

تحضير أغشية من الكايتوسان ودراسة خصائصها الحجزية والميكانيكية والحرارية

علي خضير الركابي و علاء جبار المنهل و حسن كاظم الكناني

قسم علوم الاغذية، كلية الزراعة، جامعة البصرة، العراق

المستخلص: هدفت الدراسة الحالية إلى تحضير أغشية من الكايتوسان وبمعاملات مختلفة (D,C,B) والملدنة مع الكليسرول بتراكيز مختلفة (بدون إضافة، 15، 30 %) من وزن الكايتوسان. إذ لوحظ حصول ارتفاع في سمك غشاء B من 0.044-0.048 ملم و C من 0.042-0.046 ملم و D من 0.040-0.044 ملم وأيضاً ارتفاع قيم النفاذية لبخار الماء و 11.78-13.59 ومن 11.28-12.94 ومن 10.32-12.23 غم .ملم/م². ساعة .كيلو باسكال للغشاء D,C,B على التوالي مع زيادة تركيز الكليسرول في حين وانخفضت قوة الشد مع زيادة نسبة الملدن المضافة ولجميع الأغشية المحضرة رافقها ارتفاع في النسبة المئوية لاستطالة الأغشية المحضرة أما بالنسبة لذوبانية الأغشية في الماء فأنها أزدت مع زيادة تركيز الملدن لتصل إلى أعلى نسبة في غشاء D وهي 24.35%. كما شخّصت المجاميع الفعالة لأغشية الكايتوسان بتقنية مطيافية الاشعة تحت الحمراء وبنفس الوقت قدر التحلل الحراري الوزني والذي اظهر فيه الغشاء عدة مراحل للتفكك تبدأ من 100م وتنتهي عند درجة 558م كما بين التركيب البلوري لجزيئات الكايتوسان بالأشعة السينية ظهور شكل شبة متبلور لغشاء الكايتوسان من خلال ظهور قمتين عند زاوية 2^o. الكلمات الدالة: كايتوسان، أغشية، الخصائص الميكانيكية، الخواص الحرارية.

المقدمة

لذلك ظهرت الحاجة لأستعمل المواد الحيوية في تغليف الأغذية لأختزال المواد البلاستيكية والغير متحللة حيوياً والملوثة للبيئة ومن ناحية أخرى تكون قابلة للتجدد والتحلل الحيوي وغير سامة ومن المواد الصديقة للبيئة [17]، فضلاً عن كونها ملائمة لإنتاج أغشية قابلة للأكل سواء كانت من السكريات المتعددة كالكايتوسان والنشا والبروتينات (كبروتينات الشرش) والحبوب والدهون المختلفة [30]. ويعد الكايتوسان بصورة عامة من البوليمرات المتوفرة في الطبيعة والملائمة لتكوين الأغشية والأغطية القابلة للأكل والمتحللة حيوياً وتمتلك خصائص ميكانيكية جيدة فضلاً عن قابليتها على حجز الرطوبة والغاز وتعمل كمضاد لمختلف أنواع الإحياء المجهريّة وتطيل من عمر المواد الغذائية [21].

وهو يحضر بعملية إزالة الاستيل من الكايتين ويعد الأخير المادة الأساسية المكونة للهيكل الخارجي

تعد عملية التعبئة والتغليف من العمليات المهمة في التصنيع الغذائي والتي تتمثل في إطالة حفظ المادة الغذائية بأحد أنواع الأغلفة المناسبة للحفظ عليه لأطول فترة زمنية ممكنة دون أن يؤثر ذلك على خصائصها الطبيعية [6]. يوجد ألان ما يقارب 1500 مادة كيميائية تستخدم في صناعة مواد التعبئة والتغليف يدخل بعضها لتحسين الجودة أو عوامل مساعدة في التصنيع أو كمواد ملونة وأكدت الدراسات والبحوث على التأثيرات السامة الناتجة عن سمية بعض مواد التعبئة وقابليتها على الانتشار من مادة التعبئة إلى المنتج المعبأ فضلاً عن المشاكل البيئية والصحية الناتجة عن الطرق المختلفة في التخلص من مواد التعبئة والتغليف والتي تتقدمها المواد البلاستيكية الغير قابلة للتحلل [1، 5]، مما دعى بالمستهلك إلى البحث عن أغذية ذات نوعية عالية وبدون مواد كيميائية حافظة

للقشريات مثل السرطان البحري والروبيان وجراد البحر ويأتي بالمرتبة الثانية في انتشاره في الطبيعة بعد السليلوز ويمتلك الكايتوسان ثلاث مجاميع وظيفية فعالة وهي مجموعة الأمين في موقع ذرة الكربون الثانية ومجموعتي الهيدروكسيل في موقع ذرة الكربون الثالثة والسادسة والتي تمكنه من تكوين أوأصر أيونية و هيدروجينية وهيدروفوبية مع جزيئات أخرى كالدهون والبروتينات [7، 27] ونظراً للمشاكل البيئية الناجمة عن البلاستيك الصناعي وزيادة الطلب على البوليمرات الطبيعية ولوفرة المادة الأولية المتمثلة بالمخلفات البحرية كقشور الروبيان في مدينة البصرة ولقلة وجود الدراسات حول الكايتوسان في بلدنا لذا هدفت الدراسة لتحضير أغشية من الكايتوسان ودراسة خصائصها المختلفة.

المواد وطرائق العمل

1. جمع العينات: تم جمع العينات (الروبيان) من نوع *Penaeus semisutcatatus* من سوق السمك في البصرة بوزن 10 كغم. ونقلت إلى المختبر بواسطة أكياس البولي إثيلين وأزيلت وجمعت القشور وغسلت بماء الحنفية وجففت في فرن بدرجة 50°م لمدة 24 ساعة وبعدها طحنت بمطحنة كهربائية ونخلت وحفظت في أكياس من البولي إثيلين ووضع في المجمدة.
2. المواد الكيميائية المستخدمة من النوع التحليلي كما استخدم الماء المقطر.

