

## ساخت نانو رنگدانه هیبریدی بر پایه نانو رس مونت موریلونیت سدیم و پودر گل چای ترش و ارزیابی خواص حرارتی و ضد میکروبی آن‌ها

میلاذ ادراکی<sup>۱</sup>، محمد بنی‌مهد کیوانی<sup>۲\*</sup>

۱- گروه مهندسی پلیمر، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، تهران، ایران

۲- گروه شیمی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه پیام نور، تهران، ایران

### چکیده:

در مقاله حاضر، مواد رنگزا حاصله از گل چای ترش (Hs یا Hibiscus sabdariffa) به صورت موفقیت‌آمیزی تحت واکنش تبادل یون، وارد فضای درون لایه رس مونت موریلونیت سدیم (Na<sup>+</sup>-MMT) شد و یک نانو رنگدانه هیبریدی با نام (Hs-MMT) شکل گرفت. برای بررسی شناسایی و ریخت‌شناسی نانو رنگدانه Hs-MMT از آزمون‌های طیف سنجی فرسرخ تبدیل فوریه (FTIR)، انکسار پرتو ایکس زاویه کوچک (SAXS)، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) و طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) استفاده شد. همچنین، رفتار حرارتی و ضد میکروبی نانو رنگدانه Hs-MMT به ترتیب با آزمون‌های وزن سنجی حرارتی (TGA) و روش‌های چاهک و دیسک مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آزمون FTIR، SAXS و EDS نشان داد که پس از برهم کنش دو فاز آلی و معدنی، گروه‌های عاملی Hs بر نانورس ظاهر شد و همچنین، درج مواد رنگزا Hs در فواصل بین لایه نانورس، موجب افزایش صفحه به میزان ۵/۷۲ آنگستروم شد. نتایج TGA حاکی از آن بود که صفحات نانورس مانع بارگذاری حرارت بر روی ساختار مواد رنگزا Hs شد و موجب پایداری حرارتی نانورنگدانه Hs-MMT شد. در نهایت، نتایج آزمون ضد میکروبی مؤید این بود که نانورنگدانه Hs-MMT توانست دو نوع باکتری گرم مثبت و دو نوع باکتری گرم منفی را مهار و از بین ببرد به این صورت که کمینه غلظت کشندگی برای باکتری‌های گرم مثبت استافیلوکوکوس اورئوس و استرپتوکوک پیوژنز به ترتیب برابر با ۲۵۰ و ۳۱/۲۵ میکروگرم بر میلی‌لیتر بود در حالیکه کمینه غلظت کشندگی برای باکتری‌های گرم منفی اشرشیا کلی و سالمونلا پاراتیفی برابر با ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر بود.

کلمات کلیدی: پودر گل چای ترش، نانورنگدانه پایه رسی، خواص ضد میکروبی، پایداری حرارتی

\*mbk\_ir@pnu.ac.i

### ۱- مقدمه

پراکنشی که با روش‌های فراوری می‌توان دست یافت [۱]. همچنین، کاربرد نهایی محصول بر انتخاب سیستم (پلیمر و رنگ‌دهنده) اثر می‌گذارد [۱]. اما، وجود دیگر افزودنی‌ها بر پراکنش رنگ‌دهنده در زمینه پلیمری و رنگ نهایی و یا ظاهر سیستم موثر است [۱].

هنگام رنگ آمیزی پلیمرها، چندین عامل را باید در نظر گرفت از جمله سازگاری بین پلیمر و رنگ‌دهنده، پایداری رنگ‌دهنده در شرایط فراوری پلیمر و سطح

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱



شوند [۷]. با قرارگیری در این دسته، رنگدانه‌های بر پایه نانو رس (NCP) یا نانو رنگدانه‌ها، نانو رس اصلاح شده بطور آلی هستند که در آن‌ها، کل یا بخشی از ظرفیت تبادل کاتیون نانو رس با یک رنگزا آلی و در برخی موارد با ماده فعال در سطح‌های آلی مانند آمونیم چهار ظرفیتی مبادله می‌شود [۸]. در ابتدا، NCPها بوسیله باتنبرگ و فیشر، در کمپانی TNO توسعه داده شده و بیشتر برای رنگ آمیزی پلیمرها بکار رفته‌اند که در این کاربرد، این مواد بعنوان پرکننده، تقویت‌کننده و رنگ‌دهنده عمل می‌کنند [۹]. نخست، ادعا شد که این مواد هیبریدی خواص زمینه پلیمری را بهبود می‌دهند و موجب تجمع مزایای رنگدانه‌ها و رنگزاها می‌شوند از جمله رنگ درخشان و طیف وسیع رنگی درحالی‌که از نقایص آنها نیز جلوگیری می‌کنند مانند پس‌دهی رنگ، ثبات نوری کم و پایداری کم در مقابل اکسیژن، دما و پرتو فرابنفش [۹]. مطالعات زیادی درباره بکارگیری رنگزاها در رس‌ها و خواص سیستم‌های رس - رنگزا وجود دارند و همچنین، مطالعاتی نیز برای ارزیابی تأثیر NCP در پلیمرهای ترموپلاستیک انجام شده‌اند [۱۰ و ۱۱]. همچنین، از آن‌ها می‌توان برای تولید پوشش‌ها، رنگ‌ها یا برای رنگ‌آمیزی دیگر زیرلایه‌ها استفاده کرد [۱۲، ۱۳، ۱۴، ۱۵ و ۱۶]. مطالعات دیگری برای مطالعه تولید این نوع رنگدانه‌های بر پایه نانو رس با دیگر رنگزاها انجام شده‌اند. یکی از معضلات بزرگ مواد رنگزا آلی، مشکلات زیست محیطی و قیمت بالای آن‌ها است که می‌توان به جای آن‌ها از مواد رنگزا دوستدار محیط زیست بر پایه گیاهان استفاده کرد.

چای ترش عضوی شناخته شده از خانواده پنیرکیان (Malvaceae) است که به شکل یک گیاه علفی همیشه سبز رشد می‌کند. HS یک درختچه همیشه سبز

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱

بطور کلی، رنگ‌دهنده‌های بکار رفته برای رنگ‌آمیزی پلیمرها، رنگدانه‌ها و رنگزاها هستند [۲]. هر نوع رنگ‌دهنده مزایا و معایب خود را دارد. رنگدانه‌های آلی و معدنی در ماتریس پلیمری نامحلول هستند و پراکنده‌سازی آنها دشوار است اما قدرت پوشش‌دهی خوبی دارند [۲]. رنگزاها در ماتریس پلیمری قابل حل بوده و طیف رنگی و اشباع رنگ گسترده‌ای ایجاد می‌کنند [۲].

