

تهیه نانو الیاف کیتوسان-ژلاتین به روش الکتروریسی

سیما حبیبی*

استادیار گروه مهندسی نساجی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرری، تهران، ایران

صدف صمیمی قرائی

دانش آموخته مهندسی نساجی، دانشکده فنی و گروه مهندسی نساجی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرری، تهران، ایران

اعظم طالبیان

استادیار گروه مهندسی نساجی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرری، تهران، ایران

رسید: ۱۳۹۰/۰۵/۰۴، پذیرش: ۱۳۹۰/۱۱/۲۴

چکیده

امروزه پلیمرهای طبیعی به دلیل زیست سازگار بودن و تخریب پذیری کاربردهای بسیاری در صنایع مختلف به ویژه صنایع پزشکی دارا می باشند به علاوه الکتروریسی جهت تولید نانو الیاف و ترکیب پلیمرها به منظور تولید بیو کامپوزیتها روشهای جدیدی در تولید محصولات با کاربردهای گسترده در شاخه های مختلف می باشند. هدف از این تحقیق تولید نانو الیاف ترکیبی از کیتوسان و ژلاتین به روش الکتروریسی می باشد. لذا نانو الیاف ترکیب ژلاتین-کیتوسان با درصدهای وزنی مختلف از این دو ماده پس از حل شدن در اسید استیک غلیظ با ولتاژ و فاصله سوزن تا صفحه جمع کننده ثابت به روش الکتروریسی تهیه شد. ریزساختار نمونه ها با استفاده از میکروسکوپ الکترون روبشی SEM بررسی شد. همچنین امتزاج پذیری این دو پلیمر با استفاده از SEM و آزمون طیف سنجی اشعه مادون قرمز FT-IR مورد آزمون قرار گرفت. نانو الیاف تهیه شده بدون عیب و عاری از هر گونه دانه تسبیحی در محدوده قطری ۲۵-۲۷۰ nm می باشند. همچنین الیاف به دست آمده امتزاج پذیر بوده و هیچ گونه جدایی فازی مشاهده نگردید. کلمات کلیدی: الکتروریسی، نانو الیاف، ژلاتین، کیتوسان، مورفولوژی، ترکیب.

