

بررسی خواص مکانیکی و ضد باکتریایی زیست کامپوزیت اپوکسی تقویت شده با نانو سلولز و گیاه آویشن

عماد سلاهورزی¹، بهروز دوستی^{2*}، مهدی کرمی خرم آبادی³

1-دانش آموخته کارشناسی ارشد، گروه میکروبیولوژی، واحد خرم آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، خرم آباد، ایران

2- دانشیار، گروه میکروبیولوژی، واحد خرم آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، خرم آباد، ایران

3- استادیار، گروه مهندسی مکانیک، واحد خرم آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، خرم آباد، ایران

چکیده:

در این مقاله به بررسی تجربی خواص مکانیکی و ضد باکتریایی زیست کامپوزیت اپوکسی تقویت شده با نانو الیاف سلولز و نانو ذرات گیاه آویشن پرداخته شده است. در ابتدا از گیاه آویشن عصاره گیری شده و پس از تهیه عصاره به شکل جامد، ذرات عصاره در مقیاس نانو بدست آورده شده است. در مرحله بعد ترکیب نانو ذرات عصاره، نانو الیاف سلولز و ترکیب همزمان نانو ذرات عصاره و نانو الیاف سلولز با اپوکسی بصورت مجزا در درصد های وزنی به ترتیب خالص، 1/5، 1، 0/5 و 2 ساخته شده است. برای هر یک از درصد های وزنی به منظور بررسی خواص مکانیکی، آزمایش کشش مطابق استاندارد انجام شده و همچنین آزمایش ضد باکتریایی نیز صورت گرفته است. نتایج نشان می دهد که با افزایش درصد وزنی تقویت کننده ها تا 1/5٪ وزنی، خواص مکانیکی بهبود یافته و پس از آن کاهش می یابد. بیشترین مقدار مدول الاستیک بدست آمده برای ترکیب نانو ذرات عصاره، نانو الیاف سلولز و ترکیب همزمان نانو ذرات عصاره و نانو الیاف سلولز با اپوکسی در 1/5٪ وزنی به ترتیب برابر 4/053، 4/169 و 3/522 مگاپاسکال می باشد. در مقابل با افزایش درصد وزنی تقویت کننده ها، خاصیت ضد باکتریایی در نمونه ها افزایش یافته است. نتایج حاصل از این آزمایش نشان می دهد که برای عصاره آویشن روی محیط استاف هاله عدم رشدی به قطر 22 میلیمتر ایجاد شده است. در خصوص باکتری گرم منفی نیز هاله عدم رشدی برای عصاره آویشن روی محیط ایکالای مشاهده نگردید. برای دیسک حاوی آنتی بیوتیک جنتامایسین، قطر هاله عدم رشد روی باکتری استفاف و باکتری اشیریشاکلی به ترتیب برابر 8 و 6 میلیمتر بوده است. برای دیسک حاوی آنتی بیوتیک پنی سیلین نیز قطر هاله عدم رشد روی باکتری استفاف برابر 24 میلیمتر بوده و باکتری اشیریشاکلی نیز به آنتی بیوتیک پنی سیلین حساسیتی نشان نداده است. با توجه به اینکه به منظور بهره برداری های کاربردی، دارا بودن همزمان هر دو خاصیت مکانیکی و ضد باکتریایی در نمونه ها دارای اهمیت است، جمع بندی نتایج حاکی از آن است که برای تمامی نمونه ها در درصد وزنی 1/5٪، خواص مکانیکی و ضد باکتریایی بهینه خواهند بود.

* نویسنده مسئول، رایانامه: doostybehrooz@gmail.com

در دهه‌های اخیر کامپوزیت‌ها، نانو و زیست کامپوزیت‌ها به دلیل خواصی همچون چگالی پایین، نسبت استحکام به وزن بالا، پایداری شیمیایی ذاتی در دمای محیط و خواص مکانیکی و ضد باکتریایی بالا به‌طور گسترده در کاربردهای مهندسی و پزشکی مورد استفاده و توجه قرار گرفته‌اند. علاوه بر این کامپوزیت‌ها، نانو و زیست کامپوزیت‌ها به صنعت بسته بندی مواد غذایی نیز راه یافته اند تا سدی بزرگتر در برابر نفوذ گازها و کاهش فساد باشند (12).

در مطالعه ای کهصوفی و همکاران در سال 2021، برای تهیه فیلم نانو زیست کامپوزیت بر اساس ضایعات لیموترش نانوالیاف سلولز و اسانس مرزه انجام دادند نشان داده شد که در این مطالعه، برای اولین بار، این نانو زیست کامپوزیت با موفقیت ساخته شد و عامل ضد میکروبی و تقویت کننده نانو در فیلم ها گنجانده شد (8). فیلم ساخته شده بیشترین میزانزدیاد طول را در زمان شکست و کمترین مقاومت کششی را داشت. همچنین نتایج نشان داد که در غلظت های بالاتر از تقویت کننده ها، نمونه های فیلم در برابر باکتری های گرم مثبت به ویژه /ستافیلوکوکوس/ اورئوس موثرتر هستند. درمطالعه ای دیگری کههاوتمانو همکاران در سال 2021، روی نشاسته ذرت / نانوذرات کیتوسان / فیلم های نانو کامپوزیت زیستی تیمول برای کاربردهای بالقوه بسته بندی مواد غذایی انجام دادند، نشان داده شد که فیلم های نانو کامپوزیت زیستبا موفقیت توسعه داده شده و به عنوان مواد بسته بندی فعال در صنایع غذایی قابل استفاده خواهند بود (4). در ادامه پندوراگان و همکارش در سال 2020، خواص مورفولوژیکی و پخت کامپوزیت های اپوکسی پر شده بانانو الیافموز را ارزیابی کردند (5). آن ها تاکید کردند که پرکننده های نانو الیافموز با افزایش چگالی پیوند متقابل در طول ژل شدن اپوکسی به عنوان یک عامل پخت کاتالیزوری عمل می کنند. همچنین، چیخ و همکاران در سال 2020، فیلم های نانو کامپوزیتی آلژینات حاوی سپیولیتاصلاح شده با عصاره توت های گلغنی از پلی فنل ها به روش ریخته گری محلول را مورد بررسی قرار دادند (1). در این مقاله اثرات غلظت های مختلف عصاره بر ویژگی های فیلم با اندازه گیری خواص فیزیکی و شیمیایی، مکانیکی و آنتی اکسیدانی فیلم ها تعیین شده است. در ادامه، زوکال و همکاران در سال 2020، اثرات روان کننده ها و خاک رس بر فیزیکی، شیمیایی، خواص مکانیکی، حرارتی و مورفولوژیکی سیب زمینی فیلم های نانو کامپوزیت مبتنی بر نشاسته را مورد بررسی قرار دادند (2). در این مطالعه، مشخص گردید که افزودن انواع مختلف خاک رس تغییرات ساختاری و مورفولوژیکی فیلم های ساخته شده در حضور نرم کننده ها و نانورس ها در جزئیات با خواص مکانیکی، بلورینگی، زیست تخریب پذیری، پایداری حرارتی و آب همبستگی داشتند. همچنین تالجا و همکاران در سال 2007، اثر

