnjakih, požariščih in posekah ter na nasipališčih. Zelo dobro je odporen na sušni stres. Ponekod poseljuje grušč in gole skale. Manj konkurenčen je na svežih do vlažnih, bolj globokih tleh, z gosto vegetacijo.³ Razmnoževanje poteka s semeni oziroma s plodovi, katerih je na posamezni rastlini tudi do 30 000. Majhna masa plodov omogoča hitro širjenje rastline z vetrom, vozili, živali ipd. Kot pomembna prilagoditev na nestabilno okolje se kaže tudi različno hitra kalitev semen. Na rastlini istočasno najdemo cvetoče koške in povsem zrela semena.³

Kot večina grintov, je tudi ta zelo strupen za človeka in živali. Razlog je v vsebnosti jetrom nevarnih pirolizidinskih alkaloidov. Živali se rastlini večinoma izogibajo, vendar se kljub temu pojavljajo primeri zastrupitev in poginov. V primeru velike razraščенosti je zelo nevaren v mrvi. Ob paši čebel toksini raznozobega grinta prehajajo tudi v med. Med evropskimi parazitskimi žuželkami in glivami še ni bilo odkrite nobene takšne, ki bi izrazito škodovala raznozobemu grintu.³

2. 1. 2 Octovec (*Rhus typhina*)

Octovec (*Rhus typhina*) ima od 30 do 60 cm dolge liste, sestavljene iz 13 do 27 lističev, ki so dolgi od 6 do 12 cm. Listi imajo grobo nazobčani rob. Zgornji deli lističev so temno zeleni, spodnji pa nekoliko svetlejši, jeseni pa se obarvajo v rdeče odtenke. Za octovec je značilna široka dežnikasta krošnja. Na poganjkih in mladih vejah lahko zasledimo dlačice. Drevo zraste do 7 m v višino.⁴

Gre za dvodomno rastlino. Junija oziroma julija se pojavijo majhni rumeno zeleni cvetovi, združeni v pokončna socvetja. Na ženskih rastlinah se konec poletja razvijejo koničasti, štrleči, rdeči in dlakavi plodovi, ki so združeni v pokončna koničasta soplodja, ki ostanejo na drevesu vse do pomladi (*Slika 2*).⁵⁻⁶



Slika 2. Plod octovca (*Rhus typhina*).



Slika 3. Plod octovca (*Rhus typhina*).

Gre za manjše drevo oziroma grm (*Slika 3*), katerega izvor je Severna Amerika. Pri nas se pogosto pojavlja kot okrasno drevo. Beseda »octovec« izbira iz stare besede »ocet«, ki pomeni kis, saj so nekoč severnoameriška domorodna plemena iz te rastline pripravljala pijačo, ki je spominjala na limonado.⁴

Rastlina se pogosto pojavlja na vrtovih, na opuščenih mestnih površinah in ob robovih gozdov. Koreninski sistem, iz katerega poženejo mladi poganjki, omogoča bujno razraščanje v neposredno okolico, ter tako negativen vpliv na okolje. Zaradi tega so možni zelo gosti sestoji in izrivanje domorodnih vrst.^{4,7}

2. 1. 3 Ameriške borovnice (*Vaccinium corymbosum* L.)

Ameriške borovnice (*Vaccinium corymbosum* L.) rastejo v obliki grma, ki je praviloma pokončne rasti in zraste do 2 m visoko. Veje, ki izraščajo iz podzemnega stebela, so praviloma redke, močne in drevesasto razvejane. Če so razmere ugodne, poganjki bujno izraščajo iz tal. V polni rodnosti grm doseže od 15 do 20 poganjkov. Listi so enojni, ovalne oblike, temno zeleni, prekriti s svetlečo voskasto prevleko. Na mlajših poganjkih zasledimo večje liste, na rodnih vejah pa so le-ti manjši. Jeseni se obarvajo v oranžno rdeče barve. Cvetovi borovnice so snežno do kremasto beli, s prisotnostjo rožnate ali zelenkaste barve. Je značilne zvončaste oblike. Cvetovi gradijo grozdasto socvetje. Plod je v obliki okrogle ali sploščene jagode, ki v premer meri od 1 do 2 cm. Je temno do svetle modre barve, s prisotnostjo zelenih odtenkov (*Slika 4*). Na barvo ploda vpliva tudi jakost poprha.⁸



Slika 4. Ameriške borovnice (*Vaccinium corymbosum* L.).



Slika 5. Rja ameriške borovnice.

Borovnica izhaja iz severnih delov Severne Amerike. Zelo dobro uspeva na šotnih in kislh peščenih območjih. Same borovnice ne spadajo med invazivne vrste, vendar pa se pojavlja rja ameriške borovnice (*Thekopsora minima*). Gre za glivo, ki napada liste borovnic in v Nemčiji, Belgiji, na Nizozemskem in Portugalskem že velja za invazivno (*Slika 5*).⁸⁻⁹

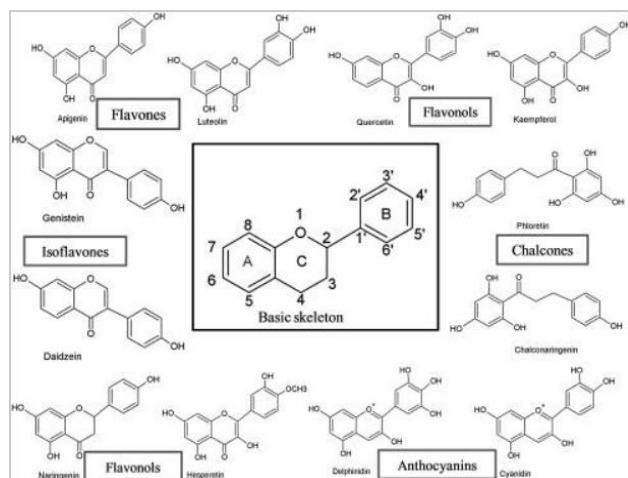
2. 2 Barvila prisotna v rastlinah

2. 2. 1 Flavonoidi

O barvilih v raznozobem grintu (*Senecio inaequidens*) je znanega malo, vendar obstajajo številne raziskave, ki navajajo, da rastline iz skupine *Senecio* vsebujejo flavonoide, ki dajejo rastlinam rumeno obarvanje.¹⁰ Flavonoidi so skupina naravnih spojin, ki vsebujejo fenolno strukturo. Najdemo jih v zelenjavi, sadju, žitih, vinu, čaju, koreninah, cvetovih, steblih itd. Zaradi antioksidativnih, protivnetnih, antikancerogenih in antimutagenim lastnostim veljajo za nepogrešljivo sestavino v medicinski, farmacevtski, prehranski in kozmetični industriji. Prav tako preprečujejo srčno-žilne bolezni. Veljajo za močne zaviralce encimov, kot so lipoksigenaza, fosfoinozimid-3-kinaza, ksantin oksidaza in ciklooksigenaza.¹⁰⁻¹¹

Flavonoide lahko pridobimo iz številnih delov rastline, kot so cvetovi in plodovi. Le-ti spadajo med fenolne spojine z nizko molekularno maso. Večino flavonoidov lahko zlahka prepoznamo kot cvetne pigmente v večini družin kritosemenk. Ne pojavljajo pa se samo v cvetovih, temveč v vseh delih rastline, kjer se sintetizirajo na določenih mestih in so odgovorni za barvo cvetov, v plodovih pa privabljajo opraševalce. Rastline ščitijo pred številnimi biotskimi in abiotičnimi stresi, kot so UV filtri; delujejo kot signalne molekule, alopatske spojine, fitoaleksini, sredstva za razstrupljanje in protimikrobne obrambne spojine.¹²

Poleg tega imajo tudi pomembno vlogo pri aklimatizaciji rastlin na toploto in odpornosti proti zmrzali. Flavonoide delimo v podskupine glede na ogljikovodikov obroč C, na katerega je pritrjen obroč B, ter stopnjo nenasičenosti in oksidacije obroča C (Slika 6). Če je obroč B vezan na položaju 3 obroča C, se imenujejo izoflavoni. Če je obroč B vezan na položaju 4, govorimo o neoflavonoidih. V primeru, da je obroč B vezan na položaju 2, pa jih lahko razdelimo na več podskupin, kot so flavoni, flavonoli, flavanoni, flavanonoli, flavanoli ali katehini, antociani in halkoni.¹³



Slika 6. Razvrstitev flavonoidov.

