



فیلم زیست تخریب پذیر آلزینات سدیم/موسیلایز دانه کتان/نوریوکسین/نانوذرات اکسید تنگستن: بررسی

خواص رنگی، کریستالی، حرارتی، مکانیکی و ضدباکتریایی

حسین دادخواه<sup>۱\*</sup>، سجاد پیرسا<sup>۲</sup>، افشین جوادی<sup>۳</sup>، فروغ محترمی<sup>۲</sup>

۱- گروه علوم و صنایع غذایی، واحد ممقان، دانشگاه آزاد اسلامی، ممقان، ایران.

۲- گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه ارومیه، ارومیه، ایران.

۳- گروه بهداشت مواد غذایی، دانشکده دامپزشکی، علوم پزشکی تبریز، دانشگاه آزاد اسلامی، تبریز، ایران.

## اطلاعات مقاله

## چکیده

### تاریخ های مقاله :

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۱۰/۲۱

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۱۲/۲۰

### کلمات کلیدی:

فیلم زیست تخریب پذیر،

مقاومت حرارتی،

مقاومت مکانیکی،

پلیمرهای ضدباکتریایی و بسته بندی هوشمند.

DOI: 10.22034/FSCT.19.135.31

DOR: 20.1001.1.20088787.1402.20.135.4.0

\* مسئول مکاتبات:

H.d2960050241@gmail.com

در این تحقیق موسیلایز دانه کتان استخراج شده و فیلم مرکب آلزینات سدیم و موسیلایز دانه کتان تهیه شد. از رنگدانه نوریوکسین و نانوذرات اکسید تنگستن ( $WO_3$ ) برای اصلاح ساختار فیلم استفاده شد. خواص رنگی، کریستالی، حرارتی و مکانیکی فیلم ها بررسی شد. همچنین خاصیت ضد باکتریایی فیلم های تهیه شده نسبت به باکتری اشریشیاکلی و استافیلوکوکوس اورئوس بررسی شد. نتایج بدست آمده نشان داد که با افزودن نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوریوکسین شفافیت کاهش یافته است. تاثیر نانوذرات تنگستن در کاهش شفافیت فیلم بیشتر از تاثیر نوریوکسین بوده است. بررسی فاکتور a نشان داد که با افزایش نوریوکسین و نانوذرات اکسید تنگستن این فاکتور افزایش یافت. بررسی فاکتور b نشان داد که با افزایش نوریوکسین و نانوذرات اکسید تنگستن این فاکتور افزایش یافت. با بررسی طیف XRD فیلم خالص موسیلایز/آلزینات مشخص شد که این فیلم دو پیک پهن در ۲ تاهای ۱۰ و ۲۰ درجه نشان می دهد که نشان دهنده ساختار نسبتا آمورف این فیلم می باشد. در فیلم موسیلایز/آلزینات اصلاح شده با نانوذرات اکسید تنگستن پیک های مربوط به نانوذرات کریستالی در ۲ تاهای تقریبی ۲۵، ۳۰، ۳۵، ۴۰، ۵۰، ۵۵ و ۶۵ درجه کاملا مشخص هست که نشان می دهد این نانوذرات ساختار کریستالی فیلم را بهبود بخشیده است. با بررسی منحنی های TGA فیلم ها مشخص شد که نانوذرات اکسید تنگستن و نوریوکسین پایداری حرارتی فیلم را افزایش داده است. بررسی خاصیت ضدباکتریایی فیلم ها نشان داد که افزودن نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوریوکسین خاصیت ضدباکتریایی فیلم را به طور معنی داری ( $p < 0.05$ ) افزایش داده است.

## ۱- مقدمه

در سال های اخیر مشکلات محیط زیستی و آلودگی های زیستی ناشی از پلیمرهای سنتزی و نفتی محققین را به فکر واداشته تا به دنبال جایگزین های مناسب برای این پلیمرها باشند تا ضمن کاهش آلودگی های ناشی از پلیمرهای سنتزی، پلیمرهای جدید با قابلیت های استفاده جدید را ارائه دهند. بر این اساس در سال های اخیر استفاده از پلیمرهای طبیعی به عنوان مواد دوست دار محیط زیست و زیست تخریب پذیر مورد توجه محققین در سراسر دنیا بوده است [۱-۳]. پلیمرهای زیست تخریب پذیر از منابع طبیعی مانند موسیلاژ و صمغ های گیاهی یا منابع حیوانی مانند انواع پروتئین ها تهیه میشوند. پلیمرهای زیست تخریب پذیر و زیست پایه دارای طیف گسترده و دارای کاربردهای زیادی در داروسازی، پزشکی، باغبانی، کشاورزی، لوازم الکترونیکی مصرفی، خودرو، منسوجات و به ویژه بسته بندی هستند [۴-۹].

تخم کتان سرشار از چربی های سالم امگا ۳ و امگا ۶ و فیبرهای غذایی است. از جمله دیگر خواص تخم کتان خاصیت آنتی اکسیدانی بالای آن است. لیگنان (آنتی اکسیدان موجود در موسیلاژ دانه کتان) نوعی فیبر پلی فنلی است که خاصیت آنتی اکسیدانی دارد. تنظیم هورمون ها، سلامت سلولی و خاصیت ضدپیری از ویژگی های لیگنان به شمار می روند. پلی فنل ها به رشد پروبیوتیک ها (میکروارگانیسم های زنده ای که برای سلامتی مفیدند) کمک می کنند و در زدودن مخمرها و قارچ کاندیدا از بدن مؤثرند. لیگنان ها خاصیت ضد میکروبی و ضد ویروسی دارند. بنابراین مصرف منظم آنها می تواند دفعات ابتلای فرد به سرماخوردگی و آنفولانزا را کاهش بدهد. یکی از مهم ترین خواص تخم کتان دارا بودن مقدار بالای موسیلاژ است. موسیلاژ نوعی فیبر با حالت ژله ای و محلول در آب است. موسیلاژ مانع تخلیه ی سریع مواد غذایی از معده به روده ی باریک می شود. در نتیجه خوردن دانه کتان باعث ایجاد احساس سیری طولانی تر شده و سبب می شود تا کالری کمتری مصرف نماییم و منجر به کاهش وزن می شود [۱۰-۱۳].

آلزینات سدیم یک پلی ساکارید خطی مشتق شده از اسید آلزینیک بوده که در دیواره سلولی جلبک های قهوه ای حضور

دارد. آلزینات ها در چند دهه اخیر به دلیل ویژگی های فیزیک و شیمیایی منحصر به فرد و کاربرد های گسترده شان به عنوان یک پلیمر طبیعی، به طور چشمگیری توجه محققان را به خود جلب کرده اند. این ترکیب نمکی مشتق شده از اسید آلزینیک می باشد. این اسید پلی ساکاریدی است که به طور گسترده ای در دیواره های سلولی جلبک های قهوه ای وجود داشته و هنگام هیدراته شدن یک صمغ چسبناک را تشکیل می دهد و قابلیت تشکیل فیلم های پلیمری را دارد. این ماده در محیط های اسیدی و حاوی کلسیم ژل های ارتجاعی را ایجاد می کند و به عنوان یک ماده ژل ساز سرد نیز شناخته شده است؛ چرا که برای ژلی شدن به هیچ گونه حرارتی نیاز ندارد. سدیم آلزینات به دلیل داشتن خاصیت ژلی کنندگی و غلیظ کنندگی به غیر از صنایع غذایی در صنایع داروسازی نیز مورد استفاده قرار می گیرد. البته این ماده به غیر از نقشی که به عنوان یک ماده افزودنی ایفا می کند، کاربرد های دیگری نیز در دنیای پزشکی و داروسازی نیز دارد [۱۴-۱۶].

