

# تولید فیلم نانوکامپوزیتی تهیه شده از صمغ دانه به / نانوکریستال سلولز و بررسی ویژگی‌های فیلم ترکیبی حاصل

طاهره بیضاوی<sup>a</sup>، سارا انصاری<sup>b\*</sup>، نرجس دانش<sup>a</sup>

<sup>a</sup>دانش آموخته کارشناسی ارشد گروه علوم و صنایع غذایی، واحد کازرون، دانشگاه آزاد اسلامی، کازرون، ایران  
<sup>b</sup>استادیار گروه علوم و صنایع غذایی، واحد کازرون، دانشگاه آزاد اسلامی، کازرون، ایران.

تاریخ پذیرش مقاله: ۱۳۹۸/۰۳/۱۲

تاریخ دریافت مقاله: ۱۳۹۷/۱۱/۰۶

## چکیده

**مقدمه:** امروزه برای بهبود خصوصیات فیلم‌های خوراکی از روش‌های مختلفی استفاده می‌شود که یکی از موثرترین و رایج‌ترین این روش‌ها، استفاده از پرکننده‌ها در مقیاس نانومتری و تولید نانوکامپوزیت‌های پلیمری می‌باشد. هدف از تحقیق حاضر تولید فیلم ترکیبی تهیه شده از صمغ دانه به و نانوکریستال سلولز و بررسی ویژگی‌های مختلف فیلم ترکیبی حاصل می‌باشد.

**مواد و روش‌ها:** در مرحله اول موسیلاژ دانه به استخراج و سپس به همراه درصدهای مختلف از نانوکریستال سلولز (۳، ۵ و ۷ درصد) و ۲۵٪ گلیسرول به عنوان پلاستیسایزر برای تولید فیلم نانوکامپوزیتی به روش قالبگیری مورد استفاده قرار گرفت. سپس خصوصیات فیزیکی، مکانیکی، مانع‌کنندگی، حرارتی و ساختاری فیلم‌ها مورد بررسی قرار گرفتند.

**یافته‌ها:** نتایج نشان داد که افزودن نانوکریستال‌ها موجب افزایش ضخامت فیلم‌های تولیدی گردید، درحالی که میزان رطوبت، حلالیت و نفوذپذیری به بخار آب فیلم‌های نانوکامپوزیتی صمغ دانه به با افزایش غلظت نانوکریستال سلولز تا ۷٪ بترتیب به میزان ۲۹/۳٪ و ۵/۶٪ کاهش یافت. افزایش غلظت نانوکریستال همچنین باعث افزایش پارامترهای رنگی  $a^*$  و  $b^*$  و کاهش فاکتور  $L^*$  گردید. با افزودن نانوکریستال سلولز میزان مقاومت کششی و مدول یانگ فیلم‌های نانوکامپوزیتی بطور معنی‌داری افزایش یافت، درحالی که افزایش درصد افزایش طول معنی‌دار نبود. دمای انتقال شیشه‌ای فیلم‌ها نیز در اثر افزودن نانوکریستال‌های سلولز افزایش یافت که این موضوع با روش گرماسنجی روبشی افتراقی تعیین گردید. برهمکنش مولکولی میان نانوکریستال‌های سلولز و صمغ دانه به نیز توسط طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR) تایید گردید.

**نتیجه‌گیری:** نانوکامپوزیت‌های تولیدی در مطالعه حاضر به دلیل خصوصیات فیزیکی مناسب، نفوذپذیری کم به بخار آب و ویژگی‌های مکانیکی مطلوب، قابلیت استفاده در کاربردهای بسته‌بندی را به‌خوبی دارا می‌باشند.

**واژه‌های کلیدی:** صمغ دانه به، فیلم ترکیبی، نانوکریستال سلولز، ویژگی‌های فیلم

## مقدمه

سال هاست که پلاستیک‌ها به طور گسترده در صنعت غذا به عنوان ماده بسته‌بندی استفاده می‌شوند اما به کارگیری این مواد با مسائل زیست محیطی فراوانی همراه است. جهت رفع این مشکلات و بنا به درخواست مصرف کننده مبنی بر استفاده از غذاهای طبیعی، در دهه‌های گذشته فیلم‌ها و پوشش‌های خوراکی مورد مطالعه و پژوهش قرار گرفته و وارد صنعت بسته‌بندی شده اند (Jouki *et al.*, 2013). گرچه جایگزینی کامل پلیمرهای طبیعی به جای پلیمرهای سنتزی غیر ممکن است، لیکن این جایگزینی در مواردی لازم است. به طوری که برای انواعی از مواد غذایی، استفاده از پوشش‌ها و فیلم‌های خوراکی به عنوان یکی از کم هزینه ترین روش‌های حفظ کیفیت مواد غذایی به حساب می‌آید (Zanganeh *et al.*, 2017).

مواد اصلی تشکیل دهنده فیلم زیست بسپارهایی شامل پروتئین‌ها، چربی‌ها و پلی‌ساکاریدها می‌باشند این مواد می‌توانند به تنهایی یا در ترکیب با هم بکار روند. ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی زیست بسپارها تأثیر زیادی بر خصوصیات فیلم‌های ساخته شده از آن‌ها دارد. مواد تشکیل دهنده فیلم می‌توانند آب گریز یا آب دوست باشند (Sothornvit and Krochta, 2001). پلی‌ساکاریدهای مورد استفاده در تهیه فیلم‌ها و پوشش‌های خوراکی شامل نشاسته، کربوهیدرات‌های غیر نشاسته‌ای، صمغ‌ها و فیبرها می‌باشند. زنجیره پلی‌ساکاریدها در مقایسه با پروتئین‌ها ساده‌تر است، اما به هر حال آرایش فضایی ساختارهای پلی‌ساکاریدی پیچیده‌تر و غیر قابل پیش بینی می‌باشند و در نتیجه نسبت به پروتئین‌ها وزن مولکولی بیشتری دارند. بیشتر کربوهیدرات‌ها خنثی هستند در حالی که بعضی از صمغ‌ها دارای بار منفی می‌باشند. فیلم‌های پلی‌ساکاریدی به علت ماهیت آب دوستی آن‌ها، در برابر بخار آب نفوذپذیر بوده اما در برابر اکسیژن مقاومت مطلوبی دارند بنابراین می‌توانند اکسیداسیون چربی‌ها را به تأخیر بیانند (Jung and Gennadios, 2006).

از جمله ترکیبات پلی‌ساکاریدی که برای تشکیل فیلم‌های خوراکی مورد استفاده قرار می‌گیرند موسیلاژها و صمغ‌های دانه‌ای هستند. موسیلاژها ترکیبات بیوپلیمری هستند که از آن‌ها در تولید ترکیبات مختلفی اعم از دارویی

تولید فیلم نانوکامپوزیتی تهیه شده از صمغ دانه به

و غذایی استفاده می‌گردد و در این ارتباط موسیلاژهای گیاهی ترجیح داده می‌شوند زیرا غیر سمی هستند، قیمت کمی دارند و فراوان هستند (Moghbel and Tayebi, 2015). یکی از این موسیلاژها که برای تهیه فیلم خوراکی استفاده شده است، موسیلاژ دانه به می‌باشد که در مطالعه حاضر از آن استفاده می‌گردد. موسیلاژ دانه به شامل میوفیبریل‌های سلولز (۳۵-۳۰ درصد) معلق در یک زمینه پلی‌ساکاریدی است که اغلب آن را دی-زایلوز (۷۲ درصد) تشکیل می‌دهد. این پلی‌ساکارید علی‌رغم قیمت بالا، دارای هزینه‌های تولید کم بوده و استخراج آسانی داشته و همچنین پتانسیل تشکیل فیلم خالص و یا ترکیبی را دارا می‌باشد (Zanganeh *et al.*, 2017). بنابراین موسیلاژ دانه به می‌تواند به عنوان یک ماده فیلم ساز جدید برای بسته‌بندی طیف گسترده‌ای از محصولات غذایی به ویژه آن‌هایی که فساد اکسیداتیو بالایی دارند استفاده شود (Jouki *et al.*, 2013). بر اساس مطالعات Jouki و همکاران (۲۰۱۴) استفاده از فیلم صمغ دانه به دارای نگهدارنده‌های طبیعی اسانس آویشن یا پونه کوهی از تغییرات رنگ، بافت و اکسیداسیون چربی‌ها در فیلم قزل‌آلای رنگین‌کمانی جلوگیری کرده و موجب بهبود کیفیت فیزیکی و شیمیایی آن طی نگهداری در یخچال گردید. امروزه برای بهبود خصوصیات فیلم‌های خوراکی از روش‌های مختلفی استفاده می‌شود که یکی از مؤثرترین این روش‌ها که در سال‌های اخیر رواج یافته، استفاده از پرکننده‌ها در مقیاس نانومتری و تولید نانوکامپوزیت‌های پلیمری می‌باشد (Dadashi *et al.*, 2012). برای تولید نانوکامپوزیت‌ها، نانوپرکننده‌های متنوعی به کار گرفته می‌شوند که از جمله آن می‌توان به نانورس، نانوذرات نقره، نانولوله‌های کربنی، نانو اکسید تیتانیوم و نانوذرات آلی مانند نانوکریستال‌های سلولز و نشاسته اشاره کرد (Kord and Roohani, 2015). برخی از پرکننده‌های نانویی علی‌رغم مزایای فراوان، از نظر زیست تخریب پذیری و تجدید شونده‌گی دچار محدودیت هستند. از این روی، جایگزینی پرکننده‌های غیرآلی با تقویت کننده‌های سلولزی منجر به تولید نانوکامپوزیت‌های تمام زیست تجزیه پذیر و تجدید شونده خواهد شد. در طی دهه گذشته علاقه‌مندی‌های فزاینده‌ای به استفاده از نانوکریستال‌های سلولز به عنوان تقویت کننده نانومتری پدید آمده است (Rhim *et al.*,

کاهش یافت، درحالی که مقاومت کششی و افزایش طول در نقطه شکست بترتیب به ۲۲ مگاپاسکال و ۶/۵٪ و دمای انتقال شیشه‌ای به ۸۳/۴ درجه سانتی‌گراد افزایش یافت (Shekarabi *et al.*, 2014).