2. 2. 3 Antociani

Beseda »antocian« je sestavljena iz grških besed »anthos«, ki pomeni cvet, in »kyanos«, kar pomeni modra. Gre za naravne pigmente, ki zajemajo rdečo, modro in globoko vijolično barvo. Barva je odvisna od stopnje kislosti posameznega pigmenta – nižji kot je pH, bolj so rdeči pigmenti, s tem ko pH povečamo, pa dosežemo vijolično, modro, zeleno in nato rumeno barvo. Glede na pH ločimo več vrst antocianov in njihovih derivatov. Antociani so v večini naravni pH-indikatorji, ki se različno obarvajo glede na pH.¹⁴

Tabela 1. Primeri nekaterih antocianov, v katerih živilih jih najdemo in sprememba barve glede na pH.

Vir: <https://sciennotes.org/anthocyanins-definition-benefits-sources/> (pridobljeno 2. 2. 2022)

Antocianin	Kje ga najdemo?	Barva
cianidin	grozdje, robide, borovnice, brusnice, maline, jabolka, rdeče zelje	pH < 3: rdeča pH 3-11: vijolična pH >11: modra
delphinidin	vijolice, brusnice, granatno jabolko	pH < 3: modra pH 3-11: vijolična pH > 11: rdeča
maldvidin	cvetovi jegliča, rdeče vino, borovnice	kisel pH: rdeča nevtralen pH: rdeča bazičen pH: modra
pelargonidin	jagode, robide, rdeča redkev, fižol	rdeča
peonidin	vrtnice, brusnice, slive, črni riž	pH < 3: rdeča pH 3-5: rumenkasto rožnata pH 5-8: rdečkasto vijolična pH > 8: modra
petunidin	petunije, aronije, muškato grozdje	temno rdeča do temno vijolična

Antociani so prisotni v borovnicah, sumaku (*Rhus typhina*) paradižniku, robidah, malinah, rabarbari, ribezu, rdečem zelju, jajčevcih, češnjah ipd.¹⁴ Ko jagodičevje zmečkamo ali kuhamo, pride do kemične reakcije, pri čemer se pH poveča, barva pa iz modre preide v vijolično. Najverjetneje je razpon rdeče do vijolične barve evolucijska prilagoditev, ki so jo rastline razvile kot sredstvo za privabljanje živali.¹⁴⁻¹⁵

Antociani načeloma nimajo okusa, vendar dajejo hrani določen trpki oziroma grenak okus. Antociani imajo običajno na tretjem ogljikovem atomu vezano hidroksilno skupino, na katero se molekule sladkorja preko O-glikozidne vezi vežejo nanj. Monosaharide zastopajo glukoza, galaktoza, arabinoza, ksiloza in ramnoza, lahko pa se ti povežejo v di- ali trisaharide. Še dodatno razlikovanje med antociani pa dosežemo z aciliranjem, ko se acilne skupine vežejo na hidroksilne skupine sladkorjev.¹⁴

2. 3 Načini barvanja tekstila in uporaba naravnih barvil

2. 3. 1 O barvilih in barvanju

Pri postopku barvanja mora barvilo postati tesno in enakomerno povezano s specifičnim materialom, pri tem želimo doseči odpornost na vlago, toploto in svetlobo, torej obstojnost. Gre za kemične in fizikalne interakcije med barvilom in tkanino. Med postopkom barvanja se morajo molekule barvila umestiti v mikrostrukturo vlakna. Takšna barvila so reaktivna barvila. Obstajajo tudi takšna barvila, ki jih preprosto nanese s potopitvijo tkanine v vodno raztopino barvila; to so direktna barvila.¹⁶

2. 3. 2 Struktura vlaken

Molekule vlaken so polimerne verige ponavljajočih se enot petih glavnih kemičnih vrst. Volna, svila in usnje so beljakovine, ki so polimeri α -aminokislin. Vsako verigo sestavlja niz amidnih vezi, ki so ločene z enim ogljikom, na katerega je vezana skupina R, značilna za vsako aminokislino. Skupine lahko vsebujejo kisle ali bazične substituentne, ki lahko služijo kot mesta za elektrostatične interakcije z barvili. Poliamidi (najloni) so sintetični analogi beljakovin, ki imajo amidne skupine ločene z ogljikovodikovih verig. Izdelani so lahko s presežkom bodisi terminalnih amino skupin bodisi s presežkom karboksilnih kislin. Le-te in amidne skupine predstavljajo mesta za polarne interakcije z barvili. Celuloza je linearni polimer z nekaj tisoč enotami glukoze, vsaka s tremi prostimi hidroksilnimi skupinami, ki so lahko obsežno vezane na vodikove vezi.¹⁷

2. 3. 3 Zadrževanje barvila

Na barvanje vplivajo polarna in ionska privlačnost, vodikove vezi, Van der Waalove sile in topnost.¹⁰ Privlačne ionske interakcije najdemo v anionskih (kislinskih) in kationskih (bazičnih) barvilih, ki imajo negativno in pozitivno nabite skupine. Te skupine privlačijo polarnost na vlaknu. Po istem principu delujejo barvila za barvanje. Z jedkanjem tkanino predhodno obdelamo s kovinskimi solmi, ki se dopolnijo s polarnimi skupinami vlaken, da tvorijo polarizirana mesta za boljšo interakcijo z molekulami barvila.¹⁸⁻²⁰

V privlačne interakcije so lahko vključene tudi neionske skupine. Zaradi večje elektronegativnosti dušika, kisika in žvepla v primerjavi z ogljikom in vodikom, se v prisotnosti teh poveča elektronska gostota na njihovih atomskih mestih, tiste pri sosednjih atomih pa se zmanjšajo. O-H vez je polarna in lahko pride do privlačne interakcije med kisikom ene in vodikom druge veze. Podobne, vendar šibkejše privlačne sile delujejo med drugimi tesno razporejenimi polariziranimi skupinami. Gre za Van der Waalsove interakcije, ki so učinkovite za adsorpcijo barvila, če gre za majhno ločitev med molekulami. Te interakcije so pomembne za celulozo, ki ima precej velike ravninske površine, na katere se molekule barvila privlačijo.¹⁸⁻

20

2. 3. 4 Tekstilna barvila

Reaktivna barvila so aromatske spojine, ki vsebujejo skupine, ki tvorijo kovalentne vezi med hidroksilno skupino bombaža in med ogljikovim atomom barvila. Gre za vodotopna barvila, ki so nagnjena k hidrolizi. Na material se vežejo 80–90 %, približno 10 % pa jih gre v obliki hidroliziranih vodikov v odpadno vodo. V vodi netopna disperzna barvila se uporabljajo za barvanje poliestra. Koščki barvil se zarežejo v površino vlaken in jih tako obarvajo. S pomočjo alkalije in reducenta prej v vodi netopna reduktivna barvila postanejo topna. Temu sledi barvanje materiala, za tem pa s pomočjo vode in oksidanta postane netopna. Pigmentna barvila uporabljajo za tiskanje na površino tkanine. Vzorec, ki ga natisnemo vsebuje tudi sredstva, ki barvilo učinkovito vežejo na material.¹⁷