*. مسئول مکاتبات : s.habibi@iausr.ac.ir

مجله علمی پژوهشی فناوری نساجی

سال ششم- شماره دوم- بهار و تابستان ۹۰

www.tstj.ir

info@tstj.ir



www.SID.ir

۱. مقدمه

تولید نانوالیاف از پلیمرها یکی از مهمترین حیطه های نانو فناوری می باشد. جهت تولید این دسته از الیاف روشهای مختلفی همچون پروسه های کشش، ساخت قالب، تفکیک فاز، خودآرایی و الکتروریسی وجود دارند که با توجه به اینکه پروسه الکتروریسی امکان تولید در اشل صنعتی را فراهم می آورد و همچنین دارای پارامترهای کنترلی بیشتر نسبت به سایر روشها می باشد از اهمیت بالاتری برخوردار است. [۱-۲] در این روش که از طریق اعمال ولتاژ بالا به جت پلیمری انجام می شود، زمانیکه بارهای درون سیال به یک حد بحرانی برسند، جتی از سیال به شکل مخروط تیلور از قطره کوچک موجود در نوک سوزن خارج خواهد گشت [۳]. جت پلیمر به سمت ناحیه دارای پتانسیل الکتریکی کمتر (که در اکثر موارد یک جمع کننده متصل به زمین است) حرکت خواهد نمود. پارامترهای متعددی بر مورفولوژی الیاف الکتروریسی شده حاصله تاثیر گذارند، به صورتی که طی این پروسه امکان تولید طیف وسیعی از الیاف (از الیاف با ساختار مهره ای گرفته تا الیاف دارای سطح متخلخل) فراهم می باشد، به طور کلی، اجزاء پروسه الکتروریسی متشکل از یک سرنگ جهت نگهداشتن محلول پلیمری، دو الکترود و یک منبع ولتاژ مستقیم که ولتاژی در محدوده کیلوولت فراهم می نماید، می باشد. [۴-۷] پارامترهای متعددی بر خواص لیف تولید شده حین فرایند الکتروریسی همچون خواص پلیمر و محلول آن از جمله وزن مولکولی، ویسکوزیته، هدایت الکتریکی و کشش سطحی و همچنین شرایط الکتروریسی مانند ولتاژ الکتریکی اعمال شده، فاصله نوک سوزن تا صفحه جمع کننده، نرخ تغذیه و غیره تاثیر گزار هستند. نانو الیاف دارای خواص مطلوب بسیاری از جمله نسبت سطح به حجم زیاد و تخلخل زیاد با روزه های بسیار کوچک هستند. از این رو نانو الیاف می توانند در کاربردهای زیست پزشکی زیادی همچون تهیه نسجهها، پروتزهای پزشکی، اعضای مصنوعی، پوششهای زخم بندی، حمل دارو و ترکیبات داروی به کار روند. کیتین دومین پلیمر طبیعی است که به مقدار بسیار زیادی به صورت پوست سخت پوستان در طبیعت وجود دارد. کیتوسان مشتق به دست آمده از دی استیل نمون کیتین می باشد. انواع مختلفی از کیتوسان را می توان از طریق اصلاح گروههای هیدروکسیل و آمینوی آن بدست آورد. همچنین بر اساس تحقیقات انجام شده، کیتوسان بستر مناسبی برای کشت سلولی می باشد چرا که این ماده زیست سازگار، زیست تخریب و زیست فعال است. باید در نظر داشت که الکتروریسی کیتوسان به دلیل ماهیت یونی آن چالش بزرگی محسوب می شود. [۵-۸] ژلاتین پروتئینی است که حاوی گلايسین، پرولاین و هیدروکسی پرولاین است. از این ماده به عنوان پوششهای زخم بندی، چسب و لایه های جاذب در حین عمل جراحی استفاده می شود. [۹-۱۰] با در نظر گرفتن مطالب عنوان شده هدف این تحقیق تهیه نانو الیاف ترکیب ژلاتین-کیتوسان و بررسی ساختار و امتزاج پذیری این دو ماده بوده است بدین ترتیب می توان از خواص بهینه این دو ماده در ترکیبشان بهره جست. بدین منظور پس از حل نمودن نسبتهای مختلف این دو ماده در اسید استیک غلیظ و الکتروریسی آنها در شرایط یکسان مورفولوژی آنها با استفاده از SEM و ترکیب پذیریشان به وسیله FTIR بررسی شد.

۲. مواد و آزمایشات

۱.۱. مواد مصرفی

کیتوسان با وزن مولکولی متوسط و درجه دی استیلایسیون ۷۵-۸۵٪ از شرکت زیگما آلدردج تهیه شد. ژلاتین از شرکت مرک، اسید استیک گلاسیال از شرکت مرک خریداری شد.

۲.۲. دستگاهها

۱.۱،۲،۳. الکتروریسی

عملیات الکتروریسی با استفاده از دستگاه الکتروریسی تحت عنوان NEU ساخت شرکت ژاپنی KATO TECH LTD در شرایط مختلف انجام گرفت. این دستگاه قابلیت تولید ولتاژ در محدوده ۰-۴۵ کیلو ولت را دارا می باشد. سوزن استفاده شده گیج ۱۸ و صفحه جمع کننده به صورت غلتک دوار است که جهت جمع آوری نمونه ها، سطح آن با فویل آلومینیوم پوشش داده می شود. محلول پلیمری با غلظتهای مختلفی از کیتوسان، ژلاتین و کیتوسان ژلاتین به درون یک سرنگ کشیده شد. فاصله سوزن تا صفحه جمع کننده، میزان تغذیه و ولتاژ قابل تنظیم است. غلظت و در صد اختلاط به همراه شرایط الکتروریسی در جدول ۱ نشان داده شده است. مجموع غلظت نمونه ها ۱۰٪ در نظر گرفته شد که به نسبتهای اشاره شده در جدول ۱ در اسید استیک ۹۰٪ حل شدند. در این غلظت بهترین ویسکوزیته برای ریسنگی الیاف فراهم شد.