پلی ال های مختلف و محتویات پلی ال بر فیزیکی خواص مکانیکی فیلم های مبتنی بر نشاسته سیب زمینی را مورد بررسی قرار دادند (9). این مطالعه نشان داد که تأثیر نرم کننده ها بر خواص فیزیکی و مکانیکی فیلم ها برای گلیسرول بیشترین و برای سوربیتول کوچکترین است. اخیراً مطالعاتی بر روی اپوکسی تقویت شده با نانوسلولز توسط محققان در بسیاری از زمینه ها مانند هوافضا، خودروسازی و ساخت وساز دریایی انجام شده است. وو و همکاران در سال 2017، مطالعه ای بر روی تأثیر فیبرهای بامبو سفید میکرو/نانو بر ویژگی های فیزیکی کامپوزیت های تقویت شده با رزین اپوکسی انجام داده اند (11). آن ها دریافتند که گنجاندن نانو الیاف باعث افزایش رفتارهای خمشی و کششی، چقرمگی شکست و خواص حرارتی نانو کامپوزیت می شود. وجود نانو الیاف بامبوی سفید، مدول کششی و خمشی را افزایش داد که بهبود سفتی نانو کامپوزیت را نشان داد. شوبهام و همکاران به این نتیجه رسیدند که با افزودن نانوذرات مختلف به عنوان تقویت کننده در کامپوزیت های پلیمری، می توان خواص مکانیکی، فیزیکی، حرارتی و سایر خواص را بهبود بخشید (7). لیو و همکاران، ساخت نانو کامپوزیت های شفاف (پلی متیل متاکریلات) را مورد مطالعه قرار دادند. تقویت کننده ها با روش های هیدرولیز اسیدی و همگن سازی با فشار بالا به دست آمدند و نانو کامپوزیت ها با استفاده از ریخته گری محلول تهیه شدند. ورق های کامپوزیت سنتز شده دارای شفافیت و خواص مدول ذخیره سازی خوبی بودند (3). پونگوزالی و همکاران سنتز کامپوزیت های نانوسلولزی کیتوزان-PVP با استفاده از ریخته گری محلول را بررسی نمودند. نانو کامپوزیت های تهیه شده پایداری حرارتی خوبی نشان دادند. مطالعه بیولوژیکی استفاده از نانوسلولز را در تأثیرات ماتریس حاضر در کاربردهای زیست پزشکی به عنوان یک ماده ترمیم کننده زخم پیشنهاد می کند (6).

در این مقاله به بررسی تجربی خواص مکانیکی و ضد باکتریایی زیست کامپوزیت اپوکسی تقویت شده با نانو سلولز و گیاه آویشن پرداخته شده است. در ابتدا از گیاه آویشن عصاره گیری شده و پس از تهیه عصاره به شکل جامد، ذرات عصاره در مقیاس نانو بدست آورده شده است. در ادامه و به منظور ساخت زیست کامپوزیت، نانو ذرات عصاره، نانو الیاف سلولز و ترکیب همزمان آنها بصورت مجزا با اپوکسی در درصدهای وزنی مورد استفاده قرار گرفته است. پس از ساخت نمونه ها، برای بررسی کیفیت توزیع تقویت کننده ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی و برای بررسی کیفیت پیوندها از طیفهای حاصل از FTIR استفاده شده است. در مرحله بعد، برای هر یک از درصدهای وزنی به منظور بررسی خواص مکانیکی، آزمایش کشش مطابق استاندارد انجام شده و همچنین آزمایش ضد باکتریایی نیز صورت گرفته است. در پایان نتایج مورد بررسی و تجزیه و تحلیل قرار گرفته تا با هدف بهره برداری های کاربردی، ترکیب بهینه به منظور دارا بودن همزمان هر دو خاصیت مکانیکی و ضد باکتریایی در نمونه ها مشخص گردد.

2-مواد و روش ها

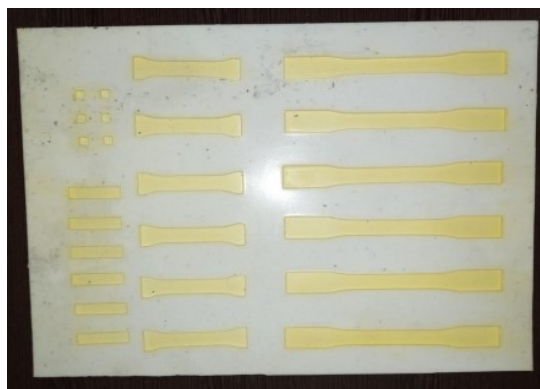
1-2-مواد

ماتریس مورد استفاده برای ساخت زیست کامپوزیت مورد نظر از نوع اپوکسی با نام تجاری E06 و ساخت پتروشیمی خوزستان می باشد. همچنین از پلی آمین PC205 ساخت پتروشیمی خوزستان به عنوان سخت کننده استفاده شده است. لازم به ذکر است که بر اساس دستورالعمل شرکت سازنده، نسبت وزنی اپوکسی و سخت کننده 2:1 می باشد. نانو الیاف سلولز مورد استفاده دارای سایز عرضی -۵۰ ۲۰ نانومتر، طول رشته های ۱۸۰-۲۰ میکرومتر و خلوص 99/3 درصد وزنی بوده و ساخت شرکت پیشگامان نانو مواد ایرانیان (نانوئانی) می باشد. گیاه آویشن مورد استفاده با نام محلی ازبوه، دارای فرم رویشی بوته ای پایا و مربوط به شهرستان الشتر (استان لرستان) می باشد. در مورد محیط کشت نیز، از محیط های کشت نوترینت براث، مولر هیتون آگار، باکتری گرم مثبت /ستافیلوکوکوس/اورئوس و باکتری گرم منفی /شریشیا کلای استفاده شده است.

