



استفاده از طرح مخلوط در بهینه سازی فرمولاسیون فیلم کامپوزیت سه جزئی زیست تخریب پذیر حاوی نشاسته، زئین و پلی

وینیل الکل بر پایه ویژگی های فیزیکوشیمیایی و مکانیکی

فرشته حسینی^{۱*}، محمدباقر حبیبی نجفی^۲، عبدالرسول ارومیه ای^۳، مهدی نصیری محلاتی^۴، مسعود یاورمنش^۵

۱- استادیار گروه پژوهشی افزودنی های غذایی، پژوهشکده علوم و فناوری مواد غذایی، سازمان جهاد دانشگاهی خراسان رضوی

۲- استاد گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد

۳- دانشیار پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

۴- استاد گروه زراعت و اصلاح نباتات، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد

۵- دانشیار علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد

چکیده

اطلاعات مقاله

تولید فیلم های زیست تخریب پذیر دارای خواص فیزیکی و مکانیکی قابل قبول و جایگزینی آنها با بسپارهای سنتزی در بسته بندی محصولات غذایی، راه حلی موثر برای کاهش بسیاری از آلودگی های محیطی است. در این پژوهش با هدف تولید فیلم زیست-تخریب پذیر با ساختار پایدار و با دوام، نشاسته، زئین و PVA با نسبت های مختلف تعیین شده با استفاده از طرح مخلوط با یکدیگر ترکیب و کامپوزیت های سه جزئی تهیه شد. خواص فیزیکی و مکانیکی کامپوزیت ها مورد مقایسه قرار گرفته و فرمولاسیون بهینه تعیین گردید. بر اساس نتایج به دست آمده، افزودن PVA به نشاسته، سبب بهبود ویژگی های مکانیکی و افزودن زئین به آن، سبب کاهش حلالیت در آب فیلم های حاصل گردید. فرمولاسیون بهینه کامپوزیت سه جزئی به صورت ۸۵/نشاسته، ۱۵/ زئین و ۵/۵ PVA با میزان مطلوبیت معادل ۹۸٪ تعیین شد. الگوی پراش پرتو ایکس کامپوزیت بهینه نشان داد در محدوده ۲۰ برابر ۱۹۰-۱۷ و ۲۲-۲۴۰ پیک های مشخص در ساختار کامپوزیت ایجاد شده، بنابراین ساختار کامپوزیت به صورت آمورف و در بخش هایی کریستالی است. بر اساس نتایج بررسی دمانگاشت فیلم کامپوزیت بهینه، بیشترین افت وزنی در محدوده دمایی ۳۴۰-۲۸۵/۳ درجه سانتیگراد و معادل ۴۸/۲٪ بود.

تاریخ های مقاله :

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۸/۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۱۱/۳۰

کلمات کلیدی:

کامپوزیت،

زیست تخریب پذیر،

دمانگاشت،

پراش پرتو ایکس

DOI: 10.22034/FSCT.20.144. 80

DOR:20.1001.1.20088787.1402.20.144.5.9

* مسئول مکاتبات:

f.hoseini@acecr.ac.

۱- مقدمه

بسپارهای زیست تخریب پذیر با گردش آب، دی اکسید کربن، اکسیژن و نیتروژن در زنجیره غذایی، راه حل مناسبی برای کاهش آلودگیهای زیست محیطی ناشی از مصرف گسترده بسپارهای سنتزی و حفظ منابع تجدیدناپذیر نفتی می باشند. از آنجا که حجم عمده ای از زباله های پلاستیکی و غیر تخریب پذیر مربوط به مصرف محصولات غذایی بسته بندی شده می باشد، در سالهای اخیر توجه زیادی به تحقیقات برای یافتن جایگزین های زیست تخریب پذیر مناسب برای بسپارهای سنتزی در بسته بندی محصولات غذایی معطوف گردیده است [۱ و ۲]. بسپارهای طبیعی قابل استفاده در تولید بسته بندی را می توان بر اساس ساختار شیمیایی به چهار دسته پروتئین ها، پلی ساکاریدها، لیپیدها و پلی استرها تقسیم کرد. این مواد به تنهایی یا در ترکیب با یکدیگر برای تولید فیلم های بسته بندی کاربرد دارند [۳].

فیلم های زیست تخریب پذیر، در مقایسه با بسپارهای سنتزی که به طور معمول در صنعت بسته بندی استفاده می شوند، به دلیل پیوندهای داخلی ضعیف و طبیعت آبدوست، حالیت بالا و خواص مکانیکی ضعیفی نشان می دهند که این امر کاربرد آنها را به عنوان مواد بسته بندی غذایی محدود می کند. محققان روش های مختلفی را برای بهبود این ویژگی ها به کار گرفته اند که از آن جمله می توان به افزودن ترکیبات آبرگیر، افزودن نرم کننده ها، مخلوط کردن با بسپارهای سنتزی و افزودن پرکننده های با خواص ویژه اشاره نمود [۴، ۵].

نشاسته به دلیل زیست تخریب پذیری بالا، ارزانی، در دسترس بودن، ایمنی مصرف و کاربرد آسان به عنوان یک ماده خام مناسب در ساختار بسیاری از فیلم های زیست تخریب پذیر مورد استفاده قرار می گیرد. در سال های اخیر پژوهشگران متعددی کاربرد نشاسته حاصل از منابع مختلف

را برای تولید فیلم ها و پوشش ها به تنهایی [۶، ۴، ۲] و یا به صورت کامپوزیت با دیگر پلیمرهای طبیعی و ترکیبات مختلف [۷، ۸، ۹، ۱۰]. مورد بررسی قرار داده و ویژگی های عملکردی و مکانیکی فیلم های حاصل را تعیین نموده اند.

نتایج پژوهش های مختلف نشان داده است که مخلوط کردن نشاسته با پروتئین ها، حساسیت آن را نسبت به آب کاهش می دهد. در میان پروتئین ها، زئین به دلیل دارا بودن اسیدهای آمینه غیرقطبی در ساختار خود، گزینه مناسبی بدین منظور است. زئین یک پروتئین محلول در الکل می باشد، آبرگیر و ترموپلاستیک بوده و محصول جانبی صنایع تولید آرد ذرت است [۱۱]. ویژگی های ممانعت کنندگی خوب زئین، آن را به عنوان یک پوشش مناسب برای استفاده در بسته بندی مواد غذایی مطرح کرده است به طوری که در مطالعات مختلفی از زئین به تنهایی در تولید فیلم بسته بندی استفاده شده است [۱۲، ۱۳، ۱۴]. همچنین زئین به عنوان جزء ترکیبی برای پلاستیک های متداول نظیر پلی پروپیلن نیز مورد استفاده قرار گرفته است [۱۵].

PVA محصول هیدرولیز پلیمر پلی وینیل استات بوده که زیست تخریب پذیر و محلول در آب می باشد. PVA دارای ویژگی های مکانیکی مطلوبی مانند استحکام کششی و ازدیاد طول تا نقطه شکست می باشد، لذا اختلاط آن با پلیمر نشاسته باعث بهبود ویژگی های مکانیکی فیلم نشاسته می شود [۱۶].