جدول ۱. مشخصات محلول و شرایط ریسنگی

فاصله سوزن تا صفحه جمع کننده (mm)	میزان تغذیه (mm/min)	ولتاژ اعمال شده (KV)	نسبت وزنی / وزنی کیتوسان به ژلاتین (%W/W)
۱۰۰	۰/۰۸	۳۰	۵/۹۵
۱۰۰	۰/۰۸	۳۰	۱۰/۹۰
۱۰۰	۰/۰۸	۳۰	۲۰/۸۰
۱۰۰	۰/۰۸	۳۰	۳۰/۷۰

۲.۲.۲. میکروسکوپ الکترون روبشی SEM

به منظور بررسی ریز ساختار و بررسی درجه توزیع الیاف از دستگاه میکروسکوپ الکترون روبشی SEM مدل Philips، XL۳۰، با بزرگنمایی های مختلف استفاده شد.

۳.۲.۲. طیف اشعه مادون قرمز FT-IR

بررسی ساختار شیمیایی نمونه های نانو الیافی با آزمون طیف سنجی اشعه مادون قرمز FT-IR مدل Tensor 27۰ Bruker انجام شد. جهت طیف سنجی نمونه ها به میزان ۲ تا ۵ میلی گرم بر روی صفحه های از جنس KBr قرار داده شدند.

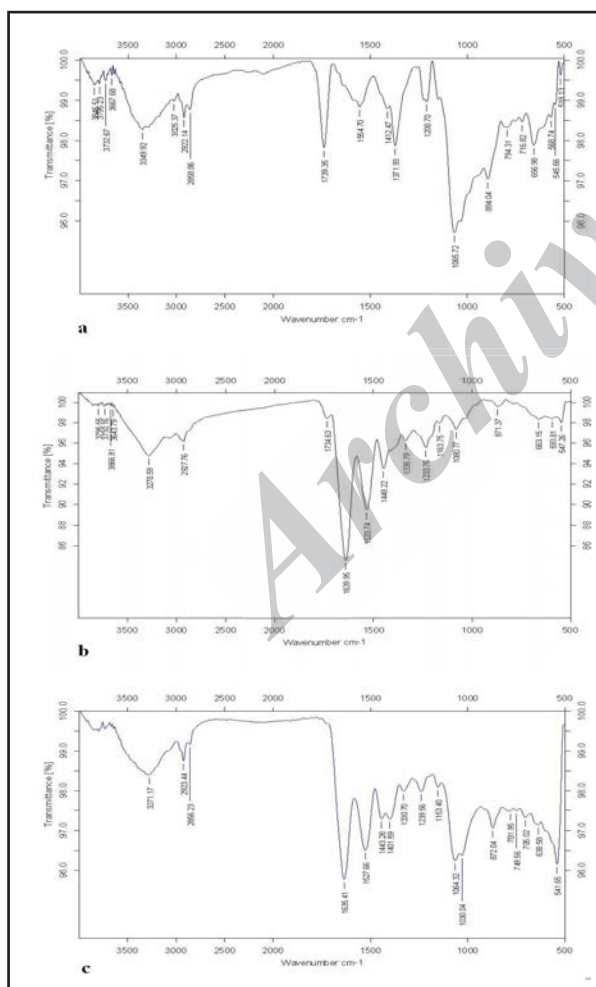
۳. نتایج و مباحث

۱.۳. مورفولوژی (SEM)

شکل ۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه های الکتروریسی شده را نشان می دهد. همانگونه که مشاهده می شود در ولتاژ اعمالی، نانو الیافی یکنواخت بدون معایب دانه تسبیحی شکل گرفته است. همچنین می توان مشاهده نمود که این دو ماده بدون جدا شدن فازی با هم ترکیب شده ساختاری یکنواخت تشکیل داده اند. با توجه به شکل ۱-ا که حاوی ۵٪ کیتوسان و ۹۵٪ ژلاتین است الیاف نانو با محدوده قطری