طرائق العمل

حضر الكايتين وفقاً للطريقة المبينة من قبل Ocloo [19] والمتضمنة عملية إزالة الأملاح وعملية إزالة البروتينات وعملية إزالة الصبغات، وبعدها تم تحضير الكايتوسان وفقاً للطريقة المبينة في Mohammed [16].

تحضير الأغشية البسيطة:

حضرت ثلاث أغشية من الكايتوسان وهي D,C,B حسب طريقة [14] Leceta وذلك بإذابة 1 غم من الكايتوسان في 1% حامض ألكليك وضعت المحاليل على مازج مغناطيسي لمدة 15 دقيقة بعدها أضيف الكليسرول بتركيز مختلف (بدون إضافة كليسرول بتركيز 15 و30%) من وزن الكايتوسان إلى المحاليل ومزجت بواسطة المازج المغناطيسي لمدة 30 دقيقة لغرض تجانس المخلوط ثم صبت المحاليل بواقع 10 مل لكل طبق بلاستيكي وترك لتجف على درجة حرارة الغرفة لمدة 24 ساعة وبعدها نزع الأغشية من الإطباق وأجريت عملية تكييف للأغشية المحضرة قبل إجراء الفحوصات عليها وذلك بنقلها إلى مجفف زجاجي لتوفير رطوبة نسبية 56±2% بوجود محلول بروميد الصوديوم المشبع (NaBr) في قاع المجففة عند درجة حرارة الغرفة لمدة 48 ساعة أستعمل Hydrothermometer لقياس نسبة الرطوبة ودرجة الحرارة داخل المجفف الزجاجي [10].

تقدير سمك الأغشية

استعملت الطريقة التي أتبعها [14] Leceta في قياس سمك الأغشية باستعمال micrometer الصيني المنشأ تصل دقته إلى 0.01 ملم ،أخذت لكل غشاء 5 قراءات من الغشاء وأخذ معدل القراءات ليمثل سمك الغشاء.

قياس قوة الشد والاستطالة حتى القطع:

قيست قوة الشد والنسبة المئوية للاستطالة حتى القطع وحسب ما وصفها [9] Ferreira.

تقدير نفاذية الأغشية لبخار الماء

قدرت نفاذية الأغشية لبخار الماء حسب الطريقة الموصوفة من قبل A.S.T.M [4].

تقدير قابلية الأغشية على الإذابة بالماء

قدرت قابلية الأغشية على الإذابة بالماء حسب طريقة [14] Leceta .

تشخيص المجاميع الفعالة في غشاء الكايتوسان بجهاز FTIR.

ويرجع ازدياد سمك الأغشية بزيادة نسب الكليسرول المضافة إلى التداخل مع مكونات غشاء الكايتوسان وزيادة المواد الصلبة مما ينتج عنه ازدياد تماسك الغشاء وزيادة سمكه واكتسابه القوام المناسب ولكافة المعاملات وجاءت هذه النتائج متقاربة مع [14] Leceta عند تحضير الأغشية من الكايتوسان ونسب مختلفة من الكليسرول شملت بدون أضافه الكليسرول، 15، 30% من وزن الكايتوسان. لم يسجل التحليل الإحصائي أي فروق معنوية عند مستوى 0.05 ولكافة المعاملات.

الخصائص الميكانيكية

قوة الشد: يوضح الشكل (1) قوة الشد لأغشية الكايتوسان (D,C,B) والمحضرة بتركيز 1% من الكايتوسان إذ يلاحظ أن أعلى قيمة لقوة الشد بين أغشية الكايتوسان قبل إضافة الملدن كانت لمعاملة B إذ وصلت إلى 46.55 ميكا باسكال وأدناها لمعاملة D كانت 34.19 ميكا باسكال، وهذا يعزى إلى اختلاف في الوزن الجزيئي بين المعاملات حيث كلما كان الوزن الجزيئي مرتفع ازدادت قوة الشد وكذلك على سمك الغشاء ونسبة التبلور [20] ، وجاءت النتائج متفقة مع ما وجدته [18] Nguyen في حين أن إضافة الملدن أدت إلى انخفاض قوة الشد ولجميع المعاملات بسبب كون الكليسرول يعمل كمادة ملدنة تبعد سلاسل الكايتوسان عن بعض وتكون ترابط ثانوي (تأصر هيدروجيني) بين الكايتوسان والكليسرول [11]. وكان هناك فروق معنوية بين المعاملات عند مستوى 0.05.

النسبة المئوية للاستطالة

يشير الشكل (2) نسبة الاستطالة لأغشية الكايتوسان (D,C,B) والمحضرة عند تركيز 1% من الكايتوسان إذ يلاحظ أن أدنى قيمة لنسبة الاستطالة بين أغشية الكايتوسان قبل إضافة الملدن كانت لمعاملة B إذ وصلت إلى 18.71% عند تركيز كليسرول 30% ميكا باسكال وأعلاها لمعاملة D 22.44% كما يلاحظ ارتفاع نسب الاستطالة للأغشية مع زيادة تركيز

جرت عملية تشخيص المجاميع الفعالة لغشاء الكايتوسان وفقاً لما ذكره [13] Khan باستعمال جهاز Fourier Transform Infrared Spectroscopy (Jasco) ياباني المنشأ.