رنگ آناتو (Annatto) یک چاشنی غذا به رنگ نارنجی است که از دانه های درخت آشپوت که در مناطق گرمسیری در آمریکای جنوبی و مرکزی رشد می کند، استخراج می شود. رنگ آناتو یک رنگ خوراکی طبیعی است که رنگی شبیه به زعفران یا زردچوبه به خوراکی ها می دهد. آناتو شامل بسیاری از ترکیبات گیاهی با خاصیت آنتی اکسیدانی از جمله کاروتنوئیدها، ترپنوئیدها، فلاونوئیدها و توکوتری انولها است. آنتی اکسیدان ها ترکیباتی هستند که می توانند مولکول های بالقوه مضر به نام رادیکال های آزاد را خنثی کنند که در صورت افزایش بیش از حد می توانند به سلول های شما آسیب برسانند. تحقیقات نشان داده است که آسیب ناشی از سطح بالای رادیکال های آزاد به بیماری های مزمنی مانند سرطان ها، اختلالات مغزی، بیماری های قلبی و دیابت منجر خواهد شد. همچنین تحقیقات نشان می دهد این رنگ غذایی ممکن است خاصیت ضد میکروبی داشته باشد. مطالعات آزمایشگاهی نشان داده است که عصاره آناتو از رشد باکتریهای مختلف از جمله *استافیلوکوکوس اورئوس* و *شریشیا کلی* جلوگیری می کند. علاوه بر این، افزودن این رنگ به نان باعث مهار رشد قارچ ها و افزایش ماندگاری نان خواهد شد [۱۷ و ۱۸].

شد. آلزینات سدیم از شرکت تیناکم در تبریز خریداری شد (تبریز، ایران). محلول ۵ درصد نوربیکسین از شرکت آراز کیمیای جهان (تبریز، ایران) تهیه و استفاده شد. سایر ترکیبات شیمیایی مانند سیلیکاژل، سولفات کلسیم، سولفات پتاسیم، ۲،۲-دی فیل-۱-پیکریل هیدرازیل (DPPH) و غیره از شرکت های مرک (آلمان) و آلد ریچ (آمریکا) خریداری و استفاده شدند.

## ۲-۲- استخراج موسیلاژ دانه کتان

جهت استخراج موسیلاژ، دانه کتان با آب مقطر با نسبت ۱ به ۴۰ مخلوط شده و با همزدن (همزن مکانیکی) در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت حرارت داده شد. برای جدا کردن اجزای نامحلول دانه از قسمت موسیلاژی طی دو مرحله از پارچه توری عبور داده شده و موسیلاژها جداسازی شده و تا زمان آزمون‌ها در یخچال در دمای ۰ درجه سانتی گراد نگهداری شد.

## ۲-۳- تهیه فیلم آلزینات سدیم/موسیلاژ دانه

### کتان/نوربیکسین/اکسید تنگستن

جهت تهیه فیلم ها، ۳ گرم موسیلاژ دانه کتان با ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر مخلوط شد، سپس به مدت ۱۵ دقیقه روی هیتر مغناطیسی مگنت دار قرار داده شد و محلول از صافی عبور داده شد. در ادامه ۲ گرم آلزینات سدیم به محلول اضافه شده و ۱۵ دقیقه دیگر نیز روی هیتر مغناطیسی مگنت دار قرار داده شد تا محلول ژله ای یکنواختی تهیه شود. سپس به عنوان نرم کننده ۲ میلی لیتر گلیسرول به محلول فوق اضافه شده و دوباره به مدت ۵ دقیقه هم زده شد. سپس محلول نوربیکسین و اکسید تنگستن مطابق طرح آماری (جدول ۱-الف) به ترتیب به محلول اضافه شده و سپس مواد مخلوط شده ۱۵ دقیقه روی هیتر در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد قرار گرفت. در نهایت مخلوط به مدت ۱۵ دقیقه در دستگاه اولتراسونیک (Hielscher UP400ST, Germany) اولتراسوند شد و سپس به مدت ۵ دقیقه حرارت داده شد. ۳۰ میلی لیتر از محلول تهیه شده بر روی قالب های پلی اتیلنی با قطر ۱۰ سانتی متر ریخته شده و در شرایط محیطی به مدت ۴۸ ساعت خشک شوند. در طی این مدت فیلم های با ضخامت مشخص تهیه شد که در نهایت فیلم های تهیه شده از قالب جدا شده و در کیسه های مخصوص زیپ دار نگهداری شد (شکل ۱-الف).

اکسید تنگستن ترکیب شیمیایی با فرمول  $WO_3$  است. این کریستال جامد به رنگ زرد است. در سال های اخیر، ساختارهای این اکسید به دلیل ویژگیهای منحصر به فرد خود توجه زیادی جلب کرده است. اکسید تنگستن یک ماده همه کاره با مزایای بسیار زیاد از جمله در دسترس بودن و هزینه ساخت پایین است. خواص نیمه هادی مطلوب این ترکیب شیمیایی باعث می شود که به عنوان فوتوکاتالیستی مورد استفاده قرار گیرد. این اکسید فلزی هزینه بسیار پایینی برای تولید دارد، سمیت بسیار کمی برای موجودات زنده ایجاد می کند و با محیط زیست سازگار است. این ویژگی ها همراه با یک پایداری شیمیایی بالا در محدوده pH مربوط به بسیاری از کاربردها و خواص نیمه هادی آن منجر به استفاده بسیار زیاد آن در صنایع مختلف شده است. پودر اکسید تنگستن ( $WO_3$ ) یا نانو ذرات به شکل نانو سیالات یا ذرات اکسید با سطح بالا دارای مغناطیس هستند. فوتوکاتالیست اکسید تنگستن نوعی تابش نور است، این ترکیب شیمیایی در طی واکنش شیمیایی نمی تواند خود را تغییر دهد، اما می تواند سرعت واکنش های شیمیایی را افزایش دهد. فوتوکاتالیست به طور طبیعی با تبدیل شدن به یک کاتالیزور عمل می کند. تحقیقات اخیر خاصیت ضدباکتریایاکسید تنگستن را نیز ثابت کرده است [۱۹ و ۲۰].

با توجه به مشکلات آلودگی محیط زیست ناشی از پلیمرهای سنتزی و با توجه به ویژگی های مفید ذکر شده در مورد پلیمرهای طبیعی، موسیلاژ دانه کتان، آلزینات سدیم، رنگدانه نوربیکسین و اکسید تنگستن، تولید فیلم مرکب از این مواد طبیعی و سودمند بسیار مفید خواهد بود. لذا در این تحقیق فیلم دوست دار محیط زیست از مواد طبیعی با قابلیت ضد میکروبی تهیه شد که میتواند در بسته بندی فعال مواد غذایی استفاده شود و مدت زمان ماندگاری مواد غذایی حساس به فساد میکروبی را افزایش دهد.

## ۲- مواد و روش ها

### ۲-۱- مواد شیمیایی

دانه کتان از فروشگاه گیاهان دارویی (ارومیه، ایران) تهیه شد. پودر نانوذرات اکسید تنگستن از شرکت مرک (آلمان) خریداری

## ۲-۴- اندازه گیری ویژگی های رنگی

برای اندازه گیری فاکتورهای رنگی سیستم خاصی به شکل زیر طراحی شد: اتاقکی از جنس پلاستیک عایق نور در ابعاد  $10 \times 10 \times 20$  سانتی متر طراحی شد که دریچه ای در ابعاد  $1 \times 1$  سانتی متر در قسمت بالای آن تعبیه شده است. این روزنه جهت قرارگیری لنز دوربین تعبیه شده است. فاکتورهای رنگی بر حسب

