

## بررسی مقایسه‌ای خواص ضد میکروبی نانوکامپوزیت سلولز- نقره و فیلم نانوسلولز پوشش دهی شده با نانونقره

مهدیس شفاعی<sup>۱\*</sup>، الیاس افرا<sup>۲</sup>، علی قاسمیان<sup>۲</sup>، محمدرضا دهقانی فیروزآبادی<sup>۲</sup> و پونه ابراهیمی<sup>۳</sup>

۱- نویسنده مسئول، کارشناس ارشد، صنایع خمیر و کاغذ، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، پست الکترونیک: mahdis.shafaei@gmail.com

۲- دانشیار، علوم و تکنولوژی خمیر و کاغذ، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان

۳- استادیار، دانشکده شیمی، دانشگاه گلستان، گرگان

تاریخ پذیرش: خرداد ۱۳۹۵

تاریخ دریافت: بهمن ۱۳۹۴

### چکیده

در سال‌های اخیر تولید فیلم و به کارگیری پوشش‌های سلولزی زیست تخریب پذیر و دوستدار محیط زیست به ویژه از نانوذرات سلولزی توجهات زیادی را به خود جلب کرده است. متناسب با کاربرد این محصولات در صنایع مختلفی مانند صنایع غذایی، دارویی و بسته بندی، اهمیت بهبود ویژگی ضدباکتری این محصولات را پیش از پیش آشکار می‌سازد. در این تحقیق با هدف تولید پوشش‌های سلولزی ضدباکتری، ابتدا سلولز نانوفیبریل شده از خمیر الیاف بلند به شیوه مکانیکی آسیاب کردن تولید شده و بعد به کمک ذرات نانونقره (به کارگیری نیترات نقره و احیاء با سدیم بورهیدرید)، با دو روش، تولید فیلم انجام شد. در روش اول با کمک پلی‌دادمک، ذرات نانونقره در دو سطح ۵ و ۱۰ ppm بر روی نانوسلولز فیبریل شده احیاء و بعد از نانوکامپوزیت NFC نانونقره فیلم تولید گردید. در روش دوم، ابتدا فیلم NFC تولید شده و بعد به وسیله غوطه‌وری آن در محلول نانونقره در دو سطح ۵ و ۱۰ ppm، فیلم‌های ضدباکتری به دست آمد. میزان ماندگاری نانونقره در روش اول در غلظت‌های بالاتر بیشتر از شیوه غوطه‌وری به دست آمد؛ اما در غلظت‌های کمتر ( $\Delta$ ppm) اختلاف ماندگاری نانونقره در دو شیوه اندک بوده است. لازم به ذکر است که شیوه غوطه‌وری مزیت بزرگ عدم هدررفت نانونقره و ورود آن را به طبیعت در طی آبیگری که در شیوه اول متعارف است، ندارد و محلول نانونقره با افزایش غلظت قابل استفاده دوباره می‌باشد.

واژه‌های کلیدی: نانوکامپوزیت، غوطه‌وری، سلولز نانوفیبریل شده، نانونقره، ضد میکروبی.

### مقدمه

مکانیکی و شیمیایی و استفاده از آن در تولید محصولات مختلفی مانند کاغذ، کامپوزیت و حتی در صنایع غذایی، بسته بندی، وسایل الکتریکی، قرص‌های دارویی و غیره به صورت خالص یا تقویت کننده افزایش یافته است (Yaman et al., 2006).