2-2-ساخت

برای تهیه عصاره آبی گیاه آویشن، از روش خیساندن استفاده شده است. به این منظور، سرشاخه و برگهای جوان خشک شده گیاه آویشن به وسیله آسیاب به صورت پودر درآمده، سپس پودر با آب مقطر بگونه ای که چند سانتیمتر بالاتر از سطح پودر باشد، مخلوط و بعد از 24 ساعت فاز بالای عصاره گیاه را برداشته و مجدداً روی باقیمانده آن آب مقطر ریخته و بطور مناسب مخلوط می گردد. این فرآیند به مدت دو روز تکرار شده تا عصاره اولیه گیاه بطور کامل و تا حد امکان خالص استخراج شود. سپس عصاره اولیه از صافی عبور داده شده و طی سه مرحله درون دستگاه سانتریفیوژ با دور 3000 قرار داده شد. به منظور تهیه عصاره خشک آویشن، محصول اولیه درون آون با دمای 50 درجه سانتیگراد و به مدت 24 ساعت قرار داده شد. در ادامه ، نانو ذرات عصاره آویشن بدست می آید. برای استخراج نانو ذرات روشهای مختلفی وجود دارد. یکی از این روشها، فرآیندهای حالت جامد نام دارد. در این روش، به کمک آسیب یا پودر کردن می توان به ذرات در ابعاد نانو دست یافت. ابعاد و خواص نانو ذرات در این روش، تابعی از زمان آسیاب و محیط اتمسفری خواهند بود. برای ساخت زیست کامپوزیت پلیمری، نمونه ها در سه حالت مختلف و با درصدهای وزنی متفاوت ساخته شده اند. در حالت اول زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز ساخته شده است. در حالت دوم، زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو ذرات عصاره آویشن و در حالت سوم زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره آویشن ترکیب و ساخته شده

است. در تمامی حالات از درصدهای وزنی به ترتیب خالص، 0/5، 1، 1/5 و 2 برای تقویت کننده استفاده شده است. مراحل ساخت نمونه ها بدین صورت است که ابتدا می بایست مقدار اپوکسی و هاردنر مورد نیاز مطابق با محاسبات انجام شده، بوسیله ترازو دیجیتال اندازه گیری شود. حال این دو ماده را درون بشر شیشه ای ریخته و توسط همزن مکانیکی هم زده می شوند. محصول تهیه شده از ماتریس پلیمری و هاردنر می بایست بمدت 15 دقیقه با دور 700rpm هم زده شود. حال نوبت به اضافه نمودن نانو ذرات است. برای هر حالت و با توجه به درصدهای وزنی مربوطه، نانو ذرات به مخلوط آماده شده از ماتریس پلیمری و هاردنر اضافه می شود. حال این ترکیب، توسط همزن مکانیکی به مدت 5 دقیقه با سرعت 400 rpm هم زده می شود. حال جهت ایجاد توزیع یکنواخت نانو ذرات در ماتریس، می بایست محصول بدست آمده که شامل ماتریس پلیمری، هاردنر و نانو ذرات است، در همزن آلتراسونیک قرار داده شود. محصول بدست آمده شامل ماتریس پلیمری، هاردنر و نانو ذرات به مدت 15 دقیقه با فرکانس 100 مگا هرتز و دامنه کاوش 0.5 در درون همزن آلتراسونیک قرار داده می شود. حال پس از این مرحله، نوبت به پخت نمونه های زیست کامپوزیت پلیمری می رسد. قبل از ریختگری محلول درون قالب می بایست قالب توسط یک واکس بخوبی پوشش داده شود. زیرا محلول نانو کامپوزیت پلیمری پس از خشک شدن در صورت عدم وجود یک فیلم جدا کننده مابین قالب، کاملاً به قالب می چسبد و امکان جدا شدن از قالب بدون وارد کردن صدمه؛ وجود ندارد. لذا جهت جلوگیری از این مشکل از یک واکس سازگار با مواد پلیمری استفاده شده است (10).



شکل (1) قالب دمبلی شکل سیلیکونی

ابعاد قالب دمبلی شکل سیلیکونی نشان داده شده در شکل (1) مطابق با استاندارد ASTM D638 می باشد. در ادامه، جداول مربوط به مشخصات نمونه ها ارائه گردیده است.

جدول 1- نمونه های زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز

شماره نمونه	درصد وزنی اپوکسی و هاردنر	درصد وزنی نانو الیاف سلولز
1	100	0
2	99/5	0/5
3	99	1
4	98/5	1/5
5	98	2

جدول 2- نمونه های زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو ذرات عصاره آویشن

شماره نمونه	درصد وزنی اپوکسی و هاردنر	درصد وزنی ذرات عصاره آویشن
1	100	0
2	99/5	0/5
3	99	1
4	98/5	1/5
5	98	2

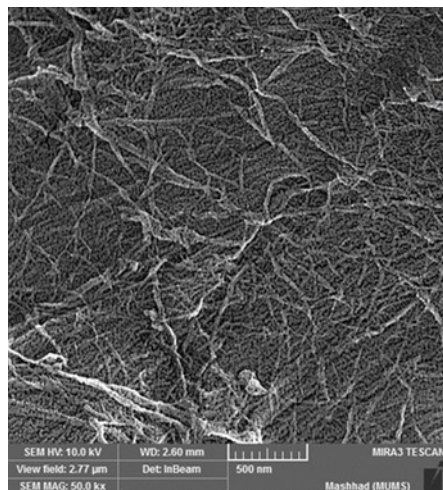
جدول 3- نمونه های زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره آویشن

شماره نمونه	درصد وزنی اپوکسی و هاردنر	نانو الیاف سلولز	نانو ذرات عصاره آویشن
1	100	0	0
2	99/5	0/1	0/4
3	99	0/4	0/6
4	98/5	0/9	0/6
5	98	1/6	0/4

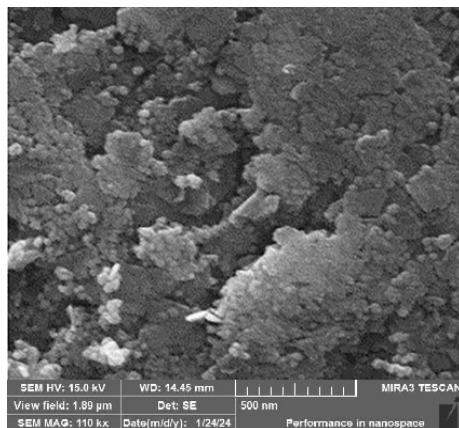
3-2- بررسی کیفیت ساخت

برای بررسی کیفیت ساخت نمونه ها، از دو روش استفاده شده است. این روش ها شامل بررسی کیفیت توزیع تقویت کننده ها بوسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی و بررسی کیفیت پیوندها بوسیله طیفهای حاصل از FTIR می باشند. عکس های سطح مقطع نمونه های ساخته شده پس از قراردادن لایه ای بسیار نازک مسی بر روی نمونه و به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) گرفته شده و

مورد بررسی قرار می گیرند. میکروسکوپ الکترونی نوع F-ESEM مدل MIRA3-LMU ساخت شرکت TESCAN می باشد. در ابتدا کیفیت نانو الیاف سلولز و نانوذرات عصاره آویشن مورد بررسی قرار گرفته است.