همچنین، مهاجرت مواد رنگزا به بیرون از ماتریس پلیمری می‌تواند رخ دهد [۳]. با این حال، پژوهش در نانو مواد به این موضوع پرداخته است تا مواد رنگ‌دهنده جدیدی توسعه پیدا کنند [۳]. رس مونت موریلونیت (MMT) مرسوم‌ترین ماده معدنی گروه اسمکتیت‌ها با مساحت سطح ویژه  $750-800 \text{ m}^2/\text{g}$  است و همچنین، متداول‌ترین فیلوسیلیکات بکار رفته برای تولید نانوکامپوزیت‌های پلیمری است [۴-۶]. بطور کلی، رس‌ها ماهیتی آب دوست دارند. برای سازگار کردن با پلیمرهای آلی، سطح مواد معدنی رسی را باید پیش از استفاده از آن، به صورت آلی دوست اصلاح کرد [۴-۶]. کاتیون‌های آلی مانند یون آمونیم یا یون فسفونیوم متداول‌ترین اصلاح‌کننده‌های آلی بکار رفته برای مواد معدنی رسی هستند. این اصلاح شامل تبادل کاتیون‌های غیرآلی میان‌لایه ای با نمک‌های اونیم آلی است [۴-۶]. اصلاح آلی موجب انبساط فضای میان‌لایه‌ای شده و در نتیجه فاصله  $d$  را تا حدی معین (معمولاً بیش از ۲nm) افزایش می‌دهد. بنابراین، اصلاح آلی موجب نفوذ پلیمر یا پیش ماده آن به درون فضای میان‌لایه‌ای می‌شود [۴-۶].

حضور نانو رس‌های اصلاح شده بطور آلی می‌تواند موجب بهبود زیاد در خواص پلیمر مانند استحکام مکانیکی، پایداری گرمایی و خواص سدکنندگی



### ۲- مواد و روش‌های آزمایش

#### ۲-۱- مواد

پودر  $\text{Na}^+$ -MMT و Hs به ترتیب از شرکت Rockwood (آمریکا) و شرکت Peptina (ایران) تهیه شدند. همچنین آب مقطر نیز از شرکت مرک آلمان خریداری شد.

#### ۲-۲- فرایند ساخت نانو رنگدانه هیبریدی

به منظور سنتز نانو رنگدانه  $\text{Hs}$ -MMT، ۵ گرم  $\text{Na}^+$ -MMT در ۲۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر دیسپرس و با یک همزن مغناطیسی به مدت یک ساعت همزده شد. این فرایند منتج به تورم صفحات  $\text{Na}^+$ -MMT و رهاش کاتیون  $\text{Na}^+$  از فضای درون لایه شد.

در ظرف دیگر، ۲ گرم از مواد رنگزا Hs به شیوه اختلاط دستی در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل شد و سپس محلول حاصله به ظرف اول منتقل شد. محلول نهایی تحت یک همزن مغناطیسی به مدت ۲۴ ساعت در دمای محیط همزده شد، تا مولکول‌های مواد رنگزا Hs در فضای بین لایه رس وارد شوند. سپس اجازه داده شد تا محلول به مدت ۴۸ ساعت در حال سکون باقی بماند تا ته‌نشین شود. برای ترسیب مونت موریلونیت اصلاح شده با مواد رنگزا Hs از دستگاه سانتریفیوژ (مدل EBA21، شرکت Hettich) با سرعت ۶۰۰۰ rpm به مدت ۱۵ دقیقه استفاده شد. در مرحله آخر، رسوبات ۳ بار با آب مقطر شستشو داده شدند تا مواد رنگزا Hs جذب سطحی شده بر روی صفحات بیرونی رس از بین بروند و همچنین، به مدت ۲۴ در دستگاه خشک‌کن انجمادی (فریز درایر) نگهداری شدند. در نتیجه توسط فرایند خردایش دستی با هاون، یک نانو رنگدانه هیبریدی پایه رسی تولید شد.

#### ۲-۳- دستگاه‌ها

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱

بوته مانند یا درختی کوچک است که طول آن به ۵-۳m (۱۶-۸ ft) و پهنای آن به ۵-۳m (۱۰-۵ ft) می‌رسد که برگ‌هایی کاغذی و گل‌های قرمز درخشان تکی در تابستان و پاییز دارد [۱۷ و ۱۸]. بخش‌های مختلف این گیاه مانند برگ‌ها، گل‌ها و ریشه‌ها خواص دارویی مانند تقویت‌کننده جنسی، درمان خونریزی رحم، پیشگیری از بارداری (بطور خوراکی) و ملین (مسهل) دارند. گل چای ترش دارای چربی، اسید، فلاونوئید، کربوهیدرات، پروتئین و مواد معدنی است. برخی مطالعات، خواص ضد فشارخون، حفاظت از کبد، ضد سرطان، ضد دیابت، ضد باکتریایی، ضد احساس درد، ضد التهاب، سمیت سلولی و اثرات ضد اکسیدانی این گل‌ها در بین دیگر گل‌ها را منتشر کرده‌اند [۱۷ و ۱۸].

در مطالعه‌ای شیدایی و ادراکی [۱۹]، نانورنگدانه هیبریدی بر پایه  $\text{Na}^+$ -MMT و عصاره میوه گارسینیا کامبوجیا (*Garcinia cambogia* یا Gc) سنتز و عملکرد ضد میکروبی آن‌ها را ارزیابی نمودند. نتایج مؤید این بود، اثر هم‌افزایی مواد زیست فعال موجود در Gc مانند: آرژنین، گلوتامین، هیدروکسی سیتریک اسید، گالیک اسید، مالیک اسید و پروسیانیدین‌ها موجب شد تا بتوانند باکتری‌های گرم منفی و گرم مثبت را از بین ببرند.

در این مطالعه، ما از یک راه آسان برای وارد کردن ذرات Hs به درون فضای بین لایه‌های  $\text{Na}^+$ -MMT استفاده کرده‌ایم. نتایج بطور کامل قرارگیری ذرات Hs را در فضای میان لایه تایید می‌کنند. یکی از خواص یکتای این نانو ذرات جدید پایداری گرمایی بالای آنهاست. نتایج ضدباکتریایی نشان دادند که این نانو ذرات می‌توانند در مقابل ۴ نوع باکتری گرم مثبت و گرم منفی بسیار موثر باشند.