نانو الیاف سلولزی، ساختارهای فیبری نازک و ظریف در بافت الیاف لیگنوسلولزی می‌باشد که دارای خواص جالبی همانند تجدیدپذیری، قیمت پایین، سطح ویژه بالا، مقاومت ویژه بالا و غیره است. از این رو در سال‌های اخیر تمایل به تولید و استخراج انواع نانوسلولز با روش‌های

رشد پاتوژن‌ها در غذاهای بسته‌بندی شده و یا مواد بسته‌بندی عمل می‌کنند (Sothornvit & Krochta, 2001). گسترش علم نانوتکنولوژی در دهه گذشته، فرصت‌هایی را برای کشف تأثیرات ضدباکتریایی نانوذرات فلزی ایجاد کرده است. در بین نانوذرات، تقریباً تمام اکسیدهای فلزی خاصیت ضدباکتری دارند (Cheng *et al.*, 2009). در مطالعات انجام شده نشان داده شده است که نانوذراتی مانند نقره، دی‌اکسیدتیتانیم، روی و کروم و اکسید آنها خاصیت باکتری‌کشی بالایی دارند؛ اما ذرات نانونقره به سبب وجود چند سازوکار برای از بین بردن باکتری‌ها و خصوصیات ضد میکروبی بسیار خوبی که در مقابل باکتری‌ها، ویروس‌ها و سایر میکروارگانیسم‌ها از خود نشان می‌دهند دارای جایگاه ویژه‌ای است و می‌تواند از جمله موادی باشد که در استریل کردن پوشش‌های بسته‌بندی مانند نانوپوشش‌ها و فیلم‌های حاصل از نانوسلولز کاربرد داشته باشد (Rai *et al.*, 2009). به‌طور کلی فعالیت ضدباکتری نقره در سه مرحله خلاصه می‌شود که این مراحل به ترتیب عبارتند از:

۱) اتصال نقره به گروه‌های روی غشا سلول، ۲) جذب یا نفوذ از طریق غشا به درون سلول و ۳) انعقاد و مسموم کردن آنزیم‌ها و پروتئین‌ها. در واقع یون‌های نقره (+) که از نقره جدا شده است با واکنش با فسفرهای DNA، تکثیر آن را غیرفعال می‌کند (Choi *et al.*, 2008; Petica *et al.*, 2008).

نانو ذره نقره یک دستاورد شگرف علمی از فناوری نانو است. نانوذرات نقره عمدتاً، به دلیل خواص فیزیکی و شیمیایی ویژه‌ای که از خود نشان می‌دهند در مصارف دارویی و بهداشتی کاربرد فراوان دارند. ذرات نانونقره برای عوامل بیماری‌زا یک سم تلقی می‌شوند و در مقایسه با خیلی از عوامل ضد میکروبی آلی ایمن تر هستند. البته به دلیل خطر احتمالی تأثیرات مضر آن بر روی طبیعت یا بدن انسان پس از ورود مقادیر بیش از حد مجاز نقره که معمولاً بالاتر از ۱۰۰ ppm می‌باشد در طبیعت و بیوسیستم‌های موجود در طبیعت، استفاده از آن تا حدی محدود شده است (Chen & Schluesener, 2008) و استفاده بیش از حد آن احتمالاً

با توجه به ماهیت تجدیدپذیر، زیست‌سازگاری، زیست‌تخریب‌پذیری بالا و استحکام زیاد نانو الیاف سلولزی، در دهه‌های گذشته علاقه به استفاده از آن در تولید نانوکامپوزیت‌ها و پوشش‌های شفاف افزایش یافته است. از آنجایی که سالانه بیش از ۱۵۰ میلیون تن پلاستیک صنعتی بر پایه مواد نفتی در دنیا تولید می‌شود (Henriksson *et al.*, 2008)، بنابراین حضور و انباشت این مواد در طبیعت، آلودگی زیست محیطی ایجاد می‌کند. از این رو نانو الیاف سلولزی که دوستدار طبیعت هستند بیشتر مورد توجه قرار گرفته‌اند و انتظار می‌رود این مواد نگرانی درباره مشکلات مدیریت ضایعات جامد و آلودگی محیط زیست را کاهش دهند (Yaman *et al.*, 2006).