با توجه به مطالعات پیشین مشخص شده است که تاکنون تحقیقی در زمینه تولید فیلم ترکیبی از صمغ دانه به و نانوکریستال سلولز صورت نگرفته است، بنابراین، هدف از مطالعه حاضر تولید این فیلم ترکیبی و بررسی خصوصیات آن می‌باشد.

## مواد و روش‌ها

### - مواد اولیه

نانوکریستال سلولز از میکروکریستال سلولز (شرکت سیگما، آمریکا) با روش هیدرولیز اسیدی طبق روش Atef و همکاران (۲۰۱۴) تولید گردید. گلیسرول از شرکت دانه جونگ چین، نمک‌های کلرید کلسیم و سدیم و نیتريت کلسیم از شرکت مرک آلمان خریداری شدند. دانه به از بازار محلی کرج تهیه شد.

### - استخراج موسیلاژ دانه به

فرایند استخراج موسیلاژ دانه‌های به، بر طبق روش Zanganeh و همکاران (۲۰۱۷) انجام شد. برای این منظور ۱۰۰ گرم دانه به آسیاب شده با آب مقطر به نسبت ۱ به ۲۵ مخلوط و به مدت ۲ ساعت در دمای محیط با سرعت ثابت هم زده شد. پس از فیلتر کردن کل محتویات، دانه‌های باقیمانده روی آن با نسبت کمتری آب مقطر مخلوط و پس از یک ساعت هم زدن، مجدداً از فیلتر پارچه‌ای عبور داده شدند. سپس به کمک سانتریفوژ (ساخت شرکت HERMLE Labortechnik آلمان) در دمای محیط در ۶۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۵ دقیقه کل موسیلاژ بدست آمده از دانه‌ها جداسازی و در آن (ساخت شرکت شیماز ایران) ۵۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۸ الی ۲۴ ساعت خشک گردید. پس از تعادل دمایی با محیط موسیلاژ خشک شده آسیاب (ساخت شرکت بوش آلمان) شده، پودر حاصل تا زمان آزمون در کیسه‌های پلی اتیلنی در یخچال نگهداری شد.

ترکیب شیمیایی موسیلاژ دانه به شامل رطوبت، پروتئین، چربی، خاکستر و کربوهیدرات بر اساس استاندارد

(2009). نانوذرات سلولز دارای سطح بالا، مورفولوژی منحصر به فرد، دانسیته پایین و مقاومت مکانیکی خوبی هستند. علاوه بر این، گروه‌های هیدروکسیل فراوان بر روی سطح آنها برای اصلاح شیمیایی مناسب می‌باشند. علاوه نانوکریستال‌های سلولز دارای پتانسیل بالایی برای تقویت تعداد قابل توجهی از پلیمرها در سطوح پرکنندگی کم می‌باشند. با توجه به تقویت ایجاد شده توسط نانوذرات پراکنده در ماتریکس پلیمری، فیلم‌های مبتنی بر پایه نانوکامپوزیت‌ها به‌طور قابل توجهی خواص مکانیکی، فیزیکی، حرارتی و اپتیکی بهبود یافته‌ای نسبت به فیلم‌های بر پایه بیوپلیمرهای خالص نشان می‌دهند. از جمله پلیمرهای طبیعی و مصنوعی بکار رفته به عنوان ماده ماتریسی می‌توان به آگار (Atef *et al.*, 2014)، نشاسته (Angles and Dufresne, 2000)، آلژینات (Huq *et al.*, 2013; Abdollahi *et al.*, 2012; *al.*، کیتوزان (Khan *et al.*, 2012; de Mesquita *et al.*, 2010; *et al.*، متیل سلولز (Khan *et al.*, 2010)، پلی لاکتیک اسید (Lin *et al.*, 2011)، پلی اورتان (Lin *et al.*, 2013)، پلی  $\epsilon$ -کپرولاکتون و پلی وینیل الکل (Chen *et al.*, 2009) اشاره کرد. در پژوهشی که توسط Khan و همکاران (۲۰۱۲) در زمینه خصوصیات مکانیکی و سد کنندگی فیلم‌های نانوکامپوزیتی حاصل از کیتوزان و نانوکریستال سلولز صورت گرفت افزایش ۲۶ درصدی قدرت کششی و کاهش ۲۷ درصدی نفوذپذیری به بخار آب فیلم‌های کیتوزان با افزودن ۵ درصد نانوکریستال سلولز مشاهده شد. Atef و همکاران (۲۰۱۴) چنین تغییری را در فیلم‌های بر پایه آگار مشاهده کردند. با افزایش میزان نانوکریستال سلولز تا ۱۰ درصد، میزان قدرت کششی و مودول یانگ فیلم‌های نانوکپوزیتی افزایش و شفافیت و درصد تورم فیلم‌های حاصل کاهش یافت. بر اساس تحقیقات Shekarabi و همکاران (۲۰۱۴) در زمینه نانوکامپوزیت‌های بر پایه صمغ دانه به حلالیت در آب، نفوذپذیری به گاز، خواص مکانیکی و حرارتی بسته به غلظت نانورس متغیر است. افزودن نانورس در حد ۲ درصد وزنی-وزنی موجب کاهش حلالیت آب از ۳۶/۶۹ به ۱۹/۶۴٪ گردید. بعلاوه در فیلم کامپوزیت دارای ۲ درصد وزنی-وزنی نانورس، نفوذپذیری به بخار آب و اکسیژن بترتیب به  $13/68 \text{ mL.day.m}^{-2}$  و  $1/1 \times 10^{-7} \text{ g/m.h.Pa}$

تعیین شد (AOAC, 1990).

### - آماده سازی فیلم

برای تهیه محلول تشکیل دهنده فیلم، محلول یک درصدی از صمغ دانه به تهیه و بر اساس وزن صمغ، ۳۵ درصد گلیسرول به عنوان پلاستی سایزر اضافه گردید. برای تهیه فیلم نانوکامپوزیتی از روش Jouki و همکاران (۲۰۱۳) استفاده شد. بدین ترتیب که مقدار معینی از نانوکریستال سلولز (۳، ۵ و ۷ درصد بر اساس وزن صمغ دانه به) به مقدار معینی آب مقطر اضافه و برای ۱۰ دقیقه اولتراسوند شد. سپس مخلوط حاضر به مدت ۱۵ دقیقه در دمای ۳۵ درجه سلسیوس توسط همزن مغناطیسی در دور ۷۵۰ بر دقیقه هم زده شد. در نهایت مخلوط حاصل در ۱۲۰۰۰ rpm هموژنیزه گردیده و در یک پلیت تفلونی قالب گیری شدند. بعد از ۱۸ ساعت، فیلم‌ها از قالب‌ها جدا گردیده و برای تعدیل رطوبتی در دسیکاتور حاوی محلول اشباع  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  با رطوبت نسبی ۵۰ درصد به مدت ۴۸ ساعت قبل از انجام تست‌ها مشروط گردید.

### - اندازه گیری ضخامت فیلم‌ها

ضخامت فیلم‌های تولید شده با استفاده از یک میکرومتر (ساخت شرکت SOMET CZ آمریکا) با دقت ۰/۰۱ میلی متر اندازه گیری گردید. اندازه گیری حداقل در ۱۰ نقطه انجام شده و متوسط آنها گزارش گردید.

### - اندازه گیری رطوبت فیلم‌ها

پس از به تعادل رسیدن فیلم‌ها، قطعات ۳ در ۳ سانتیمتری آنها وزن شده و درون کپسولی که قبلاً به وزن ثابت رسیده بود قرار داده شدند. سپس در آون (ساخت شرکت شیماز ایران) با دمای ۱۱۰ درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت حرارت داده شدند. سپس از روی میزان کاهش وزن نمونه‌ها نسبت به نمونه اولیه درصد رطوبت تعیین گردید (Hosseini et al., 2011).

### - تعیین حلالیت فیلم‌ها

برای اندازه گیری درصد حلالیت در آب از روش Ekrami و ehEmam Jom (۲۰۱۶) استفاده گردید. ابتدا

قطعات فیلم (۳ در ۳ سانتیمتر) به مدت ۲۴ ساعت در ۱۰۵ درجه سانتی گراد جهت تعیین وزن خشک اولیه گذاشته شد. سپس فیلم‌های خشک شده طبق دستور العمل تست غوطه‌وری<sup>۱</sup> در ۵۰ سی سی آب مقطر برای مدت ثابت ۵ تا ۶ ساعت در دمای ۲۵ درجه سلسیوس به آرامی هم زده شد. سپس جهت جداسازی فیلم‌های حل نشده، محتویات ظرف روی کاغذ صافی واتمن شماره ۴۱ با وزن ثابت ریخته شد. کاغذ صافی به همراه نمونه در دمای ۱۰۵ درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت خشک گردید و حلالیت فیلم‌ها به کمک رابطه زیر محاسبه گردید:

درصد حلالیت در آب (وزن خشک نهایی- وزن خشک  $\times 100$  {وزن خشک اولیه/اولیه}) =

### - اندازه گیری نفوذپذیری بخار آب<sup>۲</sup> فیلم‌ها

برای انجام این آزمون مقداری کلرید کلسیم بدون آب درون ظرف‌های اندازه گیری نفوذپذیری ریخته شد. سپس سطح ظرف‌ها به وسیله فیلم و با استفاده از پارافیلیم مذاب پوشانده شد تا رطوبت نسبی درون سلول‌ها صفر درصد شود. سپس سلول‌های حاوی نمونه‌های فیلم به درون دسیکاتور حاوی آب نمک اشباع (ایجاد رطوبت نسبی ۷۵ درصد در دمای ۲۵ درجه سلسیوس) منتقل شدند. تغییرات وزن ظرف‌ها طی زمان با استفاده از یک ترازوی دیجیتال اندازه گیری شد. بدین ترتیب رطوبتی که جذب فیلم شده و از درون آن عبور نکرده بود اندازه گیری گردید (Hosseini et al., 2011).

### - رنگ فیلم‌ها

برای اندازه گیری رنگ سطحی فیلم‌ها، نمونه‌های فیلم روی یک پلیت سفید (مرجع) قرار گرفته و سپس فاکتورهای رنگی آن شامل  $L^*$ ،  $a^*$  و  $b^*$  با استفاده از دستگاه رنگ سنج (ساخت شرکت Minolta ژاپن) اندازه گیری شد (Zanganeh et al., 2017). در این سیستم مولفه  $a^*$  نشان دهنده قرمزی-سبزی، مولفه  $b^*$  نشان دهنده زردی - آبی و مولفه  $L^*$  نشان دهنده میزان روشنایی می‌باشد. مولفه  $L^*$  از صفر (سیاه) تا ۱۰۰ (سفید)، مولفه  $a^*$  از ۸۰- (میزان سبز بودن) تا ۱۰۰ (میزان قرمز بودن) و مولفه  $b^*$  از ۸۰- (میزان آبی بودن) تا ۷۰ (میزان

<sup>1</sup> Immersion Test

<sup>2</sup> Water Vapor Permeability (WVP)

زرد بودن) تغییر می‌کند.

