

# تأثیر شرایط تولید بر ویژگی‌های الیاف آلجینات خالص و دارای دارو به روش ترریسی اتوماتیک

علی استاد زاده، امیر هوشنگ حکمتی\*، رضا قاضی سعیدی، ابوسعید رشیدی، صفدر اسکندر نژاد  
گروه مهندسی نساجی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات، تهران، ایران

**چکیده:** آلجینات، پلیمری به نسبت زیست سازگار بوده و دارای بار منفی است. این پلیمر پلی ساکاریدی جدا شده از جلبک دریایی، به عنوان یک ماده زیستی به طور گسترده در رهایش دارو، تولید زخم پوش‌ها و چاپ، رنگرزی و تکمیل منسوجات مورد استفاده قرار می‌گیرد. از مهم‌ترین روش‌های تولید این پلیمر زیستی، روش ترریسی می‌باشد. در این پژوهش، برای اولین بار دستگاه ترریسی اتوماتیک، برای تولید الیاف آلجینات خالص و دارای روغن زیتون ساخته شد. از روش‌های طیف‌سنجی فروسرخ، پراش پرتو ایکس و طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس ساختار الیاف تولیدی بررسی شد. پس از بررسی رفتار رئولوژی محلول پلیمری که نقش مهمی در تعیین عملکرد غشا دارد، مشخص شد، افزودن روغن زیتون به محلول ریسندگی، باعث افزایش گرانشی از ۰/۵۵۶۰۵ سنتی پواز به ۲/۰۵۴۲ سانتی پواز می‌شود که بر شکل‌شناسی محلول ریسندگی و شکل الیاف تولیدی تأثیر گذار بوده است. طبق نتیجه‌های طیف‌سنجی فروسرخ، پیوند درون مولکولی قوی از نوع پیوند هیدروژنی در الیاف دارای روغن زیتون دیده شد. نتیجه‌های XRD نشان داد، ارتفاع ناحیه‌های بلوری در الیاف آلجینات خالص به دلیل وجود آب به تنهایی در ترکیب محلول پلیمری کوتاه‌تر از الیاف آلجینات دارای روغن زیتون می‌باشد. همچنین به کمک طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDS) امکان تهیه هم‌زمان نقشه‌های چند گانه از عناصر موجود در یک ناحیه بررسی شد. نتیجه‌ها نشان داد، که پیک‌های با ارتفاع بیشتر به معنی غلظت بیشتر عنصر مورد نظر در نمونه است، این میزان در الیاف دارای روغن زیتون به مراتب بیش‌تر از الیاف خالص بود.

**واژگان کلیدی:** الیاف آلجینات، طیف‌سنجی فروسرخ، پراش پرتو ایکس، طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس، روغن زیتون، ترریسی

**KEYWORDS:** Alginate Fiber, FTIR, XRD, EDS, Olive oil, Wet spinning

## مقدمه

(سوزاندن، دفن، بازیافت) باعث توجه بسیاری از پژوهشگران به استفاده از مواد زیست تخریب‌پذیر شده است. از این رو در سال‌های اخیر

امروزه آلودگی‌های زیست‌محیطی ناشی از کاربرد پلیمرهای سنتزی در محیط‌زیست و همچنین روش‌های گوناگون حذف آن‌ها

\*Email: nitaapp97@gmail.com

\* عهده‌دار مکاتبات

پژوهشگران دانشگاهی و صنعتی می‌باشد. در سال ۲۰۱۵ میلادی، سیباجا و همکاران، پژوهشی برای آماده‌سازی الیاف آلجینیات-کتیوزان در کاربرد زیست‌پزشکی انجام دادند. در این پژوهش الیاف آلجینیات-کتیوزان توسط روش ترریسی تولید شد و عمل انعقاد در طی واکنش میان آلجینیات با بار منفی و کتیوزان با بار مثبت رخ داد. به منظور بهبود ویژگی‌های مکانیکی، کتیوزان به صورت الیاف ریسیده شد. با انجام آزمایش‌ها مشخص شد که وقتی کتیوزان به الیاف تبدیل شد اثر خوبی در جلوگیری از رشد باکتری اشرشیاکولی از خود نشان داد [۱۸-۱۶].

اهمیت انجام این پژوهش بیش‌تر متمرکز بر خلاءهای موجود در این زمینه در کشور و در سطح بین‌المللی می‌باشد. در مقیاس ملی با توجه به حجم بالای مرزهای آبی، کشور ایران پتانسیل بالایی در زمینه ذخایر جلبکی دریایی به ویژه در خلیج فارس دارد. در صورتی که این پتانسیل نهفته با طرح‌های پیش‌بینی شده دولت منجر به تولید این ماده طبیعی با ارزش شود، برای مصرف در صنعت پزشکی به عنوان پانسمان، تنها روش ممکن تولید الیاف از آلجینیات، روش ترریسی می‌باشد [۱۹]. با توجه به مطالعه‌های اولیه در این پژوهش در حال حاضر دستگاه آزمایشگاهی ترریسی مناسب که تولید داخل بوده و با قیمت معقول قابل خرید باشد وجود ندارد. این خلاء باعث شده است که پژوهش‌ها در زمینه تولید الیاف بیش‌تر به تولید الیاف به روش ذوب ریسی یا خشک ریسی معطوف شده باشد.