نانوپوشش‌های شفاف سلولزی عموماً در بسته‌بندی محصولات غذایی و فیلترهای تصفیه آب کاربرد دارند. یکی از متداول‌ترین مواد مورد استفاده در این حوزه سلولز نانوفیبریل شده<sup>۱</sup> (NFC) می‌باشد. از طرفی دیگر ظهور بیماری‌های عفونی ناشی از جهش میکروارگانیسم‌های بیماری‌زا و توسعه گونه‌های جدید باکتری‌های مقاوم در برابر آنتی‌بیوتیک در حال حاضر مؤید یک تهدید جدی برای بهداشت عمومی می‌باشد. به طوری که بسیاری از کسانی که دچار آلودگی‌های عفونی می‌شوند در مواجهه مواد غذایی فاسد و یا در محیط بیمارستان می‌باشند. بنابراین جستجو برای روش‌های مقابله با باکتری با کم کردن اثرات میکروبی، به طور مثال مواد مورد استفاده در بسته‌بندی مواد غذایی و محصولات سلولزی بهداشتی، ضروری به نظر می‌رسد (Martinse *et al.*, 2013). همچنین هر ساله میزان زیادی از مواد غذایی مختلف به دلیل شرایط نامناسب نگهداری و رشد میکروارگانیسم‌ها دچار فساد شده و از بین می‌روند. بسته‌بندی‌های ضد میکروبی، نوع خاصی از بسته‌بندی‌های فعال هستند که می‌توانند عمر محصول را افزایش داده و ایمنی میکروبی بیشتری را برای مصرف‌کننده تأمین کنند. این بسته‌بندی‌ها در جهت کاهش، مهار و یا به تأخیر انداختن

1- Nano Fibrillated cellulose

وزن مولکولی  $M_v$  (۲۰۰۰۰۰ - ۱۰۰۰۰۰۰) با درصد خلوص ۲۰٪، ویسکوزیته ۱۸۰ cp - ۶۰ و دانسیته  $1/0.4 \text{ gr/cm}^3$  استفاده شد. این ماده از شرکت سیگما آلدریج برای خنثی‌سازی بار منفی سلولز نانوفیبریل‌شده تهیه شده است. فیلم‌های تهیه شده تحت تأثیر دو نوع باکتری استفیلوکوکوس اورئوس<sup>۲</sup> و اشرشیاکلا<sup>۳</sup> که از بانک سوش باکتری دانشگاه علوم پزشکی گرگان تهیه شدند، قرار گرفتند.

#### نانوسلولز فیبریل‌شده

خمیر الیاف بلند رنگبری شده ابتدا با آب شهری چند بار شسته شده و بعد در محلول هیدروکسید پتاسیم با غلظت ۵ درصد و دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک ساعت تیمار شد تا آلودگی‌ها خارج شده و سلولز با خلوص زیاد به دست آید. سازوکار اصلی تهیه نانوسلولز با روش آسیاب بر پایه نیروهای مکانیکی است، از این رو وجود ناخالصی می‌تواند تأثیر زیادی بر کیفیت نانوفیبریل بگذارد. یکی از تأثیرهای منفی وجود ناخالصی این است که بعد از تولید نانوفیبریل، ناخالصی سطوح نانوفیبریل‌ها را پوشانده و مانع مشاهده مستقیم آنها با میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی و یا نیروی اتمی می‌شوند. بعد از تمیز کردن و تیمار قلیایی سوسپانسیون با غلظت یک درصد از خمیر الیاف بلند تهیه شده و از دستگاه سوپر آسیاب دیسکی ماسوکو MKCA6-2<sup>۴</sup> ساخت کشور ژاپن موجود در شرکت نانو نوین پلیمر سه بار عبور داده شد تا نانوسلولز تهیه گردد.

#### روش‌ها

اندازه‌گیری ابعاد شارژ سطحی ذرات نانونقره با زتا سایزر برای اندازه‌گیری اندازه و شارژ ذرات نانونقره و سلولز نانوفیبریل‌شده از دستگاه قابلیت زتا مدل HS C1330-

