

بررسی خواص فیزیکی و شیمیایی و خواص زیست تخریب پذیری و ضد میکروبی کامپوزیت پلیمرهای زیست تخریب پذیر

امیرمحمد صیدی^۱، کامبیز تحویلدار^۲، تانیا بیگدلی^۳

^۱ کارشناسی ارشد دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران شمال (نویسنده مسئول)

^۲ عضو هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران شمال

^۳ عضو هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران شمال

چکیده

کیتوزان از مشتقات داستیل کیتین می باشد که در سخت پوستان، بند پایان، دیواره سلولی برخی از قارچ ها و پوسته میگو یافت می شود و نشاسته مهمترین و فراوانترین کربوهیدرات موجود در پیکره ی گیاهان است که به شکل دانه هایی گرد تا تخم مرغی شکل در آمیلوپلاستها (ذخیره ای) و در کلروپلاست برگهای سبز (نشاسته موقتی) از واحدهای گلوکز ساخته میشود و سلولز فراوان ترین منبع پلیمر طبیعی است که به دلیل خواص منحصر به فردش شامل تجدیدپذیری، زیست تخریب پذیری، خواص مکانیکی بالا، زیست سازگاری، و خاصیت کایرالی کاربردهای متنوعی یافته است. این مطالعه در مورد تهیه و بررسی خواص فیزیکی و شیمیایی و خواص زیست تخریب پذیری و ضد میکروبی کامپوزیت این پلیمرهای زیست تخریب پذیر می باشد. در این مطالعه ابتدا کیتوسان از پوست میگو سپس نشاسته از سیب زمینی و سلولز از پالپ پرتقال و پنبه استخراج شد. درصد خلوص هایشان با اندازه گیری تست های FT-IR گرفته شد و سپس به صورت محلول هایی اندازه گیری شده فیلم های ترکیب شده و کامپوزیت های مخلوط شده از این پلیمر ها را ساخته شد و سپس تست های حلالیت و ریزش آنها را گرفته و به صورت ترکیبی در شیر و آدامس طبیعی مخلوط گردید تا خاصیت ضد باکتری آنها بررسی شود. نتیجه نشان دهنده ی خاصیت کشسانی مخلوط کیتوسان نشاسته بیشتر نسبت به نمونه های کیتوسان و نشاسته بوده که خاصیت آنتی باکتریالی فراوانی داشته اند.

واژه های کلیدی: کیتوزان، خاصیت ضد باکتری، زیست تخریب پذیر، سلولز، نشاسته

۱. مقدمه

مواد پلیمری در زمینه های مختلف زندگی روزمره انسان ها از قبیل بسته بندی، مواد ساختمانی، کشاورزی و ابزارهای پزشکی کاربرد دارند. این مواد ماکرومولکولی بطورعموم از نفت و مشتقات نفتی حاصل می شوند و اغلب آن ها تخریب پذیر نیستند. منابع نفتی محدود هستند و استفاده روبه رشد از پلیمرهای غیرزیست تخریب پذیر مشکلات محیط زیستی جدی را به بار می آورد. [۱،۲] بعلاوه پلیمرهای غیرزیست تخریب پذیر برای کاربردهای موقتی نظیر برخی مصارف پزشکی مناسب نیستند. پلیمرها مانند پلاستیک ها به عنوان یک ماده سنتزی و مصنوعی نقش بسیار مهمی در تولیدات صنایع مختلف ایفا می کنند. خواص منحصر به فرد و بسیار خوب پلیمرها و نیز آلیاژهای آن ها باعث شده که جایگزین بسیار مناسبی برای فلزات، چوب و شیشه در کاربردهای مختلف باشد. به همین دلیل پلیمرها در صنایع مختلف از جمله خودروسازی، لوازم خانگی، بسته بندی، بهداشتی، پزشکی و... مورد استفاده قرار می گیرند. در میان پلیمرهای سنتزی (غیرطبیعی)، پلی اتیلن، پلی پروپیلن، پلی استایرن و پی وی سی بیشترین مصرف را در دنیای امروز دارند، بنابراین مشکلات محیط زیست امروزه بطورعمده ناشی از مصرف این دسته از پلیمرها می باشد. فرایند تخریب پذیری پلیمرها توسط تابش گرما، پرتو فرابنفش، تنش و اکسایش صورت گرفته و با شکسته شدن زنجیرهای بلند مولکولی و تبدیل شدن آن ها به زنجیرهای کوتاه امکان مصرف این پلیمرها را توسط میکروارگانیسم ها هموار می کند. [۳،۴] در واقع میکروارگانیسم هایی چون باکتری ها، قارچ ها و کپک ها زنجیرهای کوتاه و شکسته شده پلیمر را مصرف و هضم نموده و در نهایت آن ها را به آب و دی اکسید کربن تبدیل می کنند. پلیمرهای زیست تخریب پذیر با سرعت قابل توجهی در زمینه های مختلف بکار گرفته می شوند، اما بطورکامل جانشین پلیمرهای غیرزیست تخریب پذیر معمول نشده اند. دلیل اصلی این امر معایب این پلیمرها از جمله خواص مکانیکی ضعیف، دمای تغییر شکل پایین، آب دوستی بالا، نفوذپذیری بالای گاز و فرآیندپذیری ضعیف آنها می باشد که کاربرد این پلیمرها را محدود کرده است. بنابراین اصلاح پلیمرهای زیست تخریب پذیر ضروری گردیده است. برای این منظور از تقویت کننده های مختلفی نظیر خاک های رس نانومقیاس سیلیکات های لایه ای و نانوتیوب های کربن با هدف بهبود برجسته در خواص نهایی این مواد پلیمری بهره گرفته شده است. [۵] در این میان سیلیکات های لایه ای بدلیل محدوده وسیعی از خواص بهبود یافته که شامل نفوذ ناپذیری بالا، مقاومت در برابر اشتعال پذیری، پایداری حرارتی و زیست سازگاری، جذب حلال و سرعت تخریب پذیری بالا می باشد، مورد توجه بیشتری قرار گرفته اند. پلیمرهای زیست تخریب پذیر بعنوان یک دسته وسیع از بیو مواد می توانند بطورگسترده برای کاربردهای پزشکی بکار گرفته شوند. این امر می تواند به دلیل انعطاف پذیری در اصلاح این پلیمرها باشد که با خواص مکانیکی و فیزیکی بافت ها یا ارگان های مختلف بدن سازگار گشته و دارای عمر قابل کنترل باشند. عمر کم مواد بطورویژه برای کاربرد در داخل بدن موجود زنده مانند سیستم های رهایش دارو و ترمیم بافت آسیب دیده ترجیح داده می شود، زیرا در صورت استفاده از پلیمرهای زیست پایا یک جراحی دوم برای خارج ساختن ایمپلنت نیاز خواهد بود. به نظر می رسد که پلیمرهای طبیعی (نظیر نشاسته، کیتوزان، ژلاتین و آلژینات) اولین انتخاب برای کاربردهای بیوپزشکی باشند، زیرا زیست سازگاری عالی دارند، از نظر ساختار به محیط های سلولی نزدیک هستند و با مکانیسم های آنزیمی یا هیدرولیتیکی زیست تخریب پذیر هستند. با این وجود برای این که پلیمرهای طبیعی در زمینه های بیوپزشکی مختلف بطورکامل مثمرتر باشند، بایستی تکنیک های تهیه کامپوزیت و یا بلند کردن آنها با سایر پلیمرها و همچنین افزودن نانوذرات تقویت کننده درمورد آنها بکار گرفته شوند. [۶،۷] پلیمرهای طبیعی زیست تخریب پذیر نظیر کیتوزان، سلولز، نشاسته، ژلاتین، کلاژن و آلژینات، مزایای تشخیص بیولوژیکی را دارند و چسبندگی و عوامل سلولی را حمایت می کنند. با این حال بدلیل خواص مکانیکی و فرآیندپذیری ضعیفشان بصورت خالص کمتر بکار گرفته می شوند و اغلب در ترکیب با پلیمرهای سنتزی ذکر شده بررسی شده اند. بهبود خواص پلیمرهای طبیعی با افزودن تقویت کننده های نانومقیاس مورد توجه می باشد. کیتین دومین پلیمر طبیعی فراوان، بعد از سلولز است. کیتوزان که مشتق دی استیله شده کیتین است در کنار سایر ویژگی های مفید بیوپلیمری زیست سازگار، آنتی باکتریال و الکترولیت غیرمضر نسبت به محیط است. به خاطر این خواص ویژه، این بیوپلیمر دارای کاربردهای متنوعی است. از جمله درنخ جراحی، مواد التیام استخوان، پوشش زخم ها، تصفیه آب، کروماتوگرافی، افزودنی های آرایشی، عملیات نساجی برای فعالیت های ضد میکروبی

