

610890142

**A STUDY OF MODIFIED CHITOSAN
FOR BINDING OF IRON (III)**



SUMET KITTIPOOM

With compliments

of

Faculty of Graduate Studies
MAHIDOL UNIVERSITY

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(POLYMER SCIENCE)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY**

1998

ISBN 974-661-260-3

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

TH

๕๑๕๑๐

๑๑๑

3736817 SCPO/M:MAJOR:POLYMER SCIENCE; M.Sc. (POLYMER SCIENCE)

KEY WORDS : CHITIN/ CHITOSAN/ IRON-BINDING COMPOUND/
β-THALASSAEMIA/ FUNCTIONALIZATION

SUMET KITTIPOOM: A STUDY OF MODIFIED CHITOSAN FOR
BINDING OF IRON(III). THESIS ADVISOR: PRANEE PHINYOCHEEP, Doctorat
de l' Universite' du Maine, PRAPIN WILAIRAT, Ph.D., KRISDA SUCHIVA, Ph.D.

128 p. ISBN 974-661-260-3

Chitin is one of the most abundant polysaccharides found in nature. Its N-deacetylated form results in higher value added derivative known as chitosan which possesses both hydroxyl and amino groups capable of various further modifications. In this work, preparation of highly deacetylated chitosan is investigated. It was found that by using 50% sodium hydroxide solution at room temperature during 4 days, about 93.5% N-deacetylated chitosan was obtained from FTIR spectroscopy. The number average molecular weight (\bar{M}_n) of the chitosan determined by gel permeable chromatography (GPC) was about 150,000. The cleavage of chitosan chain using sodium nitrite was also studied for preparing water soluble chitosan with molecular weight lower than 20,000. The functionalization of chitosan with different reagents such as phthalic anhydride, salicylic acid, and 5-sulfosalicylic acid was studied under a homogeneous condition. The preparation of phthalimido chitosan could be synthesized by the direct reaction of chitosan with phthalic anhydride but salicyloyl and 5-sulfosalicyloyl chitosans were achieved by using dicyclohexylcarbodiimide (DCC) as an activating agent. The reaction of these reagents with water soluble chitosan could be synthesized better than high molecular weight chitosan. The N-5-sulfosalicyloyl chitosan derivative was characterized by infrared and nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy. This derivative gave good solubility in hydrochloric acid. The chelation behaviour of N-5-sulfosalicyloyl chitosan-ferric ion was studied in the acid condition of ferric ammonium sulphate by using uv-visible spectrometer with a temperature-controlled cuvette holder of 30°C. The use of a one-site ligand binding model in a non-linear least-squares program, ENZFIT was considered for calculating the formation constant. It was found that the formation constant of N-5-sulfosalicyloyl chitosan was 63.9 ± 10.7 , which is higher than that of 4-sulfophenol (0.0204). The results revealed that ferric ion bound to the N-5-sulfosalicyloyl chitosan as a one-site ligand binding.

3736817 SCPO/M:สาขาวิชา:วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์;วท.ม. (วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์)

สุเมธ กิตติภูมิ: การศึกษาไคโทแซนดัดแปรเพื่อใช้ในการจับเหล็ก (III)
(A Study of Modified Chitosan for Binding of Iron (III)) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: ปราณี ภิญโญชีพ, Doctorat de l' Universite' du Maine, ประพิน วิไลรัตน์, Ph.D., กฤษฎา สุชีวะ, Ph.D. 128 หน้า. ISBN 974-661-260-3

ไคตินเป็นพอลิแซ็กคาไรด์ที่มีมากในธรรมชาติชนิดหนึ่ง ซึ่งสามารถเตรียมไคโทแซนที่มีหมู่ไฮดรอกซีและอะมิโนเพื่อจะปรับปรุงในการใช้ประโยชน์ด้านอื่นๆ ในการศึกษานี้ จะเตรียมไคโทแซนที่มีเปอร์เซ็นต์คืออะซีทิลสูงๆ วิธีเตรียมไคโทแซนจะใช้ไคตินทำปฏิกิริยากับสารละลาย 50% โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นเวลา 4 วัน ที่อุณหภูมิห้อง จากการวิเคราะห์ด้วยวิธีอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีพบว่าไคโทแซนที่มี 93.5% N-deacetylation และน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยตามจำนวน (\bar{M}_n) โดยหาจากเครื่อง gel permeable chromatography (GPC) ประมาณ 150,000 นอกจากนี้ยังศึกษาไคโทแซนที่ละลายน้ำได้จากการทำปฏิกิริยากับโซเดียมไนไตรท์พบว่าได้สารที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อยกว่า 20,000 การปรับปรุงไคโทแซนด้วยพธาลิก แอนไฮไดรด์, ซาลิไซลิก แอซิด และ 5-ซัลโฟซาลิไซลิก แอซิด ทำในสถานะเนื้อเดียวกัน การเตรียมพธาลิมิโดไคโทแซนได้จากปฏิกิริยาโดยตรงของไคโทแซนกับพธาลิก แอนไฮไดรด์ แต่กรณีของ ซาลิไซโลอิว และ 5-ซัลโฟซาลิไซโลอิว ไคโทแซนจะใช้ไดไซโคลเฮกซิลคาร์บอดีอิมด์ (DCC) เป็นสารกระตุ้นในการเกิดปฏิกิริยา การเข้าทำปฏิกิริยาบนไคโทแซนที่ละลายน้ำสามารถเกิดได้ดีกว่าไคโทแซนที่ไม่มีการลดน้ำหนักโมเลกุล ผลของการละลายใน สารละลายกรด ไฮโดรคลอริกของ N-5-ซัลโฟซาลิไซโลอิว ไคโทแซนจะดีกว่าซาลิไซโลอิวและพธาลิมิโด ไคโทแซน สำหรับพฤติกรรมของ N-5-ซัลโฟซาลิไซโลอิว ไคโทแซนและ เฟอริกไอออน จะศึกษาในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกซึ่งมีเฟอริกแอมโมเนียมซัลเฟตและควบคุมอุณหภูมิที่ 30 °C ภายในเครื่องอัลตราไวโอเลต-วิสิเบิลสเปกโตรมิเตอร์ การคำนวณค่าคงที่การเกิดสารเชิงซ้อนจะใช้แบบจำลอง one-site ligand binding ใน non-linear least-squares program, ENZFIT และพบว่าค่าคงที่การเกิดสารเชิงซ้อนของ N-5-ซัลโฟซาลิไซโลอิว ไคโทแซนเท่ากับ 63.9 ± 10.7 ซึ่งมีค่ามากกว่า 4-ซัลโฟฟีโนลที่มีค่าเท่ากับ 0.0204 จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าการจับของ N-5-ซัลโฟซาลิไซโลอิว ไคโทแซน กับ เฟอริกไอออนเป็นแบบ one-site ligand binding