2- Staphylococcus aureus

3- Escherichia coli

4- Mka 6-3 Masuko Sangyo co. Ltd., Japan. Nano novin polymer company

می‌تواند سلامت انسان و حتی سایر جانورانی را که در معرض آن قرار می‌گیرند، به خطر بیندازد و آسیب‌هایی از قبیل تحلیل بافت و بروز اختلال را در عملکرد بافت‌های مختلف موجب شود (Tang, 2008). اگرچه در تحقیقات زیادی اشاره به این مطلب شده که مقادیر کم نانونقره حتی تا ۱۰۰ ppm هیچ اثر سوئی بر سلامت انسان ندارد (kim et al., 2010)؛ اما در این تحقیق، هدف تولید فیلم‌های نانوسلولزی ضدباکتری با استفاده از کمترین مقدار ذرات نانونقره بوده است که هیچ‌گونه خطری بر سلامت موجودات زنده ندارد. بنابراین از روش‌های مختلفی می‌توان برای تولید فیلم‌های نانوسلولزی ضدباکتری به کمک نانونقره استفاده کرد. در روش اول، در این مطالعه ذرات نانونقره پس از احیاء به وسیله یک پلی‌کربوکاتیون بر روی ذرات NFC نشانده شده و بعد فیلم نانوسلولز تهیه شد. از آنجا که در این روش مقادیر قابل توجهی از این ماده گران‌قیمت و خطرناک (در صورت انباشت در محیط) در هنگام آبگیری هدر می‌رود و مسائل اقتصادی و ایمنی را به دنبال دارد، در این مطالعه از روش دیگری نیز استفاده گردید. در روش دوم، ابتدا فیلم نانوسلولز تولید شده و بعد در محلول حاوی نانونقره غوطه‌ور گردید تا ضمن نشست ذرات نانونقره روی فیلم نامبرده، از هدررفت آن و ورود به محیط‌زیست جلوگیری شود. از این رو هدف نهایی این تحقیق، بررسی مقایسه‌ای میزان ماندگاری ذرات نانونقره در دو روش و اثر آنها بر ویژگی‌های ضدباکتری کاغذ می‌باشد.

#### مواد و روش‌ها

##### مواد

برای تهیه ذرات نانونقره از روش شیمیایی احیای نیترات نقره توسط سدیم بورهیدرید استفاده شده است. مواد شیمیایی مورد نیاز برای احیاء، نیترات نقره به صورت کریستالی شکل ( $\text{AgNO}_3$ ) و همچنین بورهیدرید سدیم ( $\text{NaBH}_4$ ) بود که از شرکت مرک<sup>۱</sup> تهیه شد. پلی‌دامک با

1- Merck

خروج مقدار اضافی بار مثبت با استفاده از سانتریفیوژ دور ۶۰۰۰ به مدت ۵ دقیقه شست‌وشو انجام شد. این عمل تا ۳ مرتبه تکرار شد. در مرحله بعد با توجه به میزان غلظت سوسپانسیون، قطر کاغذ نهایی (۰.۰۹m) و وزن پایه  $g/m^2$  ۶۰، برابر  $g/38/0$  NFC خشک به‌عنوان نمونه شاهد با آب مقطر به حجم ۱۹۰ ml رسانیده شد و بر روی همزن مغناطیسی قابل تنظیم حرارتی به مدت ۱۵ دقیقه و در دمای اتاق همزنی شد. پس از آن سوسپانسیون حاصل داخل کیف بوختر چینی با زمینه بسیار صاف ریخته شد که حاوی دو نوع صافی ۱- کاغذ صافی معمولی در زیر و ۲- صافی از جنس پلی‌استر با مش ۴۰۰ بر روی کاغذ صافی و هریک به قطر ۰.۰۹ m بود. سپس سوسپانسیون NFC از طریق مکش حاصل از پمپ خلأ آب‌گیری شد و نمونه‌ها به صورت مجزا بین دو کاغذ صافی قرار گرفتند و در نهایت نمونه‌های ساخته‌شده در آون ( $80^{\circ}C$ ) خشک شدند.