در این پژوهش با رویکرد توسعه و تولید فیلم کامپوزیت زیست تخریب پذیر با ساختار پایدار و بادوام، کامپوزیت سه جزئی نشاسته-زئین-PVA به روش اکستروژن و سپس قالب گیری تهیه و خواص فیزیکی و مکانیکی فیلم ها به طور کامل مورد بررسی قرار گرفت و در نهایت فرمولاسیون بهینه کامپوزیت معرفی گردید.

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- مواد

نشاسته ذرت از شرکت گلوکوزان، کندر از بازار محلی، زئین از شرکت سیگما، پلی وینیل الکل و سایر مواد شیمیایی از شرکت مرک آلمان تهیه شد.

۲-۲- تهیه فیلم‌های کامپوزیت سه جزئی

پس از انجام پیش تیمارها و تعیین حدود قابل استفاده ترکیبات برای تشکیل فیلم، به منظور تعیین نسبت‌های مناسب اجزای تشکیل دهنده فیلم از طرح مخلوط^۱ و نرم افزار Minitap نسخه 16.2.3 استفاده شد. اجزای طرح شامل درصد نشاسته (X_1)، درصد زئین (X_2) و درصد PVA (X_3) بودند. نسبت اجزا به صورت یک ترکیب با جمع ۱ بیان شد $(X_1+X_2+X_3=1)$ (جدول ۱). برای تهیه فیلم‌های کامپوزیت، مقادیر مشخص از سه ترکیب مطابق نسبت‌های تعیین شده در جدول ۱، توزین شده و با یکدیگر به صورت خشک کاملاً مخلوط شدند. معادل ۳۰٪ وزنی/حجمی گلیسرول به عنوان پلاستیسایزر به همه تیمارها افزوده شد. سه ماده با روش اکستروژن و دستگاه اکسترودر برابندر با دمای نواحی حرارتی به ترتیب ۱۲۸/۱۲۹/۱۲۸/۱۳۰/۱۳۰ درجه سانتی-گراد و دور هلیس rpm ۶۰ با هم مخلوط شدند.

Table 1. Composit films formulation based on mixture design.

Treatment	PVA(X ₃)	Zein(X ₂)	Starch(X ₁)
1	0.125	0.125	0.75
2	0.150	0.200	0.65
3	0.75	0.125	0.80
4	0.75	0.175	0.75
5	100	0.150	0.75
6	100	0.150	0.75
7	100	0.150	0.75
8	0.150	100	0.85
9	0.150	0.200	0.75
10	0.150	100	0.75
11	0.125	0.175	0.70
12	100	0.150	0.75
13	100	0.150	0.75

سپس مقدار ۲ گرم از گرانول‌های اکستروود شده در ۸۰ میلی‌لیتر مخلوط آب-اتانول (نسبت ۵۰:۵۰) به مدت ۲۴ ساعت خیسانده شد. سپس سوسپانسیون حاصل بر روی هیتر مگنت با دمای ۱۰۰ درجه به مدت ۲ ساعت قرار داده شد تا ژل مناسب تشکیل شود. در نهایت محلول در پلیت شیشه‌ای به‌طور یکنواخت پهن و به مدت ۴۸ ساعت در مجاورت هوا و دمای محیط خشک شد تا فیلم‌های موردنظر به‌دست آیند.

**Fig1. Starch-Zein-PVA extruded granules- A sample of composite film.**

رسیدن به وزن ثابت خشک شده و مجدداً توزین گردیدند.

درصد حلالیت از رابطه زیر محاسبه گردید

$$\text{درصد حلالیت} [\%] = \frac{100(\text{وزن نهایی} - \text{وزن اولیه})}{\text{وزن اولیه}}$$

۲-۴- پایداری در محلول‌های اسیدی و قلیایی

۲-۳- حلالیت فیلم در آب

به این منظور قطعات ۲×۳ سانتیمتری از فیلم با دقت ۰/۰۰۱ توزین شده و در بشرهای آزمون محتوی ۸۰ سی سی آب دیونیزه قرار گرفتند. نمونه‌ها به مدت ۱ ساعت بر روی شیکر ۵۰ در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد بهم زده rpm با دور شدند. سپس قطعات باقیمانده فیلم در آن ۶۰ درجه تا

کل (ΔE) برای هر نمونه نسبت به نمونه شاهد و شاخص کروما از فرمول‌های زیر استفاده شد:

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

۲-۷- ویژگی‌های مکانیکی

ویژگی‌های مقاومت به کشش^۱ (TS) و درصد ازدیاد طول تا نقطه پارگی (%E) بر اساس استاندارد ASTM, D882 - 02 و با اندکی تغییرات به وسیله دستگاه بافت سنج LLOYD مدل RS 232 ساخت شرکت AMETEK آمریکا بر طبق روابط ذیل اندازه‌گیری گردید. نمونه‌ها قبل از انجام آزمون، از نظر میزان رطوبت تعدیل گردیدند. فاصله بین دو فک قبل از شروع آزمون ۵۰ میلی‌متر، سرعت حرکت فک‌ها ۵۰ min/mm و سلول بار ۵۰ نیوتن تنظیم شد.

$$\% E = \frac{\text{Elongation at breaking point}}{\text{original length}}$$

$$\text{Tensile Strength} = \frac{\text{Maximum Load}}{\text{Cross sectional area of samples}}$$

که Maximum load، بیشینه نیروی وارد شده به فیلم بر حسب نیوتن و Cross-sectional area سطح مقطع عرضی اولیه فیلم بر حسب متر مربع، Elongation at breaking point، مقدار اتساع تا لحظه پارگی بر حسب میلی‌متر و original length طول اولیه نمونه بین دو فک (میلی‌متر) می‌باشد.

۲-۸- آزمون پراش پرتو ایکس (XRD^۲)

نمونه بهینه فیلم کامپوزیت با استفاده از دستگاه XRD analyzer (Unisantif, XMD-300) ساخت سوئیس با پرتوی $\text{CuK}\alpha$ با طول موج $\lambda = 1/5418$ آنگستروم و زاویه برخورد (2 θ) از ۵ تا ۵۰ درجه، در دمای محیط اسکن شده و

به این منظور قطعات با ابعاد یکسان از فیلم‌ها تهیه و پس از توزین با دقت ۰/۰۰۰۱، در ارلن‌های محتوی ۲۵ سی‌سی سی محلول‌های ۰/۱ نرمال هیدروکسید سدیم و اسید کلریدریک قرار گرفتند و به طور مداوم به مدت یک ساعت بر روی شیکر با دور ۵۰rpm در دمای ۲۵ درجه بهم زده شدند [۱۷]. قطعات باقیمانده فیلم با کمک فیلتر کاغذی از محلول جدا شده و تا رسیدن به وزن ثابت در آن ۶۰ درجه خشک و سپس توزین گردیدند. میزان پایداری فیلم‌ها در محلول‌های اسیدی و قلیایی بر اساس درصد حلالیت آن‌ها در محلول‌های مذکور تعیین شد.

