



**UNIWERSYTET
MIKOŁAJA KOPERNIKA
W TORUNIU**

Wydział Chemii



Synteza i charakterystyka skrobi dialdehydowej dla aplikacji biomedycznych

mgr Katarzyna Węgrzynowska-Drzymalska

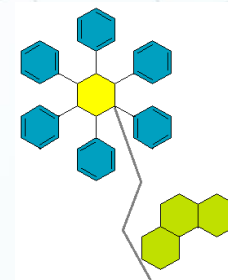
Katedra Chemii i Fotochemii Polimerów

Wydział Chemii

Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu



Poznań 02.12.2017 r.

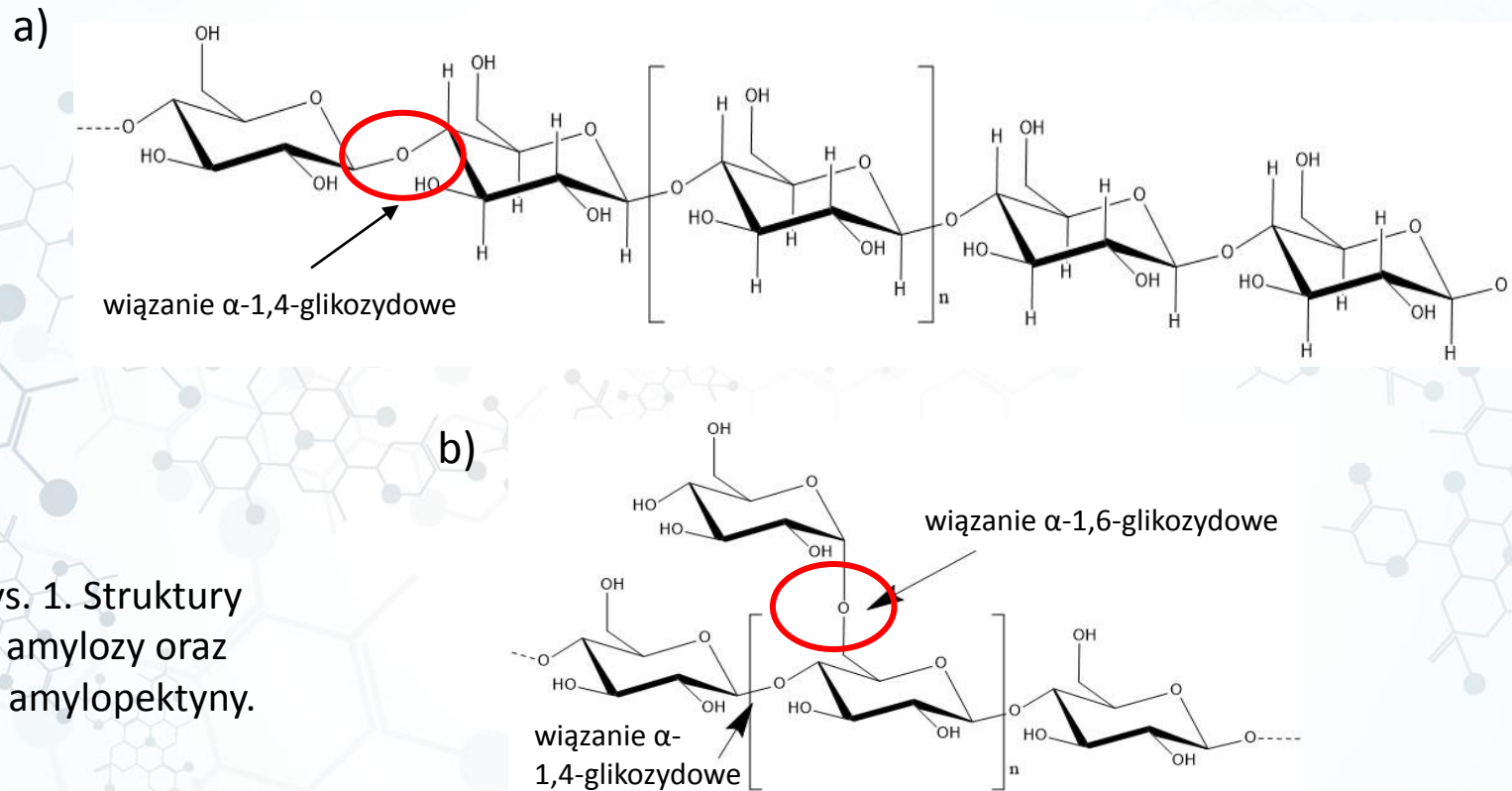


Plan prezentacji

- skrobia i jej charakterystyka,
- rodzaje modyfikacji skrobi,
- proces sieciowania,
- skrobia dialdehydowa,
- cel pracy badawczej,
- poszczególne wyniki badań,
- podsumowanie.