فیبرهای جدید برای منسوجات، صفحات عکاسی، فیلم های زیست تخریب پذیر، میکروکپسول های ایمپلنت شده برای کنترل رهایش دارو و ... دوام و ماندگاری، یکی از خواص پلاستیک های ایده آل می باشد که کاربرد بسیاری از جمله؛ بسته بندی، مصالح ساختمانی و کالاهای مصرفی دارد که می تواند منجر به مشکلات دفع ضایعات درمورد پلاستیک های مشتق شده از منابع نفتی شوند. یکی از چالش های اصلی درمان و بهبود زخم ها، مقاومت میکروارگانیسم ها در برابر آنتی بیوتیک می باشد که باعث می شود بهبود زخم با تاخیر روبه رو شود. تحقیقات زیادی برای گسترش ترکیبات ضد میکروبی در درمان زخم ها بمنظور کاهش مقاومت ضدباکتری میکروارگانیسم ها انجام شده است. [۸-۱۷]

کیتین و کیتوسان هردو یک تاثیر تسریع کننده بر بهبود زخم ها دارند. گزارشی در مورد کامپوزیتی از کیتین و نانوذرات نقره برای ترمیم زخم ها منتشر شده است که نشان می دهد این کامپوزیت خاصیت ضدباکتری بالا و همچنین سازگاری زیادی با پوست دارد. کیتوسان هم چنین بعنوان یک کاندیدای امیدبخش برای درمان سوختگی نیز به شمار می آید. کیتوسان می تواند بصورت پوششی بادوام، جاذب آب و زیست سازگار، بطور مستقیم برای درمان سوختگی استفاده شود. [۲۴-۱۸] یکی از مزیت های این نوع پوشش، نفوذپذیری بالای آن نسبت به اکسیژن است که بهبود سوختگی را تسریع می کند. سلولز فراوان ترین منبع پلیمر طبیعی است که بدلیل خواص منحصر به فردش شامل تجدیدپذیری، زیست تخریب پذیری، خواص مکانیکی بالا، زیست سازگاری، و خاصیت کایرالی کاربردهای متنوعی یافته است. سلولز در مقابل شکست و تفکیک در مقابل عوامل مختلف از جمله هوازدهی و غیره مقاوم و ساختار سلولز طبیعی از عوامل مهم محدودکننده پتانسیل آن در ارزش رقابتی در تولید فرآورده های مختلف است. [۴۵-۴۲] سلولز بعنوان یک کنترل کننده برای نرخ رهایش و غلظت دارو دارای سابقه طولانی بوده و سیستم های دارورسانی بررسی شده بر پایه نانوسلولز در سالهای اخیر نتایج امیدوارکننده ای نشان داده اند. حامل های دارو بر پایه نانوسلولز، به سه صورت میکروسفرها، هیدروژل ها (ژل ها) و غشاها (فیلم ها) با طیف گسترده ای از داروها بارگذاری و ارزیابی شده است. با این حال، برهم کنش بین داروها و نانوسلولز، اثرات آن بر پایداری دارو و رهایش آن هنوز هم نیاز به بررسی دارد. بنابراین هدف اصلی این مطالعه بررسی خواص فیزیکی و شیمیایی و خواص زیست تخریب پذیری و ضد میکروبی کامپوزیت پلیمرهای زیست تخریب پذیر می باشد. [۴۶]

۲- مواد و روش ها

۲-۱. مواد و تجهیزات

مواد مورد استفاده شامل پوست میگو خریداری شده از بازار، پوست پرتغال و پالپ پرتغال و پنبه، آرد ذرت و نشاسته ی تصفیه شده، آب مقطر، سدیم هیدروکسید، اسید کلریدیک، سدیم تری پلی فسفات، کربوکسی متیل سلولز، اسید استیک شرکت مرک و گلیسرول خریداری شده از شرکت مرک می باشد. در این مطالعه از ترازو دیجیتال، استیرر مارک Heidolph، حمام التراسونیک، دستگاه FTIR (Thermo, Nicolet, ۸۷۰۰)، بوته چینی، دستگاه طیف سنجی مرئی ماوراء بنفش-Uv-visible، دستگاه CARY-۱۰۰ Bio، دستگاه XRD (Philips, PW۱۷۳۰)، ساخت کشور هلند، دستگاه (Perkin Elmer, SII) TG، دستگاه Tensile، آون، دستگاه SEM (Zeiss sigma) ساخت کشور آلمان استفاده شد.

۲-۲. روش ها

۲-۲-۱. تهیه ی کیتوزان

استخراج کیتین از پوسته میگو : در این پژوهش از پوسته ی میگو تازه از نوع شاه میگو استفاده شد که پوسته های مذکور از بازار های تهران خریداری شد. در مرحله بعد این پوسته ها به طور کامل تمیز و با آب شستشو داده شد تا از آلودگی ها پاک شود. سپس به مدت ۴ ساعت در محلول سدیم هیدروکسید ۰.۵ نرمال قرار داده شد تا بقایای گوشت میگو و احشاء داخلی آن از پوست میگو جدا شود. سپس پوسته ها مجدداً با آب شستشو داده شد. پوسته ها در مقابل نور آفتاب به مدت ۲۴ ساعت

خشک و با آسیاب کاملاً پودر شد. آنگاه پوسته ها طی مراحلی که در ذیل آمده است، براساس روش پیشنهادی نوریانی و همکاران [۱۵] (NoorianiZahra, ۲۰۱۴) به کیتین و سپس به کیتوزان تبدیل شد.