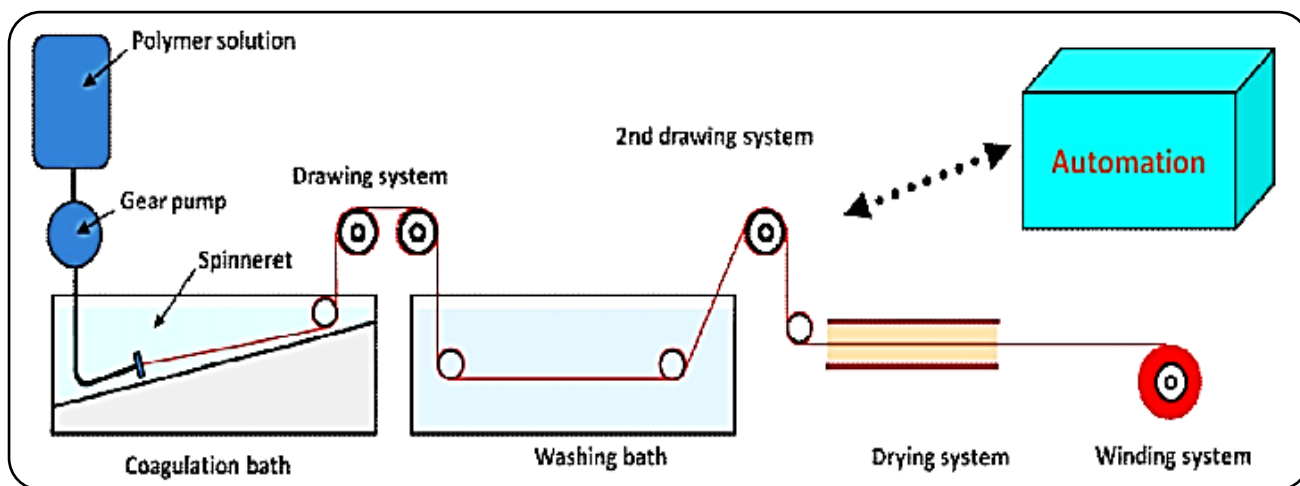
در این پژوهش، پس از طراحی و ساخت دستگاه ترریسی تمام اتوماتیک برای اولین بار در کشور، الیاف آلجینیات خالص و آلجینیات دارای روغن زیتون تولید شد. سپس رفتار رئولوژی محلول پلیمری بررسی شد و ساختار الیاف با روش‌های طیف‌سنجی فروسرخ، پراش پرتو ایکس و طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس مورد بررسی قرار گرفت.

## بخش تجربی

### مواد

برای تولید الیاف آلجینیات خالص و آلجینیات دارای روغن زیتون، از آلجینیات فرانسوی به شکل پودر زرد مایل به قهوه‌ای، کلسیم کلرید دو آبه با درجه خلوص ۹۹٪ ساخت شرکت مرک آلمان، روغن زیتون با خلوص ۹۸٪ ساخت زنجان-ایران و روغن زیتون با خلوص ۹۸٪ ساخت زنجیل-ایران استفاده شد.

مطالعه بر روی پلیمرهای طبیعی گسترش یافته است. پلیمرهای طبیعی در مقایسه با پلیمرهای سنتزی، زیست‌سازگاری بهتر و ایمنی بالاتری دارند [۴-۱]. این مواد به‌طور معمول به سه دسته کلی پروتئین‌ها، پلی ساکاریدها و لیپیدها تقسیم بندی می‌شوند. آلجینیات یکی از پلیمرهای طبیعی است. این ماده پلیمری غیرسمی، زیست‌سازگار و پلی ساکاریدی است که به‌طور معمول از جلبک‌های قهوه‌ای دریایی استخراج می‌شود. آلجینیات به دلیل این که دارای گروه‌های هیدروکسیل و کربوکسیل آزاد در طول ستون اصلی خود می‌باشد. انتخاب ایده آلی برای عامل‌دار شدن شیمیایی با دیگر پلیمرها خواهد بود [۵]. این پلیمر، مولکول‌های زنجیری بسیار طولانی با گروه‌های فعال کربوکسیل دارد که قادرند در امتداد یک‌دیگر به روشی مشخصه موادی با قابلیت تشکیل لیف است، هم راستا شوند [۶]. الیاف آلجینیات تولید شده به روش ترریسی در زمینه‌های پزشکی، صنایع دارویی، تولید کاغذ، صنعت نساجی و... کاربرد دارند. در روش ترریسی نخست سامانه ریسنده‌گی با اعمال فشار و سرعت کنترل شده از روزنه‌های رشته‌ساز با قطر متناسب با کاربرد، خارج می‌شود. پیرو آن محلول شکل گرفته وارد حمام انعقاد شده و به صورت لیف پلیمری رسوب می‌کند [۷]. سازوکار تشکیل ساختار در ترریسی بسیار پیچیده و به پدیده‌های رئولوژیکی و نفوذ بستگی دارد [۸]. پژوهشگران ساختارهای خروجی فرایند ترریسی را به چهار گروه کلی تقسیم کرده‌اند: سلولی، دانه‌ای، هم پیوسته و بزرگ روزه‌ای. با این وجود برخی از پژوهشگران، ساختارها را به دو دسته کلی انگشت گونه و اسفنج گونه تقسیم کرده‌اند. تشکیل ساختار انگشت گونه یا بزرگ روزه در فرایند رسوب غوطه‌وری دارای اهمیت است [۱۰-۸]. اندازه این روزه‌ها به‌طور معمول بین ۲۰ تا ۵۰ میکرون است و اولین بار توسط لوئب و همکاران گزارش شد. از نظر کاربردی روزه‌های بزرگ باعث کاهش ویژگی‌های مکانیکی الیاف شده و با حذف آن‌ها رنگ‌پذیری، جذب آب و کشش‌پذیری کاهش می‌یابد [۱۱،۱۲]. سایر پژوهشگران کاهش اندازه روزه‌ها تا مقیاس نانومتری را ضرورت اصلی افزایش ویژگی‌های مکانیکی پلیمرها از جمله کاهش نرخ رشد ترک و افزایش چقرمگی آن معرفی کرده‌اند [۱۳]. بنابراین روش طراحی روزه‌ها از منظر مقدار، اندازه، توزیع اندازه و اتصال مناسب آن‌ها در دستیابی به ویژگی‌های مکانیکی دلخواه از مسایل کلیدی در فناوری‌های بسیاری همچون غشا، اسفنج و الیاف محسوب می‌شود [۱۴،۱۵]. در نتیجه دستیابی به دانش توسعه در مقیاس صنعتی مورد توجه



شکل ۱ - شمای دستگاه ترریسی [۷]