تقدير التحلل الحراري الوزني TGA

قدر التحلل الحراري لأغشية الكايتوسان حسب الطريقة التي ذكرها [14] Leceta باستعمال جهاز Thermo gravimetric analysis أمريكي المنشأ نوع (Build 39) وكان معدل تجهيز الحرارة بدرجة 10 م. دقيقة⁻¹ تحت جو من النيتروجين (10 مل. دقيقة⁻¹) ومعدل الحرارة يتراوح من درجة حرارة الغرفة إلى 800.

فحص الأغشية بالأشعة السينية (X-Ray)

حضرت أغشية الكايتوسان من خلال صب المحاليل على شرائح زجاجية أبعادها 3x3 سم وتركت لمدة 24 ساعة لتجف ووضعت الشرائح في جهاز التحليل المخبري (جهاز ألماني) والذي يعمل 20 ملي أمبير و 40 ملي فولت [27].

التحليل الإحصائي

اجري باستعمال التصميم العشوائي الكامل (CRD) وحللت البيانات احصائياً حسب الراوي [1] عند مستوى 0.05.

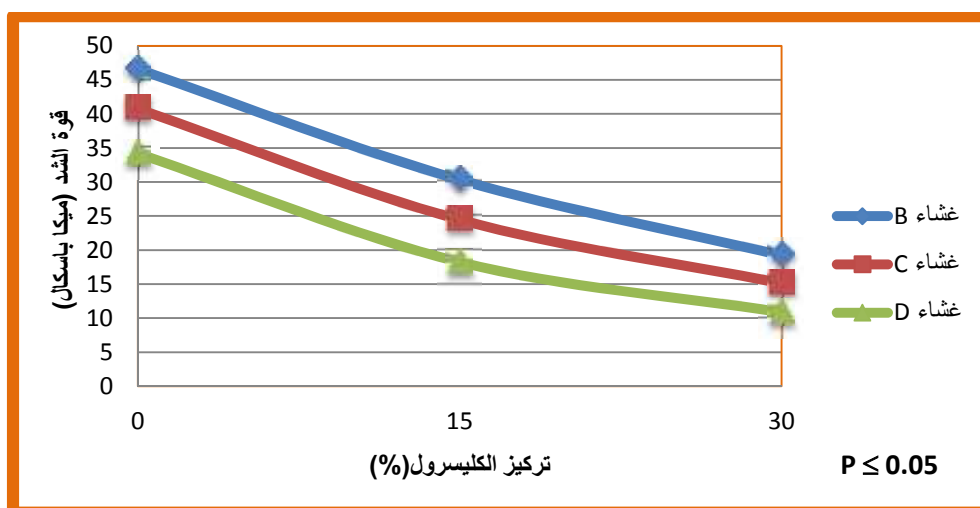
النتائج والمناقشة

تشير النتائج في جدول (1) إلى سمك أغشية الكايتوسان المحضرة (D,C,B) بتركيز 1% كايتوسان والملدنة بالكليسرول بدون أضافه كليسرول، 15، 30% من وزن الكايتوسان، إذ لوحظ ازدياد في سمك الأغشية بازدياد نسب الكليسرول المضافة فقد كان سمك الأغشية لمعاملة B 0.044 ملم ووصل إلى 0.048 ملم ومعاملة C بسمك 0.042 ملم وارتفع إلى 0.046 ملم وهكذا بالنسبة لمعاملة D كان عند سمك 0.040 ملم وبلغ 0.044 ملم بدون إضافة و 30% على التوالي

جدول (1): سمك الأغشية (ملم) المحضرة من الكايتوسان وبنسب مختلفة من الكليسرول.

كايتوسان %	كليسروول من وزن الكايتوسان %	سمك غشاء معاملة B (ملم) والمحضرة بحرارة 100م ووقت ساعتان	سمك غشاء معاملة C (ملم) والمحضرة بحرارة 100م ووقت 5 ساعات	سمك غشاء معاملة D (ملم) والمحضرة بحرارة 100م ووقت 10 ساعات
1%	بدون إضافة	0.044 ^a	0.042 ^a	0.040 ^a
1%	15	0.046 ^a	0.044 ^a	0.042 ^a
1%	30	0.048 ^{a b}	0.046 ^{a b}	0.044 ^{a b}

الحروف المتشابهة تشير إلى عدم وجود فروق معنوية والحروف المختلفة تشير إلى وجود فروق معنوية عند مستوى 0.05



شكل (1): تأثير نسبة الكليسرول على قوة الشد لأغشية الكايتوسان.

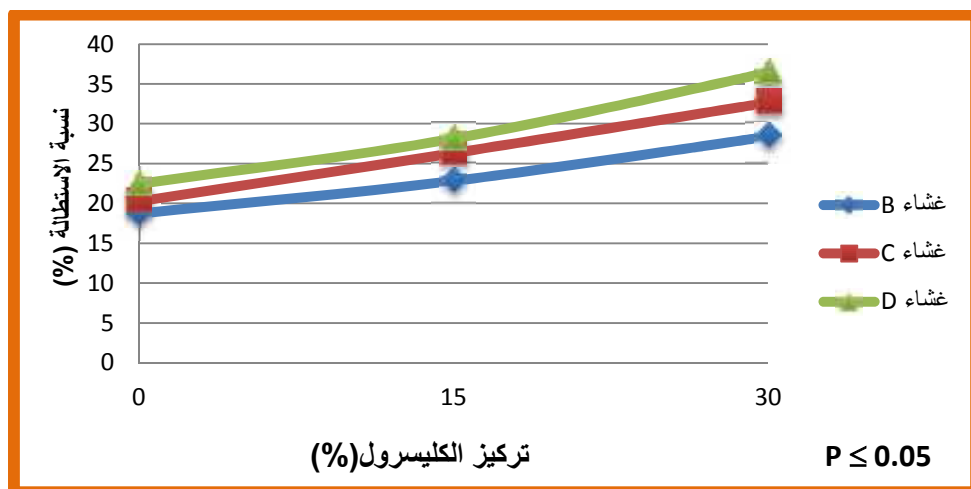
الملدن وهذا ما أكدته [14] Leceta لاحظوا حصول زيادة في نسبة الاستطالة لأغشية الكايتوسان المحضرة والملدنة مع الكليسرول.