تهیه فیلم نانوکامپوزیت نانوسلولز فیبریله شده / نانونقره در این روش، ابتدا نقره نیترات بر روی الیاف سلولز نانوفیبریله‌شده با استفاده از سدیم بوره‌دیرید احیا و بعد از آن فیلم تهیه گردید، در ابتدا بار سطحی NFC به کمک پلی‌دادمک طبق روش گفته شده اصلاح شد. سپس ذرات نانونقره به روش احیا نقره‌نیترات توسط سدیم‌بورهدیرید بر روی NFC در دو سطح ۵ ppm و ۱۰ ppm تهیه گردید. در روش احیا، محلول تهیه شده از سدیم‌بورهدیرید به سلولز نانوفیبریله‌شده اصلاح شده با پلی‌دادمک اضافه شد و در مرحله آخر با اضافه کردن محلول نقره‌نیترات به صورت قطره، قطره بر روی سلولز نانوفیبریله‌شده (NFC) و نانو ذرات نقره احیا شد. عملیات شست‌وشو با سانتریفیوژ در این مرحله با سه مرتبه تکرار انجام شد. سپس سوسپانسیون برای کاهش اندازه نانو ذرات نقره تحت تیمار فراصوتی قرار گرفت، پس از آن سوسپانسیون حاصل داخل کیف بوختر چینی با زمینه بسیار صاف ریخته شد. سپس سوسپانسیون NFC - نانو نقره از طریق مکش حاصل از پمپ خلأ آب‌گیری شد و نمونه‌ها به صورت مجزا بین دو کاغذ صافی

3000 ساخت کشور انگلستان از کمپانی مالورن<sup>۱</sup>، استفاده شد. با کمک دستگاه قابلیت زتا می‌توان دو پارامتر مهم شامل ۱- آنالیز اندازه ذرات و ۲- قابلیت زتا را در محلول‌های آبی و آلی تعیین کرد. این دستگاه اندازه ذرات و مولکول‌های موجود در محلول را به‌طور دقیق، قابل اطمینان و تکرارپذیر در مقیاس ۱ نانومتر تا ۵ میکرومتر تعیین می‌کند.

ارزیابی تصویری و آنالیز عنصری فیلم‌های تولید شده با FESEM<sup>۲</sup>

به‌منظور ارزیابی درصد وزنی و نحوه پراکنش نانوذرات در سطح فیلم‌های تهیه شده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی<sup>۳</sup> استفاده شد. اطلاعات مربوط به آنالیز عنصری، تصاویر و آنالیز صفحه‌ای نمونه‌های فیلم به‌وسیله دستگاه FESEM مدل MIRA3 TESCAN- XMU پژوهشگاه متالوژی رازی تهیه شدند. به علت هدایت الکتریکی مختلف نمونه‌ها قبل از تهیه تصاویر، نمونه‌ها با استفاده از دستگاه پوشش‌دهی یونی تحت پوشش طلا قرار گرفتند.

آماده‌سازی فیلم نانوسلولز فیبریله‌شده

برای تولید فیلم با وزن پایه کل  $60 g/m^2$ ، سوسپانسیون‌های NFC تهیه شدند. در مرحله اول برای اصلاح NFC از پلی‌دادمک با غلظت ۱/۵٪ استفاده شد. برای آماده سازی پلی‌دادمک، ابتدا محلول ۰/۵ مولار سدیم کلرید تهیه شد. سپس مقدار ۷/۵ سی‌سی از پلی‌دادمک به ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول ۰/۵ مولار سدیم کلرید اضافه گردید. این مخلوط به مدت ۱۰ دقیقه توسط همزن مغناطیسی هم زده شد و در نهایت ۷۰ ml از محلول تهیه شده به سلولز نانوفیبریله‌شده اضافه شد. این مخلوط به مدت نیم ساعت بر روی همزن مغناطیسی در دمای اتاق هم‌زده شد. برای