هاله (aura) سنجش غیررشدی و قابلیت ضد میکروبی آنها با ۲ آنتی بیوتیک متداول مانند جنتامایسین و ریفاپمین مقایسه شد. این روش مطابق با استانداردهای CLSI انجام شده است [۲۰ و ۲۱]. به این منظور، صفحات دارای محیط کشت مولر هینتون آگار تهیه شده و چاهک‌هایی به قطر ۰/۶mm روی محیط کاشت و ایجاد و سپس، ۰/۱۰۰µl سوسپانسیون باکتریایی با کدورت ۰/۶mm معادل با نصف یک مک فارلند در شرایط یکنواخت در محیط کشت دنبال شده است. نانوذرات Hs-MMT تا غلظت ۰/۳۰mg/ml در دی متیل سولفوکسید حل شدند. میکروارگانیسم‌ها با اندازه‌گیری هاله غیررشدی تعیین شدند. در این تست ۴ میکروارگانیسم برای ارزیابی اثر ضد میکروبی بکار برده شدند که بطور جداگانه در دسته‌بندی گرم مثبت و گرم منفی جدول ۱ نشان داده شده‌اند. در این روش، کمینه غلظت بازدارندگی از رشد مربوط به حساسیت میکروارگانیسم‌ها به Hs-MMT به روش میکرو رقیق‌سازی محاسبه شد و به این منظور، میکروصفحاتی از ۹۶ خانه استریل آماده‌سازی شدند. هر صفحه ۹۵ میکرولیتر محیط کشت، ۵ میکرولیتر سوسپانسیون با رقت ۰/۵ مک فارلند و ۱۰۰µl از رقت‌های مختلف Hs-MMT (شروع رقت از ۱۰۰۰ میکروگرم در لیتر و هر رقت نصف پیشین) می‌افزاید. سپس، صفحه به مدت ۲۴ ساعت در ۳۷°C در انکوباتور گرما دید. برای تعیین کمینه کشندگی باکتریایی، پس از ۲۴ ساعت گرمایش، ۵ میکرولیتر از هر چاه میکروصفحه که در آن هیچ رشدی رخ نداده بود در یک محیط نوترینو آگار تلقیح شده و در ۳۷°C به مدت ۲۴ ساعت گرما دید.

جدول ۱- میکروارگانیسم‌های استفاده شده جهت ارزیابی فعالیت ضد میکروبی نانو رنگدانه Hs - MMT

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱

یک میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM مدل TESCAN MIRAI) برای مطالعه میکروساختار و مورفولوژی Na<sup>+</sup>-MMT و Hs-MMT با بزرگنمایی‌های مختلف بکار برده شد. پیش از آزمون، لایه‌ای نازک از طلا روی نمونه‌ها بوسیله کاندو پاشی اعمال شد. EDS نیز بوسیله دستگاه JSM-6360LV انجام شد.

دستگاه پراش پرتوی ایکس با زاویه کوچک (PW1730-Philips) برای مطالعه ساختار Hs-MMT و Na<sup>+</sup>-MMT سنتز شده در گستره ۲θ معادل ۲ تا ۱۰ درجه با اندازه گام ۰/۰۵ درجه (۴۰kV و ۳۵mA) و تشعشع CuKα (λ=۰/۱۵۴ nm) بکار برده شد.

برای شناسایی گروه‌های عاملی Na<sup>+</sup>-MMT، Hs و Hs-MMT در گستره طول موج ۴۰۰-۴۰۰۰cm<sup>-1</sup> از آنالیزگر طیف‌سنجی فرسوخ تبدیل فوریه (AVATAR-Thermo company) استفاده شد. برای انجام این آزمون، نمونه‌های پودری با پودر KBr مخلوط شده و سپس، به شکل خشته‌های (compacts) نازک پرس‌کاری شدند.

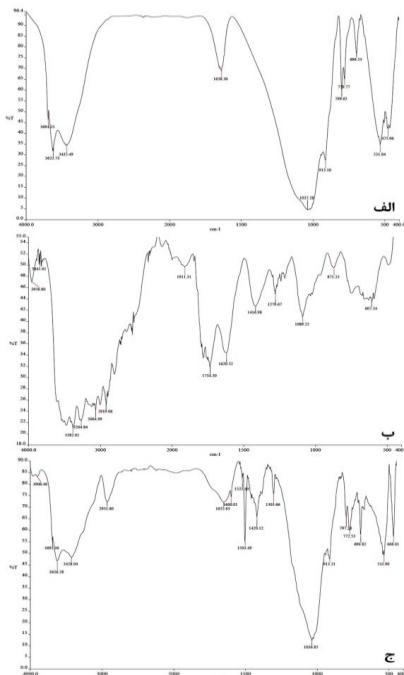
آنالیز گرمایی Na<sup>+</sup>-MMT، Hs و Hs-MMT با استفاده از دستگاه LINSEIS STA PT-1000 انجام شد. آزمون تحت اتمسفر نیتروژن با گستره دمایی ۳۰-۵۴۵°C و نرخ گرمایش ۱۰°C/min انجام شد.

### ۴-۲ تست ضد میکروبی

خواص ضد میکروبی نانوذرات Hs-MMT در مقابل ۴ نوع باکتری با استفاده از روش نفوذ آگار برای تعیین کمینه غلظت بازدارندگی از رشد (MIC) و تعیین کمینه غلظت باکتری‌کشی (MBC) بررسی شد [۲۰ و ۲۱]. برای کاهش خطا، هر تست سه مرتبه تکرار شده و قطر

نوارهای  $2919.06$  و  $3064.99 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه‌های  $\text{CH}_2$  کششی متقارن و نوارهای  $3264.84$  و  $3382.02$  و  $3841.61$  و  $3956.80 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه‌های  $\text{O-H}$  ارتعاشی کششی هستند [25 و 24].

در نهایت، در مورد نانورنگدانه هیبریدی Hs-MMT شکل (1-ج) پس از برهم کنش فی‌مابین دو فاز آلی و معدنی، نوارهای  $1420.12$  و  $1303.66$  نشان‌دهنده گروه‌های  $\text{NO}_2$ ، نوارهای  $1522.40$  و  $1503.49$  نشان‌دهنده گروه‌های  $\text{C-C}$ ، نوارهای  $1652.63 \text{ cm}^{-1}$  و  $1600.01$  نشان‌دهنده گروه‌های  $\text{C=O}$  کششی، نوار  $2937.80 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{CH}_2$  کششی متقارن و نوار  $3906.46 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{O-H}$  ارتعاشی کششی مربوط به مواد رنگزا Hs هستند، که بر روی ساختار مونت موریلونیت سدیم ظاهر شده‌است.