این دستگاه می‌باشد، استفاده شد. صفحه صفحه لمسی بخش کنترل می‌تواند انواع سرعت‌ها را برای موتورها و پمپ با استفاده از نرم‌افزاری که برای کار کردن موتورها تعبیه شده است تنظیم کند و سپس دستگاه راه اندازی شد. حمام انعقاد شامل یک محلول (ترکیب حلال/آب مقطر) برای تولید تک رشته بود، از آن جایی که برخی محلول‌ها می‌توانند کم و بیش مواد شیمیایی ته‌جمی باشند، به منظور جلوگیری از واکنش‌های شیمیایی، حمام انعقاد از جنس ورق‌های پلکسی ساخته شد. حمام شستشو از جنس ورق پلکسی گلاس و با شکل مکعب مستطیل سرامیکی بود. در روش ریسندگی تر قطر الیاف تولید شده به قطر روزنه، نرخ تزریق و سرعت کشش بستگی دارد. تزریق محلول ریسندگی به طرف رشته‌سازی از جنس برنج به شکل شش ضلعی با قطر روزنه ۱ میلی‌متر و طول ۳ سانتی‌متر صورت گرفت. رشته منعقد شده پس از عبور از چند غلتک راهنما از جنس سرامیکی از حمام شستشو نیز عبور داده شد. در ادامه، رشته تولید شده خشک شده و توسط غلتک پیچش آماده شد. حمام انعقاد شامل یک محلول (حلال/آب مقطر) برای تولید تک رشته بود. از حمام انعقاد که شامل ۳۰ گرم کلرید کلسیم در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر بود برای پلیمر خالص و پلیمر حاوی روغن زیتون استفاده شد. برای خشک کردن تک رشته آلجینات در چند ثانیه، از یک سامانه خشک کن استفاده شد که شامل، یک سشوار صنعتی دیجیتال و قرقره‌های سرامیکی برای عبور الیاف بود.

#### رئومتری

ویژگی‌های رئولوژیکی و گرانیوی نمونه‌ها با استفاده از دستگاه رئومتر مدل Anton paar MCR 301 در دمای ۲۵ درجه سلسیوس اندازه‌گیری شد.

#### روش تولید الیاف آلجینات

از روش ترریسی برای تولید الیاف آلجینات خالص و آلجینات دارای روغن زیتون استفاده شده است. برای ریسیدن پلیمر تهیه شده از آلجینات نیاز به طراحی و ساخت دستگاه محلول ریزی آزمایشگاهی بود. در شکل ۱ شمایی از دستگاه آورده شده است. پس از تهیه و انتخاب آلجینات مصرفی برای تولید الیاف خالص نخست مقدار ۲ گرم، و سپس ۳ گرم و سرانجام ۴ گرم آلجینات با ترازوی دیجیتال وزن شد و سپس هر کدام از آن‌ها به دلیل داشتن حباب به صورت جداگانه و تدریجی به ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر افزوده شد و به مدت ۳ ساعت با همزن مکانیکی هم‌زده شد. سپس برای تولید الیاف دارای روغن زیتون، نخست مقدار ۱ گرم، و سپس ۱/۵ گرم و سرانجام ۲ گرم آلجینات توسط ترازوی دیجیتال وزن شد. به خاطر ایجاد نشدن حباب به ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر افزوده شد و به مدت ۳ ساعت از همزن مکانیکی استفاده شد. دستگاه ترریسی ساخته شده، شامل شاسی دستگاه، صفحه نگهدارنده موتور و دیگر متعلقات آن پمپ، مخزن، موتور، درایور، رشته ساز و حمام‌های انعقاد بود. مخزن پلیمر از جنس برنج به ضخامت ۲ میلی‌متر بود. از درایور برای تأمین ولتاژ و جریان مورد نظر استفاده شد. از منبع تغذیه ۱۲ ولتی که مربوط به تغذیه موتور و پمپ و کنترل صفحه صفحه لمسی می‌باشد و یک منبع تغذیه ۵ ولتی که مربوط به موتورهای بخش کشش، قسمت نخ بر و تراورس و قسمت پیچش می‌باشد، استفاده شد. همچنین از استپ موتور DC، ۳ آمپر با گشتاور ۲۲ کیلوگرم و دقت ۱/۸ درجه در هر استپ، که از شرکت DENKI SANYO ژاپن برای به حرکت در آوردن پمپ چرخ دنده‌ای استفاده شد. برای خاموش و روشن کردن موتور و همچنین کم و زیاد کردن دور آن و یا در واقع سرعت ریسندگی، از قسمت کنترل که در بخش مرکزی

**طیف‌سنجی فرسوخ**

به منظور شناسایی گروه‌های عاملی موجود در ساختار الیاف آلیجینات خالص و دارای روغن زیتون از طیف سنج فرسوخ تبدیل فروریه Nicolet Magna-IR مدل ۵۶۰ آمریکا استفاده شد.

**پراش پرتو ایکس**

به منظور بررسی ساختار بلوری پودر آلجینات-آلیجینات خالص و آلجینات دارای روغن زیتون از دستگاه X-Ray مدل SEIMENS D500 آند از جنس مس با ولتاژ و جریان (0KV,0MA) در دمای ۲۵ درجه سلسیوس استفاده شد.

**طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس EDS**

برای تجزیه و تحلیل ساختاری و تعیین ترکیب شیمیایی نمونه در مقیاس بسیار کوچک از طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDS) با آشکار ساز ساخت شرکت Oxford Instruments که دارای مساحت موثر  $80 \text{ mm}^2$  بوده و توان تحلیل نانومتری مواد را دارد استفاده شد.

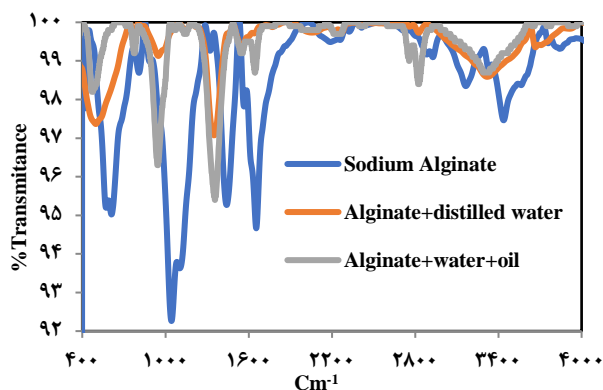
**نتیجه‌ها و بحث****رئولوژی**

طی سال‌های اخیر پژوهشگران متعددی شرایط رئولوژی حاکم بر فرایند ساخت غشا را بررسی کرده و جنبه‌های گوناگون مؤثر بر عملکرد آن را مورد توجه و کنکاش قرار داده‌اند [۲۰،۲۱]. رئولوژی سیال نه تنها ثبات جریان و تنش‌ها را در زمان فرایند ساخت غشا معین می‌کند، بلکه ریز ساختار و ویژگی‌های مکانیکی غشاهای به دست آمده را تحت تأثیر قرار می‌دهد [۲۲-۲۴]. اصول حاکم بر رئولوژی محلول‌های پلیمری مانند گرانروی کشسانی، گرانروی برشی و گرانروی کششی نقش مهمی در تعیین شکل‌شناسی و عملکرد جداسازی غشا دارد [۲۵]. بیش‌تر محلول‌های پلیمری استفاده شده در فرایند ساخت غشا (ریخته‌گری یا ریسندگی) از نظر رئولوژی رفتار غیر نیوتنی (رقیق برشی) دارند. در این سیال‌ها، گرانروی که مشخصه رئولوژی بسیار مهم و کنترل‌کننده در شکل‌شناسی غشا به شمار می‌رود، تابعی از شدت میدان جریان اعمالی است [۲۶-۲۸]. با توجه به ویژگی رقیق شدن برشی بیش‌تر محلول‌های پلیمری، مولکول‌های پلیمری در اثر اعمال تنش در جهت جریان آرایش می‌یابند که این موضوع از گرانروی کشسان بودن محلول پلیمری ناشی می‌شود [۲۹-۳۱]. بنابراین تغییر غلظت پلیمر،