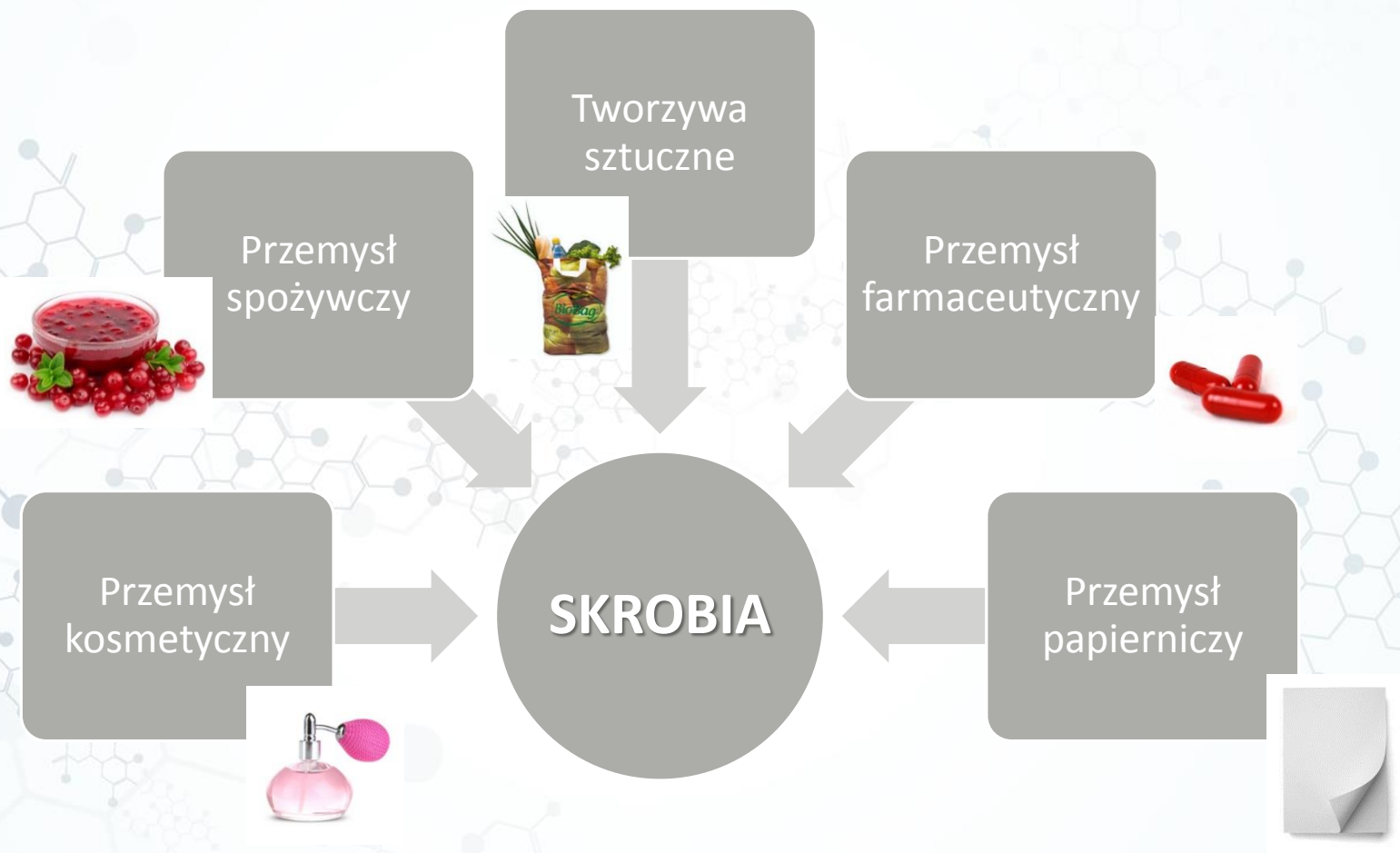


Skrobia – ogólna charakterystyka



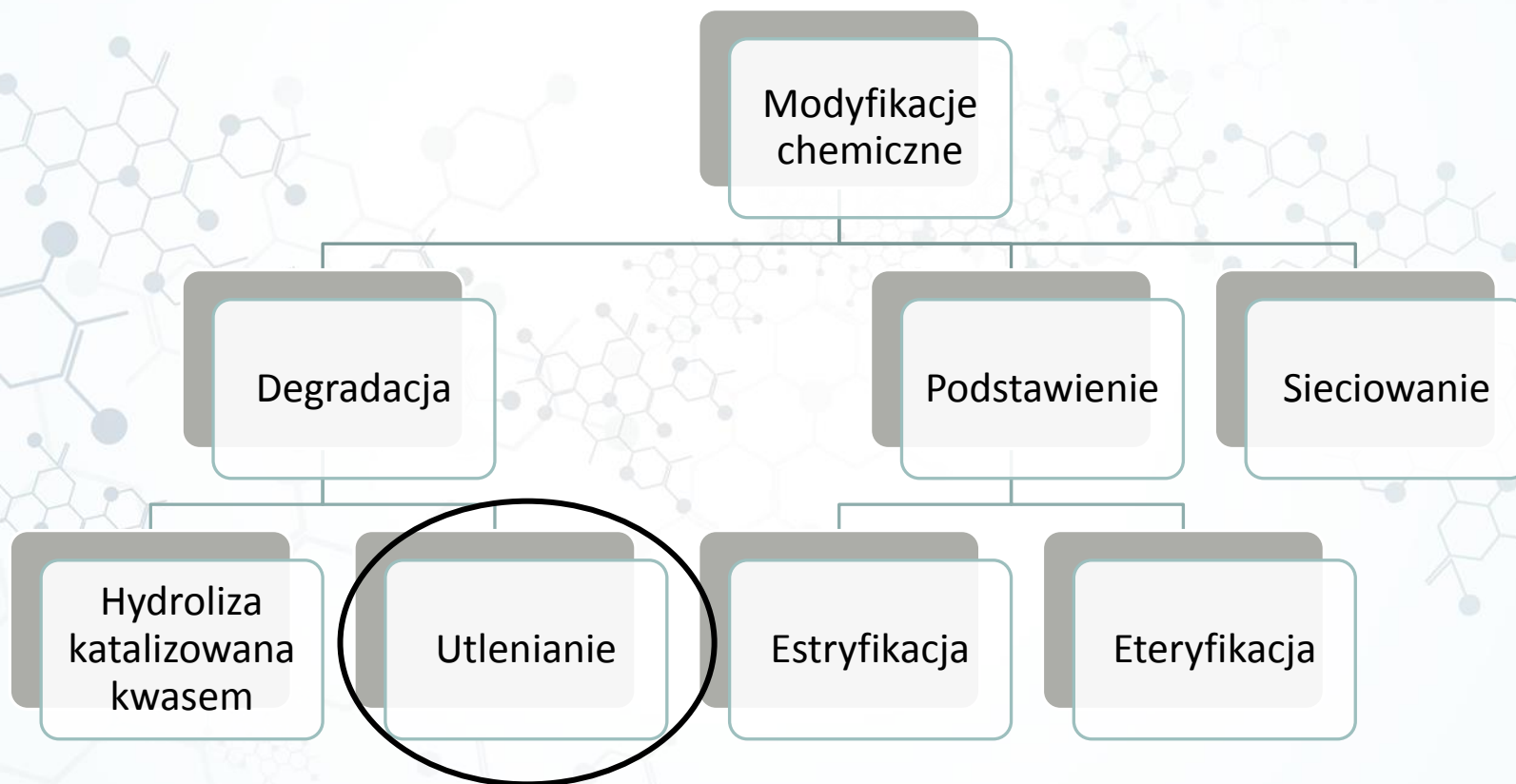
Rys. 1. Struktury
a) amylozy oraz
b) amylopektyny.