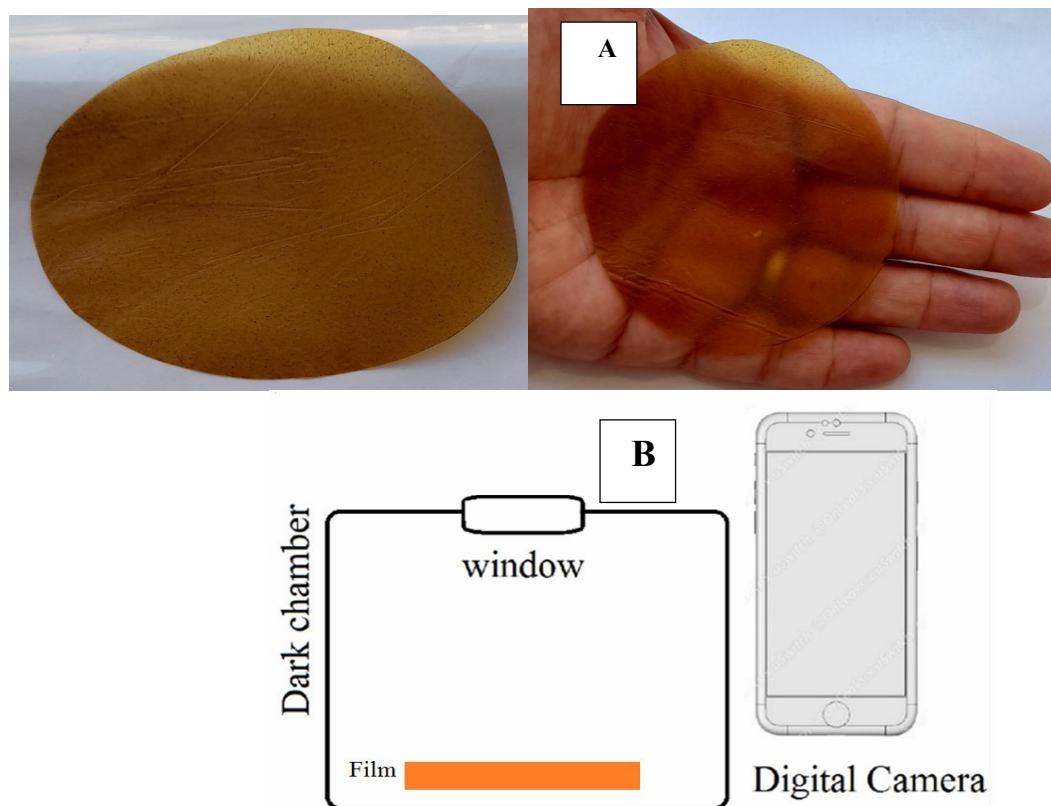


Fig 1 Examples of produced films (A) and film color factor measurement system (B)

شامل ژنراتور اشعه X در ۴۰ کیلو ولت و ۴۰ میلی آمپر می باشد.

## ۲-۶- تجزیه و تحلیل وزن سنجی حرارتی (TGA)

برای بررسی پایداری حرارتی فیلم ها از آزمون TGA توسط آنالایزر حرارتی (Linseis - L81A1750, Germany) استفاده خواهد شد. برای این کار، در ابتدا فیلم ها به صورت نمونه های ۱۰ میلی گرمی تهیه خواهند شد. نمونه های فیلم تحت جو نیتروژن  $50 \text{ cm}^3/\text{min}$  در فنجان های آلومینیومی در

## ۲-۵- اشعه ایکس پراش سنج (XRD)

از تکنیک XRD و با کمک دستگاه اشعه ایکس پراش سنج (Kristalloflex D500, Siemens, Germany) برای بررسی کریستالی یا آمورف ساختار استفاده شد. در این تکنیک در ابتدا نمونه های فیلم در جایگاه مخصوص دستگاه (سل نمونه) قرار داده شد. پرتوهای اولیه در دمای محیط به نمونه تابانده شد و پرتوهای بازتابشی در محدوده زاویه  $2\theta = 0-80$  جمع آوری شد. طیف های XRD نمونه ها به صورت اتوماتیک توسط دستگاه رسم شد. منبع تابش  $\text{Cu K}\alpha$  در طول موج  $0.154 \text{ nm}$  استفاده شد. مشخصات دستگاه

روی صفحات مولر هیتون آگار حاوی استافیلوکوکوس اورئوس (Staphylococcus aureus) ATCC6538 و اشیرشیاکلی (Escherichia Coli) ATCC13706، با غلظت  $10^7$  CFU/mL قرار گرفتند. پلیت ها به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۳۷ درجه سانتیگراد انکوبه شد. بعد از ۲۴ ساعت شعاع هاله های عدم رشد باکتری در اطراف فیلم ها (بر حسب میلی متر) با کولیس دقیقی اندازه گیری شد.

## ۲-۹- آنالیز آماری

آنالیز آماری و تجزیه داده های بدست آمده در این تحقیق در دو بخش انجام شد. در بخش اول برای بررسی اثر دو فاکتور میزان نوربیکسین (میلی لیتر) و میزان اکسید تنگستن (میلی گرم) بر روی خواص رنگی از طرح آماری مرکب مرکزی (CCD) استفاده شد (جدول ۱-الف). از نرم افزار دیزاین اکسپرت-۱۰ برای طراحی آزمایشات و آنالیز داده ها در سطح احتمال ۹۵ درصد و رسم منحنی های سه بعدی استفاده شد. در قسمت دوم برای بررسی اثر اثر دو فاکتور میزان نوربیکسین (میلی لیتر) و میزان اکسید تنگستن (میلی گرم) بر روی خاصیت کریستالی، حرارتی و مکانیکی از طرح فاکتوریل در سطح احتمال ۹۵ درصد استفاده شد (جدول ۱-ب).

محدوده دمایی  $30-600$  °C حرارت داده خواهند. سرعت حرارت دهی  $10$  °C/min خواهد بود. فنجان آلومینیومی خالی به عنوان مرجع در نظر گرفته خواهد شد و منحنی TGA توسط دستگاه رسم و ثبت خواهد شد.

## ۲-۷- ویژگی های مکانیکی

ویژگی های مکانیکی فیلم ها شامل کشش پذیری تا نقطه شکست (EB) و مقاومت کششی (TS) از فاکتورهای مهم برای بسته بندی مواد غذایی می باشد. برای بررسی ویژگی های مکانیکی، نمونه ها به مدت ۲۴ ساعت در شرایط ویژه ای مشروط شد. شرایط ویژه شامل رطوبت نسبی خواهد ۵۵٪ بود. فیلم ها با برشگر مخصوصی در ابعاد  $8 \times 1$  سانتیمتر به صورت دمبلی شکل برش داده شد. فیلم ها در بین دوفک دستگاه قرار داده شد که فاصله اولیه بین دوفک ۵۰ میلیمتر بود. فکبالایی نسبت به فک پائینی با سرعت ۵ میلیمتر بر دقیقه حرکت داده شد. ویژگی های مکانیکی توسط یک کامپیوتر ثبت شد. از دستگاه بافت سنج با مارک (Zwick/Roell model FR010, Germany) برای انجام این تست استفاده شد.

## ۲-۸- خاصیت ضد میکروبی

با اندکی تغییر روش انتشار آگار برای تعیین خاصیت ضدباکتریایی فیلم ها استفاده شد. بدین منظور فیلم ها به شکل دیسک هایی (با قطر ۱۵ میلی متر) برش داده شده و سپس بر

Table 1 A List of films prepared based on the central composite design

Film	A: WO <sub>3</sub> (mg)	B: Norbixin (ml)
1	0.00	2.50
2	50.00	2.50
3	100.00	5.00
4	50.00	0.00
5	0.00	5.00
6	50.00	2.50
7	100.00	2.50
8	0.00	0.00
9	50.00	2.50
10	50.00	2.50
11	100.00	0.00
12	50.00	2.50
13	50.00	5.00

**Table 1 B** List of tests performed for crystalline, thermal and antimicrobial properties

Film	A: WO <sub>3</sub> (mg)	B: Norbixin (ml)
*Control (Pure Muc/Al)	0	0
Muc/Al/WO	100	0
Muc/Al/NB	0	5
Muc/Al/WO/NB	100	5

\* Muc: Mucilage; Al: Alginate; WO: WO<sub>3</sub>; NB: Norbixin

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- بررسی رنگی فیلم ها

نوربیکسین و نانوذرات اکسید تنگستن این فاکتور افزایش یافته است، یعنی به سمت اعداد مثبت تر که بیانگر قرمزی می باشد حرکت کرده است. تاثیر نوربیکسین در افزایش فاکتور a بیشتر از نانوذرات اکسید تنگستن بوده است. با توجه به ماهیت رنگدانه نوربیکسین که رنگی زرد متمایل به نارنجی دارد افزایش فاکتور a در اثر حضور نوربیکسین مورد انتظار می باشد. نانوذرات اکسید تنگستن نیز تاحدودی رنگ متمایل به زرد دارند که این ذرات نیز باعث افزایش فاکتور a شده اند.