## یافته‌ها

### - آنالیز اولیه موسیلاژ

مقدار کربوهیدرات، پروتئین، چربی، رطوبت و خاکستر موسیلاژ دانه به ترتیب برابر ۸۲/۷۸، ۳/۸۲، ۱/۱، ۷/۶۵ و ۴/۶۵ درصد بود.

### - ضخامت

همان طور که در جدول ۱ مشاهده می‌شود ضخامت فیلم صمغ دانه به ۰/۰۶۶ میلی متر می‌باشد که با افزودن نانوکریستال سلولز، ضخامت فیلم‌های حاصل افزایش معنی‌داری داشته است ( $p < 0.05$ ).

### - رطوبت فیلم‌ها

بنابر نتایج جدول ۱ میزان رطوبت فیلم صمغ دانه به خالص ۱۸/۸۵٪ است که افزودن ۳ درصد نانوکریستال سلولز به فیلم حاصل از صمغ دانه به، تأثیر معنی‌داری روی میزان رطوبت فیلم نداشت ( $p < 0.05$ ) در حالی که افزودن ۵ و ۷ درصد از نانوکریستال سلولز تأثیر معنی‌داری بر رطوبت نمونه‌های فیلم داشته و در واقع رطوبت در نمونه‌های فیلم حاوی ۵ و ۷ درصد از نانوکریستال سلولز کمتر از نمونه شاهد و نمونه حاوی ۳ درصد نانوکریستال سلولز بوده است.

### - حلالیت فیلم‌ها

همانطور که در جدول ۱ نشان داده شده است میزان حلالیت در آب فیلم صمغ دانه به حدود ۵۰/۳۶٪ بوده که با افزودن نانوکریستال سلولز به آن، میزان حلالیت بطور معنی‌داری کاهش یافته و به ۳۵/۵۹٪ در فیلم حاوی ۷٪ نانوکریستال سلولز رسید. با این حال تفاوت معنی‌داری بین حلالیت نمونه‌های حاوی ۵ و ۷ درصد نانوکریستال سلولز مشاهده نگردید ( $p < 0.05$ ).

### - نفوذپذیری به بخار آب

همان طور که در جدول ۱ نشان داده شده بیشترین WVP مربوط به فیلم تهیه شده از صمغ دانه به خالص ( $10^{-11} \text{ g/m.s.Pa}$ ) است. افزودن نانوکریستال به

### - ویژگی‌های مکانیکی فیلم‌ها

خصوصیات مکانیکی فیلم‌ها شامل مقاومت کششی (مگاپاسکال) و مودول الاستیک (مگا پاسکال) و درصد ازدیاد فیلم<sup>۱</sup> طبق استاندارد ASTM 1996 با استفاده از دستگاه بافت سنج (ساخت شرکت بروکفیلد آمریکا) تعیین گردد. بدین منظور فیلم‌هایی در ابعاد ۱۰ در ۱ سانتی متر تهیه و بین دو فک دستگاه قرار گرفت. فاصله بین دو فک دستگاه ۵ سانتی متر و سرعت حرکت فک‌ها ۳۰ میلی متر بر دقیقه بود (Jouki et al., 2013).

### - بررسی طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه فیلم‌ها (FT-IR)

طیف FT-IR فیلم‌های صمغ دانه به و ترکیبی حاصل با دستگاه FT-IR (ساخت شرکت شیمدازو، ژاپن) در محدوده عدد موجی ۴۰۰۰  $\text{cm}^{-1}$  تا ۴۰۰  $\text{cm}^{-1}$  تعیین گردید.

### - بررسی ویژگی‌های حرارتی فیلم‌ها

ویژگی‌های حرارتی فیلم‌های تولیدی با استفاده از گرماسنجی روبشی افتراق<sup>۲</sup> (مدل 200-F3 ساخت شرکت Netzsch، آلمان) تعیین گردید. بدین منظور یک برش ۵ میلی گرمی از نمونه فیلم در پن نمونه و یک پن آلومینیومی خالی نیز به عنوان رفرنس در دستگاه قرار داده شد. سپس نمونه‌ها با نرخ ۵۰ درجه سلسیوس در دقیقه در محدوده منفی ۱۰۰ تا ۳۰۰ درجه سلسیوس اسکن گردیدند. دمای انتقال شیشه‌ای به عنوان نقطه میانه بین شروع و پایان تغییرات آندوترمیک در منحنی جریان گرمایی در نظر گرفته شد (Jouki et al., 2014).

### - تجزیه و تحلیل آماری

تمامی آزمون‌ها در قالب طرح کاملاً تصادفی فاکتوریل در سه تکرار انجام شدند. مقایسه میانگین‌ها نیز توسط دانکن چند دامنه‌ای در سطح آماری ۵ درصد صورت گرفت. کلیه تجزیه‌ها و تحلیل‌ها با نرم افزار آماری SPSS نسخه ۱۹ انجام پذیرفت.

<sup>1</sup> Elongation

<sup>2</sup> Differential Scanning Calorimetry (DSC)

تولید فیلم نانوکامپوزیتی تهیه شده از صمغ دانه به

سلولز از میزان فاکتور رنگی  $L^*$  کاسته شده است که به معنی کاهش روشنایی فیلم‌ها می‌باشد. اما افزودن نانوکریستال‌ها باعث افزایش فاکتور رنگی  $b^*$  (به معنای زردتر شدن نمونه) گشته است و تأثیر معنی‌داری بر میزان فاکتور رنگی  $a^*$  نداشته است.

میزان جزئی باعث کاهش WVP در فیلم‌های ترکیبی تولیدی گردید، بطوری که وقتی ۷٪ (وزنی) نانوکریستال سلولز به صمغ دانه به اضافه شد WVP به  $7/89 \times 10^{-11}$  g/m.s.Pa کاهش یافت.

### - رنگ فیلم‌ها

تصاویر فیلم‌های تولید شده در شکل ۱ نشان داده شده است. پارامترهای رنگ مختلف مربوط به سطح نمونه‌های فیلم در مطالعه حاضر در جدول ۲ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش میزان نانوکریستال

### - ویژگی‌های مکانیکی فیلم‌ها

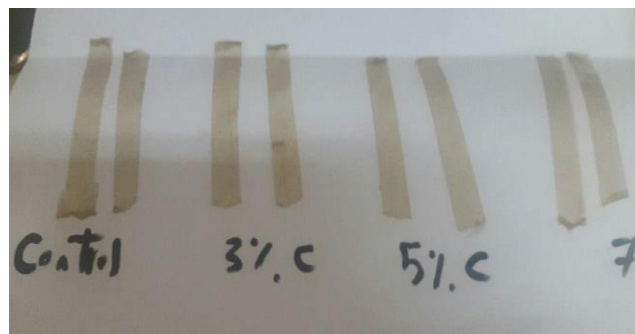
جدول ۳ ویژگی‌های مکانیکی فیلم‌های تولیدی در این مطالعه شامل مودول الاستیک، ازدیاد طول در نقطه شکست و قدرت کششی را نشان می‌دهد.

جدول ۱- تاثیر میزان نانوکریستال سلولز بر خصوصیات فیزیکی نانوکامپوزیت‌های صمغ دانه به\*

درصد وزنی نانوکریستال (%wt)	ضخامت (mm)	رطوبت (%)	حلالیت (%)	WVP ( $\times 10^{-11}$ g/m.s.Pa)
۰	$0.066 \pm 0.001^d$	$18/85 \pm 0.27^c$	$50/36 \pm 1/49^a$	$8/36 \pm 0.06^a$
۳	$0.072 \pm 0.001^c$	$18/91 \pm 0.15^c$	$43/66 \pm 0.77^b$	$8/29 \pm 0.13^{ab}$
۵	$0.078 \pm 0.003^b$	$18/15 \pm 0.23^b$	$37/32 \pm 0.48^c$	$8/25 \pm 0.03^{ab}$
۷	$0.085 \pm 0.003^a$	$17/5 \pm 0.42^a$	$25/59 \pm 0.62^c$	$7/89 \pm 0.25^b$

\* حروف مختلف، بیانگر تفاوت معنی‌دار بین میانگین‌ها است ( $p < 0.05$ ).

۹۸



شکل ۱- تصویر فیلم‌های صمغ دانه به و نانوکامپوزیت حاوی ۳، ۵ و ۷ درصد نانوکریستال سلولز

جدول ۲- تاثیر میزان نانوکریستال سلولز بر خصوصیات رنگ نانوکامپوزیت‌های صمغ دانه به\*

درصد وزنی نانوکریستال (%wt)	$L^*$	$b^*$	$a^*$
۰	$88/29 \pm 0.18^a$	$4/76 \pm 0.26^c$	$-0.52 \pm 0.03^a$
۳	$87/30 \pm 0.37^b$	$5/33 \pm 0.57^{bc}$	$-0.49 \pm 0.01^a$
۵	$85/64 \pm 0.40^c$	$5/97 \pm 0.20^b$	$-0.46 \pm 0.07^a$
۷	$83/91 \pm 0.20^d$	$7/18 \pm 0.24^a$	$-0.45 \pm 0.03^a$

\* حروف مختلف، بیانگر تفاوت معنی‌دار بین میانگین‌ها است ( $p < 0.05$ ).