شکل 2 بررسی میکروسکوپ الکترونی نانو الیاف سلولز



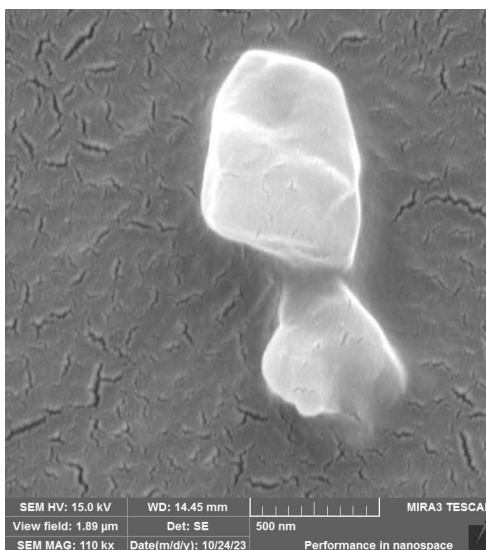
شکل 3 بررسی میکروسکوپ الکترونی نانوذرات عصاره آویشن

همانطور که در شکل های 2 و 3 نشان داده شده است، الیاف و ذراتی در مقیاس نانو قابل مشاهده می باشند.



شکل 4 بررسی میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به زیست کامپوزیت اپوکسی و نانو سلولز با توزیع وزنی 0/5 درصد

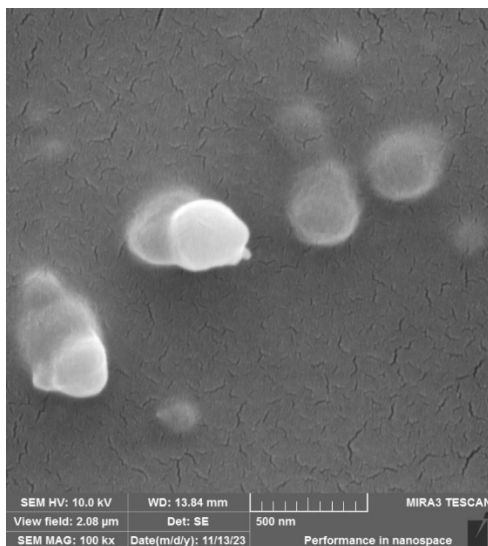
همانطور که در شکل 4 نشان داده شده، توزیع نانو الیاف سلولز بصورت کاملاً یکنواخت می باشد.



شکل 5 بررسی میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به زیست کامپوزیت اپوکسی و نانو سلولز با توزیع وزنی 2 درصد

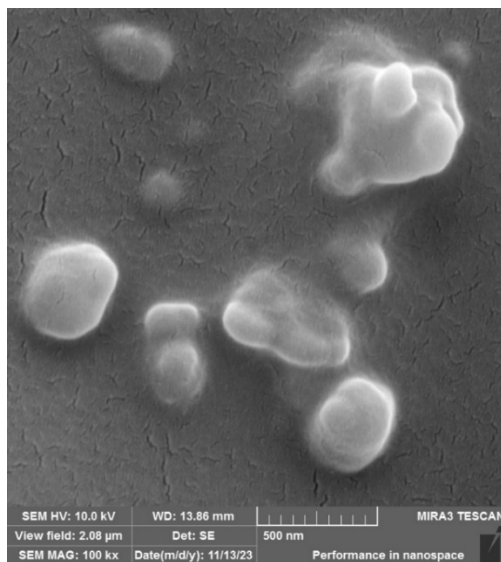
همانطور که در شکل 5 نشان داده شده، با افزایش درصد نانو الیاف سلولز، میان این نانو الیاف اتصال برقرار گردیده و توده هایی تشکیل

شده که نشان از کلوخگی می باشد.



شکل 6 بررسی میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به زیست کامپوزیت اپوکسی و نانو ذرات عصاره آویشن با توزیع وزنی 0/5 درصد

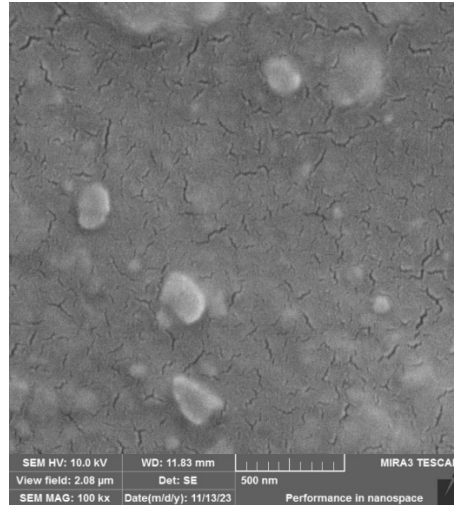
همانطور که در شکل 6 نشان داده شده، توزیع نانو ذرات عصاره بصورت کاملاً یکنواخت می باشد.



شکل 7 بررسی میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به زیست کامپوزیت اپوکسی و نانو ذرات عصاره آویشن با توزیع وزنی 2 درصد

همانطور که در شکل 7 نشان داده شده، با افزایش درصد نانو ذرات عصاره آویشن، میان این نانو ذرات اتصال برقرار گردیده و توده

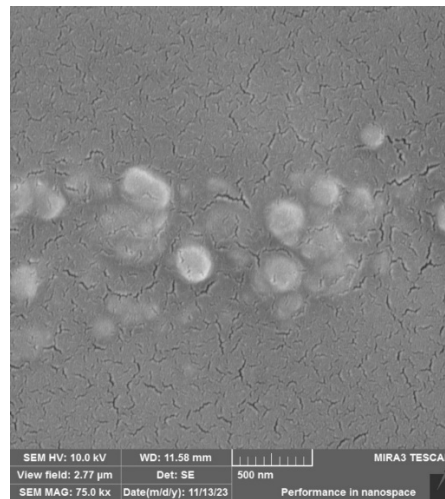
هایی تشکیل شده که نشان دهنده کلوخگی می باشد.



شکل 8 بررسی میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به زیست کامپوزیت اپوکسی و نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره آویشن

باتوزیع وزنی 0/5 درصد

همانطور که در شکل 8 نشان داده شده، توزیع نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره آویشن بصورت کاملاً یکنواخت می باشد.