ذوبانية الأغشية بالماء

يبين الشكل (3) وجود فروق معنوية بين معاملات أغشية الكايتوسان عند مستوى 0.05 نسبة ذوبان أغشية الكايتوسان (D,C,B) بتركيز 1% إذ لوحظ إن معاملة D كانت ذات ذاتية أعلى تليها معاملة C ثم B

الكليسرول المستعمل في تلدين الأغشية فقد ارتفعت من 18.71% إلى 28.38% للغشاء B وكذلك ارتفعت من 20.25% إلى 32.64% للغشاء C أما غشاء D ارتفع من 22.44% إلى 36.41% قد يعود هذا

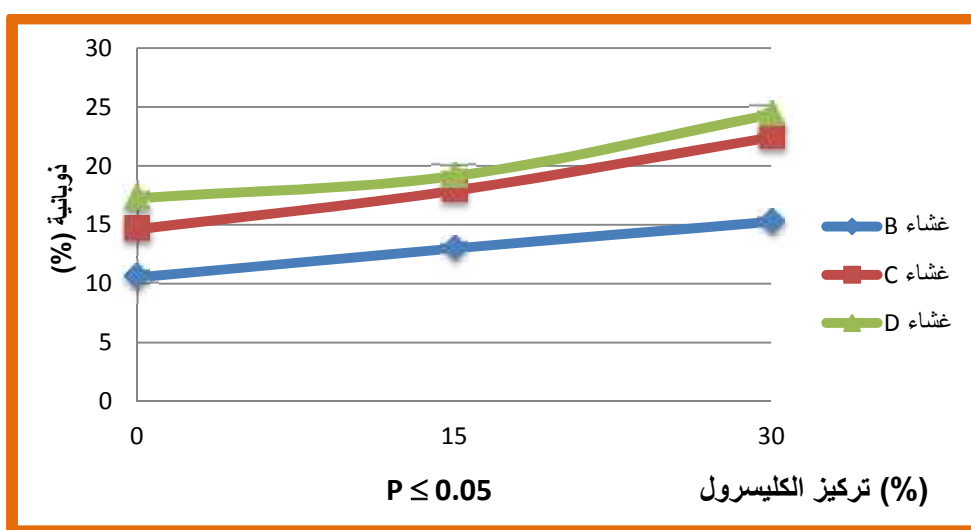
الارتفاع في الاستطالة إلى تأثير الملدن على تقليل الأواصر الرابطة بين السلاسل [11]، كما يلاحظ وجود فروق معنوية عند مستوى 0.05، وهذا يتفق مع ما ذكره [7] بأن الاستطالة لغشاء الكايتوسان تزداد مع زيادة



شكل (2): تأثير تركيز الكلورول على استظالة أغشية الكايتوسان.

الذوبانية [17]. كما لوحظ ارتفاع في قيم نسبة ذوبان الأغشية مع زيادة تركيز الكلورول فعند معاملة B ارتفعت نسبة الذوبان من 10.51 إلى 15.25 % أما معاملة C من 16.60 إلى 22.41 % ولمعاملة D 17.24 إلى 24.35 % عند تركيز بدون أضافه كلورول و 30 % كلورول على التوالي،

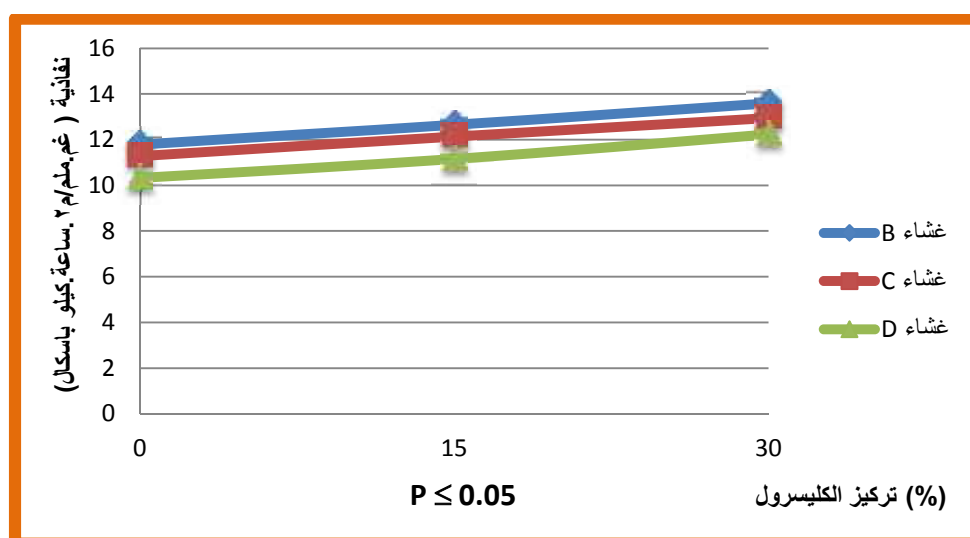
ويعزى هذا التباين إلى اختلاف درجة إزالة مجاميع الاستيل بين المعاملات والتي تنعكس بالتالي على توافر مجاميع الأمين الحرة $-NH_2$ في البوليمر فعند نفع غشاء الكايتوسان في الماء فإنه يكتسب بروتون لينتج مجاميع NH_3^+ وهذه المجاميع تكون أواصر هيدروجينية مع مجاميع OH في جزيئات الماء وبالتالي تزداد