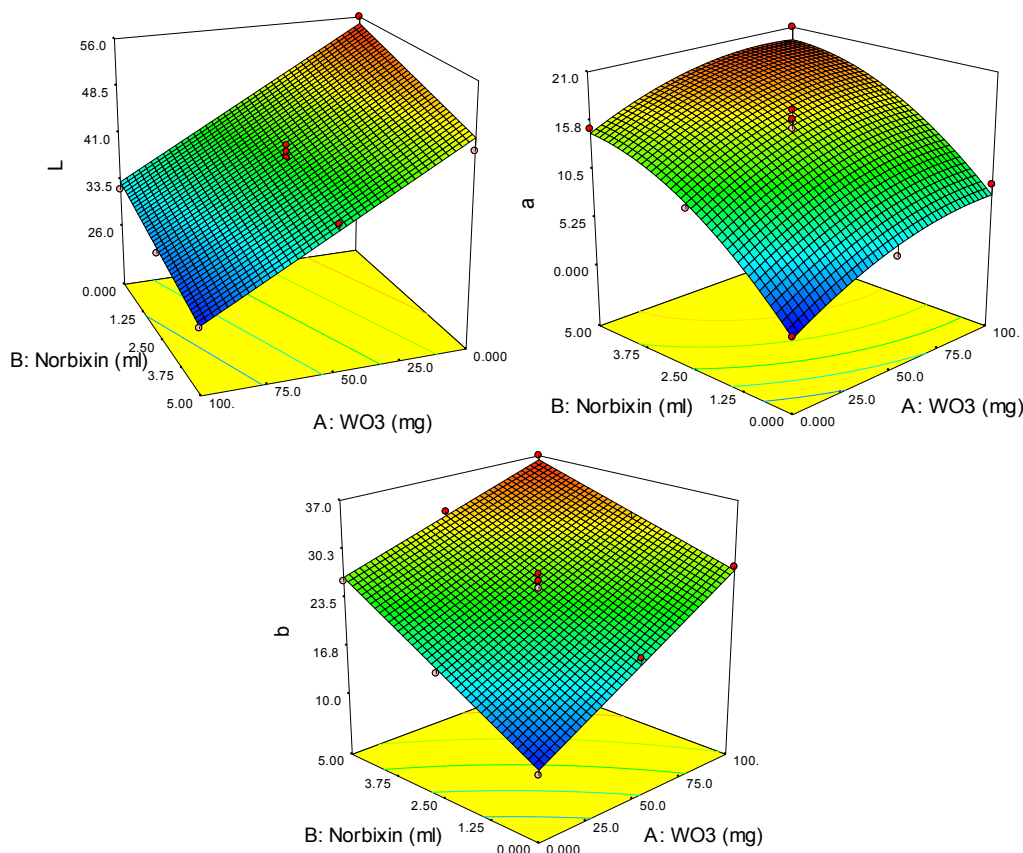
همچنین بررسی فاکتور b (آبی-زردی) نشان می دهد که با افزایش نوربیکسین و نانوذرات اکسید تنگستن این فاکتور افزایش یافته است، یعنی به سمت اعداد مثبت تر که بیانگر زردی می باشد حرکت کرده است. تاثیر نوربیکسین در افزایش فاکتور b تقریبا با نانوذرات اکسید تنگستن برابر بوده است. با توجه به ماهیت رنگدانه نوربیکسین که رنگی زرد متمایل به نارنجی دارد و نانوذرات اکسید تنگستن نیز تاحدودی رنگ متمایل به زرد دارند، افزایش فاکتور b در اثر حضور نوربیکسین و نانوذرات اکسید تنگستن مورد انتظار می باشد.

Priyadarshi و همکاران (۲۰۲۱) تاثیر افزودنی ها (نانوذرات) را بر روی ویژگی های رنگی فیلم آلزینات بررسی کرده اند. آنها گزارش کردند که نانوذرات میتواند فاکتورهای رنگی، شفافیت و عبور نور فیلم ها را تحت تاثیر قرار دهد. نتایج این تحقیق مطابقت خوبی با نتایج Priyadarshi و همکاران دارد [۲۱].

رنگ فیلم های بسته بندی مواد غذایی بسیار مهم و قابل توجه می باشد. زیرا رنگ بسته بندی مواد غذایی علاوه بر اینکه می تواند از اکسیداسیون نوری مواد غذایی حساس به اکسیداسیون نوری جلوگیری کند می تواند در جذب مشتری نیز موثر باشد. همچنین در برخی مواد حضور نانوذرات فوتوکاتالیک در فیلم بسته بندی میتواند با جذب نور ضمن تغییر رنگ سطح فیلم با فعالیت فوتوکاتالیتیکی خاصیت ضدباکتریایی نیز داشته باشد.

شکل ۲ فاکتورهای رنگی فیلم موسیلاژ/آلزینات و کامپوزیت های آن را نشان می دهد. بررسی فاکتور L نشان میدهد فیلم خالص موسیلاژ/آلزینات شفافیت خیلی بالایی ندارد و شفافیت حدود ۵۵ را نشان می دهد که با افزودن نانوذرات و رنگدانه نوربیکسین شفافیت کاهش یافته است به طوریکه فیلم موسیلاژ/آلزینات که هم حاوی نانوذرات اکسید تنگستن و هم حاوی نوربیکسین هست کمترین شفافیت را دارد. تاثیر نانوذرات تگستن در کاهش شفافیت فیلم بیشتر از تاثیر نوربیکسین بوده است. با توجه به اینکه نانوذرات به صورت فیزیکی در بین زنجیره های پلیمری پخش می شوند، فضاهای خالی پلیمر را پر کرده و مانع عبور نور شده و منجر به کاهش شفافیت میشوند.

بررسی فاکتور a (سبزی-قرمزی) نشان می دهد که با افزایش



**Fig 2** Three-dimensional curves of the effect of WO<sub>3</sub> and norbixin on color factors of mucilage/alginate film and its composites

در ۲ تناهای تقریبی ۲۵، ۳۰، ۳۵، ۴۰، ۵۰، ۵۵ و ۶۵ درجه کاملاً مشخص هست که نشان می‌دهد این نانوذرات ساختار کریستالی فیلم را بهبود بخشیده است. فیلم موسیلاژ/آلژینات اصلاح شده نیز ساختار نیمه کریستالی فیلم را نشان می‌دهد. با توجه به آنچه در مراجع گزارش شده است، نوریکسین رنگدانه نیمه کریستالی با پیک‌هایی در ۲ تناهای بین ۱۵ تا ۳۰ درجه می‌باشد که این پیک‌های در مطالعه حاضر نیز مشاهده می‌شود و به نوعی حضور نوریکسین در ساختار فیلم نیز تایید می‌شود. در طیف XRD فیلم مرکب موسیلاژ/آلژینات اصلاح شده با نانوذرات اکسید تنگستن و نوریکسین تمامی پیک‌های مربوط به اجزای سازنده فیلم مشاهده می‌شود که ساختار نیمه کریستالی تا کریستالی فیلم مرکب کاملاً مشهود می‌باشد. قابل ذکر هست که پیک ناحیه ۲ تا ۲۰ درجه هم در موسیلاژ، آلژینات و هم در نوریکسین خالص وجود دارد که در فیلم مرکب این پیک همپوشانی داشته و به صورت یک پیک مشاهده می‌شود.