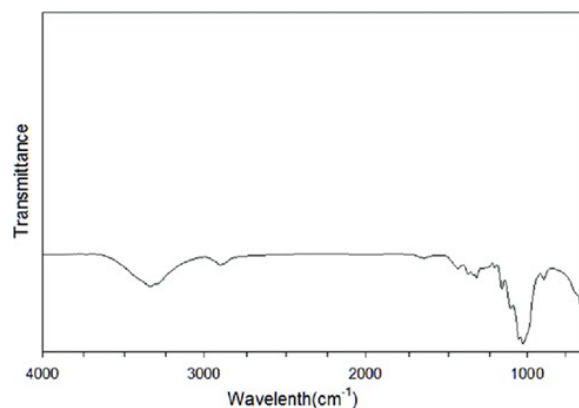


شکل 9 بررسی میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به زیست کامپوزیت اپوکسی و نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره آویشن

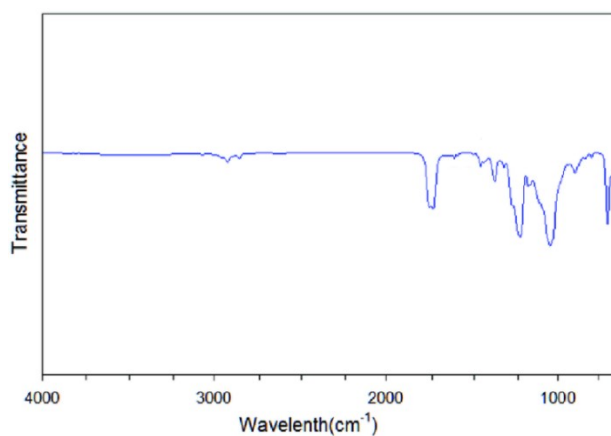
باتوزیع وزنی 2 درصد

همانطور که در شکل 9 نشان داده شده، با افزایش درصد نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره رزماری، میان این نانو الیاف و همینطور

نانو ذرات اتصال برقرار گردیده و توده هایی تشکیل شده که نشان دهنده کلوخگی می باشد.



شکل 10 نتیجه FTIR زیست کامپوزیت اپوکسی تقویت شده با نانوالیاف سلولز با 0/5 درصد وزنی



شکل 11 نتیجه FTIR زیست کامپوزیت اپوکسی تقویت شده با نانوذرات آویشن با 0/5 درصد وزنی

در شکل های 10 الی 11 نتایج مربوط به آزمایش های FTIR برای نمونه های زیست کامپوزیت اپوکسی تقویت شده با نانوالیاف سلولز و زیست کامپوزیت اپوکسی تقویت شده با نانوذرات آویشن نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می شود، نتایج برقراری پیوند مناسب میان ماتریس و تقویت کننده ها را نشان می دهند.

3- نتایج و بحث

3-1- بررسی خواص مکانیکی

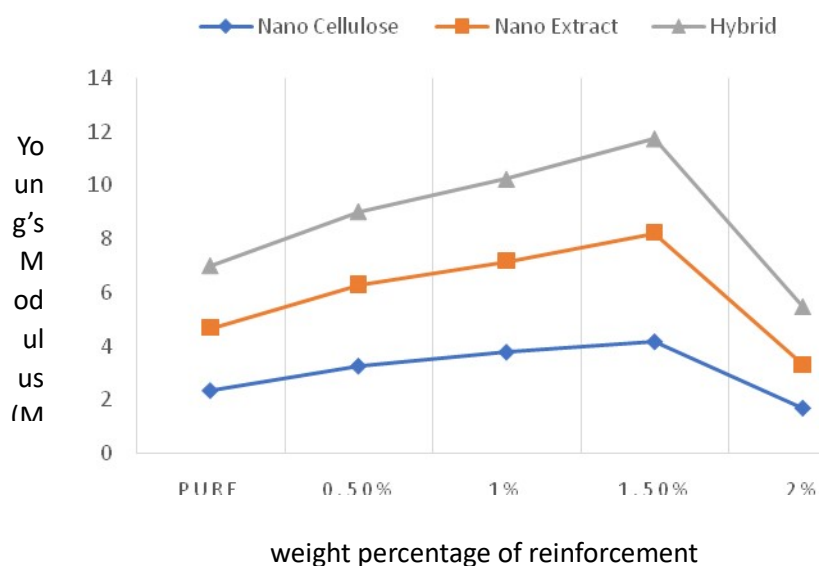
یکی از مهمترین خواص مکانیکی، خاصیت الاستیک بوده و کمیت متناظر با آن، مدول الاستیک (مدول یانگ) می باشد. برای بررسی این کمیت، شرایط آزمایش و همچنین ساخت نمونه ها منطبق بر استاندارد ASTM D638 می باشد. بدین منظور، از آزمایش کشش

محوری استفاده شده است. در این آزمایش، مطابق شکل 12 نمونه های دمبلی شکل بین دو فک دستگاه تست کشش مدل Go-AL5000L ساخت شرکت گوتگ کشور تایوان قرار داده شده و پس از وارد نمودن مشخصات هندسی نمونه، این آزمایش با سرعت 50 میلیمتر بر دقیقه انجام می شود.



شکل 12 دستگاه تست کشش ساخت شرکت گوتگ کشور تایوان

در شکل 13، نتایج مربوط به مدول الاستیسیته برای نمونه های مختلف زیست کامپوزیت ارائه گردیده است.