2. 3. 5 Uporaba naravnih barvil

V 19. stoletju so bili umetniški izdelki in izdelki za vsakdanjo rabo barvani samo z naravnimi barvili in anorganskimi ioni. Barvila so bila zelo draga in so imela pomembno vlogo v blagovnem in denarnem trgovanju. Naravna barvila so uporabljali za tkanine, posodo, slikanje in za ličenje. Stari izdelki, ki smo jih ohranili do danes, so večinoma pobarvani rumeno, rdeče in rjavo v kombinaciji z ogljeno črno. Odkritje indiga je čez čas omogočilo tudi barvanje z modro barvo. Zaradi slabe obstojnosti klorofila, so zeleni odtenki redki.²¹

Pri tradicionalnem barvanju tkanin so uporabljali naravna barvila in jedkala ali čemaže. Postopki jedkanja so bili velikokrat skrivnost lastnikov barvarn. Za rdeče odtenke so uporabljali karminsko rdečilo ali košenilja, alizarin, barvilo lak in kermezinsko rdečilo ali kermes. Alizarin

je rastlinskega izvora, ostale so pridobivali iz insektov. Za oranžno barvo so vzeli lavson iz hene, za rjavo juglon iz oreha. Iz indiga so dobili modro barvo. S kombinacijami so pripravili različne barvne odtenke.¹⁶⁻¹⁷

2. 4 Navadna maceracija

Maceracija (*Slika 7*) je vrsta ekstrakcijskih tehnik, ki jo izvajamo na sobni temperaturi. Rastlino potopimo v določeno tekočino (alkohol, voda, olje ...) znotraj nepredušne posode za različno časovno obdobje, ki je odvisno od količine uporabljenega materiala in tekočine. Preden rastlino potopimo v topilo, jo moramo oprati in ločiti od ostalih materialov, ki niso primerni za maceracijo



Slika 7. Vzorec za maceracijo.

(plevel, skale, pesek ...). Rastline lahko uporabimo suhe ali sveže, odvisno kakšen končni izdelek želimo. Da je postopek uspešnejši rastline narežemo na majhne koščke, saj tako povečamo stik med rastlinskim materialom in topilom. Če so koščki preveliki, topilo ne more prodreti do najglobljih celic, če pa so zelo majhni pa pride do izgube hlapnih učinkovin (eterična olja), oteži pa se tudi filtracija rastlinskega materiala po končani maceraciji.²²

Glede na kemično sestavo spojin, ki jih vsebuje rastlina, izberemo temu primerno topilo. Pri tem moramo biti pozorni na topnost in uporabljeno ekstrakcijo. Večinoma se kot topilo uporablja alkohol, saj lahko ekstrahira večje dele molekul (aktivne sestavine), ki jih rastlina vsebuje, vključno z molekulami, ki so hidrofilne ali lipofilne. Olje uporabimo takrat, ko želimo izolirati zgolj maščobe, vodo pa za ekstrakcijo hidrofilnih sestavin.²²

2. 5 Ekstrakcija po Soxhletu

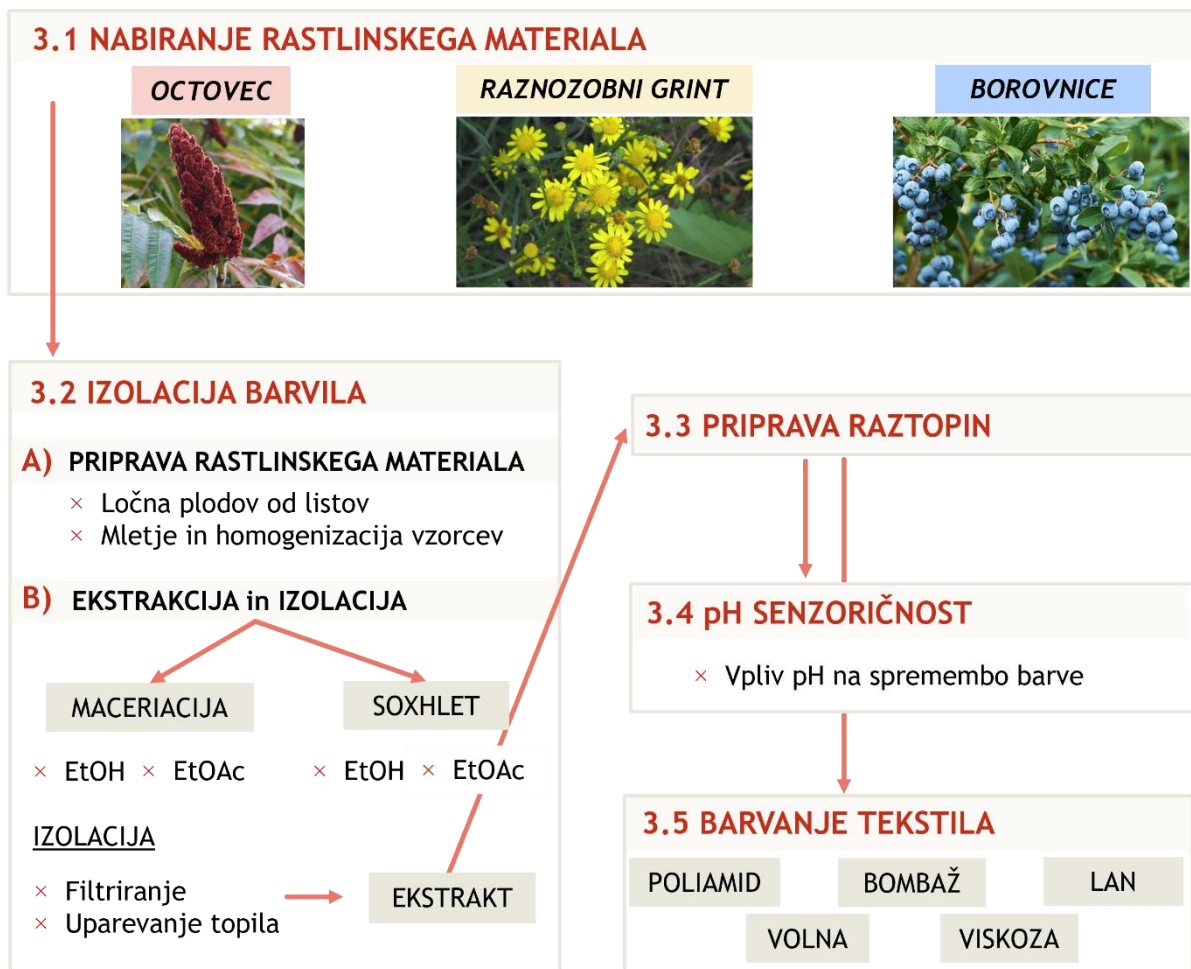
Za to ekstrakcijo potrebujemo Soxhletov aparat (*Slika 8*), katerega sestavljajo destilacijska bučka, ekstrakcijska komora in hladilnik. Topilo v aparatu kroži, pri čemer iz trdne snovi dobimo želeno snov. Ob tem se v ekstrakcijski komori nabira sveže ekstrakcijsko topilo, ki ekstrahira trdno snov v filtrirnem tulcu. Tulec pokrijemo z vato, s čemer preprečimo uhajanje trdne snovi iz njega. Glede na izbrano ekstrakcijsko topilo izberemo temperaturo vrelišča le-tega, pri čemer pare potujejo po cevi do hladilnika, kjer se utekočinijo. Pri tem kondenzat steče na filtrirni tulec, v katerem se nahaja trdna snov. Za tem ko raztopina v ekstrakcijski komori doseže višino odtoka, steče raztopina nazaj v bučko in postopek se spet ponovi. Ko se pretoki raztopine večkrat ponovijo je le-ta v bučki vedno bolj koncentrirana, kar pomeni da dobimo močno koncentrirano raztopino. Potem ko po določenem času odstranimo tulec iz ekstrakcijske komore, se ekstrakcija zaključi in ekstrakt je pripravljen na naslednji postopek.²³



Slika 8. Soxhletov aparat.