۲-۲-۲. تهیه ی نانو کیتوزان به روش ژل

فرایند داستیلاسیون کیتین به تولید کیتوزان منجر شد که این فرایند در دمای 100°C و در مدت زمان های ۴ و ۶ ساعت در محلول های ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰، ۲۵ و ۵۰ درصد از سدیم هیدروکساید و تحت شرایط رفلکس انجام شد سپس کیتوزان داستیله شده توسط صافی فیلتر و تا رسیدن به pH خنثی با آب مقطر شستشو داده شد. آنگاه کیتوزان حاصل در دمای محیط در مدت زمان یک شبانه روز خشک و توزین شد واکنش های انجام شده است. [۲۵-۲۷] برای تهیه نانو کیتوزان نیز ابتدا ۱ gr از پودر کیتوزان ساخت شده را وزن کرده و به آن محلول اسید استیک و آب مقطر همگن شده اضافه می شود تا وزن آن به ۱۰۰ gr برسد و سپس ۰.۲۵ gr از سدیم تری پلی فسفات در بالن ژوژه ۵۰ ml همگن کرده و به داخل بورت منتقل می شود ۲۰ ml از محلول سدیم تری پلی فسفات تهیه شده را از داخل بورت به صورت قطره قطره به محلول کیتوزان در حال هم زدن روی همزن اضافه می شود. محلول حاصل به مدت ۲۰ دقیقه در حمام التراسونیک قرار داده شده و سپس ۴۵ دقیقه در دستگاه سانتریفیوژ با ۲۰۰۰ rpm قرار می گیرد و پس از آن داخل پلیت ریخته و خشک می شود. [۲۸-۳۰]

۳-۲-۲. تهیه مراحل سلولز

پالپ های پرتقال آب گرفته شده از پرتقال های پیوندی در آب مقطر خیس خورانه شده اند ، ۳ مرتبه این عمل انجام شد تا تغییر رنگ پالپ های قرمز رنگ مشاهده شود . دمای اندازه گیری شده 23°C درجه ی سلسیوس بود و پس از آخرین مرتبه ی شستشو به مدت ۷۲ ساعت در آب مقطر گذارده تا املاح و رنگ های پالپ ها به داخل آب از طریق پدیده ی انتشار مشاهده شود و پالپ ها سفید شود . پس از خیس شدن (ماندن) پالپ ها (برای تهیه ی سلولز) در آب مقطر به مدت ۳ شبانه روز ، بر بروی بشر حاوی پالپ ، آب مقطر ، لایه ی نازک گرفته شده است که ناشی از چسبیدن پالپ ها به یکدیگر بوده است و قند موجود در پالپ ها ایجاد این چسبش را کرده اند . پس از یکبار شستشو کردن دیگر ، پالپ ها به رنگ نارنجی متمایل به زرد در می آیند که از رنگ قرمز به نارنجی متمایل به زرد تغییر رنگ داده اند . [۴۴-۴۶] پس از مشاهده ، آنها را آبکشی کرده و صاف کرده و آب آنها را تا حدودی گرفته ، و بر روی شیشه ساعت آنها را پهن نموده ، کاملاً و در دمای 80°C درجه ی سلسیوس آنها را قرار داده تا کاملاً آب آنها گرفته شود و پالپ ها به صورت خاکستری مانند در آیند . ساعت انجام مرحله ی خشک کردن $10:41$ صبح . ساعت $14:10$ دقیقه ، آب پالپ ها در حدود ۶۰٪ گرفته شده ، به صورت خمیر مانند و کیک مانند ، آنها را درون یک بشر سر بزرگ قرار داده ، دمای آنها کمی کاهش پیدا کرده و سپس برای خشک سازی ۱۰۰٪ در هفته ی آینده بر روی آن یک پارافیلیم قرار داده تا راه نفوذ هوا و رطوبت گرفته شود . پس از مدت ۴ روز که پالپ ها در شیشه ی در بسته ی ایزوله با پارافیلیم گرفته شده است ، پارافیلیم را برداشته و کمی تعرق بواسطه ی وجود رطوبت در پالپ ها موجود است را مشاهده کرد . پالپ ها را در شیشه ساعت قرار داده و در سطح شیشه کاملاً پهن کرده و درون آون قرار داده و در دمای 100°C درجه ی سلسیوس آن را تنظیم نموده ، و به مدت ۳۰ الی ۶۰ دقیقه پیش بینی میشود که آب آن کاملاً تبخیر شود . پس از مدت ۲ ساعت ماندن در دمای 100°C درجه و خشک شدن کافی ، پالپ ها به رنگ سفید پوسته پوسته در آمده و در ساعت $12:45$ دقیقه پروسه ی خشک کردن به اتمام رسیده ، پالپ ها را خورد نموده و درون بشر سر پهن قرار داده و روی آن را با پارافیلیم پوشانده که هوا و رطوبت را جذب نکند . لازم به ذکر است که پالپ ها به صورت پوسته پوسته ی سفید خشک شده ، که با کوچکترین نیرویی پودر و از هم جدا میشوند دیده میشود.

پنبه خام و پالپ و پوست پرتغال خشک شده تهیه شد . به منظور دستیابی به خلوص بالای آلفا سلولز، عملیات خالص سازی در سه مرحله پنوماتیکی، شستشو با آب داغ و در نهایت پخت با سدیم هیدروکسید در غلظت 40°C گرم بر لیتر، در دمای 140°C درجه سانتیگراد با نسبت مایع به چوب ۱:۶، به مدت ۲۴۰ دقیقه انجام شد. به منظور انجام عمل انحلال، اتانول (۹۶٪ خلوص) و استون (۹۹٪ خلوص)، لیتیم کلرید (خلوص ۹۹٪) و دی متیل استامید تهیه شد به خاطر طول زیاد الیاف لینتر پنبه خام

و بریده نشدن آن توسط دستگاه برش پنبه، بهطور مستقیم نمیتوان در کوبندهولی آزمایشگاهی مورد استفاده قرار بگیرد. از طرفی بالا بودن میزان آبگیری سریع خمیر مانع از ساخت کاغذ دست ساز همگن و یکنواخت (کاغذ میکرو) خواهد شد. بنابراین عمل مکانیکی در دو مرحله انجام گرفت. در مرحله اول الیاف با پالایند آزمایشگاهی بهمنظور کوتاه شدن طول الیاف فرآوری شدند. شرایط فرآوری الیاف ثابت بود و در نهایت تیمار مکانیکی با پالایشگر صفحه‌ای آزمایشگاهی تا درجه روانی حدود ۵۰۰ میلیلیتر انجام شد. مرحله دوم پالایش در کوبنده ولی انجام شد و خمیر حاصل بعد از ۷۶ دقیقه، به درجه روانی ۳۲۳ میلیلیتر رسید. کاغذهای دست ساز از الیاف خالص پنبه ساخته شده عملیات غوطه‌وری (تبادل حلال) (دیسکها بهمنظور خروج آب، بهترتیب در آب مقطر، الکل، استون و دی متیل استامید بهمدت ۳ ساعت در دمای محیط انجام شد. پس از خروج آخرین ماده (دی متیل استامید) در توالی تبادل حلال، انحلال در زمان ثابت ۱۴ ساعت با دی متیل استامید با ۹ درصد لیتیم کلرید انجام شد. به منظور خروج حلال، عمل شستشو با اتانول انجام شد. برای تهیه فیلم نانو کاغذی، ژل شفاف حاصل در بین دو شیشه و گیره های فلزی محکم و در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد بهمدت ۲۴ ساعت در آون خشک شد. [۴۷-۴۹]

۲-۲-۴. روش ساخت نیتروسولوز

در داخل سیستم رفلکس و داخل بالن، ۱ گرم سلولز استخراجشده را با ۱۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک (خلوص ۹۹٪) (۲٪ حجمی حجمی) وارد کرده مدت ۱ ساعت در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد همزده شد حال مقدار ۳ میل اسید سولفوریک غلیظ به آن افزوده و در دمای ۵۰ درجه حرارت می دهیم. رفلکس را آنقدر ادامه دهید تا آب محلول خارج شود و محلول آمورف سفیدی حاصل شود که همان نیترات سلولز می باشد. [۴۵]