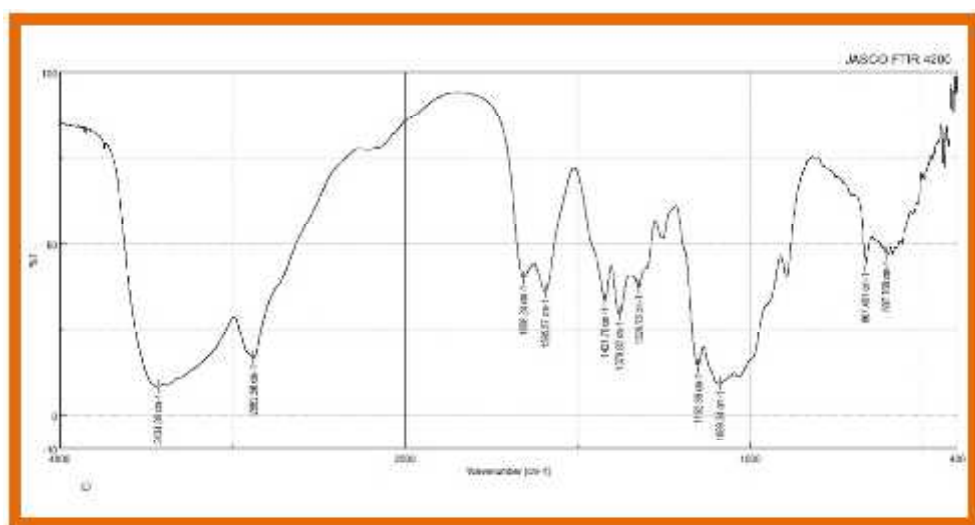
شكل (3): تأثير نسبة ذوبانية الأغشية المملن مع الكلورول بتركيز مختلفة.

يوضح الشكل (4) نفاذية أغشية الكايتوسان (D,C,B) لبخار الماء والتي كانت متقاربة فيما بينها إذ تراوحت بين 10.32 إلى 13.59 غم /م². ساعة كيلو باسكال وهذا يتفق مع ما وجدته [17] Nemet عند تحضيره لأغشية الكايتوسان بأوزان جزيئية مختلفة والمذابة في 1% حامض ألكليك،

وهذا يعزى إلى أن الملدن له القدرة على اختزال التآصر الهيدروجيني بين جزيئات البوليمر مما يعمل على زيادة الحجم الحر بين الجزيئات وبالتالي يزيد من الارتباط بالماء [10]. ويعزى هذا التباين إلى اختلاف درجة إزالة مجاميع الاستيل بين المعاملات والتي تنعكس بالتالي على توافر مجاميع الأمين الحرة -NH₂ في البوليمر فعند نقع غشاء الكايتوسان في الماء فإنه يكتسب بروتون لينتج نفاذية بخار الماء.



شكل (4): نفاذية أغشية الكايتوسان لبخار الماء والملدنة مع الكليسرول بتركيزات مختلفة.



شكل (5): طيف الأشعة تحت الحمراء لغشاء الكايتوسان بتركيز 1% من الكايتوسان

NH_2 [6 ، 12 ، 27] أما الحزمة C-N (امايد III) فتكون عند الموجة 1324.13 cm^{-1} ، كما إن وجود الحزمة 1379.82 cm^{-1} تدل على إن الكايتوسان لم يتم إزالة مجاميع الاستيل كلياً فيه كون هذه الحزمة منخفضة بمجاميع الاستيل امايد وبالمقابل فقد ظهرت حزمتان عند 1089.34 cm^{-1} لموجي و 1152.98 cm^{-1} تعود إلى الاهتزاز الانحنائي لمجموعة C-O والنااتجة من إضافة الكليسرول كملدن [13].