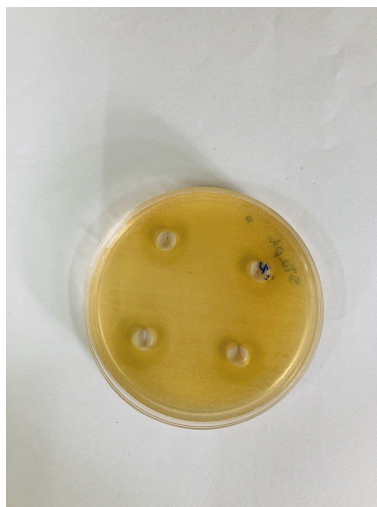


شکل 13 مقایسه مدول یانگ نمونه های زیست کامپوزیت اپوکسی

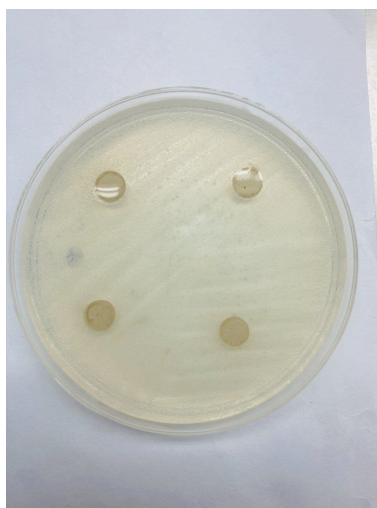
همانطور که از شکل 13 مشاهده می شود، اعداد نشان داده شده در محور عمودی نمودار، مدول الاستیک (یانگ) بر حسب مگاپاسکال بوده و اعداد نشان داده شده در محور افقی نمودار نیز بیانگر درصد وزنی تقویت کننده ها می باشند. مدول الاستیک به عنوان یکی از مهمترین نتایج حاصل از آزمایش کشش، در درصدهای وزنی مختلف بدست آمده و برای رسم نمودار فوق، تغییرات آن بصورت خطی در نظر گرفته شده است. لازم به ذکر است که برای بررسی روند کاهش و یا افزایش مدول الاستیک، مقادیر این مدول در هر یک از درصدهای وزنی دارای اهمیت بوده و نوع تغییرات (خطی یا غیر خطی) تنها برای مدلسازی رفتار مکانیکی جهت ارائه یک مدل ریاضی کاربرد خواهد داشت. برای کلیه نمونه ها شامل زیست پلیمر اپوکسی تقویت شده با نانو الیاف سلولز، زیست پلیمر اپوکسی تقویت شده با نانو ذرات عصاره آویشن و زیست پلیمر اپوکسی تقویت شده با نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره آویشن، با افزایش درصدهای وزنی تا میزان 1/5 درصد، مقدار مدول یانگ افزایش یافته است. همچنین برای تمامی این نمونه ها، با افزایش درصدهای وزنی به بیش از 2 درصد، مقدار مدول یانگ کاهش یافته است. علت این امر، افزایش درصد نانو ذرات و نانو الیاف و اتصال میان آنها بوده که منجر به کلوخگی می گردد. این کلوخگی به عنوان نوعی از عیوب عمل کرده و سبب کاهش مدول یانگ شده است. لازم به ذکر است که پیش از این، در اشکال میکروسکوپ الکترونی، این موضوع به وضوح مشاهده گردیده است.

2-3- بررسی خواص ضد باکتریایی

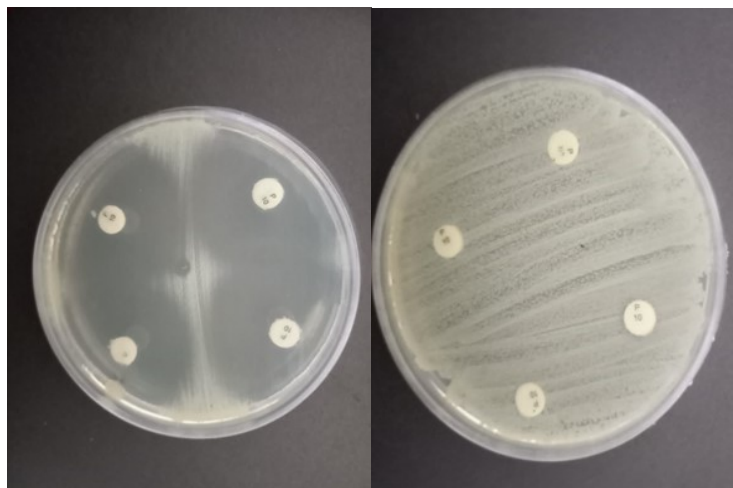
برای بررسی خواص ضد باکتریایی، از باکتری استافیلوکوکوس اورئوس با شناسه ATCC 25923 و اشیریشیاکلی با شناسه ATCC 25922 استفاده شد. در ابتدا عصاره آویشن به روش انتشار در چاهک روی محیط کشت میکروبی استافیلوکوکوس اورئوس و اشیریشیاکلی بر پایه محیط مولر هینتون آگار جهت بررسی خواص ضد باکتریایی کشت داده می شود. نتایج حاصل از این آزمایش نشان می دهد که برای عصاره آویشن روی محیط استافیلوکوکوس اورئوس هاله عدم رشدی به قطر 22 میلیمتر ایجاد شده است. در خصوص باکتری گرم منفی نیز هاله عدم رشدی برای عصاره آویشن روی محیط اشیریشیاکلی مشاهده نگردید. این موضوع نشان از بی اثر بودن عصاره آویشن بر روی این باکتری است. در خصوص مقایسه خواص ضد باکتریایی نیز از دیسک های آنتی بیوتیک پنی سیلین و جنتامایسین استفاده شده است. برای دیسک حاوی آنتی بیوتیک جنتامایسین، قطر هاله عدم رشد روی باکتری استاف و باکتری اشیریشیاکلی به ترتیب برابر 8 و 6 میلیمتر بوده است. برای دیسک حاوی آنتی بیوتیک پنی سیلین نیز قطر هاله عدم رشد روی باکتری استاف برابر 24 میلیمتر بوده و باکتری اشیریشیاکلی نیز به آنتی بیوتیک پنی سیلین حساسیتی نشان نداده است.



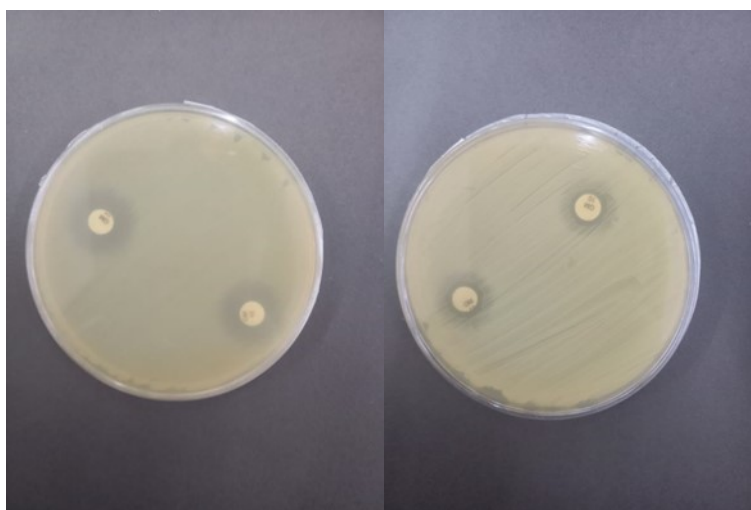
شکل 14 اثر عصاره آویشن روی باکتری استافیلوکوکوس



شکل 15 اثر عصاره آویشن روی باکتری اشیریشیاکلی



شکل 16 اثر آنتی بیوتیک پنی سیلین: شکل سمت راست استافیلوکوکوس، شکل سمت چپ اشیریشیا کلی



شکل 17 تاثیر آنتی بیوتیک جتتامایسین روی سویه های مورد نظر: شکل سمت راست هاله عدم رشد باکتری استاف به قطر 8 میلی متر شکل

سمت چپ هاله عدم رشد باکتری اشیریشا کلی به قطر 6 میلی متر

در ادامه و در جداول 4 الی 6، نتایج تست ضد باکتریایی برای انواع زیست کامپوزیت شامل زیست پلیمر اپوکسی تقویت شده با نانو الیاف سلولز، زیست پلیمر اپوکسی تقویت شده با نانو ذرات عصاره آویشن و همچنین زیست پلیمر اپوکسی تقویت شده با نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره آویشن، بصورت مجزا ارائه گردیده است.