Zastosowanie skrobi

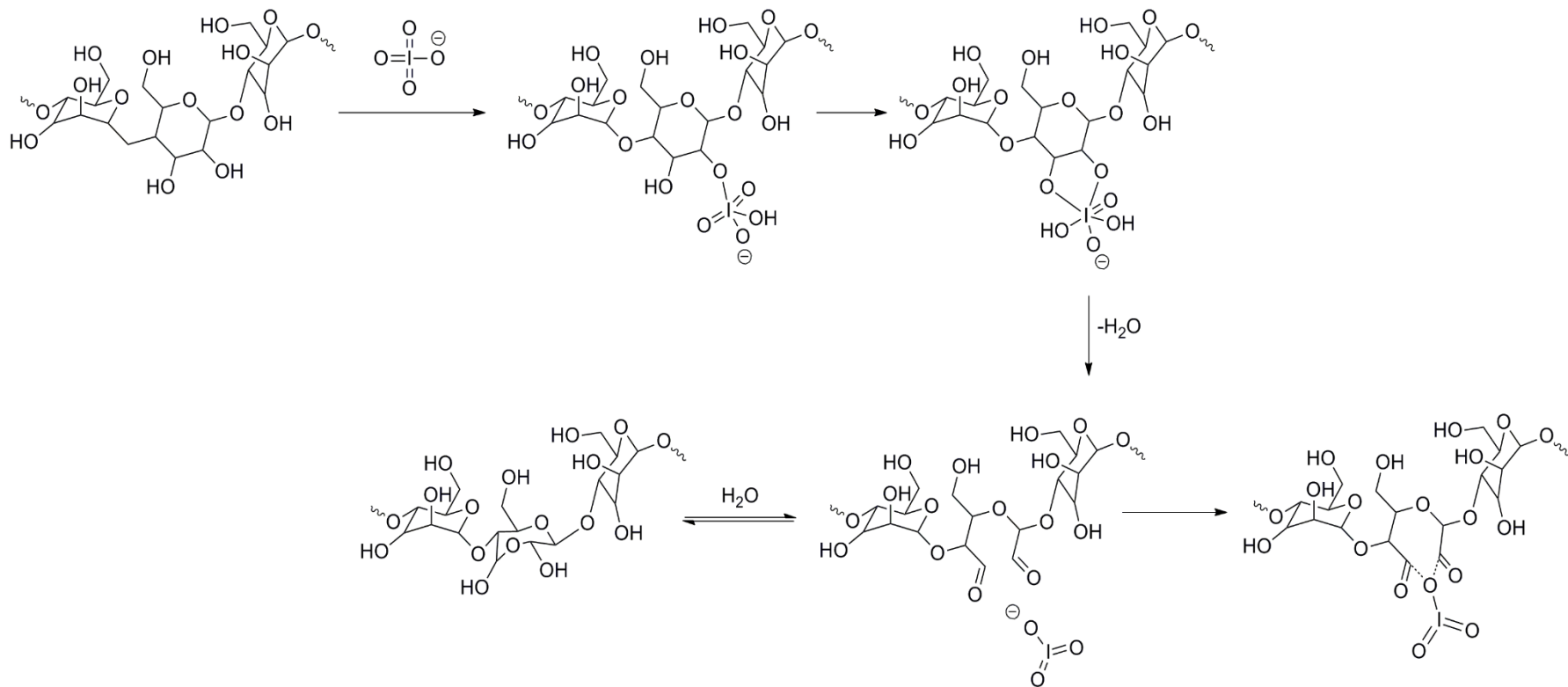


Rys.2. Schemat przedstawiający zastosowanie skrobi.

Rodzaje modyfikacji chemicznych

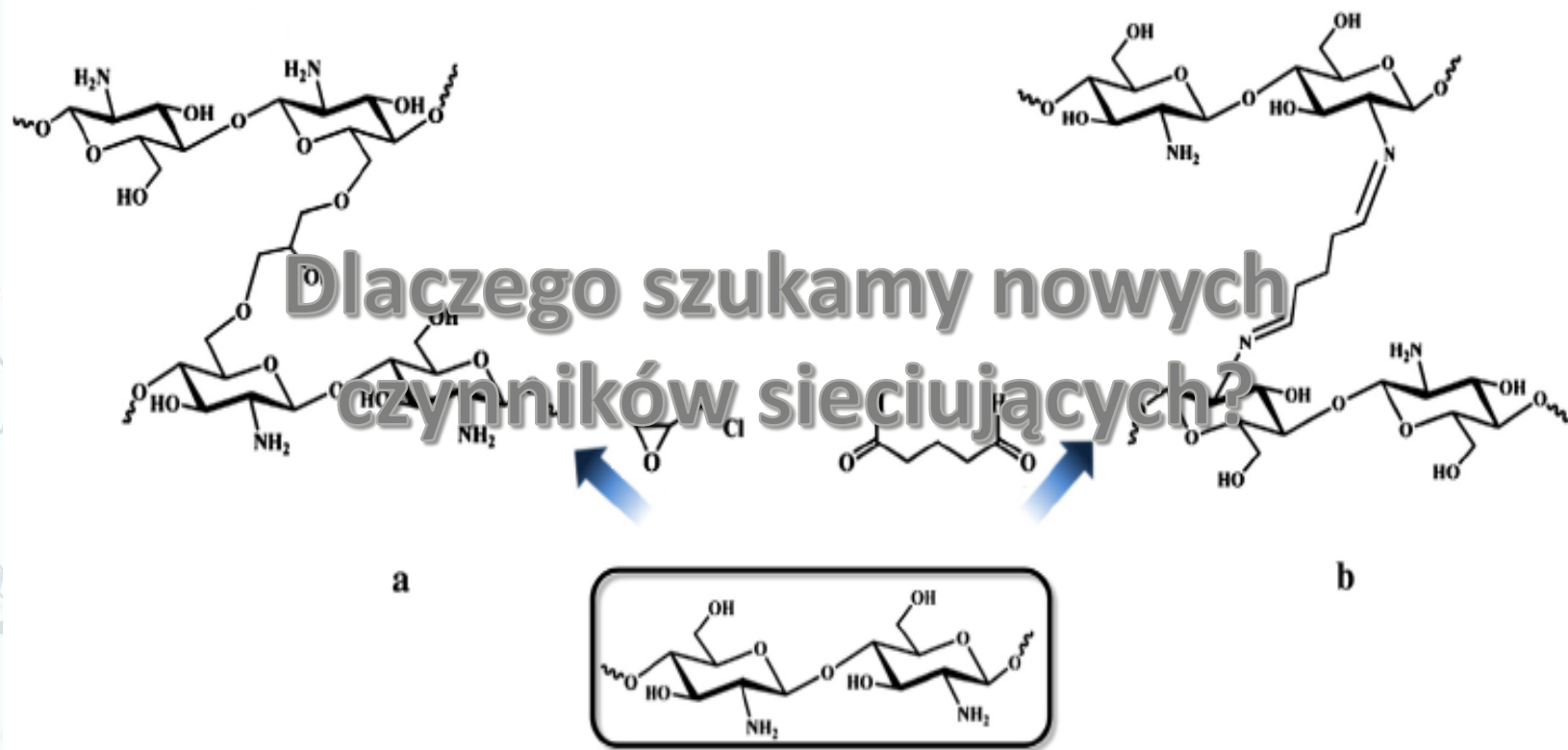


Utlenianie



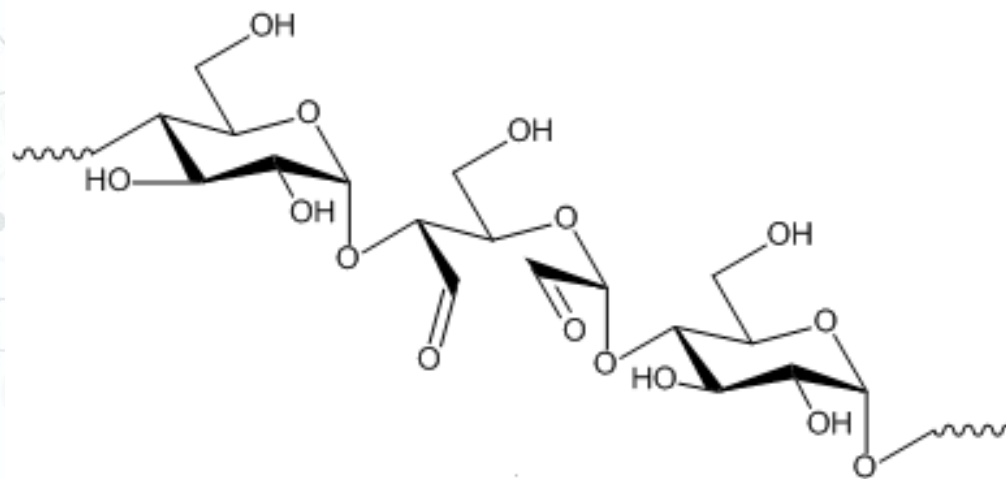
Rys. 3. Mechanizm utleniania skrobi przy użyciu nadjodanu sodu.