۲-۲-۵. تهیه نشاسته

ابتدا محلول ۲/۰ مولار آمونیوم استات را هم برای ذرت های دانه ای کورن و ذرت بلال آسیاب شده ، هر کدام به اندازه ی ۱۰ گرم وزن کرده و داخل بشر گذارده به مدت ۲۴ ساعت بماند ، سپس پروسه ی تولید سلولز را دوباره برای مقدار بیشتر ۴۵ گرم انجام داده ، سدیم هیدروکسید ۵/۲٪ را تولید کرده ، و داخل ارلن ۱ لیتری قرار داده تا به مدت ۱ ساعت بجوشد ، رنگ محلول سلولز / سدیم هیدروکسید به صورت قرمز رنگ درآمده ، درب ارلن را بسته تا ادامه ی واکنش را انجام داده است. در این روش ۱۰۰ گرم آرد ذرت توزین شد ، و با ۵۰۰ میلیلیتر محلول سود دارای موالریته ۰,۰۰۵ تا ۰,۰۲۵ مخلوط شده و به مدت نیم ساعت در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد همزده شد. سپس مخلوط به دست آمده به مدت ۲۰ دقیقه با دور ۱۴۰۰ g سانتریفیوژ شد. رسوب حاصل با استفاده از الک با اندازه سوراخ ۵۰ میکرومتر صاف گردید. سوسپانسیون عبوری از الک توسط اسیدکلریدریک ۱ موالر خنثی و مجددا سانتریفیوژ گردید. پس از خارج کردن مایع جدا شده، الیه کرمی رنگ روی رسوبات توسط فاشک جدا میگردد. رسوب باقی مانده مجددا در آب حل شده و این کار تا به حداقل رساندن الیه کرمی رنگ ادامه می یابد (۴ مرتبه) ، در خاتمه رسوب نهایی به مدت یک شب در آون در دمای ۴۰ درجه می ماند . [۳۱-۴۰]

۲-۳. آزمون های استاندارد

۲-۳-۱. اندازه گیری درجه داستیلاسیون

درجه داستیلاسیون IR برای تعیین درجه داستیلاسیون از روش طیف سنجی مادون قرمز استفاده شد و از بررسی طیف کیتوزان با استفاده از معادله زیر تعیین شد. نتایج محاسبه در (۱) ارائه شده است.

$$DD = 100 - [(A_{1655} / A_{3450}) \times 100 / 1,33] \quad (1)$$

DD = درجه داستیلاسیون

(مربوط به گروه های آمینی) wave number/cm ۱۶۵۵ جذب در A_{1655}
 (مربوط به گروه های هیدروکسیل) wave number/cm ۳۴۵۰ جذب در A_{3450}
 :شود می محاسبه ذیل صورت ۱۶۵۵ به cm^{-1} موج طول در جذب روش این در

$$(2) \text{Log} 1 \cdot (DF1/DE) = (A_{1655}) \text{ amide}$$

موج طول در جذب محاسبه برای. هستند قرمز مادون طیف روی از شده گیری اندازه مطلق های ارتفاع DE و DF۲ که
 :شود می عمل گونه بدین ۳۴۵۰ نیز cm^{-1}

$$(3) \text{Log} 1 \cdot (AC/AB) = (A_{3450}) \text{ hydroxyl}$$

می باشد. AC و AB مطلق ارتفاع اساس بر ۳۴۵۰ cm^{-1} موج طول در جذب فرمول این در

۴-۲. آزمون XRD

برای محاسبه اندازه نانو ذرات از رابطه (۴) دبای - شرر استفاده شد.

$$D = \frac{0.9 \times 10^{-6} \times \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4)$$

از آزمون XRD برای بررسی ساختار از طریق پراش پرتو ایکس استفاده می شود. آزمون XRD با استفاده از دستگاه
 (Philips, PW۱۷۳۰) انجام شده است.

۵-۲. آنالیز SEM

ساخت کشور آلمان انجام شده است. SIGMA VP۵۰۰ آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی توسط دستگاه زایس ۱ مدل
 نتایج حاصل، در شکل های (۱۱) تا (۱۳) ارائه شده است.

۶-۲. آزمون آنتی باکتریال

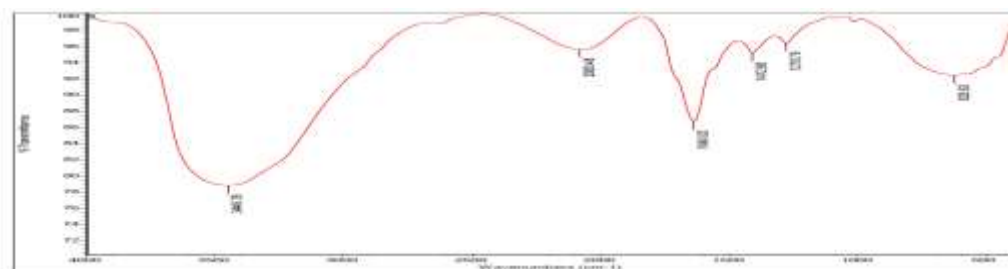
به *S. aureus* ، *A. baumannii* ، *P. aeruginosa* ، *E. coli* ، *klebsiella* در این پژوهش بر روی باکتری هایی همچون
 وسیله ی آزمون های مورد بررسی قرار گرفته است. نتایج آن مورد بررسی قرار گرفت.

۳. یافته ها

FT-IR-۱. طیف

۱-۳. کیتوسان

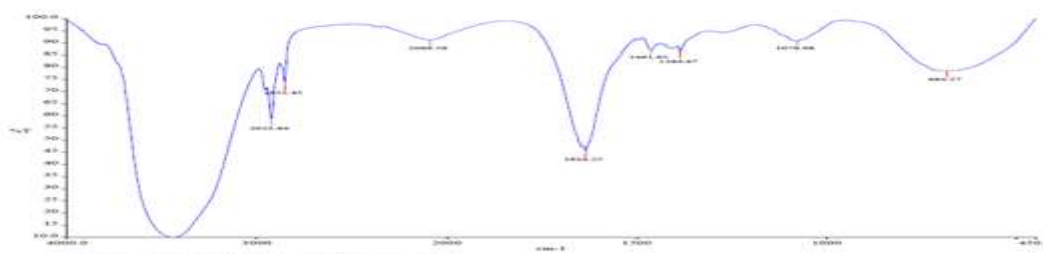
cm^{-1} ۱۲۷۸ می باشند. در ناحیه OH و NH_2 ۳۴۴۹ نشان دهنده ترکیب گروه های cm^{-1} پیک های ظاهر شده در ناحیه
 می باشد. CO ۱۶۴۰ بیانگر حضور گروه cm^{-1} می باشد و پیک در ناحیه C-O-C پیک ظاهر شده نشان دهنده حضور گروه