شکل ۱: طیف FTIR مربوط به نمونه‌های

(الف)  $\text{Na}^+$ -MMT، (ب) Hs، (ج) Hs-MMT

شکل ۲: طیف SAXS را برای نمونه نانو رنگدانه Hs-MMT نشان می‌دهد. با توجه به

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱

باکتری‌های گرم مثبت

باکتری‌های گرم منفی

استافیلوکوکوس اورتوس  
ATCC29737

اشرشیا کلی  
ATCC25922

استرپتوکوک پیوژنز  
ATCC19615

سالمونلا پاراتیفی  
ATCC5702

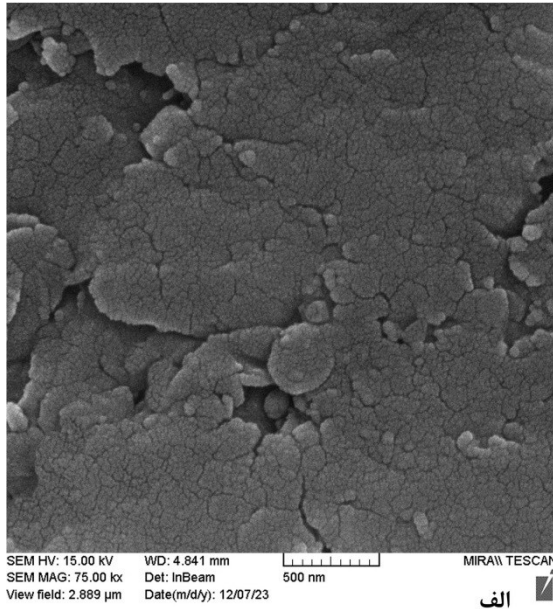
### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- مشخصه یابی نانو رنگدانه

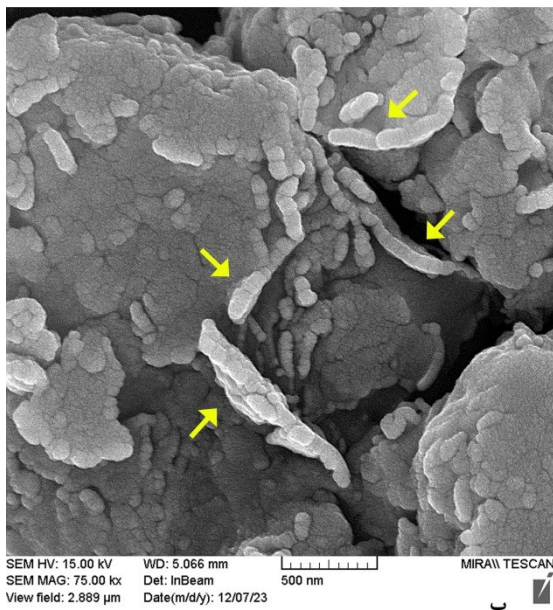
شکل ۱، طیف FTIR برای نمونه‌های  $\text{Na}^+$ -MMT (الف - الف)، مواد رنگزا Hs (ب-ب) و نانو رنگدانه Hs-MMT (ج-ج) را نشان می‌دهد. همانطور که در شکل (الف-الف) مشاهده می‌شود، در نمونه  $\text{Na}^+$ -MMT نوار  $475.96 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{Si-O}$  خمشی ارتعاشی داخل صفحه، نوار  $531.84 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{Si-O-Al}$  ارتعاشی و  $\text{Mg}$ ، نوار  $696.53 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{Mg-O-Si}$  یا  $\text{Fe-O-Si}$ ، نوارهای  $779.77$  و  $799.65 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{AlMgOH}$  ارتعاشی، نوار  $913.10 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{Al}_2\text{OH}$  خمشی، نوار  $1037.28 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{Si-O}$  کششی ارتعاشی داخل صفحه، نوارهای  $1638.30$  و  $3435.41 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{OH}$  خمشی و در نهایت نوارهای  $3622.73$  و  $3694.25 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{OH}$  کششی هستند [22، 21 و 23].

در مورد مواد رنگزا Hs شکل (ب-ب) نوار  $607.24 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{CH}_3$ ، نوار  $871.23 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{N-H}$ ، نوار  $1089.22 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{C-N}$ ، نوار  $1279.67 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{C-O}$  کششی مربوط به گروه‌های اسیدی، نوار  $1416.98 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه  $\text{NO}_2$ ، نوارهای  $1620.52$  و  $1734.20$  و  $1911.31 \text{ cm}^{-1}$  نشان‌دهنده گروه‌های  $\text{C=O}$  کششی،

دانست که به وضوح فرایند ساخت نانورنگدانه را مورد تایید قرار می‌دهد.



الف



ب

شکل ۳: تصاویر FESEM مربوط به نمونه‌های Na<sup>+</sup>-MMT (الف) و Hs-MMT (ب)

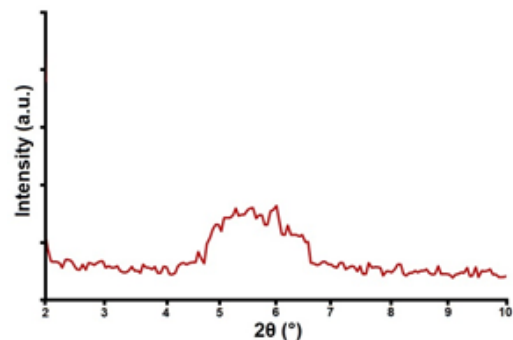
همانطور که در شکل ۴ نشان داده شده است، Na<sup>+</sup>-MMT فاقد کربن (C)، نیتروژن (N) و

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱

جدول ۲، فضای درون لایه Na<sup>+</sup>-MMT قبل از اصلاح سطحی در زاویه انکسار  $2\theta = 7.9^\circ$  در حدود ۱۱.۵۶ آنگستروم بود، اما پس از درج مواد رنگزا Hs در فضای درون لایه رس مقدار *d*-spacing افزایش و زاویه انکسار به سمت مقادیر پایین‌تر شیفت پیدا کرد و به ترتیب برابر با ۱۷.۲۸ آنگستروم و  $5.6^\circ$  شد.



شکل ۲: طیف SAXS مربوط به نانو رنگدانه Hs-MMT

جدول ۲: مشخصات SAXS مربوط به Na<sup>+</sup>-MMT و نانو رنگدانه Hs-MMT

مرجع	فضای درون لایه (Å)	زاویه انکسار (2θ)	نمونه
۱۵	۱۱.۵۶	۷.۹	Na <sup>+</sup> -MMT
کارحاضر	۱۷.۲۸	۵.۶	Hs-MMT

شکل ۳، تصاویر FESEM برای نمونه‌های Na<sup>+</sup>-MMT (الف) و نانورنگدانه Hs-MMT (ب) را نشان می‌دهد. همانطور که در شکل (الف) مشاهده می‌شود، نمونه Na<sup>+</sup>-MMT پیش از اصلاح سطحی، سطحی کاملاً یکنواخت و پیوسته با ساختار ورقه‌ای فشرده از خود نشان داد، اما پس از اصلاح سطحی توسط مواد رنگزا Hs شکل (ب) ساختاری متفاوت پدیدار شد. این ساختار ورقه‌ای متورم که با فلش زرد مشخص شده است و همچنین، افزایش فواصل بین لایه‌ای را می‌توان به نفوذ مواد رنگزا Hs در ساختار رس و جایگزینی با کاتیون Na<sup>+</sup> مرتبط