Proces sieciowania



Rys. 4. Sieciowanie chitozanu za pomocą a) epichlorohydryny, b) aldehydu glutarowego.

Skrobia dialdehydowa



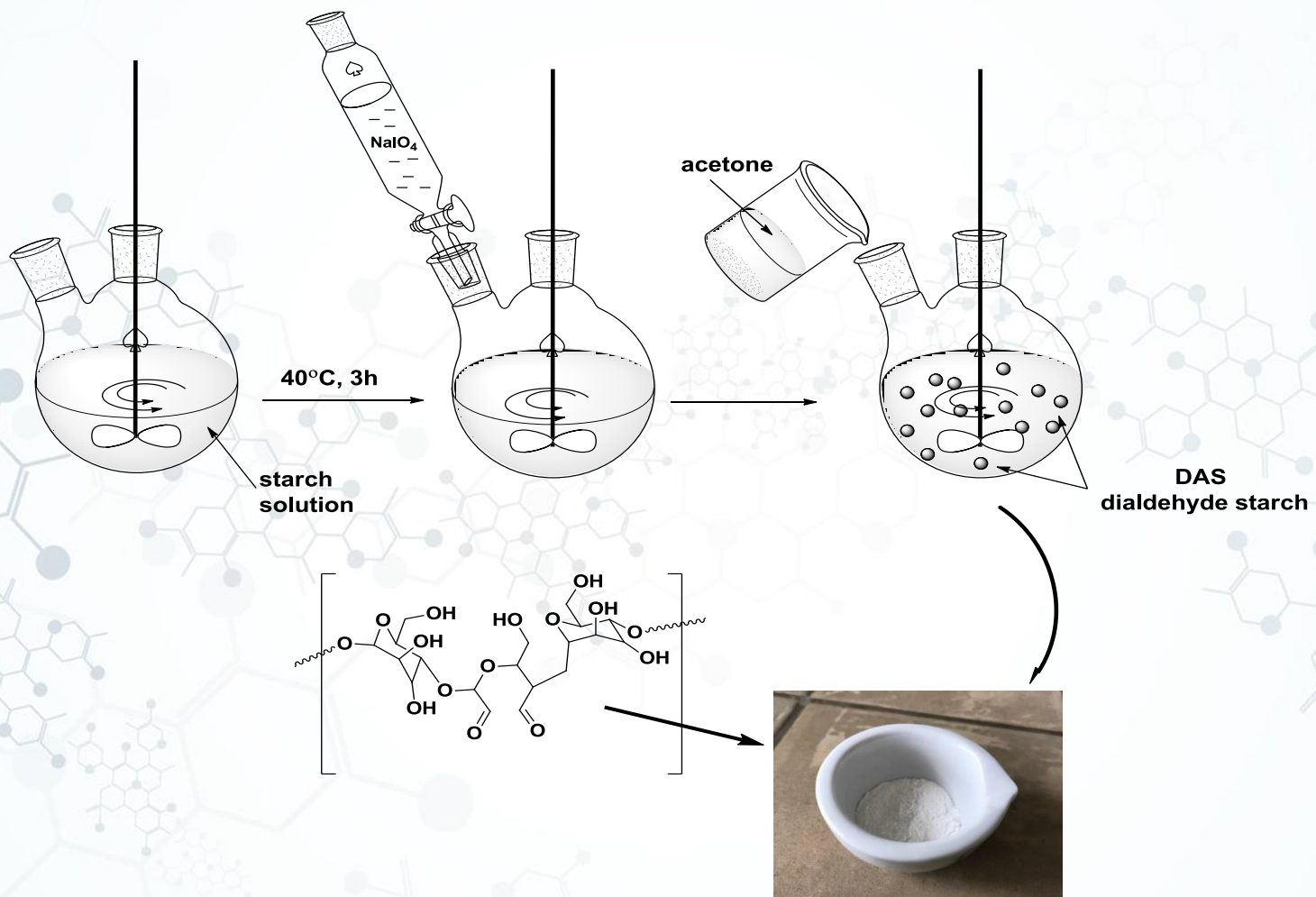
Rys. 5. Fragment struktury skrobi dialdehydowej.

Cel pracy badawczej

Celem pracy było otrzymanie szeregu czynników sieciujących różniących się ilością grup aldehydowych oraz ich botanicznym pochodzeniem, uzyskanie nowatorskich czynników sieciujących wzbogaconych w reaktywne ugrupowania aldehydowe oraz określenie właściwości otrzymanych związków.



Synteza skrobi dialdehydowej



Rys. 6. Schemat przebiegu syntezy skrobi dialdehydowej.

Legenda

Tabela 1. Zestawienie pełnych nazw i skrótów całej serii pomiarowej.

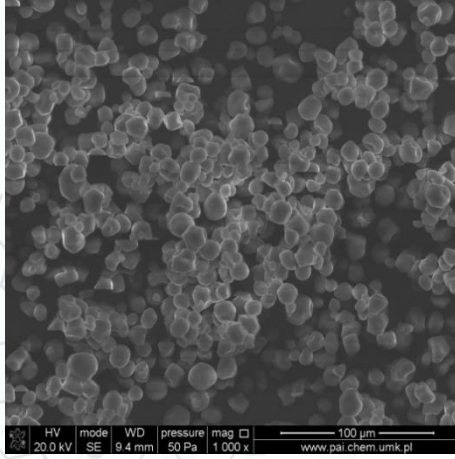
Próbka	Skrót	Próbka	Skrót
Skrobia kukurydziana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:0,5	DAS-K ₁	Skrobia ziemniaczana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:0,5	DAS-P ₁
Skrobia kukurydziana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:0,7	DAS-K ₂	Skrobia ziemniaczana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:0,7	DAS-P ₂
Skrobia kukurydziana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:0,9	DAS-K ₃	Skrobia ziemniaczana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:0,9	DAS-P ₃
Skrobia kukurydziana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:1,0	DAS-K ₄	Skrobia ziemniaczana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:1,0	DAS-P ₄
Skrobia kukurydziana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:1,1	DAS-K ₅	Skrobia ziemniaczana utleniana nadjodanem sodu w stosunku 1:1,1	DAS-P ₅

Określenie ilości grup aldehydowych

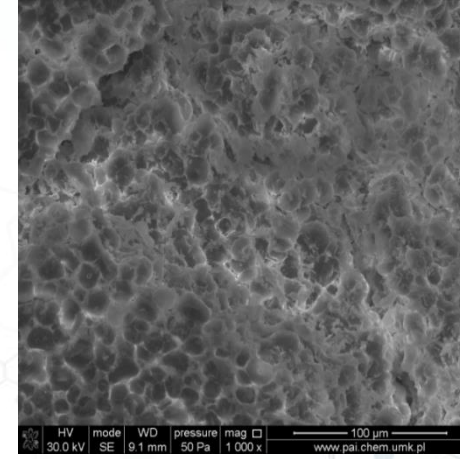
Tabela 2. Zestawienie ilości grup aldehydowych w próbkach różnego pochodzenia botanicznego.

