

HŐMÉRSÉKLET ÉS pH HATÁSA KITOZÁNNAL BORÍTOTT PÓRUSOS SZILIKARÉTEG SZÍNEZÉKFELVÉTELÉRE

MÁRTON Péter¹, TITKÓ Simon^{1,2}, FODOR Bálint², BASA Péter², ROHONCZY János³, HÓRVÖLGYI Zoltán¹



¹Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Fizikai Kémia és Anyagtudományi Tanszék, Kolloidkémia Csoport, Magyarország, 1111 Budapest, Budafoki út 6-8.

²Semilab Félvezető Fizikai Laboratórium Zrt., 1117 Budapest, Prielle Kornélia u. 4/A

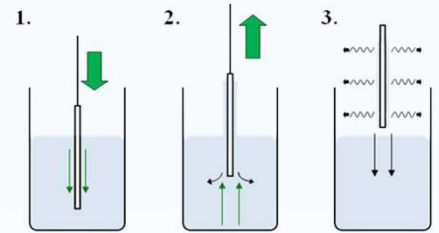
³Eötvös Loránd Tudományegyetem, Szervetlen Kémiai Tanszék, 1117, Budapest, Pázmány Péter sétány 1/A

Bevezetés

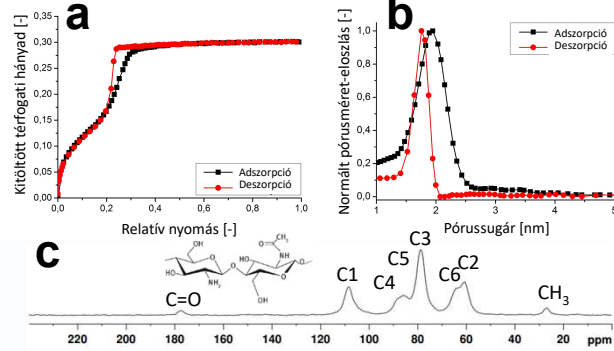
A kitozánnal borított pórusos szilika bevonatrendszerek ígéretesek lehetnek gyógyszerhatóanyag-tárolás és -leadás szempontjából: a szilikabevonat tárolja a hatóanyagot, míg a kitozánbevonat szabályozza a leadás ütemét. A pórusos bevonat pórusai hatóanyaggal feltölthetők a polimerbevonat felvitele előtt és után is, utóbbi módszer előnye, hogy a második bevonat kialakításakor bekövetkező anyagveszteségek (kioldódás) elkerülhető. A kutatómunka célja a hőmérséklet és pH hatásának vizsgálata ilyen típusú rendszerek feltölthetőségére modelhatóan (kationos színezékekkel), és a legoptimálisabb körülmények felderítése.

A bevonatok előállítása mártással

A mérésekhez üvegen, egy kompakt szilika védőrétegen kétrétegű bevonatrendszereket alakítottunk ki. Először, Pluronic P123 pórusképzőt tartalmazó szorból egy pórusos szilikaréteget (pSiO₂) vittünk fel a védőrétegre, melyet 20 perc felfűtés után egy órán át hőkezeltünk 480°C-on. Majd egy kitozánréteget (CS) vittünk fel a pórusos szilikarétegre a polimer 1%-os vizes oldatából. A polimer bevonatot egy napig hagytuk száradni. Készítettünk csak kompakt és pórusos szilikarétegekből felépülő bevonatokat és csak kitozánrétegből felépülő mintákat is.



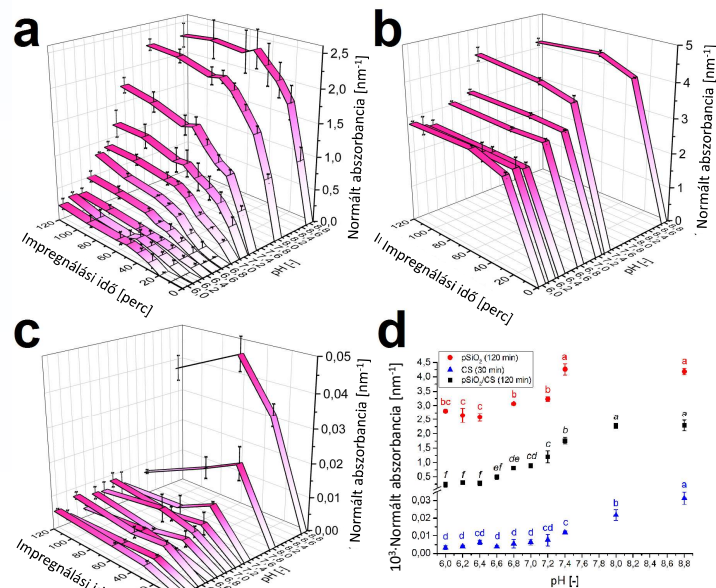
A mártásos bevonatképzés lépései



A pórusos szilikarétegek ellipszoporozimetriával meghatározott adszorpciós izotermája (a) és számított pórusméret-eloszlása (b), illetve a használt kitozán C¹³-NMR-spektruma (c), melyből acetilzettségi fok számítható.