التحلل الحراري الوزني

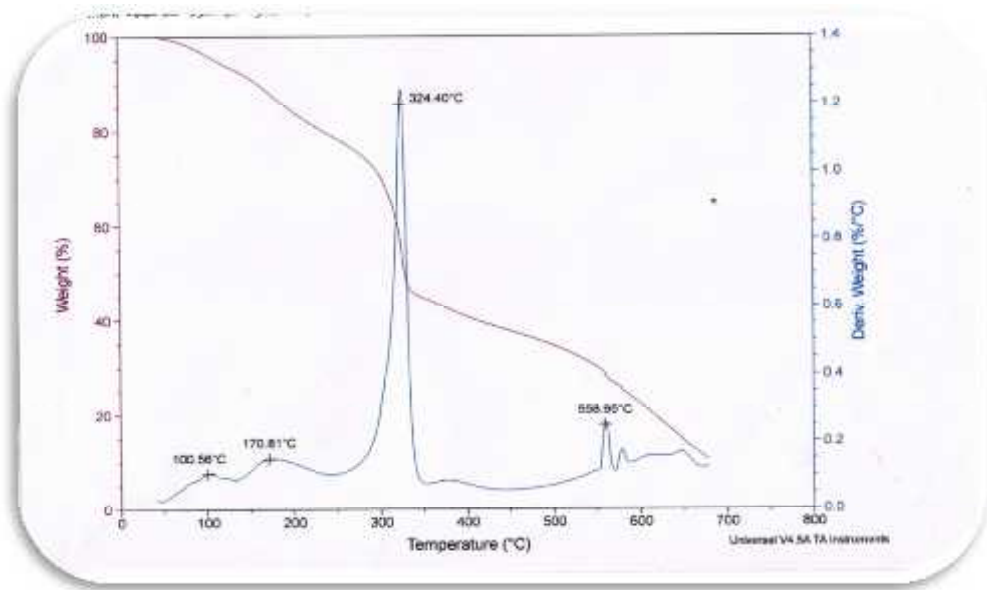
يبين الشكل (6) منحنى التحلل الحراري الوزني لغشاء الكايتوسان المحضر إذ يلاحظ فقدان في الوزن وتحلل البوليمر على عدة مراحل، الأولى يحدث فيها فقد بالوزن بمقدار 8-9% عند درجة حرارة 100.56°C ، والذي يعزى إلى فقدان الرطوبة الموجودة مع الكايتوسان كونه ماص للرطوبة بسبب احتوائه على مجاميع محبة للماء تتمثل (NH_4OH) أما المرحلة الثانية من التفكك والتي تبدأ عند درجة حرارة 170.81°C م إذ فقد 14-16% من وزنه والتي تعزى إلى فقدان مجاميع الاستيل المتبقية الغير متحررة في عملية التحضير أو وجود بعض البلورات في الكايتوسان غير مكتملة التبلور، أما مرحلة التفكك الرئيسية الثالثة فهي تبدأ عند درجة حرارة 290°C وأقصى تفكك للكايتوسان يحدث عند درجة حرارة 324.40°C م إذ يفقد 79-81% وهذا يعزى إلى تحطم معظم التركيب الجزيئي للسكريات والمتضمن جفاف حلقات السكريات والبلمرة وتحلل وحدات المجاميع الحاوية على الاستيل وكذلك الخالية منها فضلاً عن التكسر العشوائي للأواصر الكلايكوسيدية أما الكتلة المتبقية من الكايتوسان والتي تفككت عند درجة حرارة 558.95°C م فأنها تتحمل الحرارة حتى 700°C م حيث يحصل فقد وتحطم فيها بين 18-20% من وزن الكايتوسان والتي قد تعزى إلى وجود معادن وأملاح لم يتم استخلاصها بشكل كامل عند استعمال الحامض [19,12,20]. وانتهاء بالمرحلة الأخيرة والتي كانت عند درجة حرارته هذا يتفق مع [12] Kumari عند دراسته

لوحظ ارتفاع في قيم نفاذية الأغشية لبخار الماء مع زيادة تركيز الكليسرول المستعمل في تليدين الأغشية إذ ارتفعت قيم النفاذية لمعاملة B من 11.78 إلى 13.59 غم. ملم/ م². ساعة كيلو باسكال ومعاملة C ارتفعت من 11.28 إلى 12.94 غم. ملم/ م². ساعة كيلو باسكال أما معاملة D من 10.32 إلى 12.23 غم. ملم/ م². ساعة كيلو باسكال عند استعمال 0 و 30% كليسرول على التوالي. وتعزى الزيادة في نفاذية بخار الماء إلى أن الملدن يعمل على كسر الأواصر الهيدروجينية الموجودة بين سلاسل البوليمر كما إن الملدن يجعل الغشاء أكثر محب للماء وبالتالي يؤدي إلى زيادة امتصاص الماء وتبخره [24]. سجل التحليل الإحصائي وجود فروق معنوية عند إضافة الكليسرول (بدون إضافة 15,30%) من وزن الكايتوسان عند مستوى 0.05.

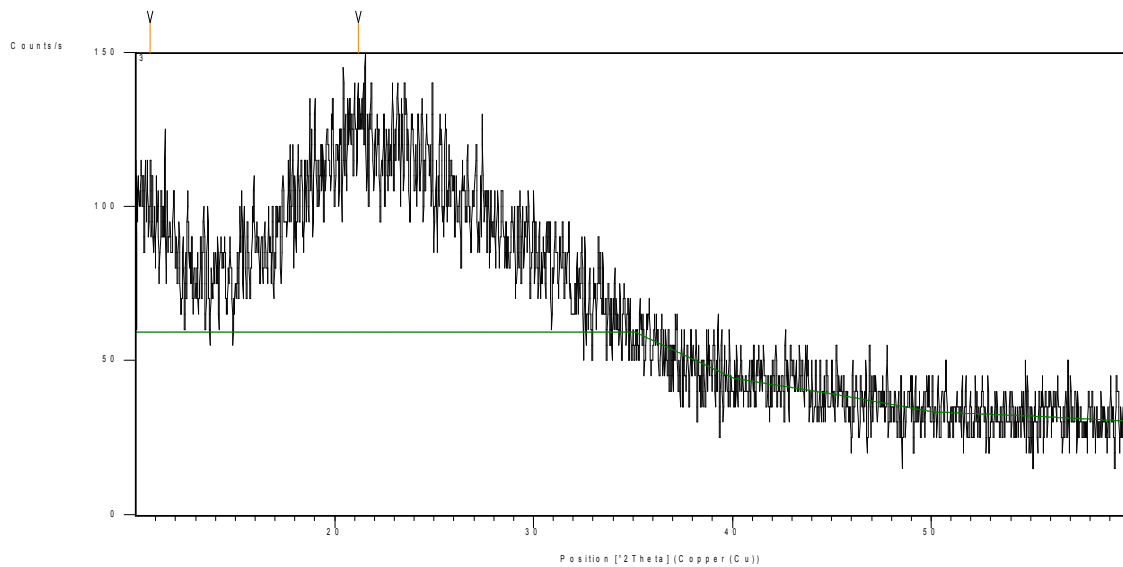
تشخيص المجاميع الفعالة لغشاء الكايتوسان بتقنية