### ۳-۲- بررسی خواص کریستالی

شکل ۳ طیف‌های XRD فیلم موسیلاژ دانه کتان/آلژینات سدیم و کامپوزیت‌های مختلف آن را نشان می‌دهد. با بررسی طیف فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات مشخص شد که این فیلم دو پیک پهن در ۲ تناهای ۱۰ و ۲۰ درجه نشان می‌دهد که نشان دهنده ساختار نسبتاً آمورف این فیلم می‌باشد. تحقیقات انجام شده بر روی ساختار فیلم آلژینات سدیم خالص، این فیلم را فیلم نیمه کریستالی معرفی کرده‌اند که به دلیل وجود پیک در ناحیه ۱۰ درجه می‌باشد که در این مطالعه نیز همین پیک در ۲ تنای ۱۰ درجه دیده می‌شود ولی از آنجایی که مطالعات پیشین ساختار آمورف موسیلاژ دانه کتان را تایید کرده‌اند و با توجه به اینکه همزمان آلژینات و موسیلاژ برای تهیه فیلم استفاده شده‌اند، فیلم تهیه شده ساختار نیمه کریستالی با تمایل به ساختار آمورف تشکیل شده است. در فیلم موسیلاژ/آلژینات اصلاح شده با نانوذرات اکسید تنگستن پیک‌های مربوط به نانوذرات کریستالی

اتفاق افتاده است. کاهش وزن مرحله اول در در محدوده دمایی ۷۰ تا ۱۳۰ درجه سانتی گراد اتفاق افتاده است که این کاهش وزن مربوط به تبخیر مولکول های آب و سایر ترکیبات فرار احتمالی مانند گلیسرول موجود در ساختار فیلم ها می باشد. کاهش وزن مرحله دوم در محدوده دمایی ۲۰۰ تا ۲۸۰ درجه سانتی گراد اتفاق افتاده است که این کاهش وزن مربوط به تخریب ساختار پلیمری فیلم کامپوزیت می باشد. با بررسی دقیق تر و مقایسه منحنی های TGA فیلم ها مشخص می شود که کاهش وزن مرحله دوم در فیلم های اصلاح شده با نانوذرات اکسید تنگستن و نوریوکسین نسبت به فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات در دمای بالاتری اتفاق افتاده است و همچنین در فیلم های اصلاح شده کاهش وزن در مرحله دوم نسبت به فیلم خالص کمتر بوده است. این نتایج نشان می دهد که نانوذرات اکسید تنگستن و نوریوکسین پایداری حرارتی فیلم را افزایش داده است. با توجه به اینکه دمای تخریب نانوذرات اکسید تنگستن بسیار بالاست بنابراین کاهش میزان تخریب مرحله دوم در حضور اکسید تنگستن طبیعی به نظر می رسد. همچنین احتمالاً نوریوکسین و نانوذرات اکسید تنگستن با ایجاد برهمکنش های الکترواستاتیکی (نتیجه ای که با بررسی طیف های FTIR نیز تایید شده است) با زنجیره های پلیمری آلژینات و موسیلاژ دانه کتان، اتصالات شیمیایی بین پلیمری را بهبود بخشیده که منجر به پایداری حرارتی فیلم مرکب شده است.

Salis و همکاران (۲۰۱۶) و Prado و همکاران (۲۰۱۸) رفتار حرارتی فیلم های آلژینات و فیلم موسیلاژ دانه کتان را بررسی کرده اند. نتایج این تحقیقات نتایج تحقیق حاضر را تایید می کند [۲۲ و ۲۶]. Teoh و همکاران (۲۰۰۴) رفتار حرارتی اکسید تنگستن را بررسی کرده اند که نتایج تحقیق آنها تاثیر اکسید تنگستن بر روی رفتار حرارتی فیلم زیست تخریب پذیر را تایید می کند [۲۷].

Prado و همکاران در سال ۲۰۱۸ ساختار کریستالی/آمورف فیلم موسیلاژ دانه کتان را بررسی کرده اند. نتایج تحقیق آنها نتایج تحقیق حاضر را تایید می کند [۲۲]. Bhagyaraj و Krupa (۲۰۲۰) ساختار کامپوزیت آلژینات سدیم را با استفاده از تکنیک XRD مطالعه کردند. آنها گزارش کردند که این فیلم ساختار نیمه کریستالی دارد که با نتایج تحقیق حاضر مطابقت خوبی نشان می دهد [۲۳]. Perotti و همکاران (۲۰۲۰) ساختار نیمه کریستالی آناتو را با استفاده از تکنیک XRD تایید کرده اند که نتایج تحقیق حاضر با نتایج آنها مطابق مناسبی نشان داد [۲۴]. Pang و همکاران (۲۰۱۲) ساختار های مختلف کریستالی اکسید تنگستن را بررسی کرده اند. نتایج تحقیق آنها از لحاظ پیک های مربوط به اکسید تنگستن در طیف XRD نتایج تحقیق حاضر را تایید می کند [۲۵].

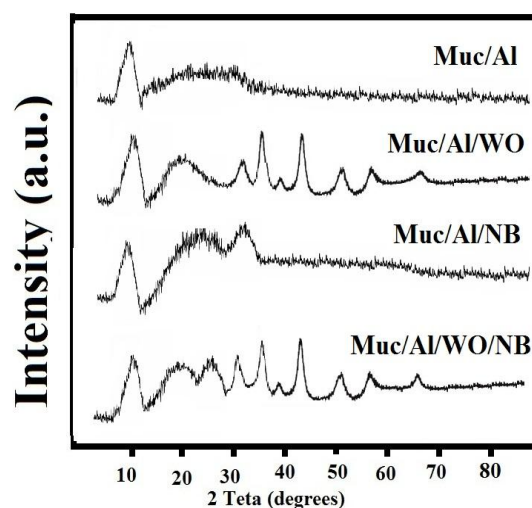


Fig 3 XRD spectra of flax seed mucilage film/sodium alginate and its various composites

### ۳-۳- بررسی خواص حرارتی

شکل ۴ منحنی TGA فیلم موسیلاژ/آلژینات و کامپوزیت های آن را نشان می دهد. همانطور که از منحنی ها مشخص هست در هر ۴ فیلم بررسی شده کاهش وزن در اثر افزایش دما در دو مرحله



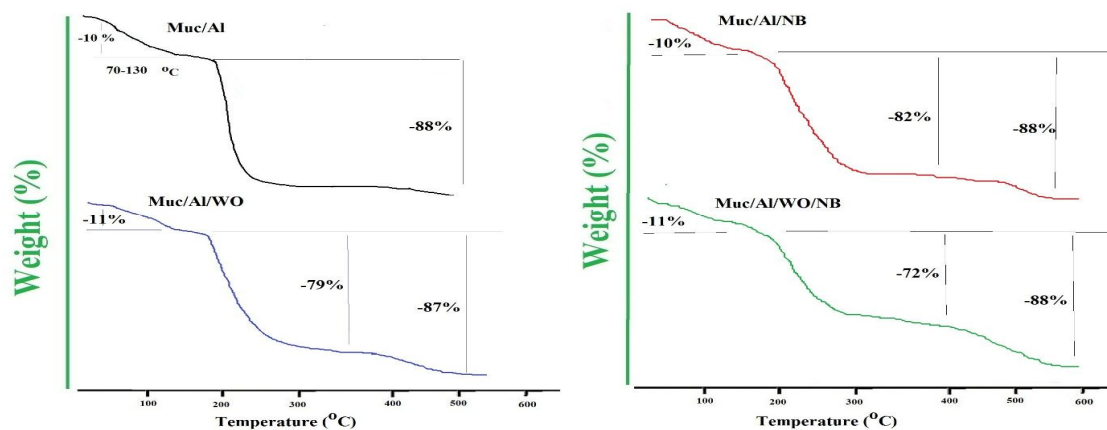


Fig 4 TGA curve of mucilage/alginate film and its composites

طیف های FTIR نیز مشاهده می شود که ایجاد برهمکنش های الکترواستاتیک بین زنجیره های پلیمری موسیلاژ/آلژینات و نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوربیکسین را تایید میکند. اگرچه افزودن نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوربیکسین به فیلم باعث افزایش مقاومت کششی و بیشترین نیروی لازم برای شکستن فیلم شده است ولی از طرف دیگر باعث کاهش کشش پذیری فیلم شده است. کاهش کشش پذیری فیلم ها شاید به دلیل استحکام ساختاری بیشتر فیلم ها و اتصالات عرضی محکم فیلم در حضور نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوربیکسین باشد که باعث می شود فیلم تا حدودی انعطاف پذیری خود را از دست بدهد.