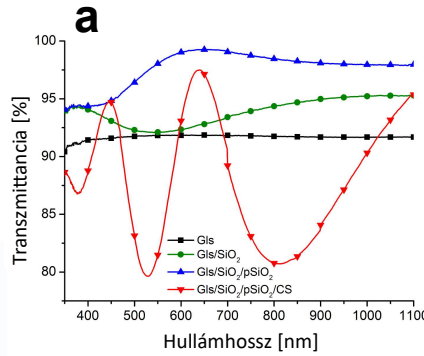
A pórusos szilikabevonatok tulajdonságait ellipszoporozimetriával, toluol gőzével határoztuk meg. Az eredmények alapján a bevonatok porozitása 30 ± 1%, jellemző pórusvastagsága pedig 3 nm. A kitozán acetilzettségi foka C¹³-NMR spektroszkópiával meghatározva 18 ± 1%-nak adódott.

A színezékvétel függése a pH-tól és hőmérséklettől

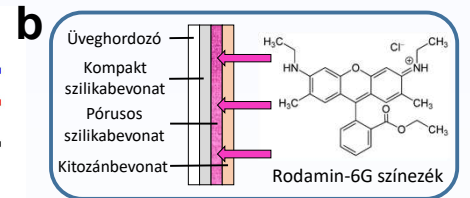


Kitozánnal bevont szilikarétegek (a), csak kSiO₂ és pSiO₂ rétegből felépülő bevonatok (b) és csak kitozánrétegből álló minták (c) színezékvételét a vizsgált 2 órás időtartamban különböző pH-értékeken, illetve a vizsgált rendszereknek az egyensúlyi színezékmennyiséggel arányos abszorbanciája (d). A hőmérséklet hatása erre (három különböző pH-értéken, 6,0-7,4-8,8) az (e) ábrán szerepel.

EREDMÉNYEK



A bevonatolt minták transzmittancia-spektruma (a), melyekből az egyes bevonatok vastagsága és törésmutatója határozható meg (táblázat), illetve a bevonatok színezékvételének sematikus ábrája (b) – a színezék a kitozánban áthatolva a szilikabevonat pórusaiban szorbeálódik.



Réteg	Rétegvastagság [nm]	Törésmutató [-]
Kompakt szilika	187 ± 4	1,4355 ± 0,0013
Pórusos szilika	131 ± 5	1,3158 ± 0,0040
Kitozán	471 ± 15	1,5722 ± 0,0024

A minták transzmittancia-spektrumából egy vékonyréteg-optikai modell illesztésével meghatározható a bevonatok, illetve rétegek vastagsága és törésmutatója. A mintákat rodamin 6G színezék 10⁻⁴ M-os pufferelt vizes oldatában impregnáltuk, melynek során az elektrosztatikus kölcsönhatások következtében a színezék a kitozánbevonaton áthatolva adszorbeálódott a pórusos szilikabevonat feltehetően negatív felületi töltésű pórusaiban.

A színezékvétel mértékét vizsgálva különböző pH-jú Britton-Robinson pufferoldatokban bebizonyosodott, hogy lúgosabb pH esetében nem csak a színezékvétel sebessége növekszik, hanem az egyensúlyi adszorbeált mennyiséggel arányos abszorbancia is. Hasonló megfigyelés igaz abban az esetben is, ha állandó pH-n az oldat hőmérséklete növekszik. Ez valószínűsíthetően a kitozán- és a szilikarétegek közötti csatolt egyensúly miatt lehetséges: a pórusos bevonat az adszorpciós során nem a külső színezékoldattal, hanem az azt közvetlenül borító kitozánrétegen levő színezékekkel van egyensúlyban. Az utóbbiban megfigyelhető színezékkoncentráció pedig növekszik a pH és a hőmérséklet emelésével, amely azzal magyarázható, hogy ilyen körülmények közt a kitozán protonáltsági foka (így a polimer töltéssűrűsége) kisebb, így a kationos polimer mátrix és a kationos színezék közötti elektrosztatikus taszítás mértéke is kisebb.

Összefoglalás

A kutatómunka során kitozánréteggel borított pórusos szilikarétegek színezékvételét tanulmányoztuk. Úgy találtuk, hogy a pH és a hőmérséklet növelése növeli a pórusos bevonatban felhalmozott színezékmennyiséggel arányos abszorbanciát, ill. a színezékvétel sebességét, a kitozán- és a szilikarétegek között fennálló (csatolt) egyensúly miatt. Magas hőmérséklet és lúgos pH esetében a szilikaréteg töltéssűrűsége feltehetően csökken, amely az adszorbeált színezék mennyiségének csökkenését eredményezi, így a leginkább ideális körülményeknek (legnagyobb mértékű színezékvétel) a 25°C és 8,8-as pH bizonyultak.