محدوده  $200^{\circ}\text{C}$  -  $545$  مقدار  $5/1\%$  کاهش وزن از خود نشان داده است که مؤید زدایش گروه‌های هیدروکسیل رس معدنی است [۲۳ و ۲۱]. در مورد نمونه مواد رنگزا Hs در محدوده دمایی  $200^{\circ}\text{C}$  -  $300^{\circ}\text{C}$ ، کاهش وزن  $12/82\%$  مشاهده شد که ناشی از تبخیر آب پیوندی و ترکیبات فرار است و همچنین در محدوده دمایی  $200^{\circ}\text{C}$  -  $400^{\circ}\text{C}$  تخریب عمده  $22/39\%$  رخ داد که به دلیل تخریب ترکیبات فنولیک و تغییر ماهیت پروتئین موجود است [۲۶ و ۲۷]. از طرفی یک تخریب به نسبت وسیع دیگر  $33/02\%$  در محدوده دمایی  $400^{\circ}\text{C}$  -  $545$  اتفاق افتاد که ناشی از گسست پلیمری و تجزیه پلی‌ساکاریدها، شکست پیوندهای گلیکوسیدی و تجزیه جزئی اسکلت کربنی بود [۲۸].

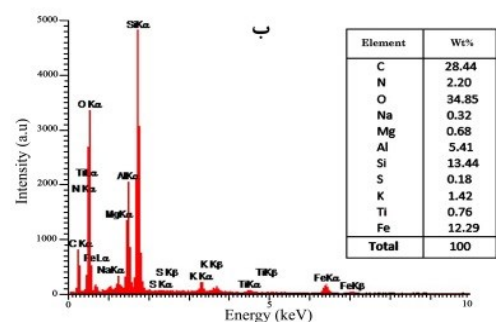
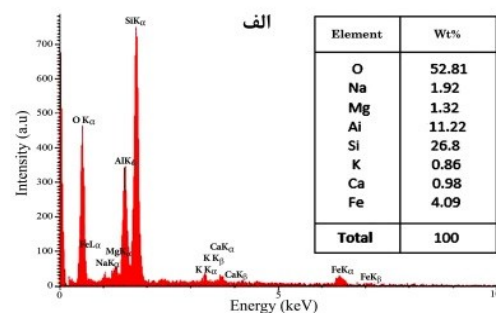
در مورد نانو رنگدانه Hs-MMT در محدوده  $200^{\circ}\text{C}$  -  $300^{\circ}\text{C}$ ، کاهش وزن در حدود  $5/46\%$  از خود نشان داد و در مقایسه با نمونه  $\text{Na}^+$ -MMT درصد از دست دادن آب آن  $2/7\%$  کاهش یافت. از سوی دیگر، نانورنگدانه مذکور در محدوده دمایی  $200^{\circ}\text{C}$  -  $400^{\circ}\text{C}$ ، کاهش وزن در حدود  $8/33\%$  از خود نشان داد که نشان‌دهنده تخریب ترکیبات فنولیک ماده رنگزا Hs جذب سطحی شده بر روی صفحات بیرونی رس است. در نهایت این نانو رنگدانه در محدوده  $400^{\circ}\text{C}$  -  $545$ ، مقدار  $8/21\%$  کاهش وزن از خود نشان داد که علت آن را می‌توان ناشی از زدایش گروه‌های هیدروکسیل رس معدنی، گسست پلیمری غیرسلولزی‌ها مانند همی‌سلولزها و همچنین، تجزیه اسکلت کربنی مرتبط دانست. علت بالاتر بودن پایداری حرارتی نانو رنگدانه هیبریدی نسبت به مواد رنگزا Hs این بود که پس از درج مواد زیست فعال Hs در فضای درون لایه صفحات رس، این صفحات به عنوان سپر حرارتی عمل کرد و مانع بارگذاری حرارت بر روی مواد رنگزا شد. Hs

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱

گوگرد (S) است. به وضوح مشاهده می‌شود که پس از اصلاح سطحی عناصری مانند C، N و S به ساختار اضافه شده است. نتایج EDS، اصلاح موفقیت‌آمیز را تایید می‌کند و نشان می‌دهد که مواد رنگزا Hs در ساختار نانو رس وجود دارد و نیز در تطابق کامل با آزمون‌های FTIR، SAXS و FESEM است.



شکل ۴: آنالیز عنصری EDS مربوط به نمونه‌های Hs-MMT (ب) و  $\text{Na}^+$ -MMT (الف)

### ۲-۳- ارزیابی خواص حرارتی و ضد میکروبی نانو رنگدانه

آنالیز TGA، تغییر جرم نمونه‌ها را برحسب دما نشان می‌دهد. همانطور که در شکل ۵ مشاهده می‌شود، نمونه  $\text{Na}^+$ -MMT در مرحله اول، کاهش وزن در حدود  $8/3\%$  در محدوده دمایی  $200^{\circ}\text{C}$  -  $300^{\circ}\text{C}$  از خود نشان داد که علت آن را می‌توان به از دست دادن آب محبوس شده داخل فضای درون لایه رس مرتبط دانست و در

باکتری گرم منفی ATCC25922 به ترتیب برابر با ۲۵۰ و ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر شد (قطر هاله عدم رشد ۱۱ میلی متری) و همچنین میزان MIC و MBC برای غلبه بر باکتری گرم منفی ATCC5702 به ترتیب برابر با ۱۲۵ و ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر شد (قطر هاله عدم رشد ۱۴ میلی متری).

جدول ۳: عملکرد نانو رنگدانه Hs-MMT از نظر کمینه غلظت بازدارندگی؛ کشندگی و قطر هاله عدم رشد بر روی میکروارگانیسم‌های مختلف

نوع میکرو ارگانیسم	کمینه غلظت مهارکنندگی (μg/ml)	کمینه غلظت کشندگی (μg/ml)	قطر هاله عدم رشد (mm)
ATCC29737	۶۲,۵۰	۲۵۰	۱۶
ATCC19615	۳۱,۲۵	۳۱,۲۵	۱۹
ATCC25922	۲۵۰	۱۰۰۰	۱۱
ATCC5702	۱۲۵	۱۰۰۰	۱۴

جدول ۴: عملکرد آنتی بیوتیک‌های متداول بر روی میکروارگانیسم‌های مختلف

نوع میکرو ارگانیسم	ریفامپین		جنتامایسین	
	DD	MIC	DD	MIC
ATCC29737	۳۱,۲۵	۱۶	۳,۹۰	۳۰
ATCC19615	۷,۸۱	۱۵	۳,۹۰	۳۱
ATCC25922	۳,۹۰	۱۱	۳,۹۰	۲۰
ATCC5702	۱۵,۶۳	۸	۱۵,۷۳	۲۴