Pereira و همکاران (۲۰۱۱) خواص مکانیکی فیلم آلژینات و کامپوزیت های مختلف آن را بررسی کرده اند. نتایج تحقیق آنها نتایج تحقیق حاضر را تا حدود زیادی تایید می کند [۲۸]. Prado و همکاران (۲۰۱۸) تاثیر افزودنی های نانو ساختار بر روی بهبود خواص مکانیکی فیلم بر پایه موسیلاژ دانه کتان را بررسی و آن را تایید کرده اند. نتایج این تحقیق با نتایج Prado و همکاران مطابقت مناسبی نشان می دهد [۲۲].

### ۳-۴- بررسی خواص مکانیکی

شکل ۵ نمودارهای ستونی خواص مکانیکی فیلم موسیلاژ/آلژینات و کامپوزیت های مختلف آن را نشان می دهد. داده های بدست آمده میانگین سه تکرار بوده است. بررسی نتایج مکانیکی فیلم ها نشان می دهد که فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات مقاومت مکانیکی مناسبی دارد. این فیلم تا حدود ۶۵ درصد قدرت کشش پذیری دارد و مقاومت کششی آن ۵۵ مگاپاسکال می باشد که برای بسته بندی مواد غذایی مناسب می باشد. با مقایسه نمودارهای ستونی می توان نتیجه گرفت که افزودن نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوربیکسین باعث افزایش مقاومت کششی و بیشترین نیروی لازم برای شکستن فیلم شده است به طوری که فیلم حاوی هر دو ماده (نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوربیکسین) دارای بیشترین مقاومت کششی و ماکسیموم نیروی لازم برای شکستن فیلم می باشد. دلیل این رفتار را میتوان اینگونه توضیح داد که با افزودن نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوربیکسین به فیلم نیروهای الکترواستاتیک بین زنجیره های پلیمری موسیلاژ/آلژینات و نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوربیکسین ایجاد شده و استحکام ساختاری زنجیره های پلیمری را افزایش داده است. این پدیده در بررسی

باکتری گرم مثبت و گرم منفی فعالیت ضد میکروبی دارند. افزودن نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوربیکسین خاصیت ضدباکتریایی فیلم را به طور معنی داری ( $p < 0.05$ ) افزایش داده است. بیشترین خاصیت ضدباکتریایی مربوط به فیلم موسیلاژ/آلژینات اصلاح شده با نانوذرات اکسید تنگستن و نوربیکسین می باشد.

اینکه فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات نیز خاصیت ضدباکتریایی داشته است به دو دلیل می تواند باشد، اول اینکه این فیلم می تواند به صورت فیزیکی باعث غیر فعال سازی باکتری ها شده و خاصیت ضدباکتریایی نشان دهد و دوم اینکه موسیلاژ دانه های گیاهی دارای پلی فنل های باقی مانده در ساختارشان می باشند که می تواند خاصیت ضدباکتریایی به فیلم القا کند. رفتار ضد میکروبی نانوذرات بارها توسط محققین بررسی و تایید شده است، تحقیقات انجام شده بر روی اکسید تنگستن خاصیت ضد میکروبی آن را تایید می کند (Duan et al., 2019). نفوذ نانوذرات اکسید تنگستن به ساختار سلولی باکتری ها و ایجاد اختلال در چرخه زندگی باکتری ها باعث تخریب باکتری ها شده و آنها را از بین می برد. همچنین تحقیقات پیشین خاصیت ضدباکتریایی رنگدانه نوربیکسین را تایید کرده اند [۲۹]. با مقایسه خاصیت ضدباکتریایی ۴ فیلم نسبت به باکتری گرم مثبت و گرم منفی مشخص شد که هر ۴ فیلم در مقابل باکتری گرم مثبت (استافیلوکوکوس اورئوس) فعالیت ضد میکروبی بیشتری نسبت به باکتری گرم منفی (اشریشیا کلی) داشته اند. از آنجا که ساختار دیواره سلولی در باکتری های گرم مثبت نسبت به باکتری های گرم منفی ساده تر هست و نفوذ عوامل ضد میکروبی (نانوذرات و رنگدانه ها) به داخل سلول باکتریایی و تخریب آنها در باکتری های گرم مثبت راحت تر می باشد بنابراین نتیجه مشاهده شده قابل انتظار بود. Martos-Viuda و همکاران (۲۰۱۲) عصاره آناتو را استخراج کرده و خاصیت ضدباکتریایی آن را بررسی کرده اند. نتایج تحقیقات آنها نتایج تحقیق حاضر را تایید می کند [۳۰].

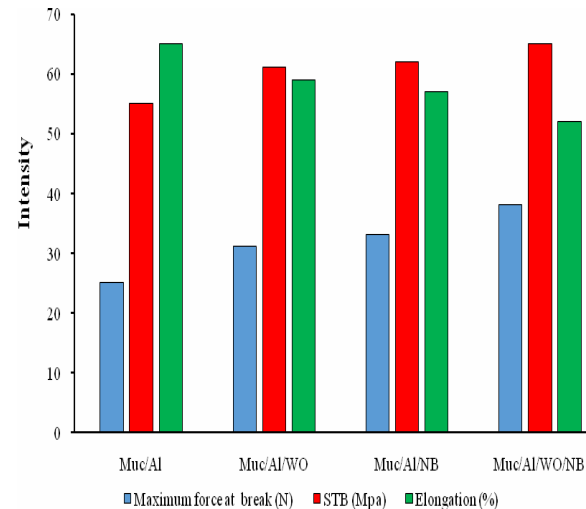


Fig 5 Bar graphs of mechanical properties of mucilage/alginate film and its different composites

### ۳-۵- خاصیت ضدباکتریایی

فیلم ها و پلیمر های ضدباکتریاییه نام پلیمرهای آفت کش نیز معرفی می شوند. این فیلم ها دسته ای از مواد پلیمری هستند که دارای خاصیت ضد میکروبی می باشند و می توانند از رشد موجودات بسیار ریز مانند قارچ ها و باکتری ها جلوگیری نمایند. پلیمرهای ضدباکتریایی به گونه ای مهندسی می شوند تا بتوانند رفتاری مشابه با پپتیدهای ضدباکتریایی داشته باشند و بتوانند عوامل فساد آفرین در مواد غذایی و سایر بسته بندی ها را از بین ببرند. معمولا فیلم ها و پلیمرهای ضدباکتریایی اتصال و یا قرارگیری یک عامل ضدباکتریایی (مانند نانوذرات، عصاره ها یا رنگدانه ها) در داخل زنجیره اصلی ماده پلیمری به کمک پیوند دهنده های الکیل و یا آستیل تولید میشوند. این فیلم ها در بسته بندی محصولات غذایی با مهار رشد باکتری های فسادزا، تخریب ماده غذای را به تاخیر انداخته و باعث افزایش زمان ماندگاری مواد غذایی می شود.

جدول ۲ خاصیت ضدباکتریایی دو نوع باکتری گرم منفی (اشریشیا کلی) و گرم مثبت (استافیلوکوکوس اورئوس) در حضور فیلم موسیلاژ/آلژینات و کامپوزیت های آن را نشان می دهد. بررسی خاصیت ضدباکتریایی ۴ نوع فیلم نشان می دهد که همه فیلم ها (حتی فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات) نسبت به

**Table 2** Antibacterial properties of mucilage/alginate film and its composites

Diameter of non-growth area (mm)		B: Norbixin (ml)	A: WO <sub>3</sub> (mg)	Film
<i>E. coli</i>	<i>S. aureus</i>			
12±0.3 <sup>a</sup>	18±0.65 <sup>a</sup>	0	0	Control (Pure Muc/Al)
23±0.4 <sup>c</sup>	28±0.8 <sup>c</sup>	0	100	Muc/Al/WO
17±0.4 <sup>b</sup>	22±0.3 <sup>b</sup>	5	0	Muc/Al/NB
25±0.7 <sup>d</sup>	32±0.7 <sup>d</sup>	5	100	Muc/Al/WO/NB

\* In each column, the non-identical letter indicates the significance of the differences at the 95% probability level.