۲-۵- عبور نور و شفافیت

ویژگی ممانعت‌کنندگی در برابر نور مرئی در فیلم‌ها با استفاده از دستگاه UV-Vis اسپکتروفوتومتر مدل CAMSPEC M550 ساخت انگلستان بر اساس رابطه زیر اندازه‌گیری شد. در این معادله A_{600} میزان جذب در طول موج ۶۰۰ نانومتر و X متوسط ضخامت فیلم بر حسب میلی‌متر می‌باشد. [۱۸ و ۱۹].

$$\text{Transparency} = \frac{A_{600}}{X}$$

۲-۶- ویژگی‌های رنگی

رنگ نمونه‌های فیلم با استفاده از دستگاه هانترلب مدل colorflex ساخت آمریکا و بصورت ارزش‌های CIELAB شامل L^* (روشنی)، a^* (قرمزی-سبزی) و b^* (زردی-آبی) ثبت گردید. نمونه پلاستیک شفاف سلوفان به عنوان شاهد

$$C = \sqrt{(a)^2 + (b)^2}$$

انتخاب شده و برای بدست آوردن تفاوت رنگ سنجی

¹ tensile strength

² X-Ray Diffraction

4	4	100	42.79	41.59	1.31	0.000
						13
5	4.4	54.10	38.56	47.11	1.18	0.000
	0					13
6	4.6	53	36.46	35.23	1.17	0.000
	2					12
7	4.2	51.01	36.01	38.95	1.18	0.000
	0					12
8	4.2	60.92	32.10	34.90	1.29	0.000
	1					12
9	2.6	41.26	28.74	35.93	1.24	0.000
	6					13
10	4.1	30.44	40.89	45.19	1.39	0.000
						13
11	3.2	9.24	40.08	39.83	1.18	0.000
	3					10
12	4.3	54.54	38.37	37.08	1.18	0.000
	0					12
13	4.5	55	37.10	38.77	1.18	0.000
						11

طیف پراش پرتو ایکس آن در مقایسه با فیلم نشاسته به عنوان شاهد مورد بررسی قرار گرفت [۲۰].

۲-۹- آنالیز رفتار حرارتی کامپوزیت به روش ترموگراویمتری (TGA^۱)

آنالیز حرارتی فیلم بهینه در مقایسه با فیلم نشاسته به عنوان شاهد با استفاده از دستگاه BaHR analyse مدل STA-503 انجام شد. پودر آلومینای خشک (AL₂O₃) به عنوان ماده مرجع در گرفتن دمانگاشت^۲ استفاده شد. وزن نمونه ۱۲/۵۳ میلی گرم و وزن ماده مرجع ۱۳/۷۵ میلی گرم بود. نمونه‌ها از دمای محیط تا حداکثر ۵۱۰ درجه سانتی‌گراد با سرعت ۱۰ درجه در دقیقه، در اتمسفر هوا با سرعت جریان ۲۰ میلی‌لیتر بر دقیقه حرارت داده شدند [۲۱].

۳- نتایج و بحث

۳-۱- نتایج تعیین ویژگی‌های فیزیکی

نتایج اندازه‌گیری ویژگی‌های فیزیکی شامل ضخامت، دانسیته، حساسیت آنزیمی، حلالیت در آب، پایداری در محلول‌های اسیدی و قلیایی و WVP در جدول ۲ آمده است. بر اساس نتایج برازش داده‌ها با مدل‌های مختلف، کلیه ویژگی‌های فیزیکی با ضریب همبستگی بالا با مدل کوادراتیک خاص برازش شدند.

Table2: Mean of physical characteristic determination of starch/zein/PVA composites

Treat ment	W VP	Solub ility in NaO H (%)	Solub ility in HCL (%)	Solub ility in water (%)	Den sity (g/m ³)	Thick ness (mm)
1	3.5	21.1	36.94	38.66	1.16	0.000
	7					13
2	6.5	100	41.98	46.52	1.24	0.000
	3					16
3	3.7	62.87	42.20	41.54	1.42	0.000
						11

1- Thermogravimetric analysis

2- Thermogram

مطابق نتایج جدول ۲، با افزایش درصد زئین در فرمولاسیون، دانسیته فیلم‌ها کاهش نشان می‌دهد که این امر در نتیجه افزایش ضخامت فیلم‌ها قابل توجیه می‌باشد. همچنین نمونه‌های کامپوزیتی تهیه شده حلالیتی بین ۳۴-۴۵ درصد داشتند که قابل قبول می‌باشد (جدول ۲). مطابق شکل ۲، افزایش درصد زئین میزان حلالیت فیلم‌ها را کاهش داده و بالارفتن میزان PVA و نشاسته در فرمولاسیون سبب افزایش میزان حلالیت فیلم‌ها شده است. در حداقل میزان زئین، بالا رفتن میزان PVA بیش از نشاسته در افزایش میزان حلالیت موثر بوده است. در حداقل میزان نشاسته نیز با کاهش میزان زئین و افزایش درصد PVA، حلالیت افزایش یافته است. همچنین در حداقل میزان PVA، با افزایش درصد نشاسته در کامپوزیت، حلالیت افزایش نشان می‌دهد. زئین بیش از ۵۰-۴۵ درصد پروتئین‌های موجود در ذرت را تشکیل داده و به ویژه در اسید آمینه‌های لوسین (۲۰٪)، گلوتامیک اسید (۲۶-۲۱٪)، آلانین (۱۰٪) و پرولین (۱۰٪) غنی می‌باشد. حضور این اسیدهای آمینه غیرقطبی و آبگریز در ساختار زئین، سبب عدم حلالیت آن در آب می‌شود [۲۲]. به همین دلیل افزایش میزان زئین در کامپوزیت، میزان حلالیت را کاهش و از سوی دیگر نشاسته و PVA، به دلیل ماهیت پلی‌الی و در نتیجه

محیط قلیایی نسبت به محیط اسیدی را می‌توان به تغییر ساختار PVA در محیط اسیدی نسبت داد.

مطابق شکل ۳، افزایش میزان زئین در فرمولاسیون کامپوزیت سبب کاهش WVP و افزایش میزان نشاسته و PVA، سبب افزایش WVP در نمونه‌ها می‌شود. در حداقل میزان زئین، هرچه درصد PVA در فرمولاسیون افزایش می‌یابد، میزان WVP بالاتر خواهد بود. از آنجا که حضور PVA در ترکیب کامپوزیت سبب صاف‌تر و همگن‌تر شدن و افزایش حلالیت فیلم می‌شود، WVP افزایش می‌یابد. از سوی دیگر در حداقل مقدار PVA، با افزایش نشاسته میزان WVP افزایش می‌یابد. از آنجا که نشاسته ترکیبی آبدوست است، افزایش میزان WVP قابل انتظار است.

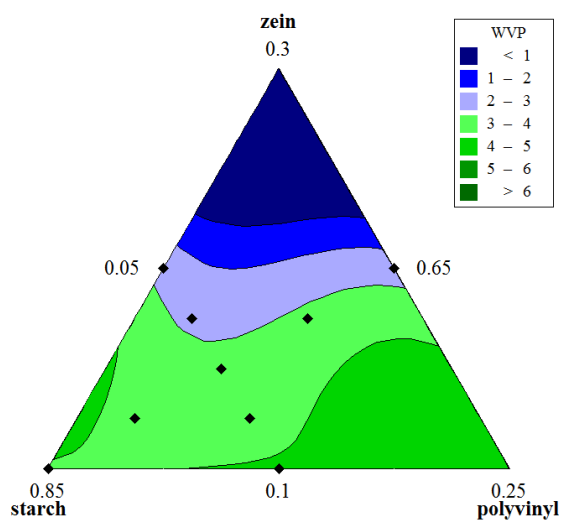


Fig3. The counter diagram of the effects of composite components on WVP of the films.