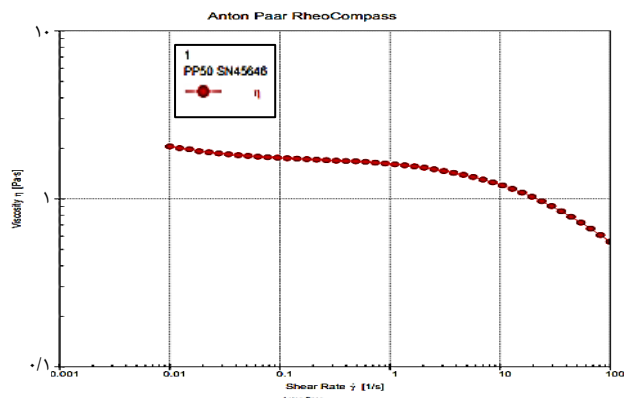
رفتار رئولوژی متفاوتی را برای محلول در پی دارد. همان‌گونه که از مقایسه شکل‌های ۲ و ۳ مشخص است. افزایش غلظت پلیمر در محلول ریسندگی، به دلیل برهمکنش قوی‌تر میان حلال و پلیمر و برهمکنش بیشتر میان ضدحلال و پلیمر به کاهش مقدار انعقاد منجر می‌شود. بنابراین، انباشتگی بیش‌تر مولکول‌های پلیمری از راه گره خوردگی زنجیرها اتفاق می‌افتد. با افزایش غلظت پلیمر در محلول، گرانروی نیز افزایش می‌یابد. به عبارت دیگر، غلظت پلیمر و گرانروی با یکدیگر مرتبط هستند [۳۲،۳۳]. گرانروی محلول ریسندگی اثر مهمی بر فرایند جدایی فاز دارد. گرانروی محلول ریسندگی می‌تواند سرعت تبادل میان حلال و ضدحلال را در طول فرایند جدایی فاز تحت تأثیر قرار دهد. بنابراین، گرانروی محلول ریسندگی به عنوان مشخصه‌ای مهم در تعیین سینتیک شکل‌گیری غشا و شکل‌شناسی سطح و سطح مقطع آن مورد توجه قرار گرفته است. گرانروی سامانه‌های پلیمری با توجه به نوع، غلظت و وزن مولکولی پلیمر، حلال و نوع ماده افزودنی متفاوت است [۳۴،۳۵]. افزودن روغن زیتون به محلول ریسندگی به علت افزایش گرانروی و گرانروی، امکان حرکت مولکول‌های پلیمر و برخورد آن‌ها با یکدیگر کاهش می‌یابد. یعنی با افزایش گرانروی از  $0.55605$  سنتی پواز  $2/0542$  سنتی پواز، سرعت برشی از ۱۰۰ به  $0.1$  (1/s) کاهش یافته است. رفتار پلیمر غیر نیوتنی شده است. با افزایش سرعت جریان محلول ریسندگی، مقدار تنش برشی موجود در خط افزایش یافته و در مقابل عملکرد تراوایی غشاها کاهش می‌یابد. همان‌گونه که مشخص است با افزایش سرعت برشی از  $0.1$  به  $100$  در محلول دارای روغن زیتون مقدار تنش  $0.20539$  به  $55/604$  افزایش یافته است. اما با افزایش سرعت برشی از  $0.1$  به  $100$  در محلول پلیمری آلجینات خالص مقدار تنش از  $0.25349$  به  $271/55$  افزایش یافته است. که تفاوت زیاد به علت تأثیر روغن زیتون در محلول ریسندگی می‌باشد. همچنین مقدار کاهش گرانروی در محلول بدون روغن زیتون از  $25/353$  سنتی پواز به  $2/7159$  سنتی پواز بوده است، که اختلاف این مقدار در دو نوع محلول به علت وجود روغن زیتون در محلول ریسندگی می‌باشد. (شکل‌های ۲ و ۳)

**بررسی FT-IR**

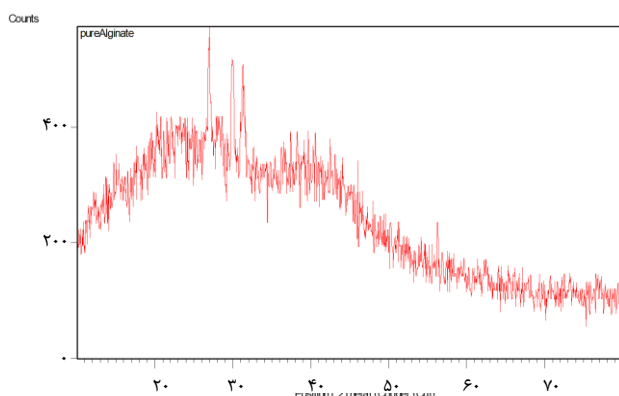
برای مقایسه بهتر نتیجه‌های FT-IR طیف همزمان برای هر سه نمونه در شکل ۴ نشان داده شده است. با توجه به شکل ۴ دیده می‌شود که نوع اتم‌ها و ماده در هر سه نمونه یکسان است. پس در نتیجه تعداد و محل پیک‌های آن‌ها یکسان بوده و اختلاف کمی