جدول ۳- تاثیر میزان نانوکریستال سلولز بر ویژگی‌های مکانیکی نانوکامپوزیت‌های صمغ دانه به \*

قدرت کششی (MPa)	ازدیاد طول (%)	مدول الاستیک (MPa)	درصد وزنی نانوکریستال (%wt)
۱۷/۱۸ ± ۰/۰۸ <sup>b</sup>	۲۵/۵۸ ± ۰/۲۳ <sup>a</sup>	۶۹/۹۳ ± ۲/۲۶ <sup>b</sup>	۰
۱۷/۶۱ ± ۰/۲۹ <sup>b</sup>	۲۵/۶۵ ± ۰/۸۴ <sup>a</sup>	۹۳/۹۰ ± ۱/۵۲ <sup>a</sup>	۳
۲۵/۲۲ ± ۲/۶۶ <sup>a</sup>	۲۶/۸۶ ± ۳/۷۵ <sup>a</sup>	۹۴/۱۶ ± ۳/۴۴ <sup>a</sup>	۵
۲۸/۵۶ ± ۱/۰۳ <sup>a</sup>	۳۳/۸۵ ± ۴/۲۸ <sup>a</sup>	۹۶/۴۹ ± ۲/۹۳ <sup>a</sup>	۷

\*حروف مختلف، بیانگر تفاوت معنی‌دار بین میانگین‌ها است (p&lt;0.05).

حاصل (در غلظت ۷٪) در شکل ۲ و مقادیر مربوط به دمای انتقال شیشه‌ای، ذوب و ظرفیت گرمایی ویژه آنها در جدول ۴ نشان داده شده است. همان طور که ملاحظه می‌شود، افزودن نانوکریستال سلولز باعث ایجاد تغییر در پیک‌ها و همچنین دمای انتقال شیشه‌ای و ذوب فیلم حاصل از صمغ دانه به گشته است.

#### - طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوری

نتایج طیف سنجی نانوکریستال سلولز، فیلم حاصل از صمغ دانه به بصورت خالص و فیلم ترکیبی حاصل از صمغ دانه به و ۷ درصد نانوکریستال سلولز در شکل ۳ نشان داده شده است.

#### بحث

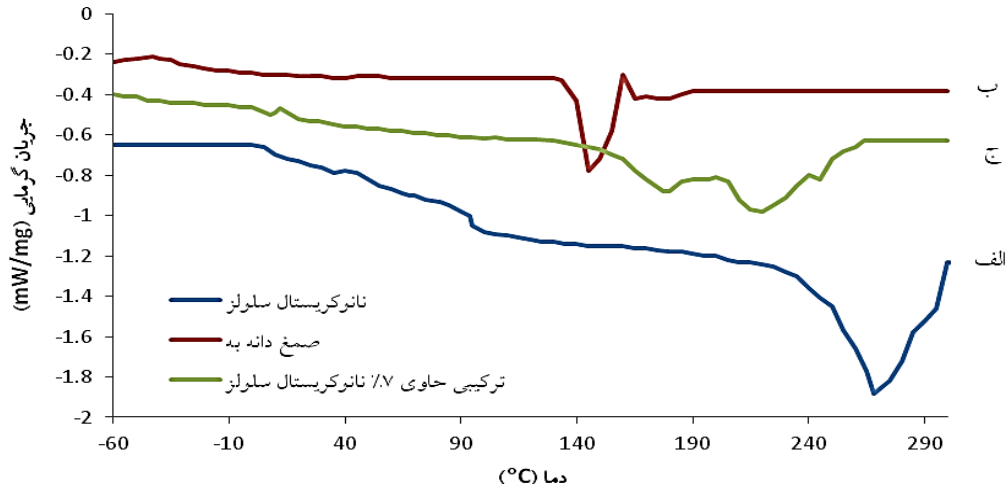
آنالیز اولیه موسیلاژ: بر اساس نتایج آزمون‌های فیزیکوشیمیایی، موسیلاژ دانه به مورد استفاده دارای مقدار زیادی کربوهیدرات (۸۲/۷۸ درصد) بود. این نتایج همراستا با مطالعات Jouki و همکاران (۲۰۱۴) و Mazza و Cui (۱۹۹۶) بود که میزان کربوهیدرات موسیلاژ دانه به را ۷۸/۴۳ درصد در مقایسه با صمغ عربی (۸۵/۷ درصد)، صمغ گوار (۷۸/۲ درصد) و صمغ زانتان (۸۷/۴ درصد) بیان کردند. میزان بالای کربوهیدرات نشان دهنده خلوص نسبتاً بالای این موسیلاژ بود.

میزان مقاومت کششی فیلم خالص صمغ دانه به ۱۷/۱۸ مگاپاسکال بوده که افزودن نانوکریستال سلولز به میزان ۵ و ۷٪ موجب افزایش معنی‌دار مقاومت کششی آن شده است. در حالی که بعد از اضافه کردن ۳٪ نانوکریستال سلولز تغییر نامحسوسی در این زمینه دیده نمی‌شود. بیشترین مقاومت کششی نیز مربوط به نمونه فیلم حاوی ۷ درصد نانوکریستال سلولز بوده که مقاومتش ۱۱/۳۸ مگاپاسکال (۳۳/۶ درصد) نسبت به نمونه کنترل بیشتر بوده است. میزان مودول الاستیک (نسبت تنش به کرنش) فیلم خالص صمغ دانه به ۶۹/۹۳ مگاپاسکال است. در اثر افزودن نانوکریستال سلولز افزایش میزان مودول الاستیک نسبت به نمونه شاهد معنی‌دار بوده است، درحالی که میان درصدهای مختلف نانوکریستال سلولز اختلاف معنی‌داری دیده نمی‌شود. بیشترین میزان مودول الاستیک مربوط به نمونه حاوی ۷ درصد نانوکریستال سلولز بوده که ۲۶/۵ مگا پاسکال (۲۷/۵ درصد) نسبت به نمونه کنترل افزایش یافته است. درصد ازدیاد طول در نقطه پارگی برای فیلم خالص صمغ دانه به ۲۵/۵۸٪ است. با افزودن نانوکریستال سلولز میزان افزایش درصد ازدیاد طول معنی‌دار نبوده و بیشترین میزان این پارامتر نیز مربوط به نمونه حاوی ۷ درصد نانوکریستال سلولز (افزایش ۸/۲۷ درصد نسبت به نمونه کنترل) بود.

#### - ویژگی‌های حرارتی نمونه‌های فیلم

نمودار حاصل از گرماسنجی روبشی افتراقی (DSC) نانوکریستال سلولز، فیلم‌های صمغ دانه به خالص و ترکیبی

تولید فیلم نانوکامپوزیتی تهیه شده از صمغ دانه به

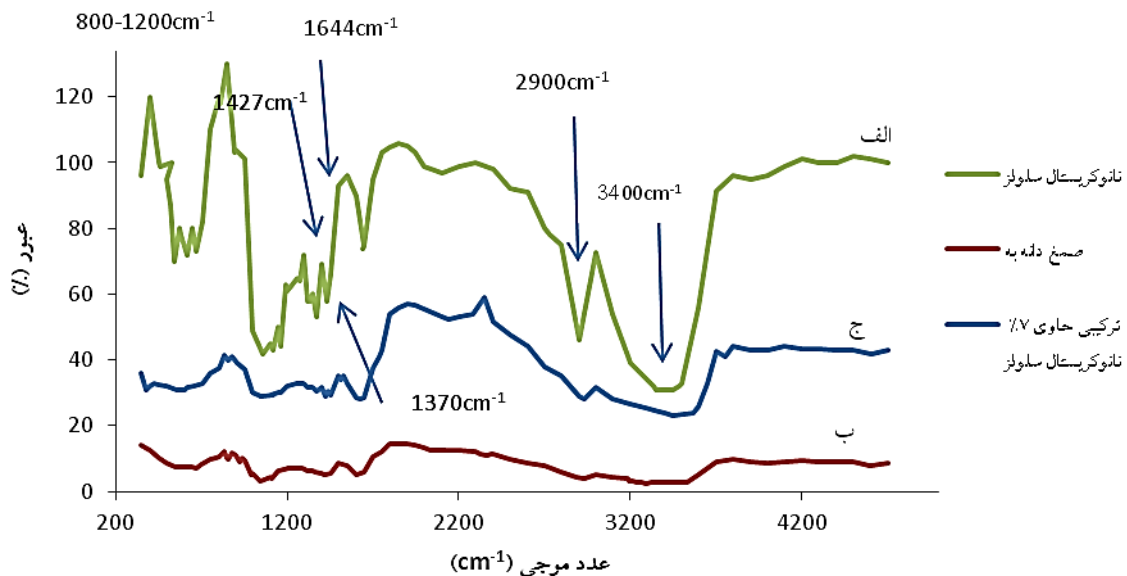


شکل ۲- نمایش منحنی‌های DSC فیلم خالص صمغ نانوکریستال سلولز (الف)، دانه به (ب)، نانو کامپوزیت حاوی صمغ دانه به و ۷ درصد نانوکریستال سلولز (ج).

جدول ۴- ویژگی‌های حرارتی برای نمونه‌های مختلف فیلم

نمونه	دمای انتقال شیشه‌ای (°C)	ظرفیت گرمایی ویژه (J/gK)	دمای آغازین (°C)	دمای میانی ذوب (°C)	دمای پایانی (°C)
نانوکریستال سلولز	۸۱	۰/۲۱۶	۲۰۴/۶	۲۶۸/۶	۳۱۲/۳
فیلم صمغ دانه به	-۳۱	۰/۳۳۱	۱۳۳/۵	۱۴۴/۸	۱۹۴/۳
فیلم ترکیبی حاوی ۷ درصد نانوسلولز	۱۲/۲	۰/۲۱۶	۲۱۹/۶	۱۶۴/۶	۲۶۴/۳

۱۰۰



شکل ۳- نمایش طیف FT-IR فیلم خالص صمغ نانوکریستال سلولز (الف)، دانه به (ب)، نانو کامپوزیت حاوی صمغ دانه به و ۷ درصد نانوکریستال سلولز (ج).



نانوکریستال‌ها موجب کاهش حلالیت فیلم‌ها گردید. در واقع گزارش گردیده است اگرچه که نانوکریستال سلولز دارای قطبیت بالایی می‌باشد اما به علت برخورداری از ساختار بلوری، آب‌دوستی کمتری در مقایسه با ماتریس پلیمری داشته و این امر موجب کاهش حلالیت فیلم‌های بر پایه صمغ دانه به گردیده است (Ghanbarzadeh and Noushivani, 2013). علاوه بر این گزارش شده است که وقتی نانوموادمانند نانوکریستال سلولز یا نانورس به ماتریس پلیمری افزوده می‌شوند به دلیل نسبت منظر بالای نانومواد، تعداد برهمکنش‌های بین نانومواد و زنجیره‌های پلیمر افزایش یافته که باعث استحکام بیشتر فیلم‌های تولیدی می‌گردد (de Azeredo, 2009). این امر در نهایت باعث کاهش حلالیت در آب فیلم‌های تولیدی می‌شود. نتایج حاصل از تحقیق حاضر هم راستا با نتایج Atef و همکاران (۲۰۱۴) می‌باشد و این محققین نیز گزارش نمودند که افزودن نانوکریستال سلولز موجب کاهش حلالیت نمونه‌های فیلم بر پایه پلی ساکارید آگار گردید.