مطيافية الأشعة تحت الحمراء FTIR

يوضح الشكل (5) طيف الأشعة تحت الحمراء لغشاء الكايتوسان بتركيز 1% والملدن مع 15% كليسرول إذ لوحظت حزمة عريضة من الطيف عند الطول الموجي 3434.36 والتي تعود للتذبذب لمجاميع الهيدروكسيل OH وحزم المجاميع الامينية NH المتداخلة مع مجاميع الهيدروكسيل والتي تظهر ضمن نفس المنطقة وتختلف شدة هذه الحزمة حسب نوع المواد المتفاعلة وشدة التفاعل وهي تعبر عن زيادة الأصرة الهيدروجينية بين مكونات غشاء الكايتوسان [14، 15، 29] في حين لوحظت حزمة صغيرة عند الطول الموجي 2882.58 cm^{-1} والتي تعود للتذبذب ألتساعي لمجموعة CH و CH_2 الليفاتية وعند الطول الموجي 1658.24 cm^{-1} ظهرت حزمة تعود للتذبذب ألتساعي لمجموعة الكربونيل (الامايد) C=O أما مجموعة الامايد (امايد II) فأنها ظهرت بتذبذب انحنائي عند طول موجي 1595.57 cm^{-1} وهذه الحزمة تدل على تكون الكايتوسان كونها حاوية على مجموعة



شكل (6): التحلل الحراري الوزني لغشاء الكايتوسان المحضر والملدن مع الكليسرول.



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.7081	8.20	1.8893	8.26209	61.30
21.1976	13.38	3.7786	4.19146	100.00

شكل (7): فحص الأشعة السينية لغشاء الكايتوسان الملدن بالكليسرول 15%.

2. مهناء، نبيل والسباعي، ليلي (2000). تعبئة وتغليف الأغذية ومنتجات الألبان. منشأة المعارف، الإسكندرية: 649 ص.

3. A.O.A.C. (1990). Official Methods of analysis, 15th ed., Association of official analytical chemists: Washington, D.C.

4. A.S.T.M. (1996). Standard test methods for water vapor transmission of material. 24 CFR 3280.504 (a). Annual book of ASTM. 14pp.

5. Baldwin, E. A. (2012). Surface treatments and edible coatings in food preservation. Pp: 477-507 In Rahman, M.S., Handbook of food preservation, Second edition, C.R.C. Press. 1088 pp.

6. Bourbon, A.I.; Pinheiro, A.C.; Cerqueira, M.A.; Rocha, C.M.R.; Avides, M. C.; Quintas, M. A. C. and Vicente, A. A. (2011). Physico-chemical characterization of chitosan-base edible films incorporating bioactive compounds of different molecular weight. Journal of Food Engineering, 106 : 111-118.

7. Caner, C.; Vergano, P. J. and Wiles, J. L. (1998). Chitosan film mechanical and permeation properties as affected by acid, plasticizer and storage. Journal of Food Sci., 63(6): 1049-1053.

8. Dutta, P. K.; Dutta, J. and Tripathi, V. S. (2004). Chitin and chitosan: chemistry, properties and applications. Journal of Science and Industrial Research, 63: 20-31.

9. Ferreira, F.A.B.; Grossmann, M.V.E.; Mali, S.; Yamashita F. and Cardoso, L.P. (2009). Effect of relative humidities on microstructures, barrier and mechanical properties of yam starch-monoglyceride films. Braz. arch. biol. technol., 52(6): 1505-1512.

للتحلل الحراري للغشاء المحضر من الكايتوسان والذي أعزى التغير بالاستقرار الحراري لغشاء الكايتوسان المعرض للحرارة إلى التغير في تركيب الغشاء نتيجة تداخل جزيئات الكليسرول بين سلاسل البوليمر مما يسبب الارتباط بين مجاميع الكاربونيل والمجاميع الامينية نتيجة تفاعلات ميلارد.

فحص الأشعة السينية لغشاء الكايتوسان

يبين شكل (7) الشكل الجزيئي لغشاء الكايتوسان المحضر والذي يمكن ملاحظته من خلال ظهور قمتين إذ يبين إن الكايتوسان سكر متعدد شبة متبلور بسبب سلسلته المنتظمة إذ له سقوطين انعكاسيين، سقوط انعكاسي عند 10° والذي يمثل الشكل البلوري الأول والانعكاسي الآخر الأقوى عند 20° وهو الشكل البلوري الثاني، وهذين الشكلين يمثلان التبلور الأول للغشاء (أقل مائية وأقوى مائية) أما المناطق الأخرى المتفرقة فتكون غير متبلورة (أكثر رطوبة وليونة) [12]، وقد يعزى ظهور الشكل شبة المتبلور لغشاء الكايتوسان من خلال ظهور قمتين عند زاوية 2° حول 10° و 20° إلى توازن الطاقة الحرة التي تسببها تشكيل الأواصر الهيدروجينية فضلاً عن ذلك فإن الكايتوسان يحتوي على ماء مرتبط حتى وأن كان مجفف إذ أن اندماج جزيئات الماء المرتبط في الشبكة البلورية يجعلها رطبة ويسبب في ظهور فصوص أكثر والتي يمكن ملاحظتها في القمة البلورية للأشعة السينية عند 10° حيث تعزى إلى البنية البلورية الرطبة للكايتوسان، أما القمة الثانية عند 20° فهي القمة البلورية الاعتيادية (الشبكة البلورية) للكايتوسان والتي تكون ذات تركيب بلوري منتظم [14 ، 25].

المصادر

1. الراوي، خاشع وخلف الله ، عبد العزيز محمد (2000). تصميم وتحليل التجارب الزراعية. دار الكتب للطباعة والنشر، جامعة الموصل. 488 ص.