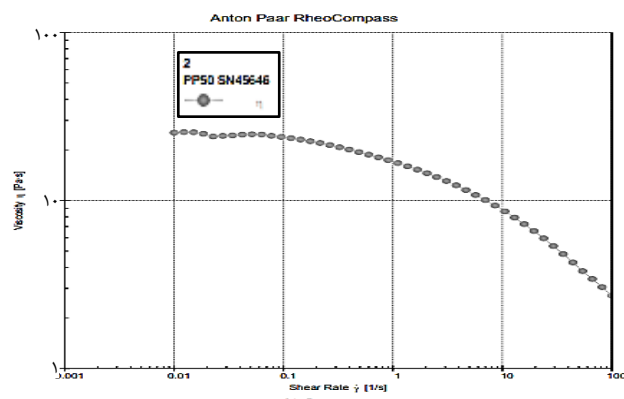
شکل ۴ - طیف FT-IR هم‌زمان هر سه نمونه



شکل ۲ - منحنی جریان محلول پلیمری الیجینات دارای روغن زیتون



شکل ۵ - پودر الیجینات خالص



شکل ۳ - منحنی جریان محلول پلیمری الیجینات خالص

ساده O-H- در سدیم آلجینات در  $3437/83 \text{ Cm}^{-1}$  و در آلجینات خالص در آب در  $3419/23 \text{ Cm}^{-1}$  دیده شد. در آلجینات دارای روغن زیتون در  $3409 \text{ Cm}^{-1}$  دیده شد.

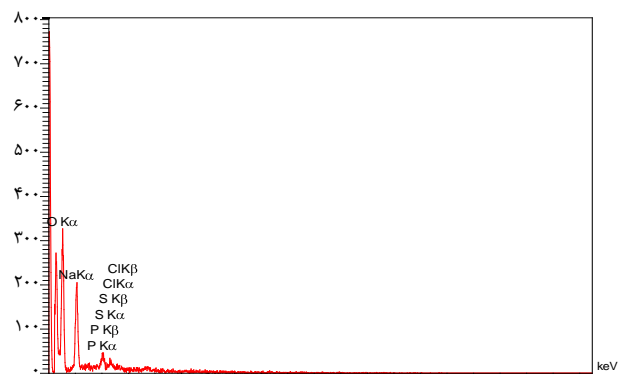
### بررسی XRD

نتیجه‌های پراش پرتو ایکس XRD نمونه آلجینات خالص در شکل‌های ۵ الی ۷ آمده است. شایان ذکر است با بررسی الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌ها تفاوت آشکار در نمونه دارای روغن زیتون با دیگر نمونه‌ها دیده شد. پیک‌های بلند دارای نقاط بلوری مربوط به نمونه‌های پودر آلجینات و آلجینات خالص در ناحیه پس از  $2\theta$  برابر  $20^\circ$  دیده شد. علت این موضوع می‌تواند استفاده از آب به تنهایی باشد. در واقع پلاریته آب باعث افزایش حلالیت پودر آلجینات شده است. ولی با افزودن روغن زیتون، پیک‌های بلند شاخص ناحیه‌های بلوری در ناحیه  $2\theta$  برابر  $20^\circ$  تشکیل شد. در واقع اثر حمام انعقاد در روش ترریسی به علت چرخش و نیروی گریز از مرکز منجر به تغییر ساختار بلوری الیاف دارای روغن زیتون شده است.

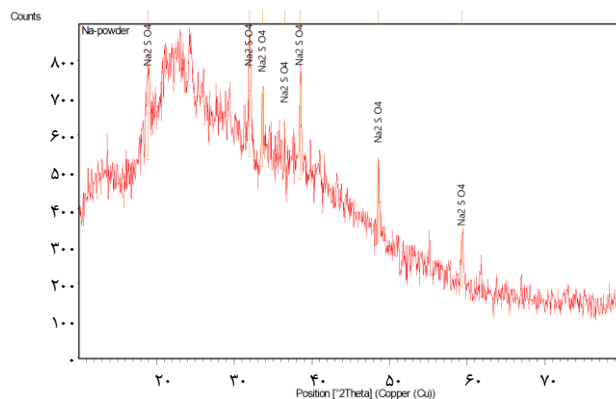
دارند. اختلاف اصلی بین سه طیف در واقع در شدت هر پیک (میزان ارتفاع یا مساحت هر پیک) می‌باشد. در واقع هر چقدر میزان مساحت پیک بیشتر باشد، میزان آن پیوند یا گروه عاملی مرتبط بیشتر می‌باشد. دیده می‌شود که میزان تقریبی مساحت پیک‌ها برای دو نمونه لیف تشکیل شده در آب و یا آب-روغن تشابه بیشتری نسبت به نمونه سدیم آلجینات خالص دارد. که این امر نشان‌دهنده درگیر بودن اتم‌های فعال مانند O و H برای تشکیل پیوند مانند پیوند هیدروژنی که در اثر واکنش بین اتم‌های اکسیژن در یک واحد مولکولی با اتم هیدروژنی در واحد مولکولی دیگر برای تشکیل لیف و زنجیر پیوسته می‌باشد. این نوع پیوند از نوع هیدروژنی بوده که پیوند درون مولکولی قوی محسوب می‌شود. بازه ناحیه اثر انگشتی نیز برای هر سه ماده متفاوت می‌باشد که نشان‌دهنده گوناگون بودن اسکلت ساختمانی هر سه ماده می‌باشد. به‌ویژه این که ویژگی‌های لیف تشکیل شده در آب مقطر با آب-روغن با هم متفاوت می‌باشد زیرا الگوی طیفی ناحیه اثر انگشتی آن‌ها با هم متفاوت است. (ناحیه کم‌تر از  $1000 \text{ Cm}^{-1}$ ) نوار جذبی موجود مربوط به ارتعاش‌های کششی متقارن پیوند

جدول ۱ - میزان عناصر موجود در نمونه آنالیز شده بر اساس درصدهای وزنی و اتمی لیف خالص