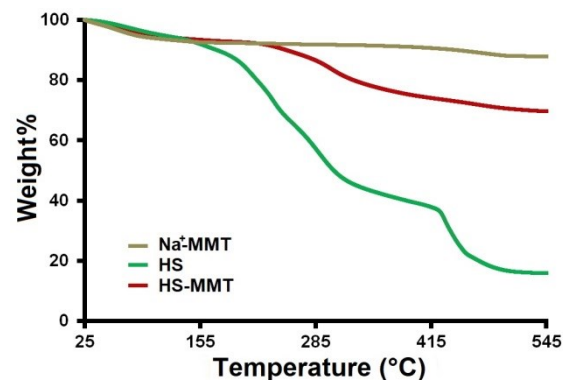
در مقایسه عملکردی Hs-MMT با آنتی بیوتیک‌های متداول (جدول ۴) می توان گفت که آنتی بیوتیک‌های متداول عملکرد باکتری کشی بهتری نسبت به Hs-MMT در غلظت‌های پایین تر داشتند.

ساز و کار عملکرد ضد میکروبی نانورنگدانه‌های هیبریدی را می توان به دلیل وجود عصاره Hs مرتبط دانست. به این صورت که Hs از مواد زیست فعال فراوانی مانند: فلاونوئیدها، اسیدهای آلی،

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱



شکل ۵: منحنی TGA مربوط به نمونه‌های Hs-MMT و Hs, Na<sup>+</sup>-MMT

خاصیت ضد میکروبی نانورنگدانه هیبریدی Hs-MMT علیه دو نوع باکتری گرم مثبت و دو نوع باکتری گرم منفی با استفاده از روش چاهک و دیسک مورد بررسی قرار گرفت و توانایی ضد میکروبی آن‌ها با دو نوع آنتی بیوتیک متداول از جمله ریفامپین و جنتامایسین مقایسه شد که نتایج آن در جدول ۳ و ۴ ارائه شده است. بر اساس جدول ۳، نانو رنگدانه Hs-MMT توانست در غلظت‌های پایین باکتری‌های گرم مثبت را مهار و از بین ببرد. به عنوان مثال، مقادیر MIC و MBC برای باکتری ATCC29737 توسط نانورنگدانه Hs-MMT، به ترتیب برابر با مقادیر ۶۲,۵۰ و ۲۵۰ میکروگرم بر میلی لیتر بود و قطر هاله عدم رشد در حدود ۱۶ میلی لیتر از خود نشان داد. نکته در خور توجه آن است که نانورنگدانه Hs-MMT توانست در غلظت یکسان ۳۱,۲۵ میکروگرم بر میلی لیتر هم باکتری ATCC19615 را مهار و هم بکشد و قطر هاله عدم رشد ۱۹ میلی متری از خود نشان داد.

با توجه به اینکه باکتری‌های گرم منفی ساختار مقاوم تری نسبت به باکتری‌های گرم مثبت دارند، بنابراین برای مهار و کشندگی آن‌ها نیاز به غلظت‌های بالاتری از نانو رنگدانه Hs-MMT است. به عنوان مثال، میزان MIC و MBC جهت غلبه بر

۵ : نتایج TGA حاکی از آن بود که نانورنگدانه Hs-MMT مقاومت حرارتی بالایی تا دمای  $545^{\circ}\text{C}$  از خود نشان داد و میزان کاهش وزن آن در حدود ۲۲٪ بود در حالی که مواد رنگزا Hs تا همان دما، بالای ۸۰٪ کاهش وزن از خود نشان داد.

۶ : خواص عالی ضد میکروبی برای نانو رنگدانه Hs-MMT مشاهده شد و از این مواد می‌توان به عنوان ترکیبات ضد میکروبی در صنایع داروسازی و رنگ استفاده کرد.

آنتوسیانین‌ها و پلی ساکاریدها تشکیل شده است [۲۹ و ۳۰]. آنتوسیانین‌ها از طریق اختلال در دیواره سلولی باکتری‌های گرم منفی ATCC25922 و ATCC5702 اثر ضدباکتریایی اعمال کردند [۳۱]. از سوی دیگر اسیدهای آلی موجود در ساختار Hs مانند اسید هیبیسکاس از رشد باکتری‌های گرم مثبت ATCC19615 و ATCC2973 جلوگیری بعمل آوردند [۳۱]. در مجموع اثر هم افزایی این مواد زیست فعال نام برده باعث اثر ضد میکروبی شد [۳۲-۳۹].

### مراجع

- [1] Amiri M, Ebrahimi M, Ataefard M. A review on clay based hybrid nano-Pigments studies. *Journal of Studies in Color World*. 2020 May 21;10(1): 29-44. doi: 20.1001.1.22517278.1399.10.1.4.5
- [2] Mahmoodi A, Ebrahimi M, Khosravi A, Mohammadloo HE. A hybrid dye-clay nano-pigment: Synthesis, characterization and application in organic coatings. *Dyes and Pigments*. 2017 Dec 1;147: 234-40. doi: 10.1016/j.dyepig.2017.08.009
- [3] Mahmoodi A, Ebrahimi M, Khosravi A. Epoxy/nanopigment coatings: preparation and evaluation of physical-mechanical properties. *Progress in Organic Coatings*. 2018 Jun 1;119: 164-70. doi: 10.1016/j.porgcoat.2018.02.026
- [4] Azeez AA, Rhee KY, Park SJ, Hui D. Epoxy clay nanocomposites—processing, properties and applications: A review. *Composites Part B: Engineering*. 2013 Feb 1;45(1): 308-20. doi: 10.1016/j.compositesb.2012.04.012

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱

### ۴- نتیجه گیری

- ۱: نتایج آزمون FTIR نشان داد پس از اصلاح سطحی  $\text{Na}^+$ -MMT توسط مواد رنگزا Hs، گروه‌های عاملی مانند O-H، C=O، C-C و  $\text{NO}_2$  مربوط به مواد رنگزا Hs بر روی ساختار نانو رس ظاهر شد.
- ۲: نتایج SAXS نشان داد که به دلیل نفوذ مولکول‌های آلی مواد رنگزا Hs به فضای درون لایه  $\text{Na}^+$ -MMT، فضای بین صفحات رس افزایش پیدا کرد و به میزان ۵/۷۲ آنگستروم رسید.
- ۳: تصاویر FESEM به وضوح نشان داد صفحات رس پس از اصلاح به دلیل حضور مولکول‌های مواد رنگزا Hs از یکدیگر تا حدودی مجزا شده‌اند و همچنین تورم صفحات هم مشاهده شد.
- ۴: نتایج EDS نشان داد، در ساختار نانو رنگدانه Hs-MMT عناصری مانند C، N و S پدیدار شدند در حالی که نمونه  $\text{Na}^+$ -MMT فاقد این عناصر بود که نشان دهنده اصلاح موفقیت آمیز است.
- همچنین درصد وزنی Hs موجود در ساختار نانورنگدانه ۳۱/۵۸٪ تخمین زده شد که مقدار ۱۹/۰۴٪ در فضای درون لایه رس درج شد و مابقی آن به میزان ۱۲/۵۴٪ بر روی صفحات بیرونی رس جذب سطحی شد.