#### ۴- نتیجه گیری

تتاهاى ۱۰ و ۲۰ درجه نشان می دهد که نشان دهنده ساختار نسبتاً آمورف این فیلم می باشد. تحقیقات انجام شده بر روی ساختار فیلم آلژینات سدیم خالص، این فیلم را فیلم نیمه کریستالی معرفی کرده اند که به دلیل وجود پیک در ناحیه ۱۰ درجه می باشد که در این مطالعه نیز همین پیک در ۲ تئای ۱۰ درجه دیده می شود ولی از آنجایی که مطالعات پیشین ساختار آمورف موسیلاژ دانه کتان را تایید کرده اند و باتوجه به اینکه همزمان آلژینات و موسیلاژ برای تهیه فیلم استفاده شده اند، فیلم تهیه شده ساختار نیمه کریستالی با تمایل به ساختار آمورف تشکیل شد. با بررسی منحنی های TGA فیلم ها مشخص می شود که کاهش وزن مرحله دوم در فیلم های اصلاح شده با نانوذرات اکسید تنگستن و نوریبکسین نسبت به فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات در دمای بالاتری اتفاق افتاده است و همچنین در فیلم های اصلاح شده کاهش وزن در مرحله دوم نسبت به فیلم خالص کمتر بوده است. این نتایج نشان می دهد که نانوذرات اکسید تنگستن و نوریبکسین پایداری حرارتی فیلم را افزایش داده است. نتایج مکانیکی فیلم ها نشان داد که فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات مقاومت مکانیکی مناسبی دارد. این فیلم تا حدود ۶۵ درصد قدرت کشش پذیری دارد و مقاومت کششی آن ۵۵ مگاپاسکال می باشد که برای بسته بدی مواد غذایی مناسب می باشد. بررسی خاصیت ضدباکتریایی ۴ نوع فیلم نشان می دهد که همه فیلم ها (حتی فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات) نسبت به باکتری گرم مثبت و گرم منفی فعالیت ضد میکروبی دارند. افزودن نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوریبکسین خاصیت ضدباکتریایی فیلم را به طور معنی داری ( $p < 0.05$ ) افزایش داد. بیشترین خاصیت ضدباکتریایی مربوط به فیلم

با توجه به مشکلات آلودگی محیط زیست ناشی از پلیمرهای سنتزی و با توجه به ویژگی های مفید ذکر شده در مورد پلیمرهای طبیعی، موسیلاژ دانه کتان، آلژینات سدیم، رنگدانه نوریبکسین و اکسید تنگستن، تولید فیلم مرکب از این مواد طبیعی و سودمند بسیار مفید خواهد بود. لذا در این تحقیق فیلم دوست دار محیط زیست از مواد طبیعی با قابلیت ضد میکروبی تهیه شد و خواص رنگی، مکانیکی و حرارتی آن بررسی شد. بررسی فاکتور L نشان داد فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات شفافیت خیلی بالایی ندارد و شفافیت حدود ۵۵ را نشان می دهد که با افزودن نانوذرات اکسید تنگستن و رنگدانه نوریبکسین شفافیت کاهش یافت به طوری که فیلم موسیلاژ/آلژینات که هم حاوی نانوذرات اکسید تنگستن و هم حاوی نوریبکسین هست کمترین شفافیت را داشت. بررسی فاکتور a (سبزی-قرمزی) نشان داد که با افزایش نوریبکسین و نانوذرات اکسید تنگستن این فاکتور افزایش یافته است، یعنی به سمت اعداد مثبت تر که بیانگر قرمزی می باشد حرکت کرده است. تاثیر نوریبکسین در افزایش فاکتور a بیشتر از نانوذرات اکسید تنگستن بوده است. با توجه به ماهیت رنگدانه نوریبکسین که رنگی زرد متمایل به نارنجی دارد افزایش فاکتور a در اثر حضور نوریبکسین مورد انتظار می باشد. نانوذرات اکسید تنگستن نیز تا حدودی رنگ متمایل به زرد دارند که این ذرات نیز باعث افزایش فاکتور a شده اند. بررسی فاکتور b (آبی-زردی) نشان داد که با افزایش نوریبکسین و نانوذرات اکسید تنگستن این فاکتور افزایش یافته است، یعنی به سمت اعداد مثبت تر که بیانگر زردی می باشد حرکت کرده است. با بررسی طیف فیلم خالص موسیلاژ/آلژینات مشخص شد که این فیلم دو پیک پهن در ۲

Taniyan, A., 2021. Production and characterization of nanocomposite film based on whey protein isolated/copper oxide nanoparticles containing coconut essential oil and paprika extract. *Journal of Polymers and the Environment*, 29(1), pp.335-349.

- [9] Sharifi, K.A. and Pirsa, S., 2021. Biodegradable film of black mulberry pulp pectin/chlorophyll of black mulberry leaf encapsulated with carboxymethylcellulose/silica nanoparticles: Investigation of physicochemical and antimicrobial properties. *Materials Chemistry and Physics*, 267, p.124580.
- [10] Fabre, J.F., Lacroux, E., Valentin, R. and Mouloungui, Z., 2015. Ultrasonication as a highly efficient method of flaxseed mucilage extraction. *Industrial Crops and Products*, 65, pp.354-360.
- [11] Roulard, R., Petit, E., Mesnard, F. and Rhazi, L., 2016. Molecular investigations of flaxseed mucilage polysaccharides. *International journal of biological macromolecules*, 86, pp.840-847.
- [12] Pirsa, S., Dalili, R. and Yazdani, I., 2018. Effects of Quince Seed Mucilage and Guar Gum on the Physicochemical and Sensory Properties of Doogh. *Journal of Agricultural Science and Technology*, 20(3), pp.485-494.
- [13] Daei, S., Mohtarami, F. and Pirsa, S., 2022. A biodegradable film based on carrageenan gum/*Plantago psyllium* mucilage/red beet extract: physicochemical properties, biodegradability and water absorption kinetic. *Polymer Bulletin*, pp.1-22.
- [14] Ye, J., Ma, D., Qin, W. and Liu, Y., 2018. Physical and antibacterial properties of sodium alginate—sodium carboxymethylcellulose films containing *Lactococcus lactis*. *Molecules*, 23(10), p.2645.
- [15] Hecht, H. and Srebnik, S., 2016. Structural characterization of sodium alginate and calcium alginate. *Biomacromolecules*, 17(6), pp.2160-2167.
- [16] Shabkhiz, M.A., Pirouzifard, M.K., Pirsa, S. and Mahdavinia, G.R., 2021. Alginate hydrogel beads containing *Thymus daenensis* essential oils/Glycyrrhizic acid loaded in  $\beta$ -cyclodextrin. Investigation of structural, antioxidant/antimicrobial properties and

موسیلایز/آلزینات اصلاح شده با نانوذرات اکسید تنگستن و نوریکسین بود.