شکل ۱. FTIR کیتوزان

۳-۱-۲. طیف FT-IR کیتوسان - اکتیدین دی هیدرولیک

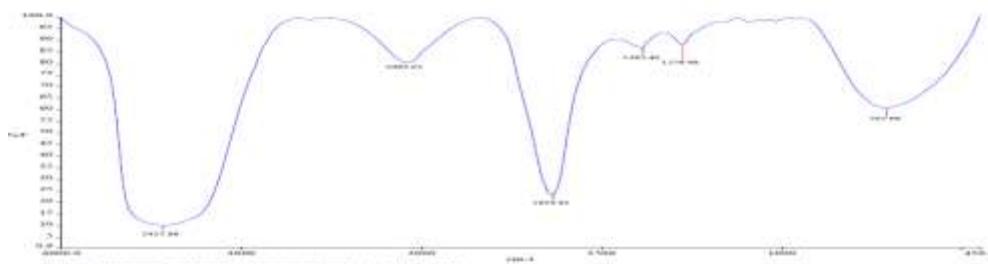
1276 cm^{-1} می باشند. در ناحیه OH و NH_2 3434 cm^{-1} نشان دهنده ترکیب گروه های cm^{-1} پیک های ظاهر شده در ناحیه آروماتیک 1634 cm^{-1} بیانگر حضور cm^{-1} می باشد و پیک در ناحیه C-O-C پیک ظاهر شده نشان دهنده حضور گروه میباشد



شکل ۲. FTIR کیتوسان - اکتیدین دی هیدرولیک

۳-۱-۳. طیف FT-IR کیتوسان - نیتروسلولز

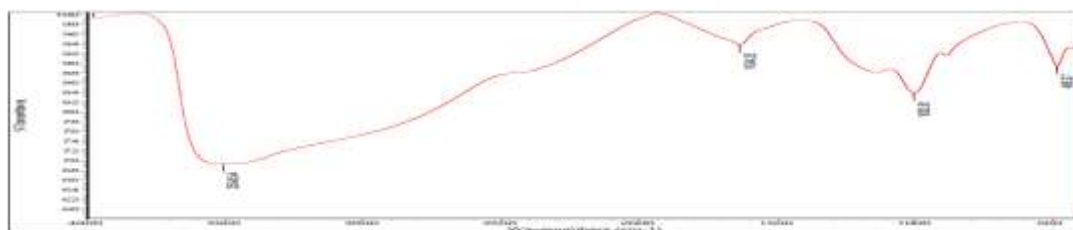
1276 cm^{-1} می باشند. در ناحیه OH و NH_2 3434 cm^{-1} نشان دهنده ترکیب گروه های cm^{-1} پیک های ظاهر شده در ناحیه می باشد. 1634 cm^{-1} بیانگر حضور گروه cm^{-1} می باشد و پیک در ناحیه C-O-C پیک ظاهر شده نشان دهنده حضور گروه



شکل ۳. FTIR کیتوزان - نیتروسلولز

۳-۱-۴. سلولز

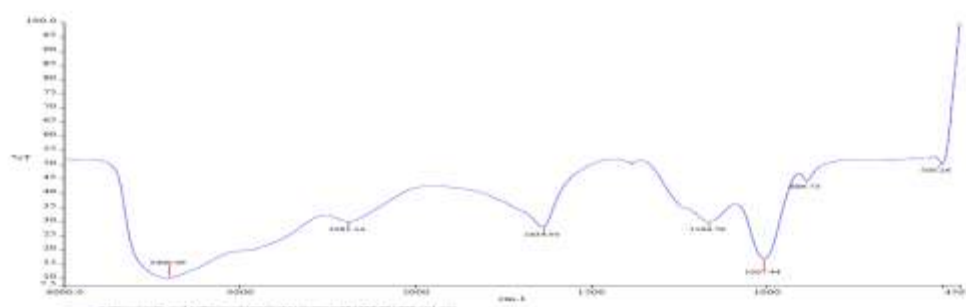
1278 cm^{-1} می باشند. در ناحیه OH و NH_2 3500 cm^{-1} نشان دهنده ترکیب گروه های cm^{-1} پیک های ظاهر شده در ناحیه می باشد. 1640 cm^{-1} بیانگر حضور گروه cm^{-1} می باشد و پیک در ناحیه C-O-C پیک ظاهر شده نشان دهنده حضور گروه



شکل ۴. FTIR کیتوزان- نیتروسلولز

۳-۱-۵. سلولز-نیتروسلولز

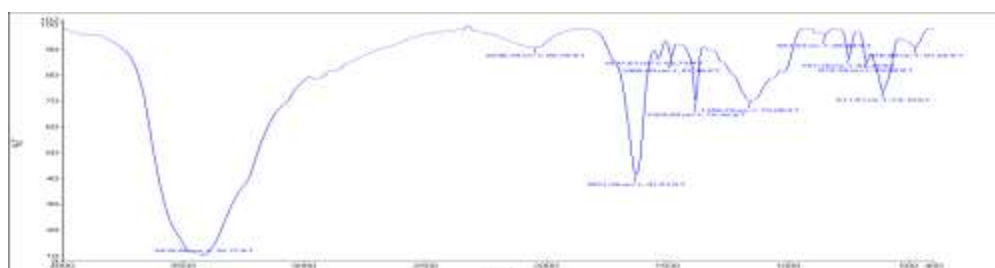
۱۱۶۴ پیک ظاهر cm^{-1} می باشند. در ناحیه OH ۳۵۰۰ نشان دهنده ترکیب گروه های cm^{-1} پیک های ظاهر شده در ناحیه می باشد NO_2 ۱۴۳۴ بیانگر حضور گروه cm^{-1} می باشد و پیک در ناحیه C-O-C شده نشان دهنده حضور گروه



شکل ۵. FTIR سلولز- نیتروسلولز

۳-۱-۶. نشاسته-نیتروسلولز

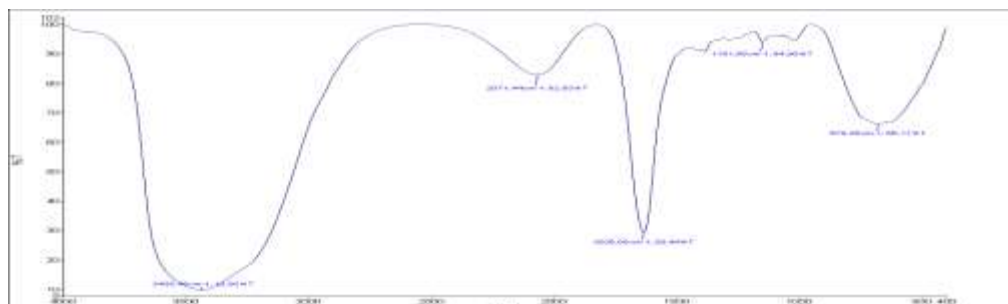
۱۱۶۴ پیک ظاهر cm^{-1} می باشند. در ناحیه OH ۳۴۱۰ نشان دهنده ترکیب گروه های cm^{-1} پیک های ظاهر شده در ناحیه می باشد NO_2 ۱۶۳۱ بیانگر حضور گروه cm^{-1} می باشد و پیک در ناحیه C-O-C شده نشان دهنده حضور گروه



شکل ۶. FTIR سلولز- نیتروسلولز

۳-۱-۷. نشاسته -اکتیدین دی هیدرولیک

۱۱۶۴ پیک ظاهر cm^{-1} می باشند. در ناحیه OH ۳۴۸۳ نشان دهنده ترکیب گروه های cm^{-1} پیک های ظاهر شده در ناحیه آروماتیک می باشد. $\text{C}=\text{N}$ ۱۶۲۹ بیانگر حضور cm^{-1} می باشد و پیک در ناحیه C-O-C شده نشان دهنده حضور گروه