**نفوذپذیری به بخار آب:** از آن جایی که در صنعت غذا عملکرد اصلی بسته‌بندی ممانعت و یا حداقل کاهش انتقال رطوبت بین ماده غذایی و محیط اطراف است، نفوذپذیری به بخار آب باید تا حد امکان در آنها کاهش یابد (Bourtoom, 2008). نتایج بررسی نفوذپذیری به بخار آب فیلم‌ها نشان داد که افزایش میزان نانوکریستال به میزان جزئی باعث کاهش نفوذپذیری به بخار آب در فیلم‌های ترکیبی تولید شده گردیده است. بیشترین نفوذپذیری به بخار آب مربوط به فیلم تهیه شده از صمغ دانه به به تنهایی بوده است. در کل میزان نفوذپذیری به بخار آب فیلم‌های تولیدی در این مطالعه بالا نبوده است. جدول ۵ به مقایسه ویژگی‌های فیلم تحقیق حاضر در مقایسه با سایر نانوکامپوزیت‌ها می‌پردازد. نفوذپذیری از یک فرایند حلالیت و انتشار تشکیل شده است که در آن بخار آب از یک طرف فیلم نفوذ می‌کند و سپس به سمت دیگر فیلم انتشار می‌یابد. فیلم‌های پلی‌ساکاریدی به علت طبیعت آبدوست بودنشان عمدتاً ممانعت‌کننده ضعیفی نسبت به بخار آب می‌باشند (de Moura et al., 2012). علاوه بر این، گلیسرول نیز که به عنوان نرم‌کننده در ساخت فیلم‌ها

**ضخامت:** همانطور که داده‌های جدول نشان داد با افزایش درصد نانوکریستال، ضخامت فیلم‌های حاصل از صمغ دانه به افزایش یافته و نمونه شاهد دارای کمترین ضخامت بوده است. افزایش جزئی ضخامت فیلم‌ها در اثر افزودن نانوکریستال سلولز می‌تواند ناشی از تشکیل لایه نازکی از نانوسلولز روی فیلم باشد (Dadashi et al., 2012). در کل انتظار می‌رود که نانوکریستال‌های سلولز با توجه به قطر کوچکشان تأثیر چندانی بر ضخامت نداشته باشند اما ممکن است که به دلیل ماهیت هیدروفیلی ضعیف این نانوماده و قرارگیری در بین زنجیره‌های پلیمر منجر به انبساط پلیمر گردند. همچنین گزارش شده است که نانوکریستال‌های سلولز به دلیل افزایش محتوای جامد، موجب افزایش ضخامت فیلم‌های بر پایه پلی وینیل الکل گردیدند (Kord et al., 2016). نتایج حاصل از این تحقیق هم راستا با نتایج Kord و Roohani (۲۰۱۵) در افزودن نانوکریستال سلولز و همچنین نانوذرات رس به فیلم حاصل از پلی لاکتیک اسید و Dadashi و همکاران (۲۰۱۲) در افزودن میکروکریستال‌های سلولز<sup>۱</sup> به فیلم‌های بر پایه زیست پلیمر پلی لاکتیک اسید بود.

**رطوبت فیلم‌ها:** افزودن نانوکریستال سلولز موجب کاهش رطوبت فیلم‌های بر پایه صمغ دانه به گردید. این مساله می‌تواند احتمالاً مربوط به ماهیت کمتر آب دوستی نانوکریستال سلولز در مقایسه با صمغ دانه به و تشکیل برهمکنش‌های قوی هیدروژنی بین اجزای ماتریس و ماده پرکننده باشد. کاهش تعداد پیوندهای هیدروژنی بین مولکولی در اثر تجمع نانوکریستال‌ها درون ماتریکس دانه به در طیف FT-IR فیلم ترکیبی در محدوده عدد موجی ۳۴۰۰ بر سانتی متر نیز قابل مشاهده است (Rhim et al., 2009). این نتایج هم راستا با نتایج Ghanbarzadeh و Noushivani (۲۰۱۳) بوده است. این محققین عنوان نمودند که افزودن نانوکریستال سلولز و نانورس موجب کاهش رطوبت فیلم‌های آلیاژی نشاسته-پلی وینیل الکل گردید.

**حلالیت فیلم‌ها:** حلالیت در آب یک ویژگی مهم حساسیت آب فیلم‌های خوراکی است. بر مبنای داده‌های جدول ۱ افزودن نانوکریستال‌های سلولز تأثیر معنی‌داری بر رطوبت داشته است ( $p < 0.05$ ) به طوری که افزودن

<sup>1</sup> MicrocryStalline Cellulose (MCC)

(۲۰۱۵) بترتیب کاهش نفوذپذیری به بخار آب فیلم‌های نشاسته سیب‌زمینی، پلی‌لاکتیک اسید و ژلاتین را با افزودن نانوذرات اکسید روی، نانوکریستال‌های سلولز و نانوفیبرهای سلولز گزارش نمودند. همچنین محققین گزارش نمودند که نفوذپذیری فیلم‌ها به بخار آب تحت تأثیر ضخامت آن‌ها نیز می‌باشد و با افزایش ضخامت، مقاومت آن‌ها به بخار آب افزایش می‌یابد (Andrade-Pizarro *et al.*, 2015) که این پدیده مطابق با نتایج مطالعه حاضر می‌باشد که با افزودن نانوکریستال‌های سلولز، فیلم‌های تولیدی دارای ضخامت بیشتری در مقایسه با نمونه شاهد بوده و به تبع آن نفوذپذیری کمتری نیز به بخار آب داشته‌اند.

استفاده می‌شود یک ملکول آب دوست است که می‌تواند بین زنجیره‌های پلیمری مجاور هم به دام بیافتد، تحرک ملکولی را افزایش دهد و مهاجرت بخار آب را راحت‌تر کند. در واقع در اثر افزودن نانومواد به فیلم‌ها، ساختار فشرده‌تری ایجاد می‌گردد که فضای عبور مولکول‌های آب را ناچیز و مسیر نفوذ آن‌ها را دشوارتر می‌کند. در این حالت مولکول‌های نفوذکننده برای عبور از فیلم باید مسیر طولانی‌تری را طی کنند که بدین ترتیب آهنگ انتقال و نفوذ کاهش می‌یابد (Ma *et al.*, 2009). همراستا با نتایج تحقیق حاضر Chahardehi Sirati و همکاران (۲۰۱۸)، Kord و همکاران (۲۰۱۵) و Andrade-Pizarro و همکاران

جدول ۵- مقایسه ویژگی‌های مورد بررسی فیلم تحقیق حاضر با سایر نانوکامپوزیت‌ها

منبع	رطوبت (%)	حلالیت (%)	ضخامت (mm)	Tm (°C)	Tg (°C)	قدرت کششی (MPa)	ازدیاد طول (%)	مدول الاستیک (MPa)	WVP	فرمولاسیون
تحقیق حاضر	۱۸/۸۵	۵۰/۳۶	۰/۰۶۶	۱۴۴/۸	-۳۱	۱۷/۱۸	۲۵/۵۸	۶۹/۹۳	$۸/۳۶ \times 10^{-11}$ (g/m.s.Pa)	QSM <sup>1</sup>
	۱۸/۹۱	۴۳/۶۶	۰/۰۷۲	-	-	۱۷/۶۱	۲۵/۶۵	۹۳/۹۰	۸/۲۹	QSM%۳ / NCC <sup>2</sup>
	۱۸/۱۵	۳۷/۳۲	۰/۰۷۸	-	-	۲۵/۲۲	۲۶/۸۶	۹۴/۱۶	۸/۲۵	QSM%۵ / NCC
	۱۷/۵	۳۵/۵۹	۰/۰۸۵	۱۶۴/۶	۱۲/۲	۲۸/۵۶	۳۳/۸۵	۹۶/۴۹	۷/۸۹	NCC%۷ / QSM
غضنفرزاده و کدیور (۱۳۹۴)	-	-	-	-	-	۲/۲	۲۴	۷۰	$۴ \times 10^{-4}$ (g. m/ m <sup>2</sup> . Pa.s)	WPI <sup>3</sup>
	-	-	-	-	-	۳	۱۷	۹۰	۳/۵	NCC%۲/۵/WPI
	-	-	-	-	-	۴/۲	۱۰	۱۰۰	۲/۵	NCC%۵ /WPI
	-	-	-	-	-	۲/۸	۱۵	۷۵	۲/۵	NCC%۷/۵/WPI
Khan <i>et al.</i> (2012)	-	-	-	-	-	۷۹	۸/۵	۱۶۰۰	۳/۴ (mm.Hg/m <sup>2</sup> .day.kPa)	کیتوزان
	-	-	-	-	-	۸۶	۶	۲۳۰۰	۲/۷۵	NCC%۱ / کیتوزان
	-	-	-	-	-	۹۲	۴/۸	۲۶۰۰	۲/۶	NCC%۳ / کیتوزان
	-	-	-	-	-	۹۸	۴	۲۹۰۰	۲/۴	NCC%۵ / کیتوزان
Jouki <i>et al.</i> (2013)	۱۸/۶۷	۴۷/۶۹	۰/۰۶۳	۱۴۱/۹	-۳۵/۲	۲۱	۲۸	۷۵	$۷/۶۲ \times 10^{-11}$ (g s <sup>-1</sup> m <sup>-1</sup> Pa <sup>-1</sup> )	کیتوزان/۱۰٪ NCC %۳۵/QSM (گلیسرول)
Huq <i>et al.</i> (2012)	-	-	-	-	-	۵۷	۱۰	۱/۸	۵/۵ (g.mm/m <sup>2</sup> .day.kPa)	آلژینات
	-	-	-	-	-	۶۵	۸	۲	۴/۷	NCC%۱ / آلژینات
	-	-	-	-	-	۷۰	۶/۸	۲/۴۵	۴/۵	NCC%۳ / آلژینات
	-	-	-	-	-	۷۷	۶	۳/۲	۳/۷	NCC%۵ / آلژینات
Atef <i>et al.</i> (2014)	-	۲۲/۲۱	۰/۰۶۷	-	-	۱۸/۲۱	۱۸/۹۱	۱۱۶/۹۷	$۱/۶۴ \times 10^{-10}$ (g/m <sup>2</sup> s Pa)	آگار
	-	۱۹/۳۹	۰/۰۶۸	-	-	۲۲/۸۸	۱۶/۶۴	۱۳۳/۴۲	۱/۸۳	آگار / %۲/۵ NCC
	-	۱۷/۹۴	۰/۰۷۷	-	-	۲۰/۷۷	۲۲/۲۵	۹۳/۴۴	۲/۰۹	آگار / %۵ NCC
	-	۱۷/۶۴	۰/۰۷۷	-	-	۱۹/۵۶	۲۲/۳۸	۸۷/۴۶	۱/۸۴	آگار / %۱۰ NCC