جدول 4- نتایج تست ضد باکتریایی برای نمونه های زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز

شماره نمونه	درصد وزنی اپوکسی و هاردنر	درصد وزنی نانو الیاف سلولز	StaphylococcusAureus	Escherichia Coli
1	100	0	0/888	0/612
2	99/5	0/5	0/863	0/767
3	99	1	0/698	0/431
4	98/5	1/5	0/363	0/772
5	98	2	0/251	0/514
6	Control		0/946	0/550

با توجه به نتایج بدست آمده از جدول 4، با افزایش درصد وزنی نانو الیاف سلولز، رشد باکتری گرم استافیلوکوکوس در زیست کامپوزیت کاهش می یابد. همچنین زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز در درصدهای مختلف وزنی، تاثیر اندکی بر باکتری گرم منفی داشته است.

جدول 5- نتایج تست ضد باکتریایی برای نمونه های زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو ذرات عصاره آویشن

شماره نمونه	درصد وزنی اپوکسی و هاردنر	درصد وزنی ذرات عصاره آویشن	StaphylococcusAureus	Escherichia Coli
1	100	0	0/888	0/612
2	99/5	0/5	0/691	0/587
3	99	1	0/612	0/602
4	98/5	1/5	0/209	0/393
5	98	2	0/183	0/512
6	Control		0/946	0/550

با توجه به نتایج بدست آمده از جدول 5، با افزایش درصد وزنی نانو ذرات عصاره، رشد باکتری گرم استافیلوکوکوس در زیست کامپوزیت کاهش می یابد. همچنین زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو ذرات عصاره در درصدهای مختلف وزنی، تاثیر اندکی بر باکتری گرم منفی داشته است.

جدول 6- نتایج تست ضد باکتریایی برای نمونه های زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره آویشن

شماره نمونه	درصد وزنی اپوکسی و هاردنر	نانو الیاف سلولز	نانو ذرات عصاره آویشن	StaphylococcusAureus	Escherichia Coli
1	100	0	0	0/888	0/612
2	99/5	0/1	0/4	0/587	0/519
3	99	0/4	0/6	0/298	0/496
4	98/5	0/9	0/6	0/143	0/585
5	98	1/6	0/4	0/058	0/541
6	Control			0/946	0/550

با توجه به نتایج بدست آمده از جدول 6، با تغییر توزیع نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره، رشد باکتری گرم استافیلوکوکوس در زیست کامپوزیت کاهش می یابد. همچنین زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره در توزیع مختلف وزنی، تاثیر اندکی بر باکتری گرم منفی داشته است.

4- نتیجه گیری

در این پژوهش به بررسی تجربی خواص مکانیکی و ضد باکتریایی زیست کامپوزیت اپوکسی تقویت شده با نانو سلولز و گیاه آویشن پرداخته شده است. سپس به روش عصاره گیری گیاه آویشن پرداخته شده و پس از تهیه عصاره به شکل جامد و در مقیاس نانو، ترکیب آن با اپوکسی در درصدهای وزنی مختلف ساخته شده است. همچنین ترکیب نانو ذرات سلولز با اپوکسی در درصدهای وزنی مختلف ساخته شده و در پایان زیست کامپوزیت اپوکسی تقویت شده با نانو سلولز و گیاه آویشن در درصدهای وزنی مختلف ساخته شده است. برای هر یک از درصدهای وزنی به منظور بررسی خواص مکانیکی، آزمایش کشش مطابق استاندارد انجام شده و همچنین آزمایش ضد باکتریایی نیز صورت گرفته است. برای هر یک از نمونه های یاد شده، درصدهای وزنی شامل 0/5، 1، 1/5 و 2٪ می باشد. نتایج بدست آمده به شرح زیر می باشند:

- 1- برای زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز با افزایش درصد وزنی تقویت کننده ها تا 1/5٪ وزنی، خواص مکانیکی بهبود یافته و پس از آن کاهش می یابد. علت اصلی این کاهش، تجمع تقویت کننده ها و کلوخه شدن آنها و تبدیل به عیوب در نمونه ها گردیده که این موضوع سبب کاهش خواص مکانیکی می گردد.
- 2- برای زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو ذرات عصاره آویشن با افزایش درصد وزنی تقویت کننده ها تا 1/5٪ وزنی، خواص مکانیکی بهبود یافته و پس از آن کاهش می یابد. علت اصلی این کاهش نیز تجمع تقویت کننده ها و کلوخه شدن آنها و تبدیل به عیوب در نمونه ها گردیده که این موضوع سبب کاهش خواص مکانیکی می گردد.
- 3- برای زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره آویشن با افزایش درصد وزنی تقویت کننده ها تا 1/5٪ وزنی، خواص مکانیکی بهبود یافته و پس از آن کاهش می یابد. علت اصلی این کاهش، تجمع تقویت کننده ها و کلوخه شدن آنها و تبدیل به عیوب در نمونه ها گردیده که این موضوع سبب کاهش خواص مکانیکی می گردد.
- 4- با افزایش درصد وزنی نانو الیاف سلولز، رشد باکتری گرم مثبت استافیلوکوکوساورئوس در زیست کامپوزیت کاهش می یابد. همچنین زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز در درصدهای مختلف وزنی، تاثیر اندکی بر باکتری گرم منفی داشته است.
- 5- با افزایش درصد وزنی نانو ذرات عصاره، رشد باکتری گرم مثبت استافیلوکوکوساورئوس در زیست کامپوزیت کاهش می یابد. همچنین زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو ذرات عصاره در درصدهای مختلف وزنی، تاثیر اندکی بر باکتری گرم منفی داشته است.
- 6- با تغییر توزیع نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره و افزایش آن، رشد باکتری گرم مثبت استافیلوکوکوساورئوس در زیست کامپوزیت کاهش می یابد. همچنین زیست کامپوزیت اپوکسی با نانو الیاف سلولز و نانو ذرات عصاره در توزیع مختلف وزنی، تاثیر اندکی بر باکتری گرم منفی داشته است.
- همانطور که اشاره شد، اثر عصاره آویشن بر روی باکتری های گرم مثبت نسبت به اثر ضد باکتری آن ها بر روی باکتری های گرم منفی بیشتر است. علت حساسیت کمتر باکتری های گرم منفی، وجود غشای خارجی در این نوع باکتری ها می باشد که سبب