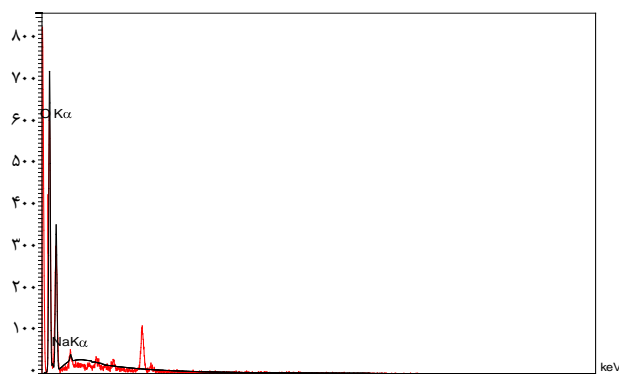
Elt	Line	Int	Error	K	Kr	W%	A%	ZAF	Ox%	Pk/Bg	Class	LConf	HConf	Cat#
C	Ka	۱۱۵/۱	۳۵/۰۴۳۹	۰/۶۶۳۵	۰/۲۵۳۸	۴۲/۲۶	۴۸/۸۳	۰/۶۰۰۴	۰	۱۹/۹۱	A	۴۰/۸۲	۴۳/۷	۰
N	Ka	۵/۳	۳۵/۰۴۳۹	۰/۰۴۱۲	۰/۰۱۵۷	۱۰/۰۶	۹/۹۷	۰/۱۵۶۵	۰	۵/۱۵	A	۸/۴۶	۱۱/۶۶	۰
O	Ka	۱۰۰/۶	۳۵/۰۴۳۹	۰/۲۸۹۰	۰/۱۱۰۵	۴۷/۱۲	۴۰/۸۷	۰/۲۳۴۶	۰	۲۹/۶	A	۴۵/۴	۴۸/۸۳	۰
Na	Ka	۵/۸	۰/۲۸۳۵	۰/۰۰۶۴	۰/۰۰۲۴	۰/۵۶	۰/۳۴	۰/۴۳۲۹	۰	۲/۷۲	B	۰/۴۸	۰/۶۵	۰
				۱	۰/۳۸۲۵	۱۰۰	۱۰۰		۰					۰



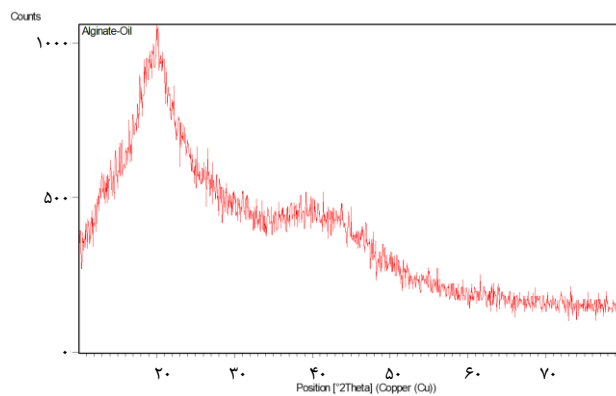
شکل ۸ - طیف به دست آمده از آنالیز نمونه (پودر آلیجینات خالص) با روش طیفسنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس EDS



شکل ۶ - الیاف آلیجینات خالص



شکل ۹ - طیف به دست آمده از آنالیز نمونه (لیف آلیجینات خالص) با روش طیفسنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس EDS



شکل ۷ - الیاف آلیجینات دارای روغن زیتون

### بررسی EDS

با کاهش میزان سدیم در نمونه‌ها درصد وزنی کربن افزایش یافته است که این میزان در نمونه دارای روغن زیتون به طور کامل مشخص می‌باشد. (جدول‌های ۱ و ۲)

درصد وزنی اکسیژن در لیف دارای روغن زیتون می‌باشد. ۴۰/۴۰ درصد وزنی کربن در لیف دارای روغن زیتون ۵۰/۰۳ می‌باشد. درصد وزنی سدیم ۰/۰۳۴ می‌باشد. درصد وزنی اکسیژن در لیف خالص ۴۷/۱۲ می‌باشد. درصد وزنی کربن در لیف خالص ۴۲/۲۶ می‌باشد. درصد وزنی سدیم ۰/۵۶ می‌باشد. درصد

در طیف به دست آمده از آنالیز نمونه‌ای با روش طیفسنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDS) که در اشکال ۸ الی ۱۰ آمده است. انرژی هر یک از پیک‌های نشان داده شده در این نمودار، به یک اتم خاص اختصاص دارد. پیک‌های با ارتفاع بیش‌تر به معنی غلظت بیش‌تر عنصر مورد نظر در نمونه است. در این روش با اندازه‌گیری طول موج و انرژی پرتو ایکس ساطع شده از نمونه‌ها، تشخیص عناصر موجود در نمونه و آنالیز کیفی امکان پذیر شد. همان‌گونه که از آنالیز خطی و تصویری نمونه‌ها مشخص شد.

جدول ۲ - میزان عناصر موجود در نمونه آنالیز شده بر اساس درصد های وزنی و اتمی لیف دارای روغن زیتون

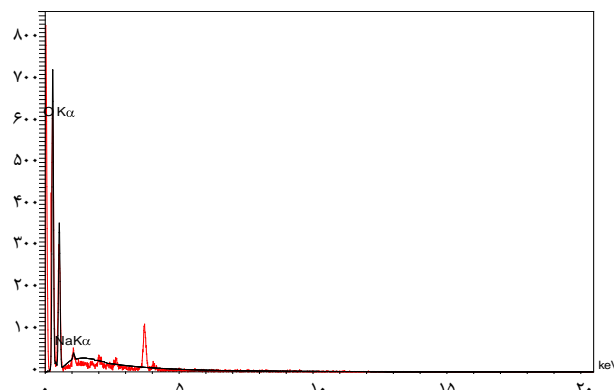
Elt	Line	Int	Error	K	Kr	W%	A%	ZAF	Ox%	Pk/Bg	Class	LConf	HConf	Cat#
C	Ka	۱۵۸/۹	۱۸/۴۴۳۲	۰/۷۶۴۹	۰/۳۲۰۸	۵۰/۰۳	۵۶/۵۶	۰/۶۴۱۲	۰	۲۸/۰۳	A	۴۸/۵۸	۵۱/۴۸	۰
N	Ka	۴/۵	۱۸/۴۴۳۲	۰/۰۲۹۱	۰/۰۱۲۲	۹/۲۳	۸/۹۵	۰/۱۳۲۲	۰	۹/۴۸	A	۷/۶۴	۱۰/۸۲	۰
O	Ka	۸۴/۴	۱۸/۴۴۳۲	۰/۲۰۲۴	۰/۰۸۴۹	۴۰/۴	۳۴/۲۹	۰/۲۱۰۱	۰	۲۹/۲۹	A	۳۸/۸	۴۲	۰
Na	Ka	۴	۰/۳۵۳۳	۰/۰۰۳۶	۰/۰۰۱۵	۰/۳۴	۰/۲	۰/۴۴۷۵	۰	۲/۴۵	B	۰/۲۸	۰/۴	۰
				۱	۰/۴۱۹۴	۱۰۰	۱۰۰		۰					۰