<sup>1</sup> Quince Seed Mucilage (QSM)<sup>2</sup> Nanocrystalline Sellulose (NCC)<sup>3</sup> Whey Protein Isolate (WPI)

با تغییر در غلظت مواد تشکیل دهنده، خصوصیات مکانیکی فیلم تحت تأثیر قرار می‌گیرد (Guilbert *et al.*, 1995). در واقع ذرات نانوکریستال سلولز به‌عنوان عوامل تقویت کننده<sup>۱</sup> در فیلم صمغ دانه به عمل می‌کنند و بنابراین فیلم‌های حاوی نانوکریستال سلولز مقاومت کششی بالاتری نسبت به نمونه کنترل دارند. در یک مطالعه دیگر نیز مشخص گردید که افزودن نانوکریستال موجب بهبود قدرت کششی فیلم‌های بر پایه کیتوزان گردید که این افزایش قدرت کششی می‌تواند به دلایل مختلفی باشد مانند برهمکنش مطلوب بین نانوکریستال و پلیمر و همچنین انتقال موثرتر نیرو در حضور نانوکریستال سلولز (Khan *et al.*, 2010). Lee و همکاران (۲۰۰۹) نیز مشاهده کردند که ویژگی‌های کششی فیلم‌های کامپوزیتی بر پایه پلی وینیل الکل بطور معنی‌داری با افزودن نانوکریستال سلولز بهبود یافت. Chang و همکاران (۲۰۱۰) اثر تقویت کنندگی نانوکریستال سلولز در فیلم نشاسته‌ای پلاستیسایز شده با گلیسرول را گزارش کردند.

افزایش مودول الاستیک فیلم‌های نانوکامپوزیتی به افزایش سفتی فیلم‌ها با افزودن نانوکریستال سلولز نسبت داده می‌شود (Huq *et al.*, 2012). در واقع ذرات نانوکریستال سلولز به‌عنوان عوامل تقویت کننده در فیلم‌های صمغ دانه به عمل می‌کنند. Kord و Roohani (۲۰۱۵) نیز گزارش نموده اند که افزودن نانوکریستال سلولز به ماده زمینه پلی لاکتیک اسید موجب افزایش مقاومت کششی و مودول الاستیسیته فیلم‌ها گردید. Khan و همکاران (۲۰۱۰) عنوان کردند که ویژگی‌های مکانیکی بجز افزایش طول، بطور معنی‌داری با افزودن نانوکریستال سلولز به فیلم‌های متیل سلولز بهبود یافت. در غلظت پایین (۵٪) نانوکریستال سلولز می‌توانست به خوبی در ماتریکس آلزینات پخش شود که موجب افزایش ویژگی‌های مکانیکی (مقاومت کششی و مودول کششی) نانوکامپوزیت شد، ولی در غلظت بالا نانوکریستال سلولز (۸٪) آگومریزه شده که موجب کاهش ویژگی‌های مکانیکی فیلم حاصل گشت.

درصد ازدیاد طول در نقطه پارگی که نشان دهنده میزان انعطاف‌پذیری فیلم می‌باشد، با افزودن نانوکریستال سلولز میزان افزایش درصد ازدیاد طول افزایش یافت هرچند این افزایش معنی‌دار نبود. هم راستا با نتایج تحقیق

**رنگ فیلم‌ها:** در صنعت بسته‌بندی، رنگ ماده بسته‌بندی اهمیت بسیاری دارد، چرا که به‌عنوان پایه ماده جدید تولیدی است و در پذیرش آن توسط مصرف‌کننده اثر بسزایی دارد (Dadashi *et al.*, 2012). از این رو در مطالعه حاضر فاکتورهای رنگی فیلم‌های تولیدی شامل  $L^*$ ،  $a^*$  و  $b^*$  بررسی گردید. نتایج از نظر شاخص روشنایی  $L^*$  (مقادیر از ۰ تا ۱۰۰ درصد افزایش می‌یابد)؛ قرمزی تا سبزی  $a^*$  (۶۰ تا منفی ۶۰)؛ زردی تا آبی رنگی  $b^*$  (۶۰ تا منفی ۶۰)، بر طبق سیستم CIELab بیان شدند. با افزایش میزان نانوکریستال سلولز از میزان فاکتور رنگی  $L^*$  کاسته شده، در حالی که میزان فاکتور رنگی  $b^*$  و  $a^*$  افزایش یافته است. هم‌راستا با نتایج تحقیق حاضر محققین دیگر نیز گزارش نمودند که افزودن نانومواد به فیلم‌ها باعث تغییر خصوصیات رنگی آن‌ها گردید. شاخص  $b^*$  فیلم‌های بر پایه پلی لاکتیک اسید در اثر افزودن نانوکریستال سلولز روند افزایشی داشت که نشان دهنده افزایش مقدار رنگ زرد و کاهش رنگ آبی نانوکامپوزیت‌های حاصل بود (Dadashi *et al.*, 2012). Alboofetileh و همکاران (۲۰۱۷) عنوان نمود که افزودن نانوذرات رس به فیلم‌های آلزینات سدیم موجب افزایش زردی رنگ نمونه‌های فیلم گشت.

**ویژگی‌های مکانیکی فیلم‌ها:** ویژگی‌های مکانیکی مختلف شامل مودول الاستیک، ازدیاد طول در نقطه شکست (درصد کشش در نقطه پارگی) و قدرت کششی فیلم‌های تولیدی در این مطالعه مورد بررسی قرار گرفت. درصد کشش در نقطه پارگی، حداکثر افزایش طول فیلم تا نقطه پاره شدن در اثر اعمال تنش کششی را نشان می‌دهد و معمولاً بر حسب میلی‌متر بیان می‌شود. این پارامتر میزان انعطاف‌پذیری فیلم را نشان می‌دهد. یکی دیگر از فاکتورهای مهم فیلم مودول الاستیک می‌باشد که نسبت تنش به کرنش می‌باشد. قدرت کششی نیز مقاومت فیلم‌ها در برابر کشش را نشان می‌دهد (Salarbashi *et al.*, 2015). نتایج مطالعه حاضر نشان داد که با افزایش میزان نانوکریستال سلولز در فرمولاسیون فیلم، هر سه ویژگی مکانیکی افزایش یافته اند و در واقع نانوکریستال سلولز موجب بهبود خصوصیات مکانیکی فیلم‌های بر پایه صمغ دانه به گردید. خواص مکانیکی فیلم‌های خوراکی معمولاً تحت تأثیر فرمولاسیون و غلظت مواد اولیه است و

<sup>1</sup> Reinforcement

حاضر، Dadashi و همکاران (۲۰۱۲) نیز گزارش نمودند که افزودن میکروکریستال‌های سلولز موجب افزایش استحکام کششی و ازدیاد طول تا پارگی در فیلم‌های بر پایه پلی‌لاکتیک اسید گردیده است. در واقع افزودن نانوکریستال به فیلم‌ها موجب می‌شود تا تنش به طور یکنواخت در فیلم توزیع شده و از این رو خصوصیات مکانیکی فیلم‌ها بهبود می‌یابد (Dadashi et al., 2012). همچنین محققین دیگر نیز عنوان نموده‌اند که رطوبت فیلم‌ها نیز می‌تواند بر خصوصیات مکانیکی آن‌ها اثر گذار باشد، در واقع آب یک ماده پلاستی‌سایزر همیشگی و غیرقابل کنترل در فیلم‌های تولید شده از هیدروکلونیدها بوده و توانایی اصلاح ساختار پلیمرهای طبیعی را دارا می‌باشد. برای مثال محققین عنوان نمودند که میزان کمتر آب در فیلم‌ها موجب افزایش تنش و کاهش کرنش در فیلم‌ها می‌گردد ( Hosseini et al., 2011).

#### ویژگی‌های حرارتی نمونه‌های فیلم: با توجه به

شکل ۲ دو پدیده اندوترمیک (گرمازا) طی حرارت‌دهی نمونه‌ها در دستگاه گرماسنجی روبشی افتراقی مشاهده می‌شود که پیک اول مربوط به انتقال فاز شیشه‌ای به لاستیکی و پیک دوم مربوط به دمای ذوب نمونه‌ها می‌باشد. بطور کلی دمای انتقال شیشه‌ای به ویژگی‌های نواحی آمورف و دمای ذوب به ویژگی‌های نواحی کریستالی بستگی دارد که لزوماً این دو دما با هم افزایش یا کاهش نمی‌یابند (Noshirvani et al., 2012). با توجه به جدول ۴ اول دمای انتقال شیشه‌ای برای نانوکریستال سلولز ۸۱/۲ و برای فیلم صمغ دانه به خالص برابر با ۳۱/۱- درجه سلسیوس می‌باشد که افزودن نانوکریستال سلولز موجب افزایش دمای انتقال شیشه‌ای فیلم‌ها به ۱۲/۲ درجه سلسیوس و در نتیجه سفت‌تر<sup>۱</sup> شدن فیلم گردید که تاثیر مثبتی است. این تغییر به برهمکنش‌های هیدروژنی بین پلیمر و نانوکریستال سلولز نسبت داده می‌شود که سیالیت منطقه‌ای زنجیره‌های پلیمر را محدود ساخته و از این طریق موجب افزایش دمای انتقال شیشه‌ای می‌گردد (George and Siddaramaiah, 2012). در تحقیقی مشابه افزایش دمای انتقال شیشه‌ای فیلم‌های بر پایه ژلاتین و پلی‌ساکارید آرد سویا بترتیب با افزودن نانوکریستال سلولز و نانوذرات رس مشاهده شد ( Salarbashi et al., 2015; George

and Siddaramaiah, 2012). Salarbashi و همکاران (۲۰۱۵) در توجیه این پدیده عنوان نمودند که الحاق نانوذرات رس به فیلم پلی‌ساکاریدی باعث ورود زنجیره‌های پلیمری به درون صفحات لایه‌ای رس شده و حرکات موضعی زنجیره‌ها را کم نموده است. کاهش حرکات موضعی به دلیل کاهش حجم آزاد بین زنجیره‌های پلیمری در اثر افزایش نیروی بین مولکولی جذب‌کننده است که باعث می‌شود زنجیره مولکولی پرتراکم‌تر و نفوذناپذیرتر شود (Xu et al., 2006).