شکل ۷. FTIR سلولز- نیتروسلولز

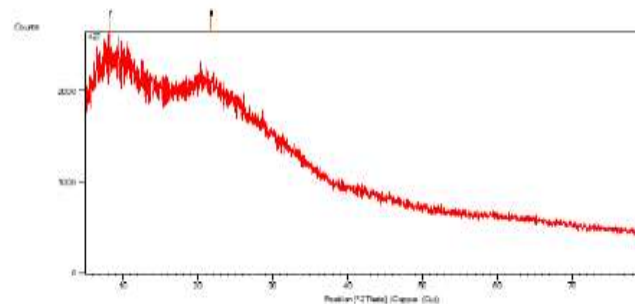
۲-۳. طیف های XRD

۱۰،۶۱ گزارش شد. پیک های واقع شده در ناحیه های nm با استفاده از رابطه دبای-شرر، متوسط اندازه ذرات محاسبه و عدد برای شناسایی کیتوسان به کار می روند. XRD ۲۱ در طیف

Anchor Scan Parameters

Start Position [°2 θ]: 5.0131
End Position [°2 θ]: 79.9711
Step Size [°2 θ]: 0.0260
Anode Material: Cu
Generator Settings: 40 mA, 40 kV

Graphics



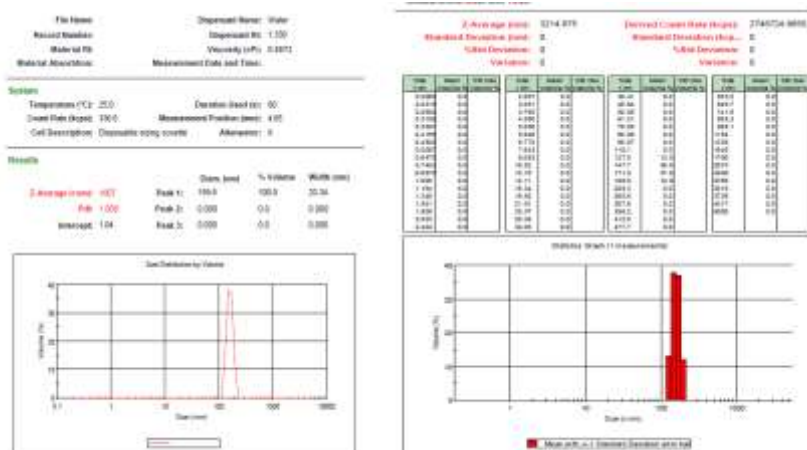
Peak List

Pos. [°2 θ]	Height [Counts]	FWHM [°2 θ]	d-spacing [Å]	Ref. Int. [a.u.]
0 (2)	247 (345)	6 (3)	10.61425	100.00
21.9 (2)	130 (107)	6 (4)	4.07990	56.09

شکل ۸. طیف خروجی از پراش پرتو اکس کیتوسان- نیتروسلولز

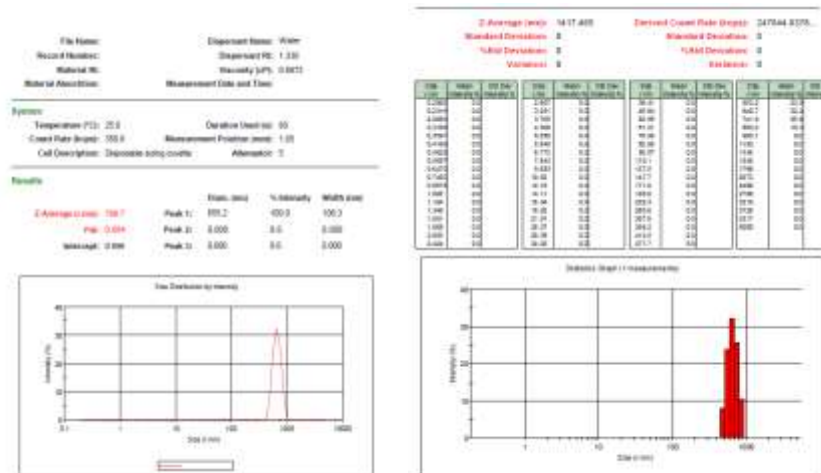
۳-۳. DLS طیف های

پیک های موجود در طیوف تغلیظ شده کیتوسان بین ۱۰۰ تا ۵۰۰ نانومتر را بیان میکنند که این به معنای خاصیت نانو ذرات کیتوسان میباشد. (شکل ۹)



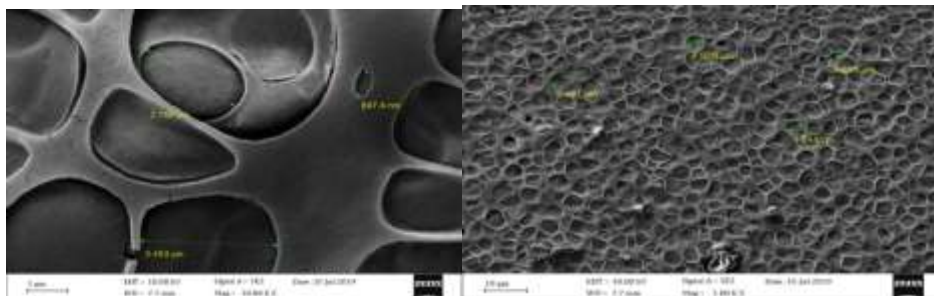
شکل ۹. طیف خروجی از زتاسایزر جهت بررسی ذرات

پیک های موجود در طیفو تغلیظ شده بین ۱۰۰ تا ۵۰۰ نانومتر را بیان میکنند که این به معنای خاصیت نانو ذرات سلولز میباشد. (شکل ۱۰)



شکل ۱۰. طیف خروجی از زتاسایزر جهت بررسی ذرات

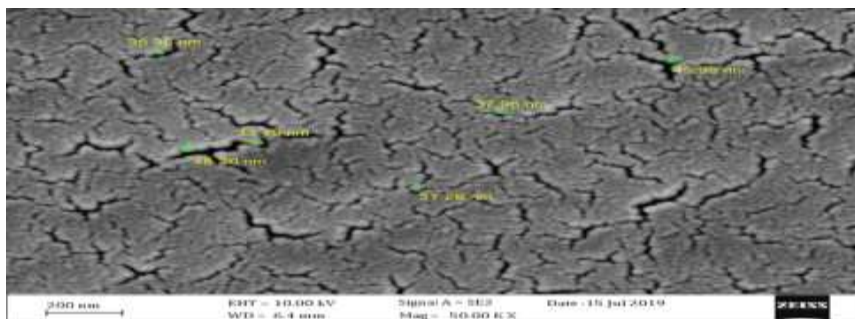
پیک های موجود در طیفو تغلیظ شده بین ۵۰۰ - ۱۰۰۰ نانومتر را بیان میکنند که این به معنای خاصیت نانو ذرات نشاسته میباشد. (شکل ۱۱)



شکل ۱۳. ساختار موفولوژی ذرات کیتوسان-اکتینیدین دی هیدرولیک

۳-۴-۳. نیتروسولوز

تمامی فواصل و اندازه ی ذرات بستر موجود عددی بین ۳۱ تا ۴۸ نانومتر را بیان میکنند که خاصیت نانویی بودن ذرات نیتروسولوز موجود را نشان میدهد.