3 METODE DE LA

V okviru raziskovalnega dela sem v prvem delu na območju Radoslavcev nabrala rastlinski material. Kot vir rastlin sem uporabila invazivni tujerodni rastlini octovec (*Rhus typhina*) in raznozobi grint (*Senecio inaequidens*) ter ameriške borovnice. Zatem je sledila izolacija barvila. Rastline sem najprej homogenizirala ter jih zdrobila na manjše dele. Iz posameznih plodov sem z uporabo dveh različnih metod ter dveh topil izolirala barvila. Pridobljene ekstrakte sem uporabila za pripravo raztopin, ki so bile v končnem delu uporabljene za preverjanje vpliva pH vrednosti na barvne spremembe ter za barvanje tekstilnega materiala. Načrt dela je predstavljen v spodnji Shema 1.



Shema 1. Zasnova laboratorijskega dela.

3. 1 Nabiranje rastlinskega materiala

Invazivki octovec (*Rhus typhina*) in raznozobi grint (*Senecio inaequidens*) sem v poletnih mesecih poiskala na bližnjem travniku v Radoslavcih, jih nabrala ter iz plodov v čim večji meri odstranila vse zelene dele, ki vsebujejo klorofil in bi lahko vplivali na ekstrakcijo barvil. Rastline sem zapakirala v vrečke, jih označila in dala v zamrzovalnik, kjer so bile shranjene do začetka izvajanja raziskovalnega dela. Ameriške borovnice sem nabrala na domačem vrtu in jih prav tako shranila v zamrzovalniku. Pripravljen rastlinski material je prikazan na *Slika 9*.



Slika 9. Nabrane rastline.

Pred izvedbo eksperimentalnega dela sem nabrala poleg predhodno omenjenih rastlin tudi navadno krvenko (*Lythrum salicaria*) in Davidovo budlejo (*Buddleja davidii*). Slednji nisem uporabila pri eksperimentalnem delu, saj sem čez poletje nabrala premajhno količino plodov, septembra pa plodov več ni bilo.

3. 2 Izolacija barvila

A) Priprava rastlinskega materiala

Rastlinski material sem 24 h pred pričetkom izvajanja eksperimentalnega dela vzela iz zamrzovalnika, da so se plodovi (octovec, raznozobi grint) odtalili in posušili. Borovnice sem uporabila odtaljene, vendar mokre.

7,3 g posamezne rastline sem naprej natehtala ter jih dala v terilnico. Kot je prikazano na *Slika 10* in *Slika 11*, sem v terilnici material dobro zmečkala in premešala.



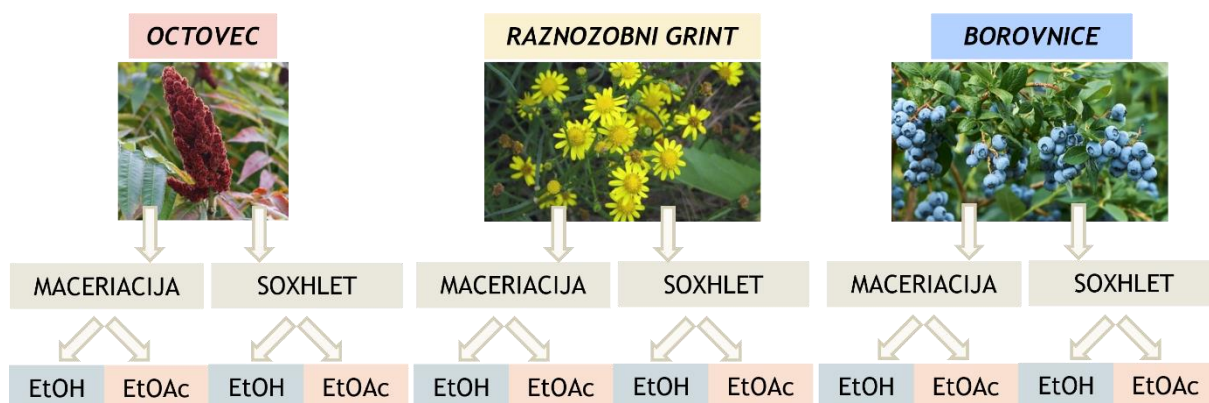
Slika 10. Pripravljanje vzorca.



Slika 11. Pripravljena vzorca.

B) Ekstrakcija

Pripravljen rastlinski material octovca, raznozobnega grinta in borovnic sem v nadaljevanju uporabila za izolacijo barvil. Za ekstrakcijo sem uporabila klasično maceracijo in Soxhletovo ekstrakcijo. Pri tem sem testirala dve različni topili: etanol in etil acetat (*Shema 2*).



Shema 2. Shematski prikaz poteka ekstrakcije.

Najprej sem plodove octovca ekstrahirala v etil acetat z uporabo klasične maceracije (*Slika 12*). Zatem sem enako izvedla še z uporabo etanola ter ponovila na ostalih dveh rastlinah. Iz vseh treh rastlin sem barvila izolirala nato s Soxhletovo ekstrakcijo (*Slika 13*). Tudi v tem primeru sem preverila kakšen vpliv ima uporaba topila (etanol, etil acetat) na izolacijo barvila.



Slika 12. Klasična maceracija.



Slika 13. Soxhletova ekstrakcija.

Postopek ekstrakcije: Predhodno zmečkan in homogeniziran rastlinski material (7,3 g) sem dala v bučko ter dodala 100 mL topila (EtOH, EtOAc) ter nekaj kapljic klorovodikove kisline. Zatem sem pripravila aparaturo za maceracijo in za Soxhletovo ekstrakcijo ter izvedla postopek ekstrakcije pri povišani temperaturi 1 h. Po pretečenem času sem zmes ohladila na sobno temperaturo ter ostanek rastlinskega materiala prefiltrirala (*Slika 14*), da sem dobila bistro tekočino brez delčkov (*Slika 15*). Zatem sem topila uparila pod znižanim tlakom z uporabo rotavaporja ter tako pridobila suhe ekstrakte različnih barv (*Slika 16*). S tehtanjem bučke pred in po odstranitvi topila sem določila mase pridobljenih ekstraktov ter izračunala izkoristke ekstrakcij.



Slika 14. Filtriranje vzorca.



Slika 15. Dobljene raztopine vzorcev.



Slika 16. Ekstrakti.

3.3 Priprava raztopin

Po izolaciji barvil sem nadaljevala s pripravo raztopin, ki sem jih v poglavju 3.4. uporabila za proučevanje spremembe barve glede na pH vrednost ter v poglavju 3.5. za barvanje tekstilnega materiala. V merilni valj sem nalila 78,4 mL vode in dodala etanol do oznake 80 mL. 40 mg predhodno pridobljenega in posušenega barvila sem natehtala (*Slika 17*) in raztopila v mešanici vode in etanola (*Slika 18*). Če se ekstrakt ni dobro raztopil, sem dodala še nekaj kapljic etanola. Pripravljene raztopine sem uporabila v poglavjih 3.4 in 3.5.



Slika 17. Tehtanje vzorca.



Slika 18. Raztopina barvila.