پیک پهن اندوترمیک (گرمازا) (پیک دوم) که بیانگر ذوب نواحی نیمه بلوری در فیلم پایه پلی‌ساکاریدی است، در صمغ دانه به دارای دمای آغازین ۱۳۳/۵ و دمای پایانی ۱۹۴/۳ درجه سانتی‌گراد بود. این قسمت متناظر با ذوب شدن نواحی متراکم‌تر کریستالی با دمای میانی ذوب ۱۴۴/۸ درجه سانتی‌گراد است. این نتایج همراستا با نتایج تحقیقات دیگر می‌باشد که دمای ذوب صمغ دانه به را ۱۴۱/۹ درجه سلسیوس عنوان نمودند ( Jouki et al., 2014). با افزودن ۷٪ نانوکریستال سلولز این دما به ۱۶۴/۶ درجه سلسیوس افزایش یافت. این مشاهدات نشان دهنده افزایش پایداری حرارتی پلیمر صمغ دانه به با الحاق نانوذرات می‌باشد، از آنجا که وجود نانوکریستال سلولز در ماتریکس شبکه پلیمری می‌تواند موجب افزایش نظم، فشردگی و سطوح کریستالی گردید (Atef et al., 2014). بعلاوه در منحنی فیلم ترکیبی حاوی صمغ دانه به و نانوکریستال سلولز نیز دو پیک ذوب ظاهر گردید که احتمالاً بیانگر آن است که توزیع نانوکریستال‌های سلولز در بستر پلیمری فیلم چندان یکنواخت نمی‌باشد که موجب شده دو نقطه ذوب مجزا در فیلم ترکیبی نزدیک به نقطه ذوب پلیمرهای اولیه دیده شود.

#### طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوری: تحقیقات

نشان داده که می‌توان برهمکنش‌های موجود در فیلم‌های کمپوزیتی را با استفاده از طیف FT-IR شناسایی نمود ( Qu et al., 2010). در نمودار مربوط به نانوکریستال سلولز (شکل ۳-الف) پیک موجود در محدوده ۳۴۰۰ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات کششی گروه‌های هیدروکسیل، پیک در ۲۹۰۰ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات کششی گروه‌های

<sup>1</sup> Rigid

زمینه فیلم‌های ترکیبی نانوکریستال سلولز/پلی وینیل الکل می‌باشد (Kumar *et al.*, 2013). بر اساس یافته‌های آن‌ها در طیف FT-IR فیلم بایونانوکامپوزیت نانوکریستال سلولز و پلی وینیل الکل باندهای شدیدی از هر دوماه مشاهده شد که بیانگر مخلوط شدن فیزیکی پلیمرها بود.

### نتیجه‌گیری

نتایج این پژوهش نشان داد که نانوکریستال سلولز به عنوان یک عامل تقویت کننده خوب درصمغ دانه به عمل می‌کند. با الحاق نانوکریستال سلولز بهبود ویژگی‌های مکانیکی نظیر قدرت کششی، ازدیاد طول در نقطه شکست و مدول الاستیک بدلیل تشکیل یک شبکه پیوسته و برهمکنش خوب میان دو پلیمر صورت گرفت. بعلاوه کاهش معنی‌دار حلالیت در آب و نفوذپذیری به بخار آب (در غلظت ۷٪) در مقایسه با فیلم خالص دانه به مشاهده گردید. در رنگ سنجی فیلم‌های تولیدی با افزایش درصد نانوکریستال سلولز روشنایی فیلم‌ها کاهش و زردی آنها بصورت معنی‌دار افزایش یافت. طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR) نیز نشان دهنده تغییرات ساختاری و برهمکنش‌های بین پلیمرها در فیلم‌های ترکیبی حاصل بوده است. بنابر نتایج این تحقیق صمغ حاصل از دانه به قابلیت تشکیل فیلم‌های خوراکی جهت نگهداری مواد غذایی را دارا می‌باشد که استفاده از غلظت مناسب نانوکریستال سلولز می‌تواند موجب بهبود خصوصیات مکانیکی و ممانعتی آن شود. این مساله چشم اندازه‌های استفاده از این پوشش را برای بسته‌بندی گوشت و محصولات گوشتی بصورت اسپری و غوطه‌وری فراهم می‌سازد که باید در تحقیقات آینده مورد بررسی بیشتری قرار گیرد.

### منابع

- Abdollahi, M., Alboofetileh, M., Rezaei, M. & Behrooz, R. (2013). Comparing physico-mechanical and thermal properties of alginate nanocomposite films reinforced with organic and/or inorganic nanofillers. *Food Hydrocolloids*, 32, 416–424.
- Alboofetileh, M., Rezaei, M., Hosseini, H. & Abdollahi, M. (2017). Improving physical and mechanical properties of sodium

CH<sub>3</sub> و پیک موجود در عدد موجی<sup>۱</sup> ۱۶۴۴ نیز بیانگر ارتعاشات خمشی گروه‌های هیدروکسیل آب جذب شده می‌باشد زیرا که حذف کامل آب جذب شده به مولکول‌های سلولز بسیار دشوار است. پیک موجود در ناحیه ۱۴۲۷ بر سانتی‌متر مربوط به گروه‌های کربوکسیل، پیک موجود در ناحیه ۱۳۷۰ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات خمشی CH<sub>2</sub>، پیک موجود در عدد موجی ۱۰۵۸ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات کششی CO و پیک موجود در ناحیه ۸۹۶ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات خمشی CH و کششی CH<sub>2</sub> می‌باشد که این پیک مربوط به ساختار آمورف نانوکریستال‌های سلولز است (Qu *et al.*, 2010).

در نمودار مرتبط با فیلم صمغ دانه به (شکل ۳-ب) پیک‌های متفاوتی وجود دارد. پیک ایجاد شده در عدد موجی حدود ۳۵۰۰ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات کششی گروه هیدروکسیل، پیک محدوده ۲۹۳۵ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات C-H (به سه شکل CH<sub>3</sub> و CH<sub>2</sub>، CH)، پیک ظاهر شده در ناحیه ۱۶۰۲ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات کششی نامتقارن گروه‌های هیدروکسیل و پیک ایجاد شده در عدد موجی ۱۴۱۸ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات کششی متقارن گروه‌های کربوکسیل می‌باشد. پیک‌های ایجاد شده در محدوده عدد موجی ۸۰۰ الی ۱۲۰۰ بر سانتی‌متر نیز معروف به ناحیه اثرانگشت بوده و برای ترکیبات مختلف منحصر به فرد می‌باشد (Jouki *et al.*, 2014).

در طیف FT-IR فیلم ترکیبی (شکل ۳-ج) پیک‌های مربوط به هردو ماده نانوکریستال سلولز و صمغ دانه به مشاهده می‌گردند که بیانگر مخلوط شدن فیزیکی این دو ترکیب می‌باشند. برهمکنش بین نانوکریستال‌های سلولز و پلیمرهای بستر فیلم گروه‌های عاملی جدیدی را ایجاد نمی‌کند که باعث ایجاد پیک جدید در طیف FT-IR شود. اما با تشکیل کامپوزیت، شدت برخی پیک‌ها افزایش می‌یابد که در محدوده عدد موجی ۳۴۰۰ بر سانتی‌متر قابل مشاهده است. این مساله ممکن است بدلیل تعداد کم پیوندهای هیدروژنی بین مولکولی در اثر تجمع نانوکریستال‌ها درون ماتریکس دانه به باشد که از این رو اتصالات بین سطحی همگن کاهش یافته است. این یافته‌ها هم راستا با نتایج محققین دیگر مانند پژوهش انجام گرفته در

<sup>1</sup> Wavenumber (cm<sup>-1</sup>)

alginate films with clay nanoparticles. Food Science and Technology, 14(5), 313-321 [In Persian].

Andrade-Pizarro, R. D., Skurtys, O. & Osorio-Lira, F. (2015). Effect of cellulose nanofibers concentration on mechanical, optical, and barrier properties of gelatin-based edible films. Dyna, 82(191), 219-226.

Angles, M. N. & Dufresne, A. (2000). Plasticized Starch/Tunicin Whiskers Nanocomposites. 1. Structural Analysis. Macromolecules, 33, 8344-8353.

AOAC. (1990). Official methods of analyses: 14th Ed., Association of official analytical chemists: Washington. DC. USA.

Atef, M., Rezaei, M. & Behrooz, R. (2014). Preparation and characterization agar-based nanocomposite film reinforced by nanocrystalline cellulose. International Journal of Biological Macromolecules, 70, 537-544.

Bourtoom, T. (2008). Edible films and coatings: characteristics and properties. International Food Research Journal, 15(3), 237-248.

Chahardehi Sirati, Z., Movahedi, F. & Aminifar, M. (2018). Improvement of the Mechanical and Barrier Properties of Potato Starch-based Films using ZnO Nanoparticles & its Application in Iranian Sour Cherry Packaging. Food Science and Technology, 14(11), 215-229 [In Persian].

Chang, P. R., Jian, R., Yu, J. & Ma, X. (2010). Fabrication and characterisation of chitosan nanoparticles/ plasticised-starch composites. Food Chemistry, 120(3), 736-740.

Chen, G., Dufresne, A., Huang, J. & Chang, P. R. (2009). A Novel Thermoformable Bionanocomposite Based on Cellulose Nanocrystal-graft-Poly( $\epsilon$ -caprolactone). Macromolecular Materials and Engineering, 294, 59-67.

Cui, W. & Mazza, G. (1996). Physicochemical characteristics of flaxseed gum. Food Research International, 29, 397-402.