۳-۲- تعیین ویژگی‌های رنگی

نتایج اندازه‌گیری ویژگی‌های رنگی کامپوزیت‌ها شامل شفافیت، L، a، b، ΔE و کروما در جدول ۳ آمده است.

ویژگی آبدوستی بالا، حلالیت کامپوزیت را در آب افزایش می‌دهند.

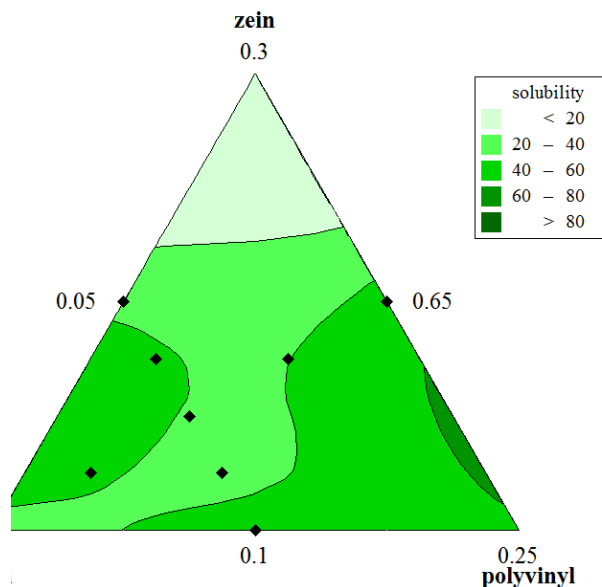


Fig2. The counter diagram of the effects of composite components on the solubility of the films in water

براساس نتایج کمی به دست آمده، فیلم‌های کامپوزیتی نشاسته/زئین/PVA در محیط قلیایی نسبت به محیط اسیدی پایداری کمتری داشته و بیشتر حل می‌شوند، به طوری که برخی نمونه‌ها نظیر نمونه ۲ و ۴، به طور کامل در محلول قلیایی حل شده و ساختار خود را از دست دادند. از آنجا که هیدرولیز نشاسته در محیط اسیدی افزایش می‌یابد، افزایش درصد نشاسته در فرمولاسیون کامپوزیت و بالعکس کاهش میزان زئین، سبب افزایش حلالیت فیلم‌ها در محیط اسیدی می‌شود.

کو و همکاران در تحقیق خود گزارش نمودند که فیلم PVA در محیط قلیایی ناپایدارتر از محیط اسیدی می‌باشد. ایشان مشاهده کردند که در محلول HCL و NH_4HSO_4 ساختار کریستالی PVA افزایش یافته و از میزان حلالیت فیلم کاسته می‌شود [۲۳]. بر این اساس، افزایش حلالیت کامپوزیت‌ها در

Table3: Mean of optical characteristic determination of starch/zein/PVA composites

Treatment	ΔE	C	b	a	L	transperancy
1	29.24	5.42	5.40	-0.51	34.27	5.99
2	57.20	12.5	12.54	-1.01	62.1	11.46
3	36.07	3.99	3.91	-0.83	41.47	8.74
4	41.02	8.37	8.27	-1.25	45.55	6.99
5	41.11	8.97	8.95	-0.44	46.01	6.81
6	31.67	6.99	6.96	-0.62	36.54	5.17
7	32.95	5.31	5.15	-0.59	38.27	6.65
8	17.75	1.51	1.46	-0.38	23.52	4.46
9	39.40	7.44	7.39	-0.89	44.27	8.05
10	35.27	4.96	4.80	-1.23	40.79	7.09
11	40.59	6.01	5.94	-0.93	45.94	8.99
12	30.02	7.11	7.09	-0.55	34.66	5.09
13	25.68	4.38	4.32	-0.64	30.88	5.04

کامپوزیتی مورد آزمون دارای تهرنگ زرد هستند که ناشی از تاثیر زئین مورد استفاده در فرمولاسیونها می باشد. از این رو با افزایش میزان زئین در فرمولاسیون، میزان b افزایش می یابد.

مطابق جدول ۴، در میان کامپوزیت های تولید شده، نمونه شماره ۸ کمترین تفاوت کالریمتریک را نسبت به نمونه شاهد (پلاستیک شفاف سلوفان) نشان داده و کمترین ΔE را داشته است. لازم به ذکر است که ΔE محاسبه شده برای کامپوزیتها، در دامنه بین ۵۷-۱۷ قرار دارد که مقایسه آن با نمونه های فیلم نشاسته که ΔE بین ۴/۴-۴/۱ داشتند، نشان می دهد که اضافه شدن زئین و PVA به نشاسته، سبب افزایش تفاوت کلی رنگ فیلمها با نمونه شاهد می شود.

نتایج محاسبه میزان C حاکی از افزایش میزان خلوص یا اشباعیت رنگ در نمونهها همزمان با افزایش میزان زئین در فرمولاسیون کامپوزیت می باشد. فیلم های تهیه شده عمدتاً دارای C کمتر از ۱۰ بودند که با توجه به وجود بیش از سه

بر اساس نتایج، کامپوزیت های تهیه شده دارای ارزش روشنی یا L معادل ۲۳ تا ۶۰ بودند. با کاهش میزان زئین و افزایش درصد نشاسته و PVA در فرمولاسیون کامپوزیت، میزان روشنی فیلمها افزایش می یابد. همچنین در حداقل میزان زئین، هرچه مقدار PVA در کامپوزیت بیشتر باشد، نمونهها دارای رنگ روشن تر خواهند بود که با توجه به شفافیت و ارزش L بالای PVA، این امر مورد انتظار می باشد.

از آنجا که ارزش a میزان قرمزی-سبزی نمونهها را نشان می دهد، اعداد مثبت نشان دهنده قرمزی و اعداد منفی، نشان دهنده سبزی رنگ نمونهها می باشند. مطابق جدول ۴ کلیه کامپوزیت های تهیه شده دارای ارزش a منفی بوده و به عبارت دیگر دارای تهرنگ سبز می باشند. افزایش میزان زئین در فرمولاسیون کامپوزیت، رنگ نمونهها را از سبزی به سمت قرمزی متمایل می کند. همچنین افزایش میزان PVA و نشاسته، میزان تهرنگ سبز را افزایش می دهد. به همین ترتیب b، توصیف کننده میزان زرد-آبی بودن رنگ می باشد. مطابق جدول ۴ ارزش های b مثبت نشان می دهند که کلیه نمونه های

۳-۳- نتایج تعیین ویژگی‌های مکانیکی

جدول ۴ نتایج اندازه‌گیری ویژگی‌های مکانیکی فیلم‌ها را نشان می‌دهد.