- and chitosan and formulation of chitosan-based edible film for instant food casing. Ph. D. Thesis. Rmit University in Melbourne. 282p.
19. Ocloo, F. C. K.; Quayson, E. T.; Adugyamfi, A.; Asare, D.; Serfor-Armah, Y. and Woode, B. K. (2011). Physicochemical and functional characteristics of radiation-processed shrimp chitosan. *J. of Radi. Phys. Chem.*, 80: 837-841.
 20. Park, S. Y.; Marsh, K. S. and Rhim, J. W. (2002). Characteristics of different molecular weight chitosan films affected by type of organic solvents. *J. Food Sci.*, 67: 194-197.
 21. Pascall, M. A. and Lin, S. J. (2013). The Application of Edible Polymeric Films and Coatings in the Food Industry. *J. Food Process Technol.*, 4(2): 1-2.
 22. Paulino, A.; Simionato, J. I.; Garcia, J. C. and Nozaki, J. (2006). Characterization of chitosan and chitin produced from silkworm crysalides. *Carbohydrate Polymers*, 64(1): 98-103.
 23. Pereira, F. S.; Agostini, D. L. S.; Job, A. E. and Gonzalez, R. P. (2013). Thermal studies of chitin-chitosan derivatives. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 114: 321-327.
 24. Senna, M. M.; El-Shahat, H. A. and El-Naggar, A. M. (2011). Characterization of gamma irradiated plasticized starch/poly (vinyl alcohol) (PLST/PVA) blends and their application as protected edible materials. *Journal of Polymer Research*, 18: 763-771.
 25. Souza, B. W. S.; Cerqueira, M. A.; Martins, J. T. Casariego, A.; Teixeira, J. A. and Vicente, A. A. (2010). Influence of electric fields on the structure of chitosan edible coatings. *Food Hydrocoll.*, 24: 330-335.
 10. Gontard, N.; Guilbert, S. and Cuq, J. L. (1992). Water and glycerol as plasticizers effect mechanical and water vapor barrier properties of edible wheat gluten film. *Journal of Science*, 58(1): 206-211.
 11. Kester, J. J. and Fennema, O. R. (1986). Edible films and coatings: A review. *Food Technology*, 40: 47-59.
 12. Kumari, S. and Rath, P. K. (2014). Extraction and Characterization of Chitin and Chitosan from (*Labeo rohita*) Fish Scales. *Procedia Materials Science*, 6: 482-489.
 13. Khan, T. A.; Peh, K. K. and Chng, H. S. (2002). Reporting degree of deacetylation values of chitosan: The influence of analytical methods. *Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 5(3): 205-212.
 14. Leceta, I.; Guerrero, P.; and de la Caba, K. (2013). Functional properties of chitosan-based films. *J. of Food Eng.*, 93: 339-346.
 15. Mathew, S. Brahmakumar, M. and Abraham, T. E. (2006). Microstructural imaging and characterization of the mechanical, chemical, thermal, and swelling properties of starch-chitosan blend films. *Biopolymers*, 82: 176-187.
 16. Mohammed, M. H.; Williams, A. and Tverezovskaya, O. (2013). Extraction of chitin from prawn shells and conversion to low molecular mass chitosan. *Food Hydrocoll.*, 31: 166-171.
 17. Nemet, N. T.; Soso, V. M. and Lazic, V. L. (2010). Effect of glycerol content and pH value of film-forming solution on the functional properties of protein-based edible films. *Apteff*, 41: 57-67.
 18. Nguyen, M. X. H. (2012). Characterization of allergenic and antimicrobial properties of chitin

29. Zakaria, Z.; Lzzah, Z.; Jawaid, M. and Hassan, A. (2012). Effect of degree of deacetylation of chitosan on thermal stability and compatibility of chitosan-polyamide blend. *Bioresearches*, 7(4): 5568-5580.
30. Zhang, H. and Mittal, G. (2010). Biodegradable protein based films from plant resources: A Review. *Environ. Prog. Sustain Energy*, 29: 203-220.
26. Thakur, A.; Monga, S. and Wandhoo, R. K. (2014). Sorption and drug release studies from semi-interpenetrating polymer networks of chitosan and xanthan gum. *Chem. Eng. J. and the Bio.*, 28(1): 105-115.
27. Trung, T. S. and Bao, H. N. D. (2015). Physicochemical properties and antioxidant activity of chitin and chitosan prepared from Pacific White shrimp waste. *International Journal of Carbohydrate Chemistry*, 6: 1-7.
28. Xia, W.; Liu, P.; Zhang, J. and Chen, J. (2010). Biological activities of chitosan and chitooligosaccharides. *Food Hydrocoll.*, 5(2): 1-10.

Preparation Film from Chitosan and Study its Barrier, Mechanical and Thermal Properties

Ali K. Al-Rikabi, Alaa J. Al-Manhel* and Hasan K. AL-Kanani

Department of Food Science, College of Agriculture of Basrah, Basrah, Iraq

*alaafod_13@yahoo.com

Abstract: The present study aimed to prepare film from chitosan by three treatment (D, C and B) with glycerol plasticizer (without added glycerol, 15 and 30%) from weight chitosan was used to prepare edible film it was also noticed thickness increased film B from 0.044-0.048 mm the and C from 0.042 to 0.046 mm and D from 0.040 to 0.044 mm and water vapor permeability values increased from 11.78-13.59 and from 10.32-12.23 and from 10.28-12.94 g.mm /m².hr.kpa. the film D, C and B respectively with increased glycerol concentration whereas tensile strength decrease with increased glycerol added and all films prepared accompany increase elongation percentage the films prepared but water solubility the films it increase with increased glycerol added reach for high rate in film D 24.35%. Effective aggregates also diagnosed chitosan film and at the same time as the thermal decomposition weighted in which showed several stages film of the disintegration of the start of the 100 °C and ends at a temperature of 558 °C as the molecular structure of X-ray appearance of semi- form amorphous film chitosan through the emergence of two peaks at an angle 2 θ .

Keyword: Chitosan film , Mechanical properties , Thermal properties.