1- Malvern

2- Field-emission Scanning Electron Microscope

3- FESEM

استفاده از لوپ مقداری از باکتری‌های رشد کرده در داخل محیط کشت مایع کشت داده شد و در داخل انکوباتور قرار داده شد. بعد از ۲۴ ساعت این باکتری‌ها آماده آزمون ضدباکتریایی شدند. بدین منظور باکتری‌ها با استفاده از محیط کشت مایع استریل رقیق شدند تا به غلظت مورد نظر (عدد جذب %۰/۰۵) برسند. نمونه فیلم‌ها که وزن هریک ۰/۰۵ گرم بود به لوله‌ها اضافه شدند. باکتری رقیق شده با استفاده از سمپلر به مقدار ۵ لاند با هریک از لوله‌ها اضافه شدند. برای ایجاد شرایط مناسب برای رشد باکتری‌ها، لوله‌های محتوای کاغذ در داخل یک انکوباتور شیکردار با سرعت ۱۶۰ rpm و دمای ۳۷ °C قرار داده شدند، بعد ۲۴ ساعت کدورت محیط کشت موجود در لوله‌ها با استفاده از دستگاه بیوفتومتر اندازه‌گیری شد.

جدول ۱- کد تیمار نهایی فیلم سلولز نانوفیبریله شده

مقدار مصرف نانو نقره (ppm)	روش	کد تیمار
۰	-	F
۵۰	غوطه‌وری	FI۵
۱۰۰	غوطه‌وری	FI۱۰
۵۰	کامپوزیت	NFC/ Ag۵
۱۰۰	کامپوزیت	NFC/ Ag۱۰

### نتایج

سلولز نانوفیبریله شده به علت حضور گروه‌های یونی از قبیل کربوکسیلیک اسید که در نتیجه فرایندهای شیمیایی و یا حضور بعضی از پلی ساکاریدها مانند گلوکورونوزایلان ایجاد می‌شود (Martins et al., 2012; Pinto et al., 2009)، دارای بار سطحی منفی است. از طرفی نانو ذرات نقره مطابق با نتایج قابلیت زتا دارای بار منفی می‌باشد. برای نشان دادن این نانو ذره بر روی نانو الیاف از پلی دادمک استفاده شد تا نانو ذرات نقره روی نانو الیاف بنشینند.

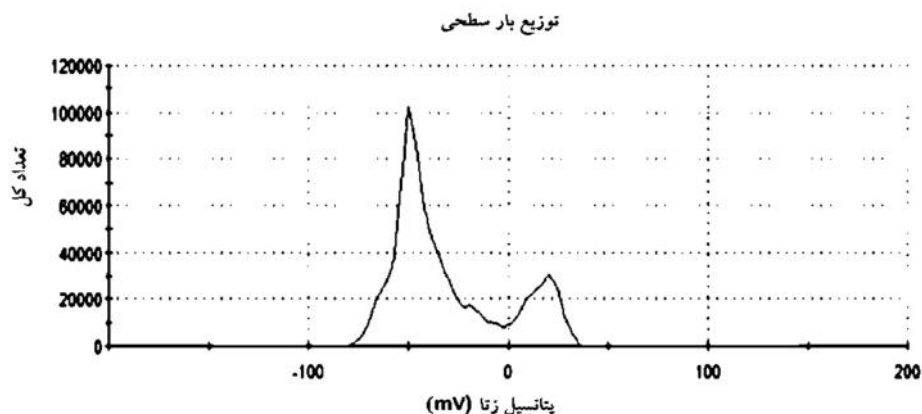
قرار گرفتند و در نهایت نمونه‌های ساخته شده در آون (۸۰ °C) خشک شدند و طبق روش گفته شده فیلم نانوکامپوزیت NFC/ نانونقره تهیه شد.

تهیه فیلم نانوسلولز فیبریله شده تیمار شده با نانونقره به روش غوطه‌وری

در مرحله اول فیلم‌های NFC به روش گفته شده آماده شد. سپس برای تهیه نانو ذرات نقره در دو سطح ۵ ppm و ۱۰ ppm ابتدا محلول سدیم بورهیدرید در حمام آب سرد تهیه شد و بعد محلول تهیه شده از AgNO<sub>3</sub> به صورت قطره قطره و به آهستگی به طوری که در هریک ثانیه یک قطره و همزمان با به هم زدن سوسپانسیون تا آخرین قطره اضافه گردید. در نهایت فیلم‌های NFC به مدت دو ساعت در نانوذرات نقره درون فضای تاریک غوطه‌ور شدند. بعد از اتمام غوطه‌وری فیلم‌ها در دمای محیط خشک شدند.