3. 5 pH senzoričnost

Številna barvila so pH senzorična in spreminjajo svojo barvo v ozkem pH območju. Posledično sem želela preučiti ali so ekstrakti, ki sem jih izolirala odvisni od pH vrednosti. Pri delu sem uporabila raztopine pufrov s pH vrednostjo 1, 4, 7, 10 in 13 (*Slika 19* in *Slika 20*).



Slika 19. Pripravljanje pufra.



Slika 20. Pripravljanje pufra.

Postopek za pripravo pufrov:

- **pH 1:** Pripravila sem 0,1 M raztopino klorovodikove kisline (HCl), pri čemer je bil volumen raztopine 250 mL, gostota $1,19 \frac{g}{mL}$, masni delež pa 37 % (podatka o gostoti in masnem deležu sem pridobila na embalaži klorovodikove kisline). Iz množinske koncentracije sem izračunala maso topljenca. Slednji podatek sem vstavila v enačbo za molsko maso in izračunala maso topljenca. Nato sem uporabila enačbo za masni delež in prišla do rezultata za maso raztopine. Na koncu sem še uporabila enačbo za gostoto in izračunala volumen topljenca. Na podlagi izračunov sem v 250 mL merilno bučko nalila 2,08 mL HCl in dolila vodo do oznake.
- **pH 4 in pH10:** Kapsuli s pH 4 in pH 10 sem raztopila v 100 mL vode in dobro premešala.
- **pH 7:** Destilirana voda.
- **pH 13:** Pripravila sem 0,1 M raztopino natrijevega hidroksida (NaOH), pri čemer je bil volumen raztopine 250 mL. Iz enačbe za množinsko koncentracijo sem naračunala množino topljenca. To pa sem vstavila v enačbo za molsko maso in izračunala maso topljenca. Po izračunih sem v 250 mL merilno bučko dala 1 g natehtanega trdega natrijevega hidroksida, nalila nekaj vode in dobro premešala. Ko sem dobila homogeno zmes, sem dolila vodo do oznake.

Postopek za preverjanje vpliva pH na spremembo barve raztopine:

Z vsakim izoliranim ekstraktom sem naredila kapljični poskus, kjer sem kapljici raztopine z določeno pH-vrednostjo dodala kapljico raztopine barvila (pripravljena v poglavju 3.3). Rezultati sprememb barv glede na pH vrednost se nahajajo v poglavju 4. 2.

3. 6 Barvanje tekstila

V zadnjem delu raziskovalnega dela sem z vsemi pripravljenimi raztopinami iz poglavja 3.4 pobarvala tekstilni material. Kot tekstil sem uporabila lan, bombaž, volno, viskozo in poliamid.

Priprava tekstila: Tekstilni material sem pred pričetkom barvanja s sterilnimi škarjami narezala na kvadratke velikosti 4×4 cm.

Raztopine za barvanje: Barvanje tekstila sem izvedla v raztopini pri tisti pH-vrednosti, pri kateri je bila raztopina najbolj intenzivno obarvana. Teste vpliva pH sem opisala v poglavju 3.5. V primeru uporabljene raztopine, ki je različna od pH 7 sem pripravljene raztopine barvila v poglavju 3.4 dodala 10 mL puфра z željeno pH-vrednostjo. S pH-metrom sem preverila, da ima končna raztopina ustrezno pH-vrednost.



Slika 21. Barvanje tekstilnega materiala.

Izvedba barvanja: V večjo čašo sem dala magnet in koščke tekstilnih materialov, da so bili le-ti enakomerno razporejeni. Nato sem dolila raztopino za barvanje ter dala čašo na magnetno mešano. Barvanje sem izvajala 1 h pri temperaturi 80 °C. Temperaturo sem preverjala s termometrom, čašo pa izolirala z ALU folijo, da sem zmanjšala možnost nihanja temperature (*Slika 21*). Po pretečenem času sem raztopino ohladila na sobno temperaturo ter materiale s pinceto pobrala iz raztopine. Materiale sem nato sprala s hladno vodo dvakrat po 10 min. Oprane materiale sem zložila na plastične krožnike ter jih sušila 24 h pri sobni temperaturi (*Slika 22*).



Slika 22. Materiali po končanem barvanju.

Skupno sem pobarvala 60 vzorcev tekstilnega materiala, saj sem uporabila pet različnih vrst tekstila, ki sem jih pobarvala z barvili, pridobljenimi iz treh različnih rastlinskih vrst, z dvema metodama in dvema topiloma. Shematski prikaz dela prikazuje *Shema 3*.

OCTOVEC				RAZNOZOBNI GRINT				AMERIŠKE BOROVNICE			
MACERACIJA		SOXHLET		MACERACIJA		SOXHLET		MACERACIJA		SOXHLET	
EtOH	EtOAc	EtOH	EtOAc	EtOH	EtOAc	EtOH	EtOAc	EtOH	EtOAc	EtOH	EtOAc
PA	PA	PA	PA	PA	PA	PA	PA	PA	PA	PA	PA
VO	VO	VO	VO	VO	VO	VO	VO	VO	VO	VO	VO
BO	BO	BO	BO	BO	BO	BO	BO	BO	BO	BO	BO
VIS	VIS	VIS	VIS	VIS	VIS	VIS	VIS	VIS	VIS	VIS	VIS
LAN	LAN	LAN	LAN	LAN	LAN	LAN	LAN	LAN	LAN	LAN	LAN

Shema 3. Shematski prikaz izoliranih vzorcev ter pobarvanega tekstilnega materiala. PA (poliamid), VO (volna), BO (bombaž), VIS (viskoza).

4 REZULTATI DELA IN RAZPRAVA

4. 1 Izolacija barvil

Posušene ekstrakte pridobljene z navadno maceracijo in Soxhletovo ekstrakcijo, z uporabo etanola in etil acetata, sem stehtala ter izračunala izkoristke izolacije. Spodnja *Tabela 2* prikazuje maso začetnega rastlinskega materiala ter maso pridobljenega ekstrakta.

Tabela 2. Mase uporabljenih rastlinskih materialov ter mase izoliranega ekstrakta.

	Maceracija		Soxhlet	
	etanol	etil acetat	etanol	etil acetat
Octovec, masa (rastlinski material)	7,30 g	7,30 g	7,30 g	7,30 g
Octovec, masa (ekstrakta)	0,85 g	0,23 g	1,19 g	0,18 g
Raznozobi grint, masa (rastlinski material)	7,30 g	7,30 g	7,30 g	7,30 g
Raznozobi grint, masa (ekstrakta)	0,24 g	0,22 g	0,55 g	0,22 g
Borovnice, masa (rastlinski material)	7,30 g	7,30 g	7,30 g	7,30 g
Borovnice, masa (ekstrakta)	0,14 g	0,12 g	0,27 g	0,20 g

Izkoristke ekstrakcije sem podala kot maso ekstrakta glede na maso začetnega rastlinskega materiala v odstotkih. Pridobljene vrednosti so prikazane v *Tabela 3*.

Tabela 3. Izkoristki ekstrakcij.

	Maceracija		Soxhlet	
	etanol	etil acetat	etanol	etil acetat
Octovec	11,66 %	3,19 %	16,26 %	2,46 %
Raznozobi grint	3,22 %	3,07 %	7,47 %	2,99 %
Borovnice	1,95 %	1,63 %	3,64 %	2,80 %

Rezultati prikazujejo, da sem največji delež ekstrakta izolirala iz octovca s Soxhletovo ekstrakcijo v etanolu (16,26 %), sledi maceracija octovca v etanolu (11,66 %) ter Soxhletova ekstrakcija Raznozobnega grinta v etanolu (7,47 %) in njegova maceracija v etanolu (3,22 %).