Próbka	Ilość grup aldehydowych [%]	Próbka	Ilość grup aldehydowych [%]
DAS-K ₁	25	DAS-P ₁	21
DAS-K ₂	29	DAS-P ₂	25
DAS-K ₃	37	DAS-P ₃	29
DAS-K ₄	67	DAS-P ₄	33
DAS-K ₅	45	DAS-P ₅	33

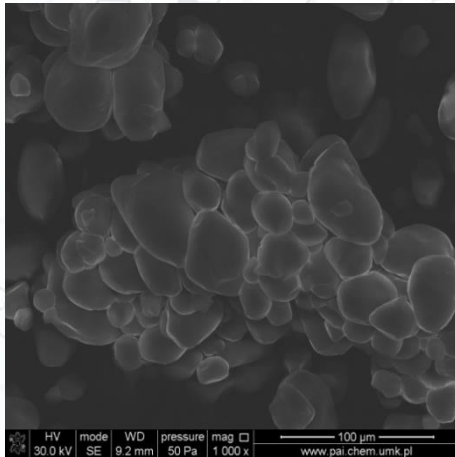
Skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM)



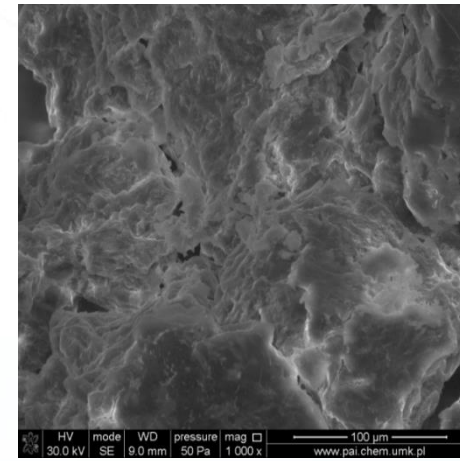
a) skrobia kukurydziana