شکل ۱۴. ساختار موفولوژی ذرات نیتروسولوز

۳-۵. تست های آنتی باکتریال

نتایج حاصل از تست آنتی باکتریال بر روی باکتری های مورد بررسی و غلظت های مختلفی از کیتوسان-اکتینیدین دی هیدرولیک (KN)، کیتوسان-نیتروسولوز (KO)، سلولوز و اکتینیدین دی هیدرولیک (SO)، سلولوز و نیتروسولوز (SN)، نشاسته و اکتینیدین دی هیدرولیک (NO) و نشاسته و نیتروسولوز (NN) در جدول (۱) نشان داده شده است.

جدول ۱. نتایج تست آنتی باکتریال

A. Baumannii								
MIC in <i>mg/lit</i>	۲۵۶۰	۱۲۸۰	۶۴۰	۳۲۰	۱۶۰	۸۰	۴۰	۲۰
NO	-	-	-	-	-	+	+	+
NN	-	-	-	-	-	+	+	+
KN	-	-	-	-	-	-	-	-
KO	-	-	-	-	-	-	-	-
SO	-	-	-	-	-	-	-	-

SN	-	-	-	-	-	-	-	-
S. areus								
MIC in <i>mg/lit</i>	۲۵۶۰	۱۲۸۰	۶۴۰	۳۲۰	۱۶۰	۸۰	۴۰	۲۰
NO	-	-	-	-	-	-	+	+
NN	-	-	-	-	-	-	-	+
KN	-	-	-	-	-	-	-	-
KO	-	-	-	-	-	-	-	-
SO	-	-	-	-	-	-	-	-
SN	-	-	-	-	-	-	-	-
p. aeruginosa								
MIC in <i>mg/lit</i>	۲۵۶۰	۱۲۸۰	۶۴۰	۳۲۰	۱۶۰	۸۰	۴۰	۲۰
NO	-	-	+	+	+	+	+	+
NN	+	+	+	+	+	+	+	+
KN	-	-	-	-	-	-	-	+
KO	-	-	-	-	-	-	-	-
SO	-	-	-	-	-	-	-	-
SN	-	-	-	-	-	-	-	-
Klebsiella								
MIC in <i>mg/lit</i>	۲۵۶۰	۱۲۸۰	۶۴۰	۳۲۰	۱۶۰	۸۰	۴۰	۲۰
NO	-	-	-	-	-	+	+	+
NS	-	-	-	-	-	-	+	+
KN	-	-	-	-	-	-	-	-
KO	-	-	-	-	-	-	-	+
SO	-	-	-	-	-	-	-	-
SN	-	-	-	-	-	-	-	-
E. coli								
MIC in <i>mg/lit</i>	۲۵۶۰	۱۲۸۰	۶۴۰	۳۲۰	۱۶۰	۸۰	۴۰	۲۰
NO	-	-	-	-	-	-	-	+
NN	-	-	-	-	-	-	-	-
KN	-	-	-	-	-	-	-	-
KO	-	-	-	-	-	-	-	-
SO	-	-	-	-	-	-	-	-
SN	-	-	-	-	+	+	+	+

۴. نتیجه گیری

با استفاده از روشهای ذکر شده میتوان نانو ذرات نشاسته و سلولز و کیتوسان را تولید نمود.. با توجه به تصاویر SEM نانو ذرات اسپری تشکیل شده توسط روش ژلی شدن به صورت صفحه ای مجزا از هم هستند و کامپوزیت های تشکیل شده توسط روش انجام شده ، کروی بودن و منظم بودن ساختار این کامپوزیت ها می باشد. مهمترین بخش نتایج در خواص آنتی باکتریال تمامی کامپوزیت ها می باشد که بیشترین و بهترین پاسخ را به متغیر های باکتریایی میدهد .

- [۱] Katarzyna Leja, Grażyna Lewandowicz Polymer Biodegradation and Biodegradable Polymers (۲۰۱۰)
- [۲] Richard A. Gross and BhanuKalra Biodegradable Polymers for the Environment(۲۰۰۲)
- [۳] Yves Gnanou, Michel Fontanille ORGANIC AND PHYSICAL CHEMISTRY OF POLYMERS(۲۰۰۷)
- [۴] Luc Avérous, Eric Pollet Biodegradable Polymers(۲۰۱۲)
- [۵] A. Ashwin Kumar, Karthick. K Biodegradable Polymers and Its Applications(۲۰۱۱)
- [۶] Shellie Berkesch Biodegradable Polymers: A Rebirth of Plastic(۲۰۰۴)
- [۷] L. M. Harwood The Practical Approach in Chemistry Series(۲۰۱۹)
- [۸] Sedaghat, Fatemeh., Toyserkani, Hojat., Chitin and Chitosan: Structure, Characteristics and Uses, (۲۰۱۳)
- [۹] Poureini, Fatemeh., Nikzad, Maryam., Chitosan and its application in wastewater treatment, (۲۰۱۵)
- [۱۰] Ahlol Gholi Ghasri, Mohammad Reza., Shahriari Namin, Pegah., Chitosan extraction from Shrimp Skin: Identification and its application in removal of reactive aqueous and acidic green dyes from aqueous solution,(۲۰۱۳)
- [۱۱] Mousavi Nasab, Marzieh., Mousavi Nasab, Sahraasadat., Evaluation of the qualitative properties of chitosan produced from shrimp shell and commercial chitosan of crab shell, (۲۰۱۴)
- [۱۲] Mohtashami, Ahmad., The effect of chitosan on cooking (sintering) characteristics and morphological and mechanical properties of natural NR rubber filled with chitosan, ENR epoxy-made natural rubber, and SBR styrene butadiene rubber(۲۰۱۸)
- [۱۳] Yaghoubi, Nakisa., Mirzadeh, Hamid., The preparation of chitosan with different molecular weights by controlling the operating conditions of the multi-step diacetylation process and examining the porosity of the prepared scaffolds, (۲۰۱۳)
- [۱۴] Sedaghat, Fatemeh., Yousefzadi, Morteza., Demineralization and chemical acetylation of banana shrimp wastes for chitin and chitosan extract, (۲۰۱۴)
- [۱۵] Nooriani, Zahra., Extraction of chitin from natural sources and preparation of chitosan film and examining its mechanical and thermal properties, (۲۰۱۴)
- [۱۶] Bajaj M., Winter J., and Gallert C., Effect of Deproteination and Deacetylation Conditions on the Viscosity of Chitin and Chitosan Extracted from Crangon Crangon Shrimp Waste, Biochemical Engineering Journal, ۵۶, ۵۱-۶۲,(۲۰۱۱).
- [۱۷] Bernkop-Schnürch A., and Dünnhaupt S., Chitosan-based Drug Delivery Sysys, European Journal of Pharmaceuticals and Biopharmaceutics, ۸۱, ۴۶۳-۴۶۹, ۲۰۱۲
- [۱۸] Vaghari H., Jafarizadeh-Malmiri H., Berenjian A., and Anarjan, N., Recent Advances in the Application of Chitosan in Fuel Cells, Sustainable Chemical Processes, ۱, ۱۶, (۲۰۱۳).