Table 4: Mean of mechanical characteristic determination of starch/zein/PVA composites

Treatment	%E(mm)	TS(MPa)	Modulus of elasticity (MPa)
1	22.397	2.364	39.910
2	20.228	2.114	38.359
3	36.031	4.973	28.117
4	20.093	3.157	121.311
5	34.806	2.483	46.863
6	34.654	2.357	39.339
7	34.163	2.176	49.572
8	48.967	5.322	106.05
9	21.517	2.847	120.930
10	31.636	3.622	60.833
11	25.827	2.965	74.606
12	34.425	2.664	49.084
13	34.883	2.339	47.957

نتایج به دست آمده نشان داد که ویژگی‌های مکانیکی فیلم‌ها بر اساس نوع فرمولاسیون کامپوزیت مورد استفاده در ساختار آن‌ها تفاوت می‌یابد. مطابق شکل ۴ افزایش مقدار ژئین در فرمولاسیون، منجر به کاهش مقاومت به کشش در کامپوزیت می‌شود. همچنین در حداقل مقدار ژئین، افزایش میزان نشاسته منجر به افزایش TS شده است. در حداقل میزان نشاسته نیز، با افزایش میزان PVA، مقاومت به کشش کامپوزیت افزایش نشان داده است.

ترکیب مختلف موجود در فرمولاسیون و در نتیجه ناخالص بودن آن نسبت به فیلم‌های تک جزئی، این نتیجه قابل انتظار بود. لازم به ذکر است که فیلم‌های تک‌جزئی نشاسته، دارای ارزش C برابر ۶۶-۷۸ بودند (جدول ۴).

شفافیت یک ویژگی بسیار مهم برای فیلم‌هایی است که به عنوان پوشش یا بسته‌بندی برای مواد غذایی مورد استفاده قرار می‌گیرند [۲۴]. همچنین شفافیت یک شاخص موثر و کارآمد در تعیین اطلاعات مربوط به اندازه ذرات پراکنده شده در ماتریکس پلیمر است، به طوری که ذرات و گرانول‌های بزرگتر از طول موج مرئی، مسیر عبور نور را مسدود نموده و باعث افزایش کدورت فیلم می‌شوند [۲۵]. لازم به ذکر است که شفافیت تحت تاثیر ضخامت فیلم قرار می‌گیرد [۲۶] و در مطالعه شفافیت باید ضخامت فیلم به دقت کنترل شود.

نتایج به دست آمده از آزمون میزان شفافیت کامپوزیت‌ها توسط دستگاه اسپکتروفوتومتر، حاکی از آن است که با افزایش درصد PVA و نشاسته و کاهش میزان ژئین، شفافیت کامپوزیت افزایش می‌یابد. همان‌گونه که ذکر شد، شفافیت می‌تواند به عنوان شاخصی برای تعیین اندازه ذرات پراکنده شده و یکنواختی ماتریکس پلیمر نیز در نظر گرفته شود. محققان گزارش کرده‌اند که در فیلم مخلوط نشاسته و ژئین، شکاف‌هایی در طول ماتریکس مخلوط مشاهده می‌شود که ناشی از سازش‌پذیری ضعیف دو ماده است. این عدم سازش‌پذیری بر ویژگی‌های مخلوط تاثیرگذار می‌باشد [۲۶]. بنابراین می‌توان گفت در مخلوط نشاسته، ژئین و PVA، ژئین به دلیل سازش‌پذیری ضعیف با دو ماده دیگر، به خوبی در ماتریکس کامپوزیت پراکنده نشده است. این عدم پراکندگی مناسب، سبب جلوگیری از عبور نور و ایجاد کدورت در فیلم می‌شود. لذا در میان کامپوزیت‌های تولید شده، بیشترین شفافیت مربوط به فیلم‌هایی است که دارای مقادیر کمتری ژئین می‌باشند.

افزایش مقدار زئین در فرمولاسیون، سبب افزایش ازدیاد طول در کامپوزیت‌ها شده است. در حداقل مقدار زئین، بالا رفتن درصد نشاسته و بالعکس کاهش یافتن میزان PVA، ازدیاد طول کامپوزیت‌ها را افزایش داده است. همچنین در حداقل مقدار نشاسته، بالا رفتن درصد PVA در ترکیب کامپوزیت، منجر به کاهش %E شده است. در حداقل مقدار PVA، ازدیاد طول در نمونه‌های خالص‌تر (حاوی زئین بیشتر یا نشاسته بیشتر) افزایش داشته است (شکل ۶).

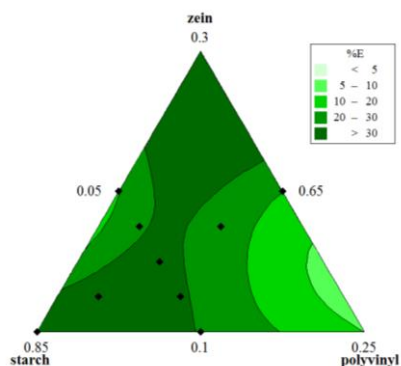


Fig6. The counter diagram of the effects of composite components on %E of the films

نتایج به دست آمده در خصوص ویژگی‌های مکانیکی کامپوزیت‌های تولید شده با نتایج محققان دیگر مطابقت دارد. از جمله محققان بر اساس نتایج مطالعات مورفولوژی خود بر روی فیلم‌های تولید شده به روش قالب‌گیری حرارتی از نشاسته ذرت و زئین گزارش کردند که در نتیجه متراکم شدن زئین در ساختار فیلم، شبکه ماکرومولکولار شکل گرفته که سبب به هم چسبیدن گرانول‌های نشاسته می‌شود. در نتیجه این به هم چسبیدگی، خواص مکانیکی فیلم نظیر مقاومت به کشش تحت تاثیر قرار گرفته و کاهش می‌یابد. این محققان نتیجه گرفتند که اندازه ذرات زئین بر ساختار و خواص ترمودینامیکی ترکیب نشاسته/زئین موثر است، به طوری که با کوچک‌تر شدن اندازه ذرات زئین، ساختار فیلم یکپارچه‌تر و خواص مکانیکی آن بهتر خواهد بود [۲۷].

هیچ و همکاران در پژوهش خود بر روی تولید ترکیب نشاسته/زئین با استفاده از اعمال نیروهای برشی، گزارش

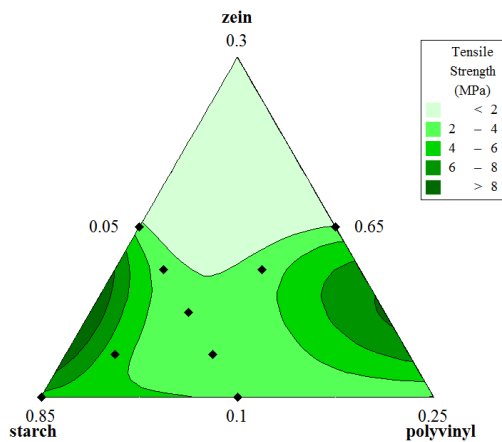


Fig4. The counter diagram of the effects of composite components on TS of the films

مدول یانگ یا الاستیسیته به نسبت تنش به کرنش مواد جامد در ناحیه الاستیک (پایین‌تر از نقطه تسلیم) گفته می‌شود. از آنجا که تنش از جنس فشار است و کرنش کمیتی بدون بعد می‌باشد، مدول الاستیسیته از جنس فشار بوده و با واحد MPa سنجیده می‌شود. همان‌گونه که در شکل ۵ قابل مشاهده است با افزایش درصد زئین، مدول الاستیسیته در نمونه‌ها افزایش یافته و افزایش درصد نشاسته و PVA در فرمولاسیون، از میزان این ویژگی می‌کاهد. مدول الاستیسیته نمونه‌های کامپوزیت تهیه شده در دامنه ۱۲۱-۲۸ MPa می‌باشد. لازم به ذکر است که هرچه میزان مدول الاستیسیته فیلم بالاتر باشد، نیروی بیشتری برای تغییر شکل در ناحیه الاستیک منحنی تنش به کرنش، نیاز دارد و به عبارت دیگر استحکام تسلیم بالاتری خواهد داشت.