b) DAS-K₁

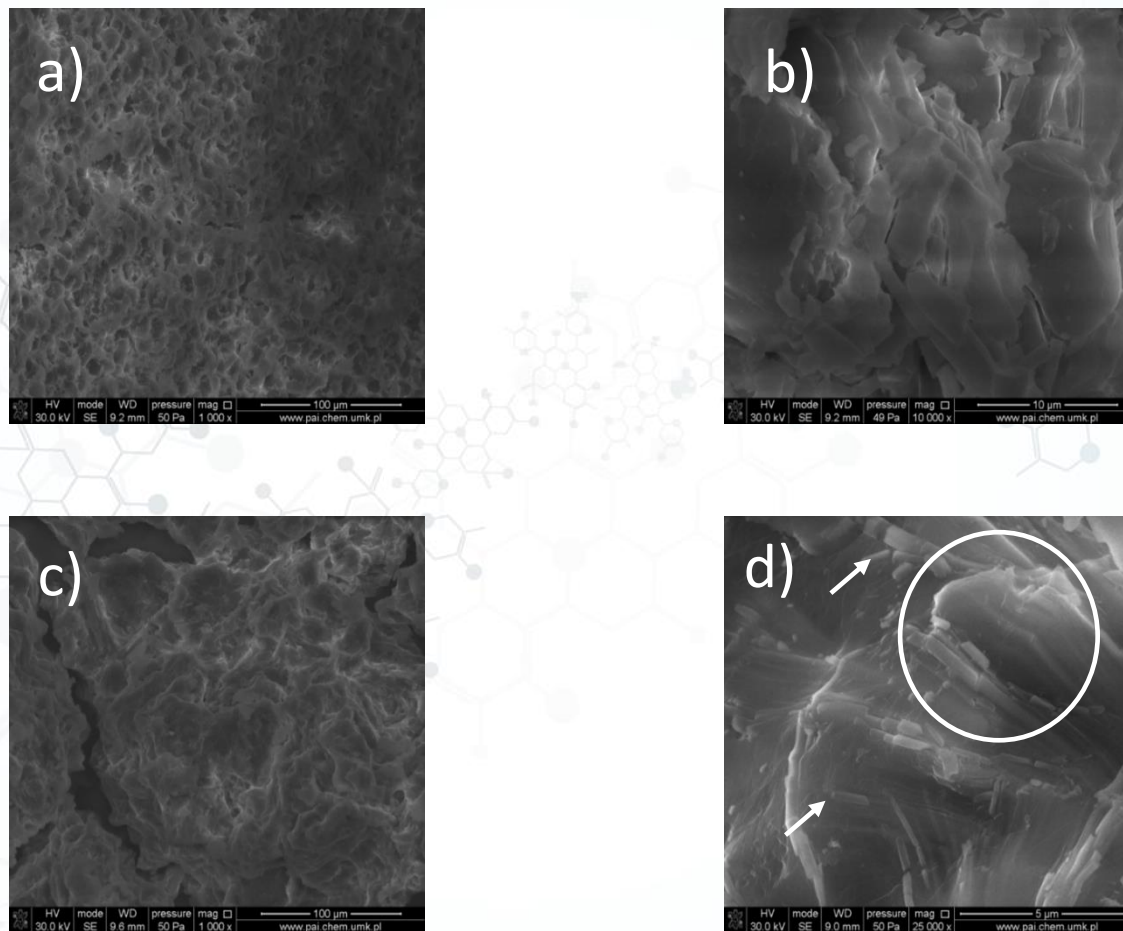


c) skrobia ziemniaczana



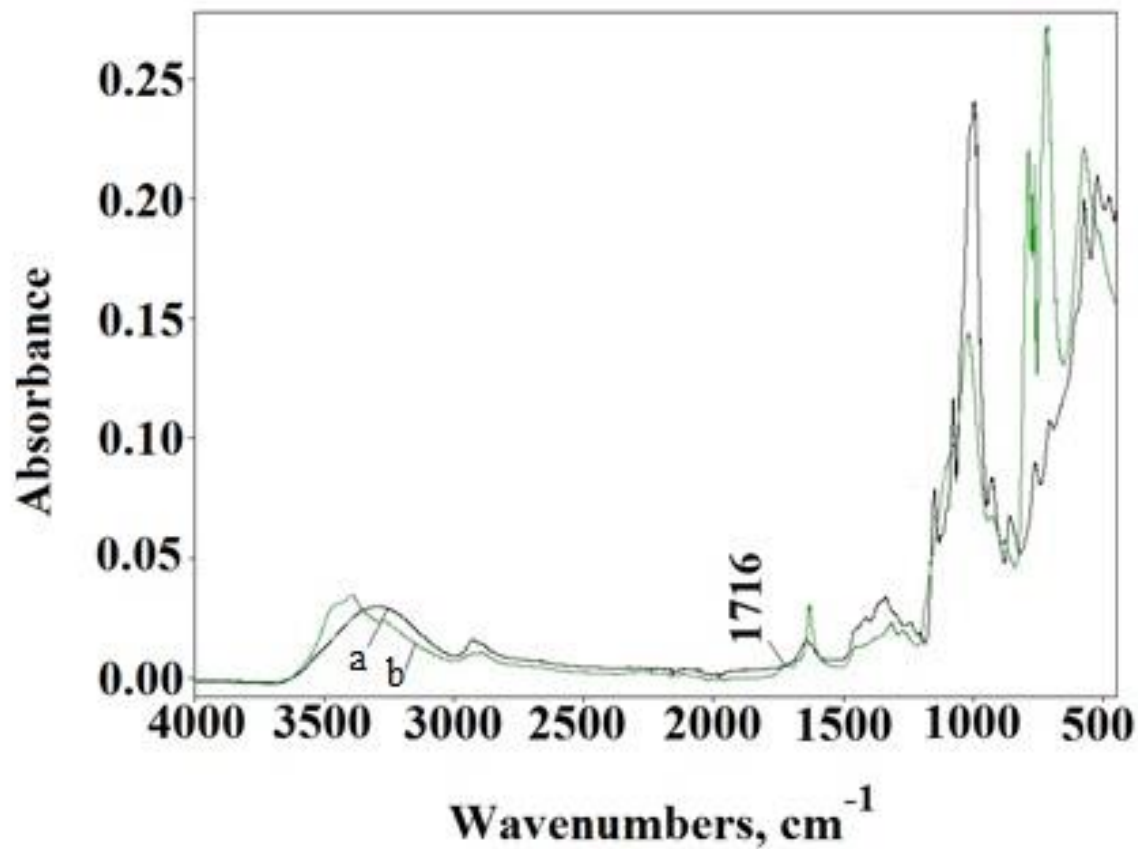
d) DAS-Z₁

Skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM)



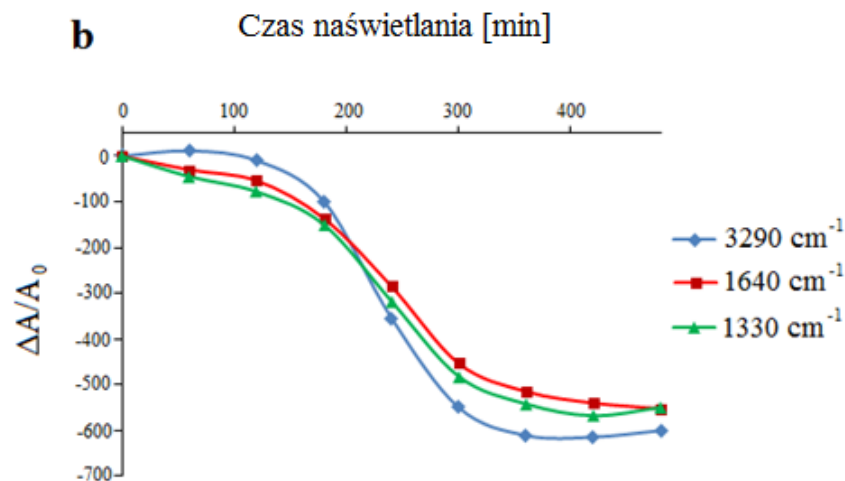
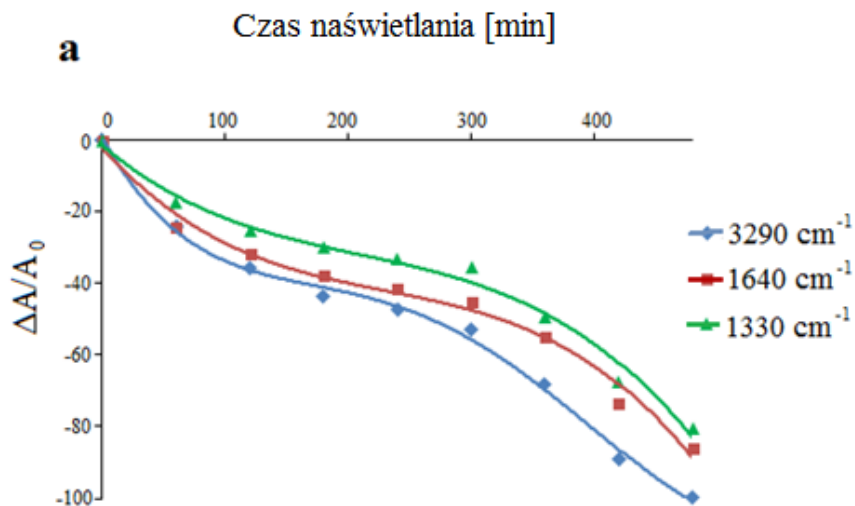
Rys. 7. Zdjęcia SEM naświetlanej przez 8h a,b) DAS-K₁ oraz c,d) DAS-Z₁.