[11] Beltrán MI, Benavente V, Marchante V, Dema H, Marcilla A. Characterisation of montmorillonites simultaneously modified with an organic dye and an ammonium salt at different dye/salt ratios. Properties of these modified montmorillonites EVA nanocomposites. *Applied Clay Science*. 2014 Aug 1; 97: 43-52. doi: 10.1016/j.clay.2014.06.001

[12] Sheydaei M, Edraki M, Abad FS. Matcha-modified clay polyurethane coating: improving thermal, mechanical, antimicrobial, and anticorrosion performance. *Iranian Polymer Journal*. 2023 Dec;32(12): 1643-1654. doi: 10.1007/s13726-023-01225-1

[13] Sheydaei M, Edraki M, Radeghi Mehrjou SM. Anticorrosion and Antimicrobial Evaluation of Sol-Gel Hybrid Coatings Containing *Clitoria ternatea* Modified Clay. *Gels*. 2023 Jun 14;9(6): 490. doi: 10.3390/gels9060490

[14] Edraki M, Sheydaei M, Zaarei D, Salmasifar A, Azizi B. Protective nanocomposite coating based on ginger modified clay and polyurethane: preparation, characterization and evaluation anti-corrosion and mechanical properties. *Polymer Science, Series B*. 2022 Oct;64(5): 756-764. doi: 10.1134/S1560090422700531

[15] Edraki M, Sheydaei M, Vessally E, Salmasifar A. Enhanced mechanical, anticorrosion and antimicrobial properties of epoxy coating via pine pollen modified clay incorporation. *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*.

[5] Edraki M, BANIMAHD KM. Study on the Optical and Rheological properties of polymer-layered Silicate Nanocomposites *Journal of Physical and Theoretical Chemistry*. 2013; 10(1):69-79.

[6] Edraki M, Sheydaei M. Investigation of date seed powder as green corrosion inhibitor for mild steel: a study of solution and coating phases. *Hybrid Advances*. 2024 Jun 26: 100238. doi: 10.1016/j.hybadv.2024.100238

[7] Edraki M, Sheydaei M. Investigation of the Dual Active/Barrier Corrosion Protection, Mechanical and Thermal Properties of a Vinyl Ester Coating Doped with Ginger Modified Clay Nanoparticles. *Russian Journal of Applied Chemistry*. 2022 Sep;95(9):1481-1488. doi: 10.1134/S1070427222090245

[8] Kaya M, Onganer Y, Tabak A. Preparation and characterization of "green" hybrid clay-dye nanopigments. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2015 Mar 1;78: 95-100. doi: 10.1016/j.jpcs.2014.10.016

[9] Batenburg LF, Fischer H. Planocolors®-a combination of organic dyes and layered silicates with nanometer dimensions. *E-polymers* (<http://www.e-polymers.org>). 2001

[10] Raha S, Ivanov I, Quazi NH, Bhattacharya SN. Photo-stability of rhodamine-B/montmorillonite anopigments in polypropylene matrix. *Applied Clay Science*. 2009 Jan 1;42(3-4):661-666. doi: 10.1016/j.clay.2008.06.008

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱



Banimahd Keivani M, Sheydaei M. Ginger intercalated sodium montmorillonite nano clay: assembly, characterization, and investigation antimicrobial properties. *Chemical Review and Letters*. 2021 Apr 1;4(2): 120-129. doi: 10.22034/CRL.2021.273340.1103

[22] Edraki M, Zaarei D. Modification of montmorillonite clay with 2-mercaptobenzimidazole and investigation of their antimicrobial properties. *Asian J. Green Chem.* 2018;2: 189-200. doi: 10.22034/ajgc.2018.58088

[23] Edraki M, Zaarei D. Evaluation of thermal and antimicrobial behavior of Montmorillonite nanoclay modified with 2-Mercaptobenzothiazole. *J Nanoanalysis*. 2018 Mar 1;5: 26-35. doi: 10.22034/jna.2018.541847

[24] Gomare KS, Mishra DN. FTIR spectroscopic analysis of phytochemical extracts from Hibiscus rosa-sinensis L. used for hair disorder. *International Journal of Recent Trends in Science and Technology*. 2018 Mar 10:70-75.

[25] Paraíso CM, dos Santos SS, Ogawa CY, Sato F, dos Santos OA, Madrona GS. Hibiscus sabdariffa L. extract: Characterization (FTIR-ATR), storage stability and food application. *Emirates Journal of Food and Agriculture*. 2020 Jan 1;32(1):55-61. doi: 10.9755/ejfa.2020.v32.i1.2059

[26] Cassol L, Noreña CP. Microencapsulation and accelerated stability testing of bioactive compounds of Hibiscus sabdariffa. *Journal of Food Measurement and Characterization*. 2021

2023; 42 (9): 2775-2786. doi: 10.30492/IJCCE.2023.562504.5604

[16] Edraki M, Zaarei D. Evaluation of the anti-corrosion effect of clay based nanopigments modified with organic azole compounds. *Advanced Materials and New Coatings*. 2018 Feb 20;6(23): 1641-1654. doi: /AMNC.2018.6.23.3

[17] Yasmin R, Gogoi S, Bora J, Chakraborty A, Dey S, Ghaziri G, Bhattacharjee S, Singh LH. Novel Insight into the Cellular and Molecular Signalling Pathways on Cancer Preventing Effects of Hibiscus sabdariffa: A Review. *Journal of Cancer Prevention*. 2023 Sep 9;28(3):77-92. doi: 10.15430/JCP.2023.28.3.77

[18] Almajid A, Bazroon A, AlAhmed A, Bakhurji O. Exploring the Health Benefits and Therapeutic Potential of Roselle (Hibiscus sabdariffa) in Human Studies: A Comprehensive Review. *Cureus*. 2023 Nov;15(11): e49309. doi: 10.7759/cureus.49309

[19] Sheydaei M, Edraki M. Antimicrobial evaluation of Garcinia cambogia-impregnated sodium montmorillonite. *Chemical Research and Technology*. 2024 Oct 1;1(1): 16-21. doi: 10.2234/CRT.2024.187183

[20] Edraki M, Mousazadeh Moghaddampour I, Banimahd Keivani M, Sheydaei M. Characterization and antimicrobial properties of Matcha green tea. *Chemical Review and Letters*. 2022 Jan 1;5(1): 76-82. doi: 10.22034/CRL.2022.324398.1147