محدود شدن انتشار مواد موثره عصاره به لایه لیپوپلی ساکارید باکتری می شود. متابولیت های ثانویه موجود در عصاره گیاهان داروئی از راه های متعددی سبب اثر کشندگی بر روی باکتری های گرم مثبت و گرم منفی می شوند. با این حال مشخص شده که اثر آنتی باکتریال گیاهان داروئی بر روی باکتری های گرم مثبت بیشتر از باکتری های گرم منفی است و این خصوصیت ناشی از وجود غشای خارجی در باکتری های گرم منفی می باشد که سبب کاهش نفوذ متابولیت های ثانویه به درون سلول این دسته از باکتری ها می گردد. با توجه به موارد فوق و اینکه به منظور بهره برداری های کاربردی، دارا بودن همزمان هر دو خاصیت مکانیکی و ضد باکتریایی در نمونه ها دارای اهمیت است، جمع بندی نتایج حاکی از آن است که برای تمامی نمونه ها در درصد وزنی 1/5، خواص مکانیکی و ضد باکتریایی بهینه خواهند بود.

5-منابع

1. Cheikh D, Martín-Sampedro R, Majdoub H, Darder M. Alginate bionanocomposite films containing sepiolite modified with polyphenols from myrtle berries extract. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2020;165:2079-88, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.10.052.
2. Islam HBMZ, Susan MABH, Imran AB. Effects of plasticizers and clays on the physical, chemical, mechanical, thermal, and morphological properties of potato starch-based nanocomposite films. *ACS omega*. 2020;5(28):17543-52, doi: 10.1021/acsomega.0c02012.
3. Liu H, Liu D, Yao F, Wu Q. Fabrication and properties of transparent polymethylmethacrylate/cellulose nanocrystals composites. *Bioresource technology*. 2010;101(14):5685-92, doi: 10.1016/j.biortech.2010.02.045.
4. Othman SH, Othman NFL, Shapi'i RA, Ariffin SH, Yunus KFM. Corn starch/chitosan nanoparticles/thymol bio-nanocomposite films for potential food packaging applications. *Polymers*. 2021;13(3):390, doi: 10.3390/polym13030390.
5. Pandurangan MT, Kanny K. Study of curing characteristics of cellulose nanofiber-filled epoxy nanocomposites. *Catalysts*. 2020;10(8):831, doi: 10.3390/catal10080831.
6. Poonguzhali R, Basha SK, Kumari VS. Synthesis and characterization of chitosan-PVP-nanocellulose composites for in-vitro wound dressing application. *International journal of biological macromolecules*. 2017;105:111-20, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2017.07.006.
7. Shubham SK, Purohit R, Yadav P, Rana R. Study of nano-fillers embedded in polymer matrix composites to enhance its properties—A review. *Materials Today: Proceedings*. 2020;26:3024-9, doi: 10.1016/j.matpr.2020.02.629.
8. Soofi M, Alizadeh A, Hamishehkar H, Almasi H, Roufegarinejad L. Preparation of nanobiocomposite film based on lemon waste containing cellulose nanofiber and savory essential oil: A new biodegradable active packaging system. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2021;169:352-61, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.12.114.
9. Talja RA, Helén H, Roos YH, Jouppila K. Effect of various polyols and polyol contents on physical and mechanical properties of potato starch-based films. *Carbohydrate polymers*. 2007;67(3):288-95, doi: 10.1016/j.carbpol.2006.05.019.
10. Tan W, Liu H, Li L, Wan Y, editors. The effect of wax on the properties of epoxy molding compound. 2011 12th International Conference on Electronic Packaging Technology and High Density Packaging; 2011: IEEE, doi: 10.1109/ICEPT.2011.6066864.

11. Vu CM, Sinh LH, Choi HJ, Pham TD. Effect of micro/nano white bamboo fibrils on physical characteristics of epoxy resin reinforced composites. *Cellulose*. 2017;24:5475-86, doi: 10.1007/s10570-017-1503-7.
12. Wilson M, Kannangara K, Smith G, Simmons M, Raguse B. *Nanotechnology: basic science and emerging technologies*. 2002.

Investigation of mechanical and antibacterial properties of epoxy biocomposite reinforced with nano cellulose and thyme plant

Emad Salahvarzi¹, Behrooz Dousti^{2*}, Mahdi Karami Khorramabadi³

¹ M.Sc, Department of Microbiology, Khorramabad Branch, Islamic Azad University, Khorramabad, Iran

² Associate professor, Department of Microbiology, Khorramabad Branch, Islamic Azad University, Khorramabad, Iran

³ Assistant professor, Department of Mechanical engineering, Khorramabad Branch, Islamic Azad University, Khorramabad, Iran

Abstract: In this paper, the experimental investigation of mechanical and antibacterial properties of epoxy biocomposite reinforced with cellulose nanofibers and thyme plant nanoparticles is studied. At first, an extract was extracted from the thyme plant, and after preparing the extract in a solid form, the particles of the extract were obtained on a nano scale. In the next step, the combination of nano particles of extract, nano fibers of cellulose and the simultaneous combination of nano particles of extract and nano fibers of cellulose with epoxy are made separately in weight percentages of pure, 0.5, 1, 1.5 and 2 respectively. For each of the weight percentages, in order to the investigation of mechanical properties, a tensile test has been performed according to the standard, as well as an antibacterial test. The results show that by increasing the weight percentage of reinforcements up to 1.5% by weight, the mechanical properties improve and then decrease. The highest amount of elastic modulus obtained for the combination of extract nanoparticles, cellulose nanofibers and the simultaneous combination of extract nanoparticles and cellulose nanofibers with epoxy at 1.5% by weight is 4.053, 4.169, and 3.522 MPa, respectively. On the other hand, by increasing the weight percentage of the reinforcements, the antibacterial properties of the samples have increased. The results of this test show that a lack of growth halo with a diameter of 22 mm has been created for the thyme extract. Regarding gram-negative bacteria, no growth halo was observed for thyme extract on *Escherichia coli* bacteria medium. For the disk containing the antibiotic gentamicin, the diameter of the halo of non-growth on staph bacteria and *Escherichia coli* bacteria was 8 and 6 mm, respectively. For the disc containing penicillin antibiotic, the diameter of non-growth halo on staph bacteria was 24 mm, and *Escherichia coli* bacteria did not show sensitivity to penicillin antibiotic. Considering

*Corresponding Author: doostybehrooz@gmail.com

that for the purpose of practical exploitation, it is important to have both mechanical and antibacterial properties in the samples, the summary of the results indicates that for all the samples in the percentage of 1.5% by weight, the mechanical properties and antibacterial will be optimal.

Keywords: Biocomposite, Epoxy, Nanocellulose, Thyme plant.