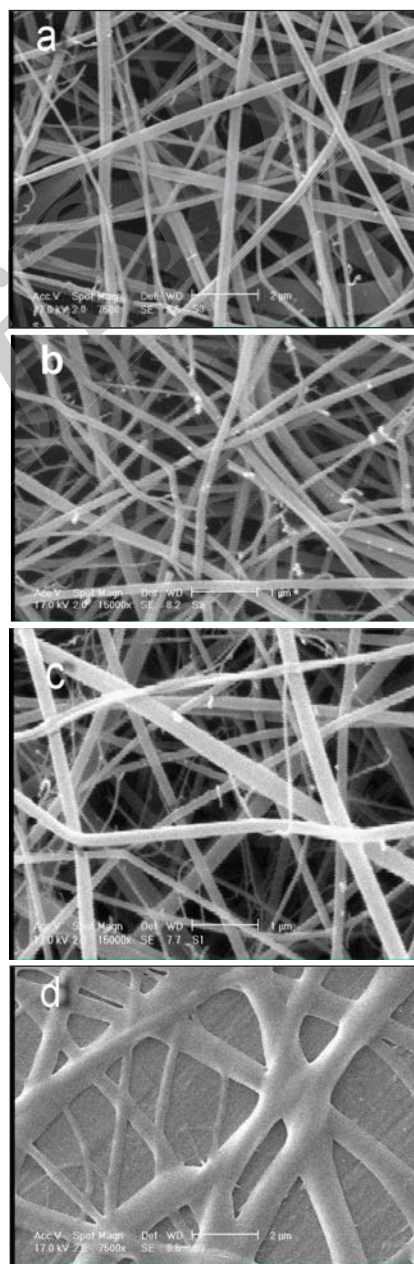
۳.۳. طیف FTIR

شکل ۲ طیفهای ارائه شده از نانو الیاف کیتوسان، ژلاتین و کیتوسان ژلاتین را نشان می دهد. همانگونه که ملاحظه می گردد به دلیل مشابهت گروههای عاملی در هر دو ترکیب، نوارهای جذبی مشابهی نیز دیده می شود. حذف نوار جذبی ۱-cm ۱۷۳۹/۳۵ از کیتوسان(شکل ۲-۱) نشان دهنده وارد واکنش شدن گروه مربوطه به این نوار که گروه آمیدی است با گروه -NH₂ از ژلاتین(شکل ۲-۲) می باشد. از طرف دیگر اتصال مابین گروههای -NH₂ از کیتوسان با C=O- از ژلاتین نیز با تشکیل پیوند ایمینی همراه است که در هر دو مورد فوق نوار جذبی گروه ایجاد شده در منطقه نوار جذبی ظاهر شده در حدود ۱-cm ۱۶۳۵/۴۱ می باشد که مشابه نوارهای آمیدی ژلاتین است. با اطمینان نمی توان در رابطه با پیوندهای هیدروژنی ایجاد شده بین گروههای C=O- یا C(O)=O از هر دو ترکیب به دلیل تعداد زیاد آنها صحبت نمود اما برقراری این پیوند به طور حتم می تواند نوارهای ظاهر شده در بالاتر از ۱۳۲۰۰-cm را تحت تاثیر قرار می دهد. شکل ۲-۳ مربوط به کیتوسان-ژلاتین می باشد. با توجه به این نتایج و نتایج SEM که هیچگونه جدایی فازی را نشان نمی دهد می توان امتزاج پذیری این دو ماده را تایید نمود.