- [۱۹] Grenha A., Chitosan Nanoparticles: A Survey of Preparation Methods, Journal of Drug Targeting, ۲۰, ۲۹۱-۳۰۰, (۲۰۱۲).
- [۲۰] Anandhakumar S., Krishnamoorthy G., Ramkumar K.M., and Raichur AM, Preparation of Functionalized Collagen Peptide Chitosan Nanoparticles by Ionic Gelation Method: An Effective Carrier System for Encapsulation and Release of Doxorubicin for Cancer Drug Delivery, Materials Science and Engineering: C, ۷۰, ۳۷۸-۳۸۵, (۲۰۱۷)
- [۲۱] Xu J., Xu X., Zhao H., and Luo G., Microfluidic Preparation of Chitosan Microspheres with Enhanced Adsorption Performance of Copper (II), Sensors and Actuators B: Chemical, ۱۸۳, ۲۰۱-۲۱۰, ۲۰۱۳
- [۲۲] Xu J. H., Zhao H., Lan W. J., and Luo G. S. A Novel Microfluidic Approach for Monodispersed Chitosan Microspheres with Controllable Structures, Advanced Healthcare Materials, ۱, ۱۰۶-۱۱۱, (۲۰۱۲).
- [۲۳] Elmizadeh H., Khanmohammadi M., Ghasemi K., Hassanzadeh G., Nassiri-Asl M., and Garmarudi AB, Preparation and Optimization of Chitosan Nanoparticles and Magnetic Chitosan Nanoparticles as Delivery Systems Using Box – Behnken Statistical Design, Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, ۸۰, ۱۴۱-۱۴۶, (۲۰۱۳).
- [۲۴] Karimi Z., Abbasi S., Shokrollahi H., Yousefi G., Fahham M., Karimi L., and Firuzi O., Pegylated and Amphiphilic Chitosan Coated Manganese Ferrite Nanoparticles for pH-Sensitive Delivery of Methotrexate: Synthesis and Characterization, Materials Science and Engineering: C, ۷۱, ۵۰۴-۵۱۱, (۲۰۱۷).
- [۲۵] Zhang H., Yan T., Xu S., Feng S., Huang D., Fujita M., and Gao XD, Graphene Oxide-Chitosan Nanocomposites for Intracellular Delivery of Immunos Timulatory CpG Oligodeoxynucleotides, Materials Science and Engineering: C, ۷۳, ۱۴۴-۱۵۱, (۲۰۱۷).
- [۲۶] Singh R. P., Sharma G., Singh S., Bharti S., Pandey BL, Koch B., and Muthu MS, Chitosan-Folate Decorated Carbon Nanotubes for Site Specific Lung Cancer Delivery, Materials Science and Engineering: C, ۷۷, ۴۴۶-۴۵۸, (۲۰۱۷).
- [۲۷] Ziani, Kh., Osés, J., Coma V., and Mate, J.I. (۲۰۰۸). Effect of the presence of glycerol and tween ۲۰ on the chemical and physical properties of chitosan-based films with varying degrees of deacetylation. LWT- Food Science and Technology, ۴۱: ۲۱۵۹-۲۱۶۵.
- [۲۸] Al Sagheer, F.A., Al-Sughayer, M.A., Muslim, S., and Elsabee, M.Z. (۲۰۰۹). Extraction and characterization of chitin and chitosan from marine sources Gulf. Carbohydrate Polymers, ۷۷: ۴۱۰-۴۱۹.
- [۲۹] Aranaz, I., Mengibar, M., Harris, R., Paños, I., Miralles, B., Acosta, N., Galed, G., Heras, Á. (۲۰۰۹). Functional characterization of chitin and chitosan. Current Chemical Biology. ۳ (۲): ۲۰۳-۲۳۰.
- [۳۰] Arriola, O.C., Rocha, M.O.C., Hernandez, A.B., Brauer, J.M.E., Jatomea, M.P. ۲۰۱۳. Controlled release matrices and micro / nanoparticles of chitosan with antimicrobial potential: development of new strategies for microbial control in agriculture. Journal of the Science of Food and Agriculture. ۹۳ (۷): ۱۵۲۵-۱۵۳۶.

- [۳۱] Allah Gholipour, Mehrzad., Rabiei, Babak. (۲۰۱۰); Starch Adhesion Properties: New indices for evaluating the cooking quality of rice cultivars
- [۳۲] Nazarian Firouzabadi, Farhad. (۲۰۱۴); The manual starch biosynthesis and biopolymer production in plants
- [۳۳] Bakhshi Khaniki, Gholamreza., Hosseini, Fatemeh. (۲۰۱۱); The isolation and characterization of starch degrading psychrotrophic bacterium and studying its amylolytic properties
- [۳۴] Poostizadeh, Masoumeh., Mojadam, Mani. (۲۰۱۶); Study the effect of simultaneous use of nitrogen and azotobacter at different densities on quantitative traits and some biochemical properties of the spring corn maize
- [۳۵] Ghorbanian, Noushin., Nouri, Leila. (۲۰۱۵); The evaluation of using modified sodium octenyl succinate starch as egg substitute in mayonnaise
- [۳۶] Khazaei, Ali., Kohi Kamali, Sara. (۲۰۱۷); The replacement effect of modified starch as a part of walnut kernel on physicochemical, organoleptic, and viscosity properties, and the shelf life of Canned Khoresh-e Fesenjān
- [۳۷] Purgasem, Haniyeh., Mohammadi, Mohsen. (۲۰۱۷); Study the effect of starch coating on the biocompatibility of magnetic iron nanoparticles on the cell line
- [۳۸] Shahidi, Fakhri., Khalilian, Safieh. (۲۰۱۳); Examining the effect of starch and guar on tissue, color, and acceptance parameters of carrot pastille
- [۳۹] Majzobi, Mahsa., Biparva, Paniz. (۲۰۱۳); Study the effect of acetic acid addition on some physical and chemical properties of wheat starch
- [۴۰] Mosleh, Leila., Hashemi, Seyed Hossein. (۲۰۱۴); The comparison of the efficiency of using corn starch coagulant aid and its simultaneous function with alum, poly aluminum chloride, and ferric chloride coagulants for removing turbidity from water
- [۴۱] Yazdan Setad, Sajjad., Taheri, Raheleh. (۲۰۱۵); The production of microbial cellulose using native species of *Pseudomonas luteola*
- [۴۲] Dadkhah Tehrani, Abbas., Parsamanesh, Masoumeh. (۲۰۱۵); Modifying the surface of cellulose nano-whiskers using water-soluble polymers
- [۴۳] Rahber Shams Kar, Kobra., Heydari, Hananeh. (۲۰۱۶); The preparation of hydrogel and aerogel of crystalline nano-cellulose from cotton pulp and investigation of its application as a thermal insulation
- [۴۴] Sheikh Nazari, Somayeh., Tabarsa, Taghi. (۲۰۱۷); Examining the dielectric properties of bacterial cellulose- thermosetting resin nano-bio-composite
- [۴۵] Golchoubi, Laleh., Alimi, Mazdak. (۲۰۱۵); Examining the effect of adding cellulose nanofiber and carboxymethyl cellulose on the physicochemical and sensory properties of low fat mayonnaise
- [۴۶] Rouhani, Mahdi., Kord, Behzad. (۲۰۱۴); Inhibitory properties of polyvinyl alcohol cellulose nanocrystal nanocomposites
- [۴۷] Taheri, Raheleh., Ajodanifar, Hatef. (۲۰۱۳); The production of cellulose by native bacterial isolates of Iran
- [۴۸] Mehri, Elahe., Ghasemian, Ali. (۲۰۱۴); The production of cellulose nano-whisker from Bamboo plant and examining its characteristics

[۴۹] Hatami, Abolfazl, Barikani, Mehdi. (۲۰۱۱); Cellulose nanocrystals: Examining the structure, properties, and application

[۵۰] Samer Hasan Hussein-Al-Ali,^{۱,۲} Aminu Kura,^۳ Mohd Zobir Hussein,^۴ Sharida Fakurazi, POLYMER COMPOSITES(۲۰۱۶).