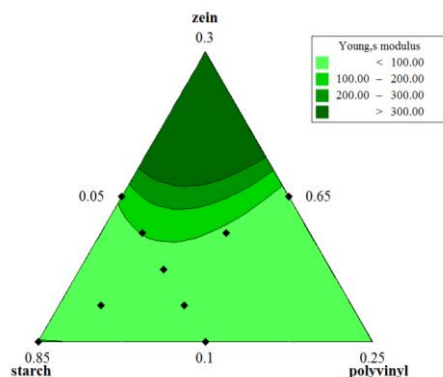


Fig5. The counter diagram of the effects of composite components on Modulus of elasticity of the films

همبستگی داده‌های مدل برازش شده برای برخی پاسخ‌های ذکر شده در جدول ۵ نشان داده شده است.

کردند که در حقیقت چسبندگی ضعیف و سازش ناپذیری دو ماده زئین و نشاسته به یکدیگر، درصد ازدیاد طول پلیمر را افزایش می‌دهد. این امر از مکانیسم تغییر شکل غیریکنواخت زئین و نشاسته تحت نیروهای برشی ناشی می‌شود که شکاف‌هایی در طول ماتریکس ترکیب ایجاد می‌کند. به عبارت دیگر، اصطکاک داخلی پلیمر نشاسته در نتیجه وجود زئین کاهش یافته و افزایش طول در پلیمر ایجاد می‌شود، اما از سوی دیگر به سبب شکاف‌های ایجاد شده، کاهش TS یا مقاومت کششی مشاهده خواهد شد [۲۸].

لازم به ذکر است که استحکام پلیمر، توسط پلاستیسایزرها هم تحت تأثیر قرار می‌گیرد به طوری که با افزایش میزان پلاستیسایزر استحکام کششی کاهش می‌یابد. در این تحقیق میزان پلاستیسایزر (گلسیرویل) مورد استفاده ثابت بوده و تفاوت خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها، منحصر به تفاوت ترکیبات موجود در فرمولاسیون آن‌ها و واکنش این ترکیبات با یکدیگر تحت نیروهای برشی اعمال شده در فرایند اکستروژن نسبت داده می‌شود.

۳-۴- برازش بهترین مدل برای توصیف داده‌ها

جداول ۲، ۳ و ۴ نتایج مطالعه طرح مخلوط را نشان دادند. هم متغیرهای مستقل و هم وابسته با مدل‌های خطی، کوادراتیک، مکعبی و کوارتیک خاص برازش شدند. بر اساس توصیف کورنل و همکاران، بهترین مدل برازش داده‌ها، مدلی است که دارای پایین‌ترین انحراف معیار^۱، پایین‌ترین جمع مربعات پیش‌بینی شده^۲، و بالاترین ضریب همبستگی (R^2) و عدم برازش بی‌معنی باشد [۲۹]. بر این اساس برای پاسخ‌های ضخامت، حلالیت در آب، WVP، L، a، کروما، شفافیت، ΔE و مقاومت به کشش مدل کوارتیک خاص بهترین مدل شناخته شد. ضرایب رگرسیون و

1- Standard deviation
2- Predicted sum of squares

Table 5. Regression coefficient and data correlation of special quadratic model for characteristics of starch/zein/PVA composites

TS	ΔE	transparency	a	WVP	Solubility in water	Thickness	Coefficients
5.32*	18*	3*	0.38*	4*	33*	0.00012*	X_1
49.82*	-252*	-129*	-9.12*	28.6*	-132*	0.00091*	X_2
0.44*	53*	11*	2.15*	3.5*	58*	0.00014*	X_3
-96.46*	627 ^{ns}	284*	21.19 ^{ns}	-54.7*	343*	-0.00152*	X_1X_2
-92.06*	626 ^{ns}	283*	17.95 ^{ns}	-37.9 ^{ns}	334*	-0.00145 ^{ns}	X_2X_3
211.16*	-2174 ^{ns}	-1089*	-93.45*	299.9*	-1167 ^{ns}	0.0061*	$X_1^2X_2X_3$
153.94*	180 ^{ns}	-30 ^{ns}	68.21*	11.4 ^{ns}	282 ^{ns}	-0.0011 ^{ns}	$X_2^2X_1X_3$
67.6 ^{ns}	-1478 ^{ns}	-290 ^{ns}	-86.99*	-159.2*	-1009*	-0.0012 ^{ns}	$X_3^2X_1X_2$
98.04	87.80	94/03	91.76	97.20	91.55	89.4	R^2

The sign of * shows significant ($P < 0.05$) and ^{ns} shows not significant.

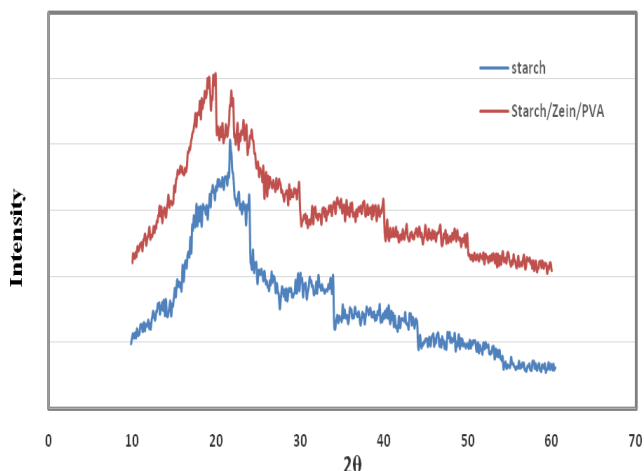


Fig 7. XRD of composite film in compare with starch film.

۷-۳- بررسی رفتار حرارتی (TGA) فیلم کامپوزیت

TGA مقدار و سرعت تغییرات در وزن یک نمونه را به عنوان تابعی از دما یا زمان در یک اتمسفر کنترل شده تعیین می‌کند. این اطلاعات برای تعیین پایداری حرارتی یا اکسایشی مواد و شناسایی ویژگی‌های ترکیبی آنها کاربرد دارند. این روش می‌تواند موادی را آنالیز کند که دچار افت وزنی یا افزایش وزنی در نتیجه تجزیه، اکسیداسیون یا از دست دادن مواد فرار مانند رطوبت می‌شوند. این تکنیک به-خصوص برای مطالعه مواد پلیمری نظیر ترموپلاستیک‌ها،

۳-۵- نتایج بهینه‌سازی فرمولاسیون کامپوزیت

از آنجا که خصوصیات مطلوب فیلم نهایی شامل حلالیت در آب پایین، WVP پایین، شفافیت بالا، ΔE پایین و مقاومت به کشش بالا بود، با تعیین دامنه قابل قبول برای هر ویژگی، فرمولاسیون بهینه شامل ۸۵ درصد نشاسته، ۱۰ درصد زئین و ۵ درصد PVA تعیین شد. میزان مطلوبیت فرمول تعیین شده (D) معادل ۹۸٪ محاسبه شد.