Widma ATR-FTIR



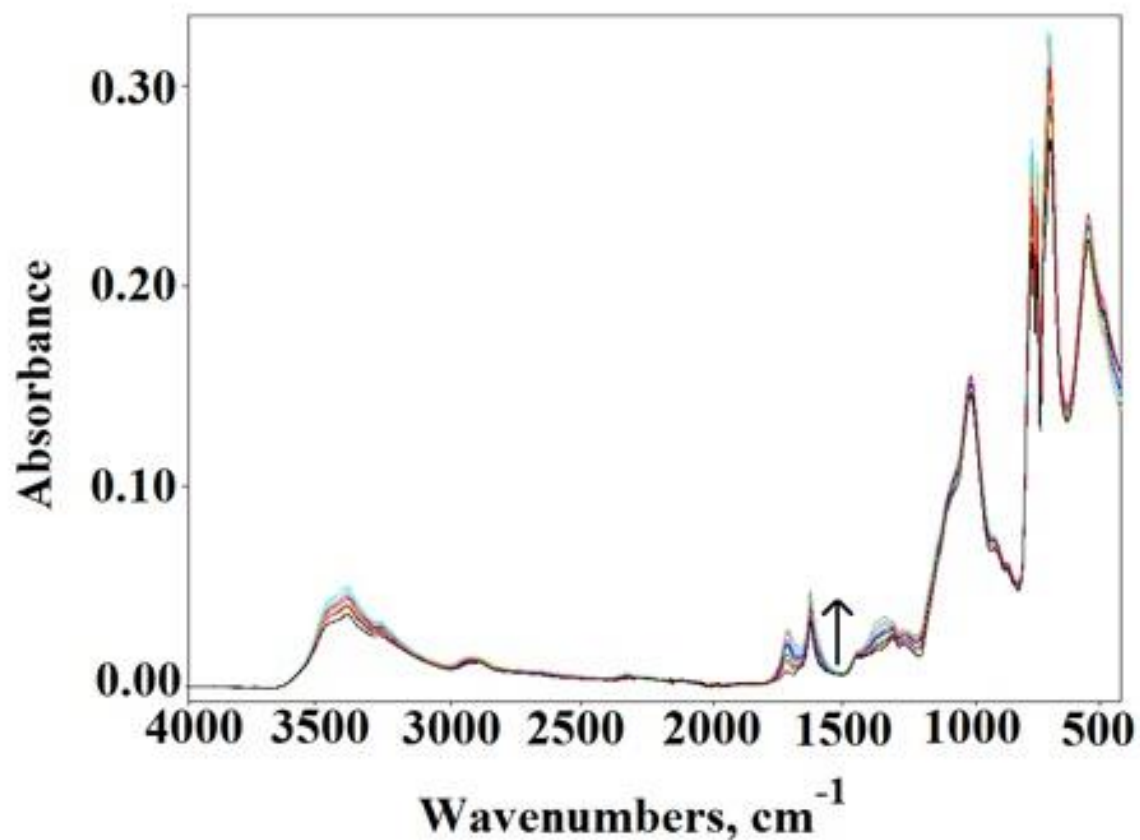
Rys. 8. Porównanie widm ATR-FTIR a) skrobi kukurydzianej b) DAS-K₃.

Widma ATR-FTIR

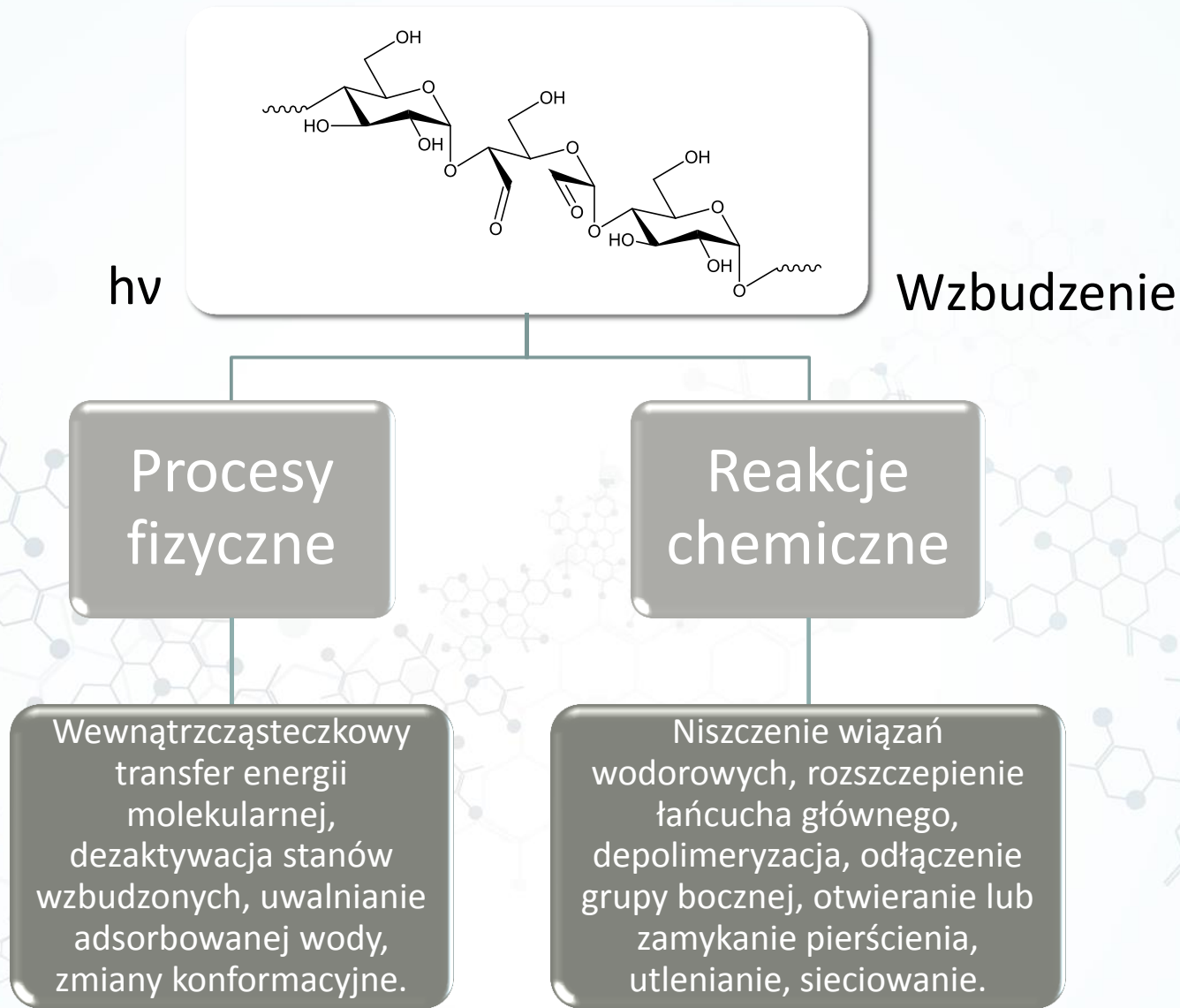


Rys. 9. Zmiany względnej absorpcji wybranych pasm naświetlanej skrobi kukurydzianej (a) oraz ziemniaczanej (b) względem czasu naświetlania.

Widma ATR-FTIR



Rys. 10. Widma ATR-FTIR DAS-K₃ naświetlanej promieniowaniem UV.