Dadashi, S., Mousavi, M., Emam D-Jomeh, Z. & Oromiehie, A. (2012). Films based on Poly (lactic acid) biopolymer: effect of clay and cellulosic nanoparticles on their physical, mechanical and structural properties. Iranian Journal of Polymer Science and Technology, 25(2), 127-136.

de Azeredo, H. M. (2009). Nanocomposites for food packaging applications. Food Research International, 42(9), 1240-1253.

de Mesquita, J. P., Donnici, C. L., Teixeira, I. F. & Pereira, F. V. (2012). Bio-based nanocomposites obtained through covalent linkage between chitosan and cellulose nanocrystals. Carbohydrate Polymer, 90, 210-217.

de Moura, M. R., Mattoso, L. H. C. & Zucolotto, V. (2012). Development of cellulose-based bactericidal nanocomposites containing silver nanoparticles and their use as active food packaging. Journal of Food Engineering, 109, 520-524.

Ekrami, M. & Emam Jomeh, Z. (2016). Effect of stearic acid on thermal, barrier and morphological properties of salep-based edible film. Food Science and Technology, 13 (9), 161-171 [In Persian].

George, J. & Siddaramaiah, H. (2012). High performance edible nanocomposite films containing bacterial cellulose nanocrystals. Carbohydrate Polymer, 87(3), 2031-2037.

Ghanbarzadeh, B. & Noushirvani, N. (2013). Comparing the microstructure, topography and surface hydrophilicity of starch polyvinyl alcohol based films containing nanoclay and cellulose nanocrystal. Iranian Journal of Biosystems Engineering, 44(1), 87-100 [In Persian].

Guilbert, S., Gontard, N. & Cuq, B. (1995). Technology and applications of edible protective films. Packaging Technology and Science, 8(6), 339-346.

Hosseini, S. M. H., Razavi, S. H. & Mousavi, S. M. A. (2011). Studies on physical, mechanical, antibacterial and microstructural properties of chitosan edible films containing thyme and cinnamon essential oils. Electronic Journal of Food Processing and Preservation, 1(2), 47-68 [In Persian].

Huq, T., Salmieri, S., Khan, A., Khan, R. A., Le Tien, C., Riedl, B., Fraschini, C., Bouchard, J., Uribe-Calderon, J., Kamal, M. R. & Lacroix, M. (2012). Nanocrystalline cellulose (NCC) reinforced alginate based biodegradable nanocomposite film. Carbohydrate Polymer, 90(4), 1757-1763.

Jouki, M., Yazdi, F. T., Mortazavi, S. A. & Koocheki, A. (2013). Physical, barrier and antioxidant properties of a novel plasticized edible film from quince seed mucilage. International Journal of Biological Macromolecules, 62, 500-507.

Jouki, M., Mortazavi, S.A., Tabatabaei Yazdi, F., Koocheki, A. & Khazaei, N. (2014). Use of quince seed mucilage edible films

containing natural preservatives to enhance physico-chemical quality of rainbow trout fillets during cold storage. *Food Science and Human Wellness*, 3, 65–72.

Jouki, M., Yazdi, F. T., Mortazavi, S. A. & Koocheki, A. (2014). Quince seed mucilage films incorporated with oregano essential oil: physical, thermal, barrier, antioxidant and antibacterial properties. *Food Hydrocolloids*, 36, 9-19.

Jung, H. & Gennadios, A. (2006). *Innovations in Food Packaging*, CRC press, New York, pp 57–81.

Khan, A., Khan, R. A., Salmieri, S., Le Tien, C., Riedl, B., Bouchard, J., Chauve, G., Tan, V., Kamal, M. R. & Lacroix, M. (2012). Mechanical and barrier properties of nanocrystalline cellulose reinforced chitosan based nanocomposite films. *Carbohydrate Polymer*, 90(4), 1601-1608.

Khan, R.A., Salmieri, S., Dussault, D., Uribe-Calderon, J., Kamal, M. R., Safrany, A. & Lacroix, M. (2010). Production and properties of nanocellulose-reinforced methylcellulose-based biodegradable films. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58, 7878–7885.

Kord, B., Malekian, B., Yousefi, H. & Najafi, A. (2016). Preparation and characterization of nanofibrillated cellulose/poly (vinyl alcohol) composite films. *Maderas: Ciencia y Tecnología*, 18(4), 743 – 752.

Kord, B. & Roohani, M. (2015). Morphological, mechanical and barrier properties of polylactic acid/cellulose nanocrystal/nanoclay composite films. *Wood & Forest Science and Technology*, 21(4), 41-60 [In Persian].

Kumar, A., Negi, Y. S., Bhardwaj, N. K. & Choudhary, V. (2013). Synthesis and characterization of cellulose nanocrystals/PVA based bionanocomposite. *Advanced Materials Letters*, 4(8), 626-631.

Lee, S. Y., Mohan, D. J., Kang, I. A., Doh, G. H., Lee, S. & Han, S. O. (2009). Nanocellulose reinforced PVA composite films: effects of acid treatment and filler loading. *Fiber Polymer*, 10(1), 77-82.

Lin, N., Huang, J., Chang, P.R., Feng, J. & Yu, J. (2011). Surface acetylation of cellulose nanocrystal and its reinforcing function in poly (lactic acid). *Carbohydrate Polymer*, 83, 1834–1842.

Lin, S., Huang, J., Chang, P. R., Wei, S., Xu, Y. & Zhang, Q. (2013). Structure and mechanical properties of new biomass-based nanocomposite: castor oil-based polyurethane reinforced with acetylated cellulose nanocrystal. *Carbohydrate Polymer*, 95, 91–99.

Ma, X., Chang, P. R., Yang, J. & Yu, J. (2009). Preparation and properties of glycerol plasticized-pea starch/zinc oxide-starch bionanocomposites. *Carbohydrate Polymer*, 75(3), 472-478.

Moghbel, A. & Tayebi, M. (2015). Quince Seeds Biopolymer: Extraction, Drying Methods and Evaluation. *Jundishapur Journal of Natural Pharmaceutical Products*, 10(3), e25392.

Noshirvani, N., Ghanbarzadeh, B. & Entezami, A. A. (2012). The microstructure and physical properties (permeability, mechanical and thermal properties) of starch/polyvinyl alcohol/nanoclay based nanocomposite films. *Iranian Food Science and Technology Research Journal*, 8(1), 49-59 [In Persian].

Qu, P., Gao, Y., Wu, G. & Zhang, L. (2010). Nanocomposites of poly (lactic acid) reinforced with cellulose nanofibrils. *BioResources*, 5(3), 1811-1823.

Rhim, J. W., Hong, S. I. & Ha, C. S. (2009). Tensile, water vapor barrier and antimicrobial properties of PLA/nanoclay composite films. *LWT-Food Science Technology*, 42(2), 612-617.

Salarbashi, D., Mortazavi, S. A., Shahidi Noghabi, M., Fazly Bazzaz, B. S.,

Sedaghat, N., Ramezani, M. & Shahabi-Ghahfarrokhi, I. (2015). Investigation the physico-mechanical, structural and thermal properties of films based on soy flour polysaccharide contain cloisite Na+. *Food Science and Technology*, 56(13), 69-79 [In Persian].

Shekarabi, A. S., Oromiehie, A. R., Vaziri, A., Ardjmand, M. & Safekordi, A. K. (2014). Investigation of the effect of nanoclay on the properties of quince seed mucilage edible films. *Food Science & Nutrition*, 2(6), 821–827.

Sothornvit, R. & Krochta, J. M. (2001).

Plasticizer effect on mechanical properties of  $\beta$ -lactoglobulin films. *Journal of Food Engineering*, 50(3), 149-155.

Xu, Y., Ren, X. & Hanna, M. A. (2006).

Chitosan/clay nanocomposite film preparation and characterization. Journal of Applied Polymer Science, 99(4), 1684-1691.

Zanganeh, Z., Sadeghi Mahoonak, A.R., Ghorbani, M., Kashaninjad, M. & Aghajani N.

(2017). Production and evaluation of composite films properties based on quince seed mucilage and whey protein isolate. Iranian Journal of Food Science and Technology, 14(67), 203-211 [In Persian].



# Preparation of Composite Films from Quince Seed Mucilage and Nanocrystalline Cellulose and Studying their Properties

T. Beyzavi<sup>a</sup>, S. Ansari<sup>b\*</sup>, N. Danesh<sup>a</sup>

<sup>a</sup> M.Sc. Graduated student, Department of Food Science and Technology, Kazerun Branch, Islamic Azad University, Kazerun, Iran.

<sup>b</sup> Assistant Professor, Department of Food Science and Technology, Kazerun Branch, Islamic Azad University, Kazerun, Iran

Received: 26 January 2019

Accepted: 2 June 2019

## Abstract

12

**Introduction:** Today, different methods are being used to improve the properties of edible films; one of the most effective and commonly used ones is using nanometer-sized fillers and the production of polymer nanocomposites. The objective of the present study is to produce quince seed-based nanocomposite film reinforced with nanocrystalline cellulose and to study the properties of the resulting composite film.

**Materials and Methods:** In the first step, the quince seed mucilage was extracted and then, with different concentrations of nanocrystals cellulose (NCC) (3, 5, and 7%) and 35% (w/w) glycerol as plasticizer the nanocomposite film was produced by molding method. Then the physical, mechanical, barrier, thermal and structural properties of the films were examined.

**Results:** Addition of nanocrystals increased the thickness of resulting films but decreased their moisture content, water solubility and water vapor permeability (WVP) to 7.2%, 29.3% and 5.6% when using 7% nanocrystal cellulose. Increasing of nanocrystals concentration in films resulted in an increase in  $a^*$  and  $b^*$  and a decrease in  $L^*$ . Incorporation of nanocrystals also improved the mechanical properties of quince seed gum-based films including tensile strength and young module, whereas elongation at break was not significant. The glass transition temperature of films also was increased by the addition of nanocrystals which was determined by means of differential scanning calorimetry. FT-IR spectra of samples also approved the interaction between nanocrystals and quince seed gum.

**Conclusion:** The produced films exhibited good physical properties, reduced WVP, and enhanced mechanical properties, which are the main properties required for packaging applications.

**Keywords** *Film Properties, Nanocomposite, Nanocrystal Cellulose, Quince Seed Gum.*

\* Corresponding Author: ansari.fse@gmail.com, ansari@kau.ac.ir