## ۵- منابع

- [1] Jabraili, A., Pirsa, S., Pirouzifard, M.K. and Amiri, S., 2021. Biodegradable nanocomposite film based on gluten/silica/calcium chloride: physicochemical properties and bioactive compounds extraction capacity. *Journal of Polymers and the Environment*, 29(8), pp.2557-2571.
- [2] Hosseini, S.N., Pirsa, S. and Farzi, J., 2021. Biodegradable nano composite film based on modified starch-albumin/MgO; antibacterial, antioxidant and structural properties. *Polymer Testing*, 97, p.107182.
- [3] Pirsa, S. and Asadi, S., 2021. Innovative smart and biodegradable packaging for margarine based on a nano composite polylactic acid/lycopene film. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 38(5), pp.856-869.
- [4] Acik, G., 2020. Preparation of antimicrobial and biodegradable hybrid soybean oil and poly (L-lactide) based polymer with quaternized ammonium salt. *Polymer Degradation and Stability*, 181, p.109317.
- [5] Jiménez-Rosado, M., Perez-Puyana, V., Rubio-Valle, J.F., Guerrero, A. and Romero, A., 2020. Processing of biodegradable and multifunctional protein-based polymer materials for the potential controlled release of zinc and water in horticulture. *Journal of Applied Polymer Science*, 137(46), p.49419.
- [6] Pirsa, S. and Aghbolagh Sharifi, K., 2020. A review of the applications of bioproteins in the preparation of biodegradable films and polymers. *Journal of Chemistry Letters*, 1(2), pp.47-58.
- [7] Sani, I.K., Geshlaghi, S.P., Pirsa, S. and Asdagh, A., 2021. Composite film based on potato starch/apple peel pectin/ZrO<sub>2</sub> nanoparticles/microencapsulated *Zataria multiflora* essential oil; investigation of physicochemical properties and use in quail meat packaging. *Food Hydrocolloids*, 117, p.106719.
- [8] Asdagh, A., Karimi Sani, I., Pirsa, S., Amiri, S., Shariatifar, N., Eghbaljoo-Gharehgheshlaghi, H., Shabahang, Z. and

- of the Brazilian Chemical Society, 31, pp.2211-2223.
- [25] Pang, H.F., Xiang, X., Li, Z.J., Fu, Y.Q. and Zu, X.T., 2012. Hydrothermal synthesis and optical properties of hexagonal tungsten oxide nanocrystals assisted by ammonium tartrate. *physica status solidi (a)*, 209(3), pp.537-544.
- [26] Salisu, A., Sanagi, M.M., Abu Naim, A., Abd Karim, K.J., Wan Ibrahim, W.A. and Abdulganiyu, U., 2016. Alginate graft polyacrylonitrile beads for the removal of lead from aqueous solutions. *Polymer Bulletin*, 73(2), pp.519-537.
- [27] Teoh, L.G., Shieh, J., Lau, W.H. and Hon, M.H., 2004. Effects of mesoporous structure on grain growth of nanostructured tungsten oxide. *Journal of materials research*, 19(9), pp.2687-2693.
- [28] Pereira, R., Tojeira, A., Vaz, D.C., Mendes, A. and Bártolo, P., 2011. Preparation and characterization of films based on alginate and aloe vera. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 16(7), pp.449-464.
- [29] Handayani, I., Haryanti, P. and Sulisty, S.B., 2021. Color and antibacterial activity of annatto extracts at various pH of distilled water solvent and extraction temperature. *Food Research*, 5(6), pp.247-253.
- [30] Viuda-Martos, M., Ciro - Gómez, G.L., Ruiz-Navajas, Y., Zapata - Montoya, J.E., Sendra, E., Pérez-Álvarez, J.A. and Fernández - López, J., 2012. In vitro Antioxidant and Antibacterial Activities of Extracts from Annatto (*Bixa orellana* L.) Leaves and Seeds. *Journal of Food Safety*, 32(4), pp.399-406.
- release assessment. *Journal of Molecular Liquids*, 344, p.117738.
- [17] Scotter, M., 2009. The chemistry and analysis of annatto food colouring: a review. *Food Additives and Contaminants*, 26(8), pp.1123-1145.
- [18] Mahendranath, G., Venugopalan, A., Parimalan, R., Giridhar, P. and Ravishankar, G.A., 2011. Annatto pigment production in root cultures of Achiote (*Bixa orellana* L.). *Plant Cell, Tissue and Organ Culture (PCTOC)*, 106(3), pp.517-522.
- [19] Duan, G., Chen, L., Jing, Z., De Luna, P., Wen, L., Zhang, L., Zhao, L., Xu, J., Li, Z., Yang, Z. and Zhou, R., 2019. Robust antibacterial activity of tungsten oxide (WO<sub>3</sub>-X) nanodots. *Chemical research in toxicology*, 32(7), pp.1357-1366.
- [20] Wang, Q., Wang, H., Zhang, T., Hu, Z., Xia, L., Li, L., Chen, J. and Jiang, S., 2021. Antibacterial Activity of Polyvinyl Alcohol/WO<sub>3</sub> Films Assisted by Near-Infrared Light and Its Application in Freshness Monitoring. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 69(3), pp.1068-1078.
- [21] Priyadarshi, R., Kim, H.J. and Rhim, J.W., 2021. Effect of sulfur nanoparticles on properties of alginate-based films for active food packaging applications. *Food Hydrocolloids*, 110, p.106155.
- [22] Prado, N.S., Silva, I.S.V.D., Silva, T.A.L., Oliveira, W.J.D., Motta, L.A.D.C., Pasquini, D. and Otaguro, H., 2018. Nanocomposite films based on flaxseed gum and cellulose nanocrystals. *Materials Research*, 21.
- [23] Bhagyaraj, S. and Krupa, I., 2020. Alginate-mediated synthesis of hetero-shaped silver nanoparticles and their hydrogen peroxide sensing ability. *Molecules*, 25(3), p.435.
- [24] Perotti, G.F., Silva, F.F., de Couto, R.A., Lima, F.C., Petrilli, H.M., Leroux, F., Ferreira, A. and Constantino, V.R., 2020. Intercalation of Apocarotenoids from Annatto (*Bixa orellana* L.) into Layered Double Hydroxides. *Journal*



## Biodegradable film of Sodium alginate film/flax seed mucilage/norbixin/tungsten oxide: investigation of color, crystalline, thermal, mechanical and antibacterial properties

Dadkhah, H. <sup>1\*</sup>, Pirs, S. <sup>2</sup>, Javadi, A. <sup>3</sup>, Mohtarami, F. <sup>2</sup>

1. Department of Food Science and Technology, Mamaghan Branch, Islamic Azad University, Mamaghan, Iran
2. Department of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, Urmia University, Urmia, Iran
3. Department of Food Hygiene, Faculty of Veterinary, Tabriz Medical Sciences, Islamic Azad University, Tabriz, Iran.

### ARTICLE INFO

### ABSTRACT

#### Article History:

Received 2023/ 01/ 11  
Accepted 2023/ 03/ 11

#### Keywords:

Biodegradable film,  
Thermal resistance,  
Mechanical resistance,  
Antibacterial polymers and Smart packaging.

**DOI:** 10.22034/FSCT.19.135.31  
**DOR:** 20.1001.1.20088787.1402.20.135.4.0

\*Corresponding Author E-Mail:  
H.d2960050241@gmail.com

In this research, flax seed mucilage was extracted. Composite film of sodium alginate and flax seed mucilage was prepared. Norbixin pigment and tungsten oxide (WO<sub>3</sub>) nanoparticles were used to modify the film structure. The color, crystallite, thermal and mechanical properties of the films were investigated. Also, the antibacterial properties of the prepared films against *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus* bacteria were investigated. The obtained results showed that the pure alginate/mucilage film does not have very high transparency, which is reduced by adding tungsten oxide nanoparticles and norbixin pigment. The effect of tungsten oxide nanoparticles in reducing film transparency has been greater than that of norbixin. Examining the factor a shows that this factor has increased with the increase of norbixin and tungsten oxide nanoparticles. Examining factor b (blue-yellow) shows that with the increase of norbixin and tungsten oxide nanoparticles, this factor has increased. By examining the XRD spectrum of the pure alginate/mucilage film, it was found that this film showed two broad peaks at 2θ of 10° and 20°, which indicates the relatively amorphous structure of this film. In the alginate/mucilage film modified with tungsten oxide nanoparticles, the peaks related to the crystalline nanoparticles in 2θ of approximately 25, 30, 35, 40, 50, 55 and 65 degrees are quite clear, which shows that these nanoparticles improve the crystalline structure of the film. By examining the TGA curves of the films, it was found that the addition of tungsten oxide nanoparticles and norbixin pigment increased the thermal stability of the film. Examining the antibacterial property of the films showed that the addition of tungsten oxide nanoparticles and norbixin pigment increased the antibacterial property of the film significantly (p<0.05).