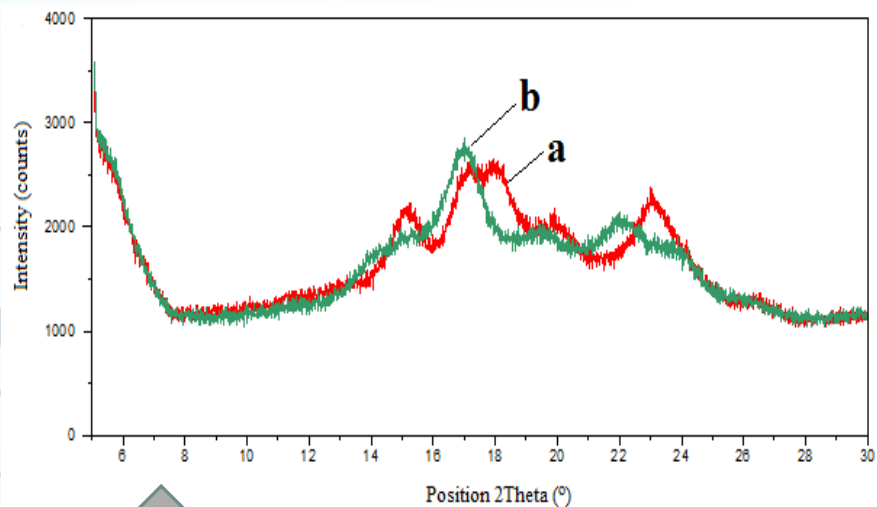


Schemat 1. Fotoproceny zachodzące w strukturze skrobi dialdehydowej naświetlanej promieniowaniem UV.

Charakter powierzchni skrobi dialdehydowej

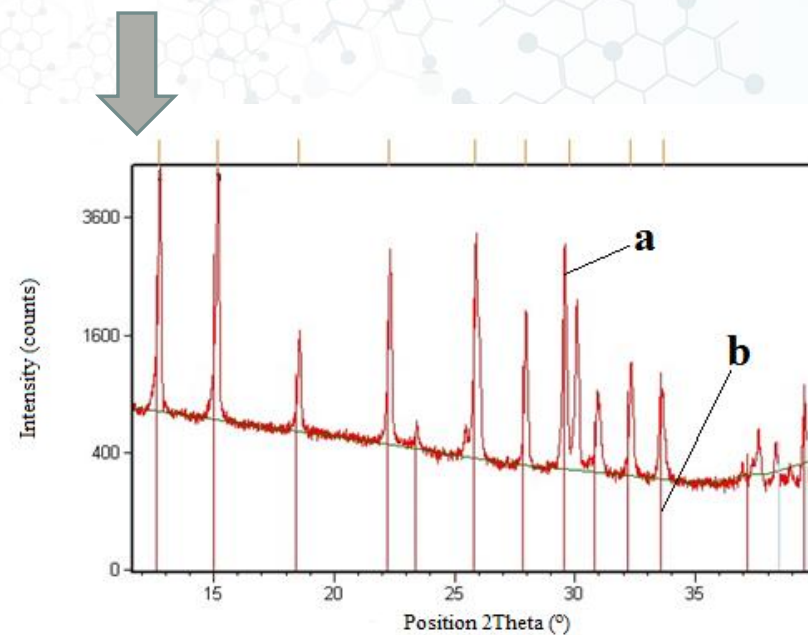
Tabela 3. Zestawienie wartości swobodnej energii powierzchniowej (γ_t), jej składowej dyspersyjnej (γ_d) oraz polarnej (γ_p) dla badanych materiałów.

Próbka	Przed naświetlaniem			Po 8h naświetlania		
	Swobodna energia powierzchniowa [mJ/m ²]					
	γ_t	γ_d	γ_p	γ_t	γ_d	γ_p
Skrobia kukurydziana	34,4	28,8	5,6	19,5	6,2	13,3
Skrobia ziemniaczana	40,6	26,7	13,9	20,7	14,2	6,5
DAS-K ₁	37,3	20,5	16,9	32,2	27,8	4,4
DAS-K ₃	37,3	20,5	16,9	33,0	27,0	6,1
DAS-K ₄	42,6	22,9	19,7	41,1	34,8	6,3
DAS-Z ₁	42,3	23,9	18,5	36,2	30,5	5,7
DAS-Z ₃	42,9	21,5	21,4	28,1	12,8	15,3
DAS-Z ₅	43,9	20,1	23,8	32,4	21,0	11,4



Rys. 11. Dyfraktogram rentgenowski (a) skrobi kukurydzianej oraz (b) skrobi ziemniaczanej.

Rys. 12. Dyfraktogram rentgenowski a) DAS-K₁ oraz b) NaIO₃.



Podsumowanie

- ❑ w wyniku reakcji utleniania skrobi handlowej nadjodanem sodu otrzymano skrobię dialdehydową, której zawartość grup karbonylowych jest zależna od ilości użytego utleniacza do reakcji,
- ❑ skrobia kukurydziana poddana reakcji utlenienia wykazuje większą ilość grup aldehydowych niż skrobie dialdehydowe, otrzymane ze skrobi ziemniaczanej,
- ❑ po reakcji utlenienia można zauważyć zmianę kształtu kulistych ziaren w zwartą strukturę, z licznymi wgłębieniami i porami, co może być związane z utworzeniem grup aldehydowych,
- ❑ pomiary kąta zwilżania wykazały, że swobodna energia powierzchniowa we wszystkich przypadkach zmniejszyła po naświetleniu,
- ❑ analiza XRD wykazała, że skrobia dialdehydowa wraz z jodanem (V) tworzy trwały kompleks wykazujący strukturę krystaliczną.

Literatura

Fiedorowicz M., Para A., *Carbohydrate Polymers; Structural and molecular properties of dialdehyde starch* 2006 63(3), str 360-366,

Liber-Kneć A., Łagan S., *Polimery w Medycynie; Zastosowanie pomiarów kąta zwilżania i swobodnej energii powierzchniowej do charakterystyki powierzchni polimerów wykorzystywanych w medycynie* 2014 t.44 nr 1 str 29-34,

Moad G., *Progress in Polymer Science; Chemical modification of starch by reactive extrusion* 2011 36(2), str 218-237,

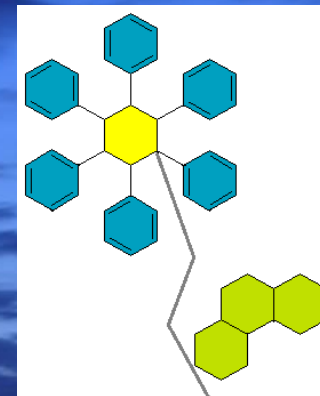
Salisu A. A., Musa H., Abba H., Kogo A. A., *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research; Preparation and characterization of dialdehyde starch and its` cross-linking with copper (II) ion* 2013 5(5), str 153-154,

Skopinska-Wisniewska J., Wegrzynowska-Drzymalska K., Bajek A., Maj M., Sionkowska A., *Journal of Materials Science: Materials in Medicine; Is dialdehyde starch a valuable cross-linking agent for collagen/elastin based materials?* 2016 27 67,

Song L., Cruz C., Farrah S. R., Baney R. H., *Electronic Journal of Biotechnology; Novel antiviral activity of dialdehyde starch* 2009 t. 12 nr 2, str 1-2,

Yu J., Chang PR, Ma X., *Carbohydrate Polymers; The preparation and properties of dialdehyde starch and thermoplastic dialdehyde starch* 2010 79(2), str 296-300.

Dziękuję za uwagę.



Projekt został sfinansowany ze środków Narodowego Centrum Nauki przyznanych na podstawie decyzji numer 2014/15/D/NZ7/01805.