Če primerjam uspešnost ekstrakcije v topilih etanol in etil acetat, lahko povzamem, da sem z uporabo polarnega topila etanola izolirala večji delež spojin, kot z uporabo etil acetata. Rezultati so posledica prisotnih polarnih spojin v rastlinskem materialu, ki so se dodatno izločile ob uporabi polarnega topila etanola. V primeru uporabe etil acetata pa se zaradi slabe topnosti polarnih molekul v njem, le-te niso izločile. Katere spojine so se v primeru uporabe posameznih topil izločile, bi lahko ugotovili z uporabo HPLC kromatografije, ki pa je za naše trenutno znanje prezahtevno.

V splošnem sem največ ekstrakta pridobila iz octovca, sledi raznozobni grint, izkoristek ekstrakcije iz ameriških borovnic pa je bil najslabši.

4. 2 Vpliv pH-vrednosti na barvne spremembe raztopin

Vpliv pH-vrednosti na spremembo barve sem preverila na vseh pridobljenih raztopinah.

4. 2. 1 Raznozobi grint

Spodnja *Tabela 4* prikazuje vpliv pH na barvo ekstrakta pridobljenega iz raznozobnega grinta. Kot lahko vidimo je barva ekstrakta, ki sem ga pridobila z maceracijo v etil acetat v nevtralnem mediju brezbarvna, v primeru uporabe etanola ali metode Soxhlet pa blede rumena. V primeru obeh metod in ob uporabi katerega koli topila je barva najbolj intenzivna pri pH 13. Posledično sem barvanje tekstilnega materiala izvedla z ekstraktom iz raznozobnega grinta v bazičnem mediju (pH 13).

Tabela 4. Vpliv pH na barvne spremembe ekstrakta pridobljenega iz raznozobnega grinta.

pH	1	4	7	10	13
Maceracija EtOAc					
Maceracija EtOH					
Soxhlet EtOAc					
Soxhlet EtOH					

4. 2. 2 Octovec

Ekstrakt octovca je ne glede na uporabljeno metodo (maceracija, Soxhlet) z ekstrakcijo v etil acetat pri pH 7 brezbarven. Svetlo rumene odtenke barve sem zaznala pri pH 13. Z uporabo etanola pa so raztopine ne glede na uporabljen pH obarvale rumeno rjavo. S povečevanjem pH-vrednosti se intenziteta barve nekoliko poveča. Posledično sem tekstil z ekstrakti iz octovca barvala pri pH 13. Barvna sprememba raztopine v odvisnosti od pH je prikazana v *Tabela 5*.

Tabela 5. Vpliv pH na barvne spremembe ekstrakta pridobljenega iz octovca.

pH	1	4	7	10	13
Maceracija EtOAc					
Maceracija EtOH					
Soxhlet EtOAc					
Soxhlet EtOH					

Pri ekstrakciji smo v vseh primerih uporabili klorovodikovo kislino. Da bi preverila ali je njen dodatek nujno potreben sem izvedla maceracijo z etil acetatom tako s kislino kot brez, ter z obema vzorcema preverila vpliv pH na spremembo barve (**Napaka! Vira sklicevanja ni bilo mogoče najti.**). Na podlagi rezultatov sem ugotovila, da dodatek kisline poveča delež izoliranega barvila. V primeru ekstrakcije brez dodatka HCl je prišlo do blede rumenega obarvanja šele pri pH 13, medtem ko sem delno obarvanje ob dodatku HCl zaznala tudi pri nižjih pH-vrednostih.

Tabela 6. Vpliv pH na spremembo barve vzorcev izoliranih iz octovca z uporabo HCl in brez nje.





















pH	1	4	7	10	13
HCl					
Brez HCl					

4. 2. 3 Ameriške borovnice

V primeru ameriških borovnic je bila pH-lestvica bolj pestra. Kot lahko vidimo iz **Napaka! Vira sklicevanja ni bilo mogoče najti.** se barva izoliranega ekstrakta spreminja intenzivno s pH-vrednostjo. V kislem je raztopina obarvana rdečkasto, v nevtralnem rumeno-rjavo ter v bazičnem rumeno.

Tekstilni material sem z ekstraktom, ki sem ga macerirala v EtOAc barvala v nevtralnem mediju, z ekstraktom pridobljenim z maceracijo v EtOH pri pH 10 in pH 13. V primeru Soxhletove ekstrakcije v EtOAc in EtOH sem barvanje izvedla v kislem mediju (pH 1), saj je bila raztopina obarvana rdeče.

Tabela 7. Vpliv pH na barvne spremembe ekstrakta pridobljenega iz ameriških borovnic.

pH	1	4	7	10	13
Maceracija EtOAc					
Maceracija EtOH					
Soxhlet EtOAc					
Soxhlet EtOH					





















4. 3 Barvanje tekstilnega materiala

Pobarvan tekstilni material sem analizirala vizualno ter ga primerjala z nepobarvanim vzorcem tekstilij. Ocenila sem ali se naravna barvila dobro ali slabo absorbirajo na tekstilni material in kako vrsta tekstilnega materiala vpliva na samo absorpcijo. Proučila sem tudi ali imata topilo in metoda izolacije ekstrakta vpliv na barvanje tekstilij.

4. 3. 1 Raznozobni grint

Tabela 8 prikazuje tekstilni material pobarvan z naravnimi ekstrakti iz raznozobnega grinta. Kot lahko vidimo, se je na poliamid dobro vezalo barvilo pridobljeno s Soxhletovo ekstrakcijo. Ekstrakt pridobljen iz etanola je tekstil pobarval zeleno, iz etil acetata pa rjavkasto. Slabše se je na poliamid vezalo barvilo pridobljeno z maceracijo. Pri barvanju volne je bila absorpcija barvila visoka v primeru vseh uporabljenih barvil. Volna se je obarvala rjavo zeleno. Bombaž se je obarval najbolj intenzivno z ekstraktom pridobljenim s Soxhletovo ekstrakcijo v etanolu, nekoliko manj s Soxhletovo ekstrakcijo v etil acetatu, ter izredno šibko z ekstrakti pridobljenimi z maceracijo. Do vezave barvila na viskozo in lan pa na žalost ni prišlo, oziroma je bila absorpcija izredno šibka in zanemarljiva.















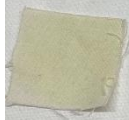










Tabela 8. Tekstilni material pobarvan z ekstrakti iz raznozobnega grinta.

	MACERACIJA		SOXHLET	
	EtOH	EtOAc	EtOH	EtOAc
POLIAMID				
VOLNA				
BOMBAŽ				
VISKOZA				
LAN				

4. 3. 2 Octovec

Izrazitejše obarvanje sem dosegla z ekstrakti iz octovca. Rezultati so prikazani v spodnji *Tabela 9*. Vzporedno sem pobarvala tekstil tudi z ekstraktom pridobljenim z maceracijo v etil acetatu brez dodatka HCl. Poliamid se je intenzivno obarval z ekstraktom, ki sem ga izolirala s Soxhletovo metodo v etanolu, sledila je maceracija v enakem topilu. Do absorpcije barvila na tekstil pa ni prišlo v primeru obeh metod z etil acetatom. Do obarvanja volne je prišlo v vseh primerih. Najintenzivnejše se je tekstil ponovno obarval z etanolnimi ekstrakti. Pri barvanju bombaža sem zasledila podoben trend, le odtenki so manj intenzivni. Etanolni ekstrakti octovca so se uspešno absorbirali tudi na viskozo in lan. Slabše obarvanje viskoze sem dosegla z uporabo raztopin pripravljenih iz ekstraktov na osnovi etil acetata. Lan se z EtOAc ekstrakti sploh ni obarval.









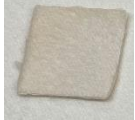
















Tabela 9. Tekstilni material pobarvan z ekstrakti iz octovca.