[21] Edraki M, Mousazadeh Moghaddampour I, Alinia-Ahandani E,

تاریخ دریافت : ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱



[32] Fekri MH, Tousi F, Heydari R, Razavi Mehr M, Rashidipour M. Synthesis of magnetic novel hybrid nanocomposite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2/\text{activated carbon}$  (by a green method and evaluation of its antibacterial potential. Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering. 2022 Mar 1;41(3): 767-776.doi: 10.30492/IJCCE.2021.128507.4164

[33] Sheydaei M, Pouraman V, Edraki M, Alinia-Ahandani E, Asadi-Sadeh SM. Targeted application of GO to improve mechanical and thermal properties of PVCS/RS composites. Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements. 2023 Apr 3;198(4): 345-353.doi: 10.1080/10426507.2022.2150853

[34] Aldulaimi AK, Idan AH, Radhi AH, Aowda SA, Azziz SS, Salleh WM, Aldulaimi TK, Jamil M, Yuzman MS, Ali NA. Gcms analysis and biological activities of iraq zahdi date palm phoenix dactylifera l volatile compositions. Research Journal of Pharmacy and Technology. 2020 Nov 1;13(11): 5207-5209.doi: 10.5958/0974-360X.2020.00910.5

[35] Ghiasvandnia P, Edraki M, Shahimi F, Sheydaei M. Evaluation of concentration of heavy metals and microbial contamination in parsley (*Petroselinum crispum*) vegetable. Chemical Research and Technology. 2023 Oct 1;1(1): 2-7.doi: 10.2234/CHEMRESTEC.2023.181245

[36] Sheydaei M, Edraki M. Vinyl ester/C-MMT nanocomposites: investigation of mechanical and antimicrobial properties. Journal of Chemistry Letters. 2022 Jun

Apr;15: 1599-1610.doi: 10.1007/s11694-020-00757-x

[27] Sonia A, Dasan KP. Chemical, morphology and thermal evaluation of cellulose microfibers obtained from Hibiscus sabdariffa. Carbohydrate polymers. 2013 Jan 30;92(1): 668-674.doi: 10.1016/j.carbpol.2012.09.015

[28] Adewuyi A, Pereira FV. Chemical Modification of Cellulose Isolated from Underutilized Hibiscus sabdariffa via Surface Grafting: A Potential Bio-based Resource for Industrial Application. Journal of Chemists and Chemical Engineers. 2017 Jul 1; 66 (7-8): 327-338.doi: 10.15255/KUI.2016.024

[29] Rassem H, Nour AH, Yunus RM. GC-MS analysis of bioactive constituents of Hibiscus flower. Australian Journal of Basic and Applied Sciences. 2017;11: 91-97.

[30] Rassem HH, Nour AH, Ali GA, Masood N, Al-Bagawi AH, Alanazi TY, Magam S, Assiri MA. Essential Oil from Hibiscus Flowers through Advanced Microwave-Assisted Hydrodistillation and Conventional Hydrodistillation. Journal of Chemistry. 2022; Special Issue: 1-10. doi:10.1155/2022/2000237.

[31] Prasetyoputri A, Rahmawati SI, Atikana A, Izzati FN, Hapsari Y, Septiana E, Putra MY. A Mini Review on the Antibacterial Activity of Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) Phytochemicals. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2021 Nov 1; 1192(1): 012017. doi: 10.1088/1757-899X/1192/1/012017

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۱۴

تاریخ بازنگری: ۱۴۰۳/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۴/۳۱



Kia Gorab region (Lahijan city, north of Iran). Journal of Chemistry Letters. 2022 Aug 1;3(3): 114-118.doi: 10.22034/JCHEMLETT.2023.375932.1096

[39] Ghiasvandnia P, Sheydaei M, Edraki M. Evaluation of Microbial Contamination and Toxic Metals Content of Parsley (*Petroselinum Crispum*) Obtained in Kuh Boneh Region (Lahijan City, North of Iran).2023; 7: 17-24. doi: 10.22034/ajgc.2023.1.3

1;3(2): 95-98.doi: 10.22034/JCHEMLETT.2022.350678.1074

[37] Sheydaei M, Shahbazi-Ganjgah S, Alinia-Ahandani E, Sheidaie M, Edraki M. An overview of the use of plants, polymers and nanoparticles as antibacterial materials. Chemical Review and Letters. 2022 May 1;5(3): 207-216.doi: 10.22034/CRL.2022.343015.1168

[38] Sheydaei M, Ghiasvandnia P, Edraki M, Sheidaie M. Investigation of toxic metals content of parsley (*petroselinum crispum*) obtained from local farms in Baz



# Fabrication of a hybrid nano-pigment based on sodium montmorillonite nanoclay and Hibiscus sabdariffa flower powder and assessment of their thermal and antimicrobial properties

Milad Edraki<sup>1</sup>, Mohammad Banimahd Keivani<sup>2\*</sup>

1. Department of Polymer Engineering, faculty of science and Engineering, South Tehran Branch, Islamic Azad University

2. Department of Chemistry, Faculty of Basic Sciences, Payame Noor University (PNU), Tehran, Iran

**Abstract:** In the present study, dyes derived from the Hibiscus sabdariffa flower (Hs) were successfully entered into the space inside the sodium montmorillonite clay layer (Na<sup>+</sup>-MMT) caused by the ion exchange reaction, and a hybrid nano-pigment called (Hs-MMT) was formed. To investigate and characterize the morphology of the Hs-MMT nano-pigment, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), small angle X-ray scattering (SAXS), field emission scanning electron microscope (FESEM), and energy dispersive spectroscopy (EDS) were used. Also, both the thermal and antimicrobial behavior of Hs-MMT nano-pigment was evaluated by thermogravimetric analysis (TGA) and well and disc methods, respectively. The results of FTIR, SAXS, and EDS analyses showed that after the interaction of two organic and inorganic phases, the functional groups of Hs appeared on the nanoclay, and also the insertion of Hs dyes in the spaces between the layers of the nanoclay increased the surface by 5.72 angstrom. The TGA results indicated that the nanoclay plates prevented heat loading on the structure of Hs dyes and caused the thermal stability of Hs-MMT nano-pigments. Finally, the results of the antimicrobial test confirmed that Hs-MMT nano-pigment could hinder and destroy two types of gram-positive bacteria and two types of gram-negative bacteria, in such a way that the minimum bactericidal concentration of gram-positive bacteria i.e., Staphylococcus aureus and Streptococcus pyogenes was equal to 250 and 31.25 microgram per milliliter, respectively, while the minimum bactericidal concentration of gram-negative bacteria i.e., Escherichia coli and Salmonella paratyphi was equal to 1000 microgram per milliliter.