۳-۶- بررسی پراش پرتو ایکس فیلم کامپوزیت

مطابق نتایج آزمون پراش پرتو ایکس (شکل ۷)، اغلب ساختار فیلم نشاسته تولید شده به صورت آمورف بوده و تنها در محدوده 2θ برابر $17-24^\circ$ پیک نسبتاً مشخص قابل مشاهده است. در فیلم کامپوزیت با توجه به آن که نشاسته قسمت اعظم ساختار را تشکیل می‌دهد، الگوی آمورف نشاسته در بخش‌های زیادی بدون تغییر مشاهده می‌شود، اما در محدوده 2θ برابر $17-19^\circ$ و $22-24^\circ$ پیک‌های مشخص در ساختار کامپوزیت ایجاد شده است، بنابراین می‌توان گفت ساختار کامپوزیت به صورت آمورف و در بخش‌هایی کریستالی می‌باشد که این تغییر را می‌توان به وجود PVA در آن نسبت داد.

کامپوزیت در محدوده دمایی ۳۴۰-۲۸۵/۳ درجه سانتیگراد و معادل ۴۸/۲ درصد مشاهده می‌شود. از دمای ۳۴۰ تا ۵۰۰ درجه سانتیگراد نیز ۱۳/۵ درصد افت وزنی در نمونه‌ها ایجاد شده است.

از بررسی رفتار حرارتی فیلم کامپوزیت می‌توان گفت که فرمولاسیون طراحی شده، تا محدوده دمایی ۱۸۰ درجه سانتیگراد پایدار بوده و دچار تجزیه حرارتی نمی‌شود، زیرا شروع تغییرات دمایی کامپوزیت در دماهای بالاتر رخ داده است. همچنین تغییرات تدریجی‌تر ساختار کامپوزیت نسبت به نشاسته، با توجه به حضور همزمان سه ترکیب نشاسته، زئین، PVA و واکنش‌های این ترکیبات با یکدیگر قابل توصیف است. افت وزنی نمونه‌های فیلم در مراحل مختلف را می‌توان به خروج رطوبت، تجزیه حرارتی زنجیر پلیمر و آزاد شدن ترکیبات فرار، واکنش پیوند عرضی بین مولکول‌ها و تخریب گروه‌های آمینی در ساختار زئین نسبت داد [۲۱].

۴- نتیجه گیری

در مجموع، بررسی نتایج فیلم کامپوزیت ساخته شده از نشاسته به همراه زئین و پلی وینیل الکل نشان داد که کامپوزیت حاصل از ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی قابل قبولی برخوردار است به طوری که حضور PVA ویژگی‌های مکانیکی فیلم را به طور چشمگیری بهبود می‌بخشد و زئین، در کاهش میزان حلالیت در آب نشاسته موثر می‌باشد. همچنین برای مخلوط کردن این مواد و تولید فیلم، روش اکستروژن قابل استفاده است که روش متداول برای تولید فیلم‌ها به صورت صنعتی می‌باشد. بررسی FTIR فیلم کامپوزیت در مقایسه با فیلم‌های خالص، نشان داد که برایندی از طیف تمام اجزاء تشکیل دهنده در آن قابل مشاهده است که مبین خوب ترکیب شدن اجزاء می‌باشد. نتایج آزمون پراش پرتو ایکس نیز نشان داد که ساختار کامپوزیت به صورت آمورف و در بخش‌هایی کریستالی می‌باشد. بررسی

ترموست‌ها، الاستومرها، کامپوزیت‌ها، فیلم‌ها، فیبرها و پوشش‌ها مناسب هستند [۳۰].

روش TGA به خصوص برای تعیین اطلاعات در خصوص آنالیز ترکیبی مواد چندجزئی، پایداری حرارتی، پایداری اکسایشی، تعیین عمر ماندگاری، بررسی سینتیک تجزیه، تأثیرات اتمسفر واکنش دهنده بر روی مواد، میزان رطوبت و ترکیبات فرار و ... کاربرد دارد [۳۱].

دمانگاشت یا منحنی TG فیلم نشاسته و فیلم کامپوزیت در اتمسفر هوا در شکل ۸ نشان داده شده است. میزان افت وزنی در مراحل مختلف با استفاده از رسم مماس بر منحنی و تعیین نقطه Y از معادله خط در مراحل مختلف محاسبه شد. همانگونه که مشاهده می‌شود در فیلم نشاسته بیشترین افت وزنی در دامنه دمایی ۳۲۵-۲۹۶ درجه سانتیگراد روی داده و نمونه بیش از ۶۹/۱ درصد وزن خود را از دست داده است. پس از آن در محدوده ۳۲۵ تا ۵۰۰ درجه سانتیگراد، ۱۴/۶۴ درصد کاهش وزن در نمونه‌ها مشاهده می‌شود.

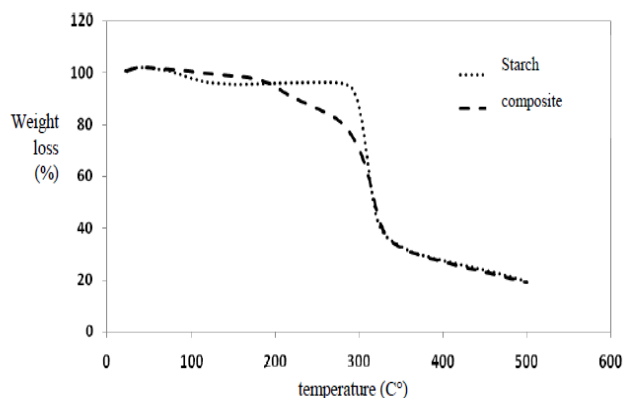


Fig8. TG of compsite and starch film.

در نمونه فیلم کامپوزیت، تغییرات ساختار کامپوزیت در اثر حرارت نسبت به فیلم نشاسته به صورت تدریجی‌تر رخ داده است. دمای شروع تغییرات افت وزنی در نمونه‌ها ۱۸۱/۳ می‌باشد و از این دما تا دمای ۲۸۵/۲۳، ۱۶/۲ درصد افت وزنی در نمونه ایجاد شده است. بیشترین افت وزنی

۵- تشکر و قدردانی

از حمایت مالی جهاد دانشگاهی برای انجام این طرح پژوهشی در قالب پروژه کد ۱۱-۲۰۶۷ تشکر و قدردانی می شود.