شکل ۲. طیف FTIR نمونه های نانو الیافی (a) کیتوسان، (b) ژلاتین، (c) ترکیب کیتوسان-ژلاتین ۸۰:۲۰

۴۷-۷۰ nm شکل گرفته اند. با افزایش میزان کیتوسان به ۱۰٪ و کاهش ژلاتین به ۹۰٪ (شکل ۱-۱) همچنان الیاف بدون نقص هموار بدون داشتن ضایعات مهیره مانند بر روی سطح با قطر ۵۵-۸۵ nm تولید شده اند. در نسبت ۲۰:۸۰ از کیتوسان-ژلاتین قطر الیاف در محدوده ۲۵-۹۷ nm می باشد(شکل ۱-۲). با افزایش میزان کیتوسان به ۳۰٪ رسیدگی در شرایط یکسان سخت تر انجام شد و قطر الیاف افزایش یافت. همانگونه که در شکل ۱-d مشاهده می شود محدوده قطری این الیاف از ۹۰-۲۵۰ nm می باشد. با افزایش کیتوسان به نسبت ۴۰:۶۰ نسبت به ژلاتین امکان رسیدگی مقدور نبود و مخروط تیلور مشاهده نگشت و روزنه لوله موئین مسدود گردید. [۲]



شکل ۱. تصاویر میکروسکوپ الکترونی الیاف مخلوط کیتوسان-ژلاتین، (a) نسبت وزنی کیتوسان به ژلاتین ۵:۹۵، (b) نسبت وزنی کیتوسان به ژلاتین ۱۰:۹۰، (c) نسبت وزنی کیتوسان به ژلاتین ۲۰:۸۰، (d) نسبت وزنی کیتوسان به ژلاتین ۳۰:۷۰، (غلظت ترکیب کیتوسان و ژلاتین ۷/۱۰٪ در اسید استیک ۹۰٪ می باشد)

۴. نتیجه گیری

در این تحقیق نانو الیاف ترکیب کیتوسان - ژلاتین با درصدهای مختلف وزنی این دو ماده به روش الکتروریسی تهیه شد. مورفولوژی لایه های بدست آمده با استفاده از SEM بررسی و شکل گیری نانو الیاف بدون عیب و جدایی فازی تایید شد. نتایج FTIR که نشاندهنده برقراری پیوند بین عوامل هر دو ماده بوده، نتایج SEM را تایید نموده اند. همچنین این دو ماده نانو الیاف امتزاج پذیر بدون جدایی فازی تشکیل دادند. با افزایش درصد وزنی کیتوسان در ترکیب دو ماده ژلاتین و کیتوسان قطر الیاف کمی افزایش یافته اما همچنان در ساختار لیف دانه ای مهره مانند نشانه عیوب سطحی مشاهده نگردید.

۵. تشکر و قدردانی

تحقیق فوق برگرفته از طرح پژوهشی تحت عنوان بررسی امکان تولید نانو الیاف کیتوسان-ژلاتین می باشد که با حمایت مالی دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرری به اجرا در آمده است. بدین وسیله از آن واحد دانشگاهی، تقدیر و تشکر به عمل می آید.

۵. منابع

- [1] Z.Huang, Y.Z.Zhang., *Composite science and Technology*, **63**:2223-2253., 2003.
- [2] R.Jayakumar, M.Prabaharan., *Biotechnology Advances*, **28**:142-150., 2010.
- [3] L.Larrondo and, R.Manley., *J.Polym.Sci. Pol. Phys.*, **19**:909-920., 2002.
- [4] K.Ohkawa, D.Cha., *Macromolecular.*, **25**:1600-1605., 2004.
- [5] X.Geng, O.Kwon., *Biomaterials*, **26**:5427-5432., 2005.
- [6] H.Homayoni, S.A.Hosseini, M.Valizadeh., *Carbohydrate Polymers*, **77**:656-661., 2009.
- [7] A.Uygun, M.Kiristi, L.Oksuz., *Carbohydrate*, **346**:259-265., 2011.
- [8] Z.Huang, Y.Zhang., *Polymer*, **45**:5361-5368., 2004.
- [9] X.Zhyang, B.Cheng., *Carbohydrate Polymers*, **82**:524-527., 2010.
- [10] B.Dhandayuthapani, U.Krishan., *www.interscience.wiley.com*., 2009.