	MACERACIJA			SOXHLET	
	EtOH	EtOAc	EtOAc, (Brez HCl)	EtOH	EtOAc
POLIAMID					
VOLNA					
BOMBAŽ					
VISKOZA					
LAN					

4. 3. 3 Ameriške borovnice

Rezultati barvanja tekstilnih materialov poliamida, volne, bombaža, viskoze in lanu so prikazani v 10. Pri barvanju z ekstraktom iz ameriških borovnic sem dobila obratne rezultate kot v primeru uporabe ekstraktov iz octovca in raznozobnega grinta. Najintenzivnejše obarvanje poliamida sem dosegla z barvili pridobljenimi z ekstrakcijo v etil acetatu, ne glede na metodo izolacije. Tekstil je bil obarvan intenzivno rjavo. Šibko obarvanje sem zaznala tudi ob barvanju poliamida z ekstraktom borovnic pridobljenih s Soxhletom v EtOH. Z maceracijo v EtOH pa je bila absorpcija barvila zanemarljiva. Volna je absorbirala barvilo v primeru vseh petih barvanj. Najintenzivnejše rdečkasto obarvanje sem opazila pri barvanju z ekstraktom pridobljenim z maceracijo v etil acetatu. Absorpcija na bombaž in viskozo je bila izredno šibka. Najintenzivneje sta se materiala obarvala, ko je bilo barvilo pridobljeno z EtOAc. Pri barvanju lanu sem opazila, da je prišlo do največje absorpcije barvila v primeru ekstraktov na osnovi etil acetata. Etanolno pridobljeni ekstrakti so obarvali tekstilni material izredno šibko.

Tabela 10. Tekstilni material pobarvan z ekstrakti iz borovnic.

	MACERACIJA			SOXHLET	
	EtOH pH 13	EtOH pH 10	EtOAc	EtOH	EtOAc
POLIAMID					
VOLNA					
BOMBAŽ					
VISKOZA					
LAN					

Z ekstrakti pridobljenimi iz različnih rastlin sem uspešno pobarvala tekstilni material. Barve tekstilnega materiala se gibajo od rjavo zelene, rjave, rumene do rdečkaste. V splošnem poliamid, volna in bombaž dobro absorbirajo barvila, viskoza in lan pa šibkeje. Intenziteto barv bi lahko povečali s povečano koncentracijo barvila v raztopini pripravljene za barvanje.

5 ZAKLJUČEK

V okviru raziskovalne naloge sem iz plodov okolju škodljivih in hitro rastočih invazivnih tujerodnih rastlin octovca in raznozobnega grinta ter iz ameriških borovnic izolirala barvila. Barvila sem pridobila z navadno maceracijo ter Soxhletovo ekstrakcijo z uporabo etanola ter etil acetata. Tekom raziskav o vplivu pH vrednosti na barvne spremembe izoliranih barvil sem ugotovila, da je jakost barve odvisna od pH, drastičnih sprememb v barvi pa pri octovcu in raznozobnem grintu nisem opazila. Do spremembe barve v odvisnosti pH je prišlo le pri barvilu pridobljenem iz ameriških borovnic. V zadnjem delu raziskovalnega dela sem z naravnimi ekstrakti uspešno pobarvala volno, poliamid in bombaž. Barvanje sem izvedla pri povišani temperaturi v etanolnih raztopinah barvil, brez dodatka kakršnih koli mordantov, ki bi lahko dodatno povečali absorpcijo barvila na tekstil. Viskoza in lan sta se izkazala kot neprimerna za barvanje z omenjenimi naravnimi barvili. Intenzivnost obarvanja je odvisna tako od uporabljenega tekstilnega materiala, kot tudi od metode izolacije in uporabljenega topila pri ekstrakciji.

Hipoteze zastavljene v uvodnem delu lahko v treh primerih potrdim, v enem delno potrdim ter v enem popolnoma zavržem.

1. Iz invazivnih tujerodnih rastlinskih vrst (raznozobi grint, octovec) in iz ameriških borovnic lahko barvila pridobimo s pomočjo ekstrakcije. **HIPOTEZA POTRJENA**

Iz invazivnih tujerodnih rastlin in iz ameriških borovnic sem uspešno ekstrahirala barvila z dvema različnima metodama: po Soxhletu in z navadno maceracijo. Količina izoliranega ekstrakta je bila v poprečju večja z uporabo metode Soxhlet ter z uporabo etanola.

2. Boljši izkoristek barvil lahko pridobimo z ekstrakcijo po Soxhletu kot z navadno maceracijo.

HIPOTEZA POTRJENA

Izkoristek ekstrakcije je bil višji, ko sem barvila izolirali s Soxhletovo ekstrakcijo. Večji izkoristek pripisujem sami metodi, saj poteka izolacija barvila pri povišani temperaturi, ter je s tem možnost sprostitve barvila iz plodov rastline še dodatno povečana.

3. Boljši izkoristek ekstrakcije barvila bo v primeru uporabe topila etanol, kot etil acetata.

HIPOTEZA POTRJENA

Čeprav sem v nalogi iz plodov rastlin izolirala organske molekule, organsko topilo etil acetat ni dalo višjih izkoristkov v primerjavi z etanolom. Nižje izkoristke pripisujem dejstvu, da so se v etil acetat izločile večinsko organske spojine, ki so v njem topne. Le-teh pa je pa v primerjavi s polarnnejšimi spojinami v rastlinskem materialu precej manj. Slednje so boljše topne v polarnem topilu etanolu, zato je izkoristek izolacije pri tem višji.

4. Izolirana barvila iz rastlin bodo pH senzorična. **HIPOTEZA DELNO POTRJENA**

Barvila pridobljena iz octovca in raznozobnega grinta so bila v bazičnem mediju obarvana intenzivneje kot v nevtralnem in kislem mediju. Jasnega preskoka oziroma spremembe barve pa nisem zaznala. Barvno spremembo sem opazila pri ekstraktu iz borovnic, kjer se je barva spremenila iz rdeče v kislem do rumeno-rjave v nevtralnem ter do rumene v bazičnem mediju.

5. Naravni materiali (lan, bombaž in volna) bodo naravna barvila bolje absorbirali kot umetni (poliamid in viskoza). **HIPOTEZA OVRŽENA**

Uspešnost barvanja tekstilnega materiala ne morem posplošiti na naravne in umetne materiale. Poliamid, volna in bombaž so dovzetni za barvanje s pridobljenimi barvili, absorpcija barvila je precejšnja. Umetni material viskoza in naravni lan pa se nista izkazala kot primerna za vezavo pridobljenih barvil.

Glede na dosedanje rezultate bi lahko v nadaljevanju trenutno raziskovalno delo dodatno nadgradila. Proučila bi lahko ali višja temperatura ekstrakcije ter daljši čas prispevata k večjim izkoristkom. Ekstrakte bi lahko analizirala s HPLC, ki bi mi dala vpogled v spojine, ki se tekom ekstrakcije izločijo. Samo barvanje pa bi lahko izvedla v raztopinah z večjo koncentracijo barvila, saj bi bile intenzitete pobarvanega tekstila večje. Barvanje bi lahko izvedla tudi pri višjih temperaturah in daljših časih. Kot vir rastlinskega materiala bi lahko uporabili tudi druge invazivne tujerodne rastline, ki se pojavljajo v naših krajih v velikih količinah (npr.: japonski dresnik).

Ker so spojine, ki dajejo posameznim uporabljenim rastlinam obarvanje, biološko aktivne, bi lahko pobarvan tekstilni material v prihodnje testirali in preverili ali so le-ti biološko aktivni

proti različnim virusom in bakterijam. V primeru izkazane biološke aktivnosti, bi lahko tako obarvan tekstilni material uporabili v številnih aplikacijah, kjer je tekstil dovzeten za napad mikroorganizmov (športne torbe, klimatske naprave ...).