۶- منابع

- [1]. Liu, X., Yu, W. (2006). Evaluating the Thermal Stability of High-Performance Fibers by TGA. *Applied Polymer Science*, 99: 937-944.
- [2]. Romero-Bastida, C.A., Bello-Perez, L.A., Garcia, M.A., Martino, M.N., Solorza-Feria, J. & Zaritzky, N.E. (2005). Physicochemical and microstructural characterization of films prepared by thermal and cold gelatinization from non-conventional sources of starches. *Carbohydrate Polymers*, 60, 235-244.
- [3]. Bourtoom, T. (2008). Edible films and coatings: characteristics and properties. *International Food Research Journal*, 15(3):1-12.
- [4]. Garcia M.A., Martinho M.N., Zaritzky N.E. (2000). Microstructural characterization of plasticized starch-based films. *Starch/Starke*, 52:118-124.
- [5]. Kumar, P., Sandeep, K. P., Alavi, S. V., Truong, D. and Gorga, R. E. (2010). Preparation and characterization of bio-nanocomposite films based on soy protein isolate and montmorillonite using melt extrusion. *Journal of Food Engineering*, 100: 480-489.
- [6]. Dias A.B, Muller C.M.O, Larotonda F.D.S, Laurindo J.B. (2010). Biodegradable films based on rice starch and rice flour. *Journal of Cereal Science*, 51: 213-219.
- [7]. Talja R.A. Helen H., Roos Y.H., Jouppila K. (2008). Effect of type and content of binary polyol mixtures on physical and mechanical properties of starch-based edible films. *Carbohydrate Polymers*, 71:269-276.
- [8]. Lafargue D., Lourdin D., Doublier J.L. (2007). Film-forming properties of a modified starch/j-carrageenan mixture in relation to its rheological behavior. *Carbohydrate Polymers*, 70:101-111.
- [9]. Hernandez O., Emaldi U., Tovar J. (2008). In vitro digestibility of edible films from various starch sources. *Carbohydrate Polymers*, 71:648-655.
- [10]. Ghanbarzadeh B, Almasi H, Entezami A. (2010). Physical properties of edible modified starch/carboxymethyl cellulose films. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11: 697-702.
- [11]. Shukla, R., Cheryan, M., (2001). Zein: the industrial protein from corn. *Industrial Crops and Products*, 13(3):171-192.
- [12]. Lawton, J.W. (2004). Plasticizers for zein: their effect on tensile properties and water absorption of zein films. *Cereal Chemistry*, 81(1):1-5.
- [13]. Wang, Q., & Padua, G.W. (2005). Properties of zein films coated with drying oils, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53: 3444-3448.
- [14]. Bertuzzi, M.A. Castro Vidaurre, E.F. Armada, M. & Gottifredi. J.C. (2007). Water vapor permeability of edible starch-based films. *Journal of Food Engineering*, 80, 972-978.
- [15]. Tihminlioglu, F., Dogan Atik, I., Ozen, B. (2010). Water vapor and oxygen-barrier performance of corn-zein coated polypropylene films. *Journal of Food Engineering*, 96:342-347.
- [16]. Zou G X, Qu J P, Zou X L. (2007). Optimization of water absorption of starch/PVA composites. *Polym Compos*: 674-679.
- [17]. Hu, G., Chen, J. & Gao, J. (2009). Preparation and characteristics of oxidized potato starch films. *Carbohydrate Polymers*, 76, 291-298.
- [18]. Yan, Q., Hou, H., Guo, P. & Dong, H. (2011). Effects of extrusion and glycerol content on properties of oxidized and acetylated corn starch-based films. *Carbohydrate Polymers*.
- [19]. Han, J. H., & Floros, J. D. (1997). Casting antimicrobial packaging films and measuring their physical properties and antimicrobial activity. *Journal of Plastic Film and Sheet*, 13, 287-298.
- [20]. Huang Z., Guo Y.h., Zhang T., Zhang X., Guo L. (2013). Fabrication and Characterizations of Zeolite b-filled Polyethylene Composite Films. *Packaging technology and science*, 26(1): 1-10.
- [21]. Arora S., Lal S., Sharmab C., Aneja K.R. (2011). Synthesis, thermal and antimicrobial studies of chitosan/starch/poly (vinyl alcohol) ternary blend films. *Der Chemica Sinica*, 2(5):75-86.
- [22]. Paulis, J.W. (1982). Recent developments in corn protein research. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 30 (1):14-20.
- [23]. Koo O.M.Y., Fiske J.D., Yang H., Nikfar F., Thakur A., Scheer B., Adams M.L. (2011). رفتار حرارتی فیلم کامپوزیت حاکی از آن بود که فرمولاسیون طراحی شده، تا محدوده دمایی ۱۸۰ درجه سانتیگراد پایدار بوده و دچار تجزیه حرارتی نمی شود، زیرا شروع تغییرات دمایی کامپوزیت در دماهای بالاتر می باشد. این ویژگی از دیدگاه صنعتی تولید فیلم، حائز اهمیت است.

- Investigation into Stability of Poly (Vinyl Alcohol)-Based Opadry® II Films. *AAPS PharmSciTech*, 12(2): 746-754.
- [24]. Gontard N, Guilbert S, Cuq J. L. (1992). Edible wheat gluten films: Influence of the main process variables on film properties using response surface methodology. *Journal of Food Science*, 57: 190–195.
- [25]. Piyaporn K, Duangdao A, Duanghathai P, Kawee S. (2007). Preparation of cassava starch/montmorillonite composite film. *Carbohydrate Polymers*, 67: 155–163.
- [26]. Wu J. (2003). The interfacial properties and porous structures of polymer blends characterized by synchrotron small-angle X-ray scattering. *Polymer*, 44 (26): 8033–8040.
- [27]. Zeng M., Huanga Y., Lua L., Fana L., Lourdinc D. (2011). Effects of filler-matrix morphology on mechanical properties of corn starch–zein thermo-moulded films. *Carbohydrate Polymers*, 84: 323–328.
- [28]. Habeych, E., Dekkers B., Goot A.J.V., Boom R. (2008). Starch–zein blends formed by shear flow. *Chemical Engineering Science*, 63: 5229 – 5238.
- [29]. Cornell, J. (2002). Experiments with mixtures: Designs, models, and the analysis of Mixture data (3rd ed.). New York: John Wiley and Sons, Inc.
- [30]. Liu, X., Yu, W. (2006). Evaluating the Thermal Stability of High-Performance Fibers by TGA. *Applied Polymer Science*, 99: 937–944.



Scientific Research

The use of mixture design in optimization of biodegradable three-component composite film formulation of starch, zein and PVA based on physicochemical and mechanical properties

Fereshteh Hosseini¹, Mohammad Bagher Habibi Najafi², Abdolrasol Oromiehie³, Mahdi Nasiri Mahallati⁴, Masoud Yavarmanesh⁵

1. Department of Food Additives, Food Science and Technology Research Institute, ACECR, Khorasan Razavi, Mashhad, Iran

ABSTRACT

ARTICLE INFO

Production and use of biodegradable films with appropriate physical and mechanical properties and replacing them with synthetic materials is an effective solution to reduce many environmental pollutions. In this study, with the aim of producing biodegradable consistent structure and durable composite films, starch, zein and PVA were mixed with different proportions according to mixture design and ternary composites were prepared. Physical and mechanical properties were compared and optimum formulation were determined. According to the results, adding PVA to starch improved the mechanical properties and adding zein to it reduced the water solubility of the composite films. The optimal formulation of the three-component composite was determined as %85 starch, %15 zein and %5 PVA with a desirability level equal to %98. The x-ray diffraction patterns of optimal film showed two specified peak at $2\theta=17-19^\circ$ and $2\theta = 22-24^\circ$, this pattern indicated the amorphous and crystalline structure of the composite film. Finally, differential scanning calorimetry showed that the highest weight loss of composite film is $285/3-340^\circ\text{C}$ equal to %48/2.

Article History:

Received: 2022/10/30
Accepted: 2023/2/19

Keywords:

Composite,
Biodegradable,
TGA,
XRD.

DOI: 10.22034/FSCT.20.144.80

DOR: 20.1001.1.20088787.1402.20.144.5.9

*Corresponding Author E-Mail:
f.hosseini@acecr.ac.