پراکندگی انرژی پرتو ایکس اندازه‌گیری کرد و از آن جایی که اتم‌های هر عنصر در زمان انتقال از تراز به تراز دیگر، پرتو ایکس با مقدار انرژی یگانه از خود ساطع می‌کنند، با اندازه‌گیری مقدار انرژی پرتو ایکس ساطع شده در زمان بمباران الکترونی نمونه، می‌توان نوع اتم آن نمونه را تشخیص داد. در مورد الیاف دارای روغن زیتون، چون اسیدهای چرب به ترتیب شبیه زنجیره‌های هیدروکربن به نسبت درازی هستند و دارای طولی متفاوت، بین ۱۴ تا ۲۴ اتم کربن، هستند، در نتیجه در EDS پیک‌هایی با ارتفاع بیش‌تر نشان‌دهنده غلظت بیشتر عنصر در نمونه است که افزایش این میزان در نمونه دارای روغن زیتون به طور کامل مشخص می‌باشد. با مروری به پژوهش‌های گذشته دیده می‌شود، تاکنون مطالعه جامعی بر روی الیاف الیجینات ترریسی شده صورت نگرفته است. به همین دلیل در این پژوهش افزون بر دستیابی به پژوهش‌های جامع با ترریسی اتوماتیک می‌توان گامی مؤثر برای تولید پانسمان‌های خاص پزشکی برداشت و از نتیجه‌ها بارگذاری مؤثر دارو در درمان بهره برد.

### قدردانی

نویسندگان از همکاری مجتمع آزمایشگاهی شیخ رازی، واحد علوم و تحقیقات تهران، دانشگاه آزاد اسلامی در این کار پژوهشی تشکر می‌نمایند.

تاریخ دریافت: ۱۳۹۸/۱۲/۲۱؛ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۹/۰۳/۲۶



شکل ۱۰ - طیف به دست آمده از آنالیز نمونه (لیف الیجینات دارای روغن زیتون) با روش طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس EDS

وزنی اکسیژن در پودر سدیم الیجینات خالص ۳۸/۹۸ می‌باشد. درصد وزنی کربن در پودر الیجینات سدیم ۳۳/۰۶ می‌باشد. درصد وزنی سدیم ۵/۱۳ می‌باشد. با توجه به افزایش درصد کربن در لیف دارای روغن زیتون نشان‌دهنده وجود روغن زیتون در نمونه است چون اسیدهای چرب موجود در روغن زیتون دارای زنجیره‌های هیدروکربنی بین ۱۴ تا ۲۴ اتم کربن هستند.

### نتیجه‌گیری

مطالعه‌های رئولوژیکی نشان داد، افزایش افزودن روغن زیتون به محلول ریسندهی الیجینات و آب باعث افزایش گرانروی محلول شده که افزون بر بهبود ساختار ریخت‌شناسی الیاف باعث می‌شود از ویژگی روغن زیتون در الیاف بهره برد. نتیجه‌های به دست آمده از طیف‌سنجی FT-IR نشان داد که پیوند درون مولکولی قوی بین پلیمرها از نوع هیدروژنی برقرار است. با استفاده از پراش پرتو ایکس، تغییرهای ایجاد شده در ساختار الیاف تولیدی به خوبی دیده شد. در واقع حمام انعقاد در ترریسی محلول ریسندهی دارای روغن زیتون باعث افزایش ارتفاع پیک در زاویه  $2\theta$  برابر  $20^\circ$  شد. تعداد و انرژی پرتوهای ایکس ساطع شده از یک نمونه را می‌توان به کمک طیف سنج

## مراجع

- [1] Haider S., Kamal T., Khan S.B., Omer M., Haider A., Khan F.U., Asiri A.M. Natural Polymers Supported Copper Nanoparticles for Pollutants Degradation, *Applied Surface Science*, **387**: 1154-1161 (2016).
- [2] Zhang F., Lu Q., Yue X., Zuo B., Qin M., Li F., ... Zhang, X. Regeneration of High-Quality Silk Fibroin Fiber by Wet Spinning from CaCl<sub>2</sub>-Formic Acid Solvent, *Acta Biomaterialia*, **12**: 139-145 (2015).
- [3] Mirabedini A., Foroughi J., Wallace G.G., Developments in Conducting Polymer Fibres: from Established Spinning Methods Toward Advanced Applications, *RSC Advances*, **6(50)**: 44687-44716 (2016).
- [4] Jia Z., Lu C., Liu Y., Zhou P., Wang L. Lignin/Polyacrylonitrile Composite Hollow Fibers Prepared by Wet-Spinning Method, *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, **4(5)**: 2838-2842 (2016).
- [5] Hu X., Rajendran S., Yao Y., Liu Z., Gopalsamy K., Peng L., Gao C., A Novel Wet-Spinning Method of Manufacturing Continuous Bio-Inspired Composites based on Graphene Oxide and Sodium Alginate, *Nano Research*, **9(3)**: 735-744 (2016).
- [6] East G.C., Qin Y., Wet Spinning of Chitosan and the Acetylation of Chitosan Fibers, *Journal of applied polymer science*, **50(10)**: 1773-1779 (1993).
- [7] Cong H.P., Ren X.C., Wang P., Yu S.H., Wet-Spinning Assembly of Continuous, Neat, and Macroscopic Graphene Fibers, *Scientific Reports*, **2**: 613 (2012).
- [8] Paul D.R., Diffusion During the Coagulation Step of Wet-Spinning. *Journal of Applied Polymer Science*, **12(3)**: 383-402 (1968).
- [9] Jalili R., Razal J.M., Innis P.C., Wallace G.G., One-Step Wet-Spinning Process of Poly (3, 4-Ethylenedioxythiophene): Poly (Styrenesulfonate) Fibers and the Origin of Higher Electrical Conductivity, *Advanced Functional Materials*, **21(17)**: 3363-3370 (2011).
- [10] Bajaj P., Sreekumar T.V., Sen K., Structure Development during Dry-Jet-Wet Spinning of Acrylonitrile/Vinyl Acids and Acrylonitrile/Methyl Acrylate Copolymers, *Journal of Applied Polymer Science*, **86(3)**: 773-787 (2002).
- [11] Loeb M., Crawford L., Graham R., Siminuk M. *U.S. Patent Application No. 09/961,692* (2003).
- [12] Tang Y., Li N., Liu A., Ding S., Yi C., Liu H., Effect of Spinning Conditions on the Structure and Performance of Hydrophobic PVDF Hollow Fiber Membranes for Membrane Distillation, *Desalination*, **287**: 326-339 (2012).
- [13] Grigoriu A., Racu C., Diaconescu R.M., Grigoriu A.M., Modeling of the Simultaneous Process of Wet Spinning-Grafting of Bast Fibers Using Artificial Neural Networks. *Textile Research Journal*, **82(4)**: 324-335 (2012).
- [14] Gao G., Xu C., Xi, L., Ma Y., Chen J., Jiang L., Research and Manufacture of 167dtex/288f Superfine-Flat PET DTY [J]. *Advanced Textile Technology*, **1**: (2010).