Naravna barvila pridobljena iz okolju škodljivih invazivnih tujerodnih rastlinskih vrst, ki jih trenutno v Sloveniji uničujemo le s sežiganjem, lahko uporabimo za barvanje tekstilnega materiala. Z zamenjavo naravnih barvil ne bi prispevali le k zmanjšanju uporabe strupenih umetnih barvil, vendar bi pozitivno vplivali tudi na okolje, hkrati pa bi neuporabne rastline ponovno uporabili.

6 VIRI IN LITERATURA

Viri slik:

- Slika 1: <https://www.primorski.eu/goriska/191787-nepoznana-invazija-na-gorikem-krasu-LKPR197297> (27. 1. 2022)
- Slika 2: <https://clanki.kupimprodam.si/octovec-drevo-z-velikimi-pernato-sestavljanimi-listi-ki-se-jeseni-cudovito-obarvajo/> (27. 1. 2022)
- Slika 3: <https://mojalbum.com/grmovnice/rhus-octovec/rhus-octovec-avtor-katrinca-rastline-mojforum-net/12825343> (27. 1. 2022)
- Slika 4: <https://trgovina.zelenisvet.com/izdelek/ameriska-borovnica-darrow-c3/> (27. 1. 2022)
- Slika 5: <https://www.tujerodne-vrste.info/vrste/rja-ameriske-borovnice/> (27. 1. 2022)
- Slika 6: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5465813/> (5. 2. 2022)
- Slika 7: https://sl.wikipedia.org/wiki/Antocian#/media/Slika:Cyanidin_3-O-glucoside.svg (2. 2. 2022)
- Slika 8: <https://www.klubgaia.com/si/vrtnarski-nasveti/4561-Predelava-grozdja-po-korakih> (27. 1. 2022)
- Slika 9: <https://www.leybold-shop.com/vc2-4-2-1.html> (27. 1. 2022)

Ostale slike so avtorske.

Viri tabel:

- Tabela 1: <https://sciencenotes.org/anthocyanins-definition-benefits-sources/> (pridobljeno 2. 2. 2022)

Viri:

1. Strgulc-Krajšek, S.; Bačič, M.; Jogan, J., *Invazivne tujerodne rastline v Mestni občini Ljubljana*. Mestna občina Ljubljana, Mestna uprava, Oddelek za varstvo okolja: 2016.
2. Kumar Rai, P.; Singh, J. S., Invasive alien plant species: Their impact on environment, ecosystem services and human health. *Ecological Indicators* **2020**, *111*, 106020.
3. Loizzo, M. R.; Statti, G. A.; Tundis, R.; Conforti, F.; Bonesi, M.; Autelitano, G.; Houghton, P. J.; Miljkovic-Brake, A.; Menichini, F., Antibacterial and antifungal activity of *Senecio inaequidens* DC. and *Senecio vulgaris* L. *Phytotherapy Research* **2004**, *18* (9), 777-779.
4. Wang, S.; Zhu, F., Chemical composition and biological activity of staghorn sumac (*Rhus typhina*). *Food Chemistry* **2017**, *237*, 431-443.
5. Wu, T.; McCallum, J. L.; Wang, S.; Liu, R.; Zhu, H.; Tsao, R., Evaluation of antioxidant activities and chemical characterisation of staghorn sumac fruit (*Rhus hirta* L.). *Food Chemistry* **2013**, *138* (2), 1333-1340.
6. Ravindran, P. N.; Pillai, G. S.; Divakaran, M., 28 - Other herbs and spices: mango ginger to wasabi. In *Handbook of Herbs and Spices (Second Edition)*, Peter, K. V., Ed. Woodhead Publishing: 2012; pp 557-582.
7. Kahkeshani, N.; Farzaei, F.; Fotouhi, M.; Alavi, S. S.; Bahramsoltani, R.; Naseri, R.; Momtaz, S.; Abbasabadi, Z.; Rahimi, R.; Farzaei, M. H.; Bishayee, A., Pharmacological effects of gallic acid in health and diseases: A mechanistic review. *Iran J Basic Med Sci* **2019**, *22* (3), 225-237.
8. Song, G. Q., Blueberry (*Vaccinium corymbosum* L.). In *Agrobacterium Protocols, Volume 2, Third Edition*, Wang, K., Ed. 2015; Vol. 1224, pp 121-131.
9. Babiker, E. M.; Stringer, S. J.; Smith, B. J.; Sakhanokho, H. F., Reaction of Different *Vaccinium* Species to the Blueberry Leaf Rust Pathogen *Thekopsora minima*. *Hortscience* **2018**, *53* (10), 1447-1452.
10. Cahyana, Y.; Adiyanti, T., Flavonoids as Antidiabetic Agents. *Indonesian Journal of Chemistry* **2021**, *21* (2), 512-526.
11. Badshah, S. L.; Faisal, S.; Muhammad, A.; Poulson, B. G.; Emwas, A. H.; Jaremko, M., Antiviral activities of flavonoids. *Biomedicine & Pharmacotherapy* **2021**, *140*.
12. Panche, A. N.; Diwan, A. D.; Chandra, S. R., Flavonoids: an overview. *J Nutr Sci* **2016**, *5*, e47-e47.
13. Giusti, M. M.; Wallace, T. C., Flavonoids as natural pigments. *Handbook of natural colorants* **2009**, *8*, 257.

14. Khoo, H. E.; Azlan, A.; Tang, S. T.; Lim, S. M., Anthocyanidins and anthocyanins: colored pigments as food, pharmaceutical ingredients, and the potential health benefits. *Food Nutr Res* **2017**, *61* (1), 1361779-1361779.
15. Kirby, C. W.; Wu, T.; Tsao, R.; McCallum, J. L., Isolation and structural characterization of unusual pyranoanthocyanins and related anthocyanins from Staghorn sumac (*Rhus typhina* L.) via UPLC–ESI-MS, 1H, 13C, and 2D NMR spectroscopy. *Phytochemistry* **2013**, *94*, 284-293.
16. Chattopadhyay, D. P., *Chemistry of dyeing*. 2011; p 150-183.
17. Agarwal, J.; Sonia, 13 - Dyes and dyeing processes for natural textiles and their key sustainability issues. In *Fundamentals of Natural Fibres and Textiles*, Mondal, M. I. H., Ed. Woodhead Publishing: 2021; pp 439-472.
18. Rattee, I. D., Bonds between dyes and fibres. *Science Progress (1933-)* **1964**, *52* (208), 581-592.
19. Dulo, B.; Phan, K.; Githaiga, J.; Raes, K.; De Meester, S., Natural Quinone Dyes: A Review on Structure, Extraction Techniques, Analysis and Application Potential. *Waste and Biomass Valorization* **2021**.
20. Grishanov, S., 2 - Structure and properties of textile materials. In *Handbook of Textile and Industrial Dyeing*, Clark, M., Ed. Woodhead Publishing: 2011; Vol. 1, pp 28-63.
21. Alihosseini, F.; Sun, G., 17 - Antibacterial colorants for textiles. In *Functional Textiles for Improved Performance, Protection and Health*, Pan, N.; Sun, G., Eds. Woodhead Publishing: 2011; pp 376-403.
22. Singh, J., Maceration, percolation and infusion techniques for the extraction of medicinal and aromatic plants. *Extraction technologies for medicinal and aromatic plants* **2008**, *67*, 32-35.
23. de Castro, M. D. L.; Priego-Capote, F., Soxhlet extraction: Past and present panacea. *Journal of Chromatography A* **2010**, *1217* (16), 2383-2389.