- [15] Tyrolczyk E., Grajek K., Łochyńska M., Zastosowanie Lnu, Konopi I Nanowłókien Do Ochrony Powietrza Przed Mikroorganizmami, *Chemik*, **65(11)**: 1147-1160 (2011).
- [16] Sibaja B., Culbertson E., Marshall P., Boy R., Broughton R.M., Solano A.A., ... Auad M.L., Preparation of Alginate–Chitosan Fibers with Potential Biomedical Applications, *Carbohydrate polymers*, **134**: 598-608 (2015).
- [17] Murakami K., Aoki H., Nakamura S., Nakamura S.I., Takikawa M., Hanzawa M., ... Sato Y., Hydrogel Blends of Chitin/Chitosan, Fucoidan and Alginate as Healing-Impaired Wound Dressings, *Biomaterials*, **31(1)**: 83-90 (2010).
- [18] Das R.K., Kasoju N., Bora U., Encapsulation of Curcumin in Alginate-Chitosan-Pluronic Composite Nanoparticles for Delivery to Cancer Cells, *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, **6(1)**: 153-160 (2010).
- [19] Zhang Y., Wei W., Lv P., Wang L., Ma G., Preparation and Evaluation of Alginate–Chitosan Microspheres for Oral Delivery of Insulin, *European Journal of pharmaceuticals and biopharmaceutics*, **77(1)**: 11-19 (2011).
- [20] Bourbon A.I., Pinheiro A.C., Ribeiro C., Miranda C., Maia J.M., Teixeira J. A., Vicente A.A., Characterization of Galactomannans Extracted from Seeds of *Gleditsia Triacanthos* and *Sophora Japonica* through Shear and Extensional Rheology: Comparison with Guar Gum and Locust Bean Gum, *Food Hydrocolloids*, **24(2-3)**: 184-192 (2010).
- [21] Kadoğlu H., Dimitrovski K., Marmaralı A., Çelik P., Bayraktar G.B., Üte T.B., ... Kostanjek K., Investigation of the Characteristics of Elasticised Woven Fabric by using PBT Filament Yarns, *Autex Research Journal*, **16(2)**: 109-117 (2016).
- [22] Choi H., Mitchell J.R., Gaddipati S.R., Hill S.E., Wolf B., Shear Rheology and Filament Stretching Behaviour of Xanthan Gum and Carboxymethyl Cellulose Solution in Presence of Saliva, *Food hydrocolloids*, **40**: 71-75 (2014).
- [23] Tan L., Pan J., Wan A., Shear and Extensional Rheology of Polyacrylonitrile Solution: Effect of Ultrahigh Molecular Weight Polyacrylonitrile, *Colloid and Polymer Science*, **290(4)**: 289-295 (2012).
- [24] Torres M.D., Hallmark B., Wilson D. I., Effect of Concentration on Shear and Extensional Rheology of Guar Gum Solutions, *Food Hydrocolloids*, **40**: 85-95 (2014).
- [25] Rodríguez-Rivero C., Hilliou L., del Valle E.M.M., Galán M.A., Rheological Characterization of Commercial Highly Viscous Alginate Solutions in Shear and Extensional Flows, *Rheologica Acta*, **53(7)**: 559-570 (2014).
- [26] Li H., Liu S., Lin L., Rheological Study on 3D Printability of Alginate Hydrogel and Effect of Graphene Oxide, *Int. J. Bioprinting*, **2(2)**: 54-66 (2016).
- [27] Hermansson E., Schuster E., Lindgren L., Altskär A., Ström A., Impact of Solvent Quality on the Network Strength and Structure of Alginate Gels, *Carbohydrate Polymers*, **144**: 289-296 (2016).

- [28] Gao T., Gillispie G.J., Copus J.S., Seol Y.J., Atala A., Yoo J.J., Lee S.J., Optimization of Gelatin–Alginate Composite Bioink Printability using Rheological Parameters: A Systematic Approach, *Biofabrication*, **10(3)**: 034106 (2018).
- [29] Sterner M., Edlund U., High-Performance Filaments from Fractionated Alginate by Polyvalent Cross-Linking: A Theoretical and Practical Approach, *Biomacromolecules*, **19(8)**: 3311-3330 (2018).
- [30] Liu Q., Li Q., Xu S., Zheng Q., Cao X., Preparation and Properties of 3D Printed Alginate–Chitosan Polyion Complex Hydrogels for Tissue Engineering, *Polymers*, **10(6)**: 664 (2018).
- [31] Reichel E.K., Gamsjaeger G., Bradt E., Kracalik M., Jakoby B., Voglhuber-Brunnmaier T., Measuring Extensional Viscosity of Biofluids using Electrical Breakup Rheometry, *In Sensors and Measuring Systems; 19th ITG/GMA-Symposium*, 1-4 VDE (2018).
- [32] Mession J.L., Blanchard C., Mint-Dah F.V., Lafarge C., Assifaoui A., Saurel R., The Effects of Sodium Alginate and Calcium Levels on Pea Proteins Cold-Set Gelation, *Food Hydrocolloids*, **31(2)**: 446-457 (2013).
- [33] Lundahl M.J., Klar V., Ajdary R., Norberg N., Ago M., Cunha A.G., Rojas O.J., Absorbent Filaments from Cellulose Nanofibril Hydrogels through Continuous Coaxial Wet Spinning, *ACS Applied Materials & Interfaces*, **10(32)**: 27287-27296 (2018).
- [34] Phan D.D., Swain Z.R., Mackay M.E., Rheological and Heat Transfer Effects in Fused Filament Fabrication. *Journal of Rheology*, **62(5)**: 1097-1107 (2018).
- [35] White E.E.B., Chellamuthu M., Rothstein J.P., Extensional Rheology of a Shear-Thickening Cornstarch and Water Suspension, *Rheologica Acta*, **49(2)**: 119-129 (2010).