### بررسی خواص ضد میکروبی

برای تهیه ۱۰۰۰ ml محیط کشت BHIB ۳۷ گرم از این محیط که به صورت پودر می‌باشد به ۱۰۰۰ ml آب مقطر اضافه شد. محیط مورد نظر با هم زدن آرام بر روی شعله کاملاً حل شد. برای عملیات استریل، تعدادی لوله آزمایش تهیه شد و در داخل هر لوله ۵ ml محیط کشت ریخته شد. سپس لوله‌های محتوای محیط کشت در داخل دستگاه اتوکلاو قرار داده شد. دمای اتوکلاو روی ۱۲۰ °C و فشار بخار ۱/۵ bar تنظیم و بعد از ۱۵ دقیقه دستگاه خاموش شد. بعد از افت تدریجی فشار بخار دستگاه و رسیدن درجه حرارت اتوکلاو به درجه حرارت محیط، لوله‌ها از دستگاه خارج شدند. برای اطمینان از استریل شدن محیط‌ها، لوله‌ها به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۳۷ °C نگهداری شدند. برای فعال شدن باکتری‌ها، سوش‌های تهیه شده روی محیط کشت جامد، کشت داده شده و به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۳۷ °C نگهداری شدند تا باکتری‌ها به طور کامل رشد کنند. با



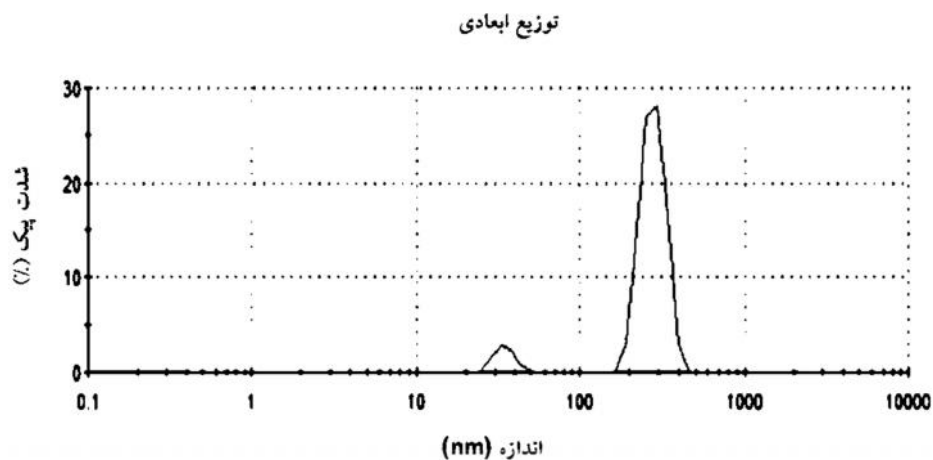
شکل ۱- بار سطحی نانو ذرات نقره فراوری شده بر اساس آزمون DLS

احیاء، دو پیک از اندازه نانو ذرات نقره را نشان می‌دهد. اندازه ذرات در پیک اول در حدود ۳۴ نانومتر و در پیک دوم در حدود ۲۷۹ نانومتر بوده است. در هنگام فراوری نانو ذرات نقره برای تثبیت ذرات در طول انجام واکنش، باید به مقدار کافی سدیم بورهیدرید وجود داشته باشد که این مقدار سدیم بورهیدرید باعث افزایش قدرت یونی شده و در نهایت باعث تراکم ذرات می‌شود ( Van Dong & Kasbohm, 2012). همچنین اندازه بزرگ نانو ذرات نقره به دلیل سطح انرژی زیاد می‌باشد که تمایل به متراکم شدن دارند ( Wani *et al.*, 2011). از این رو همانطور که در شکل ۲ مشاهده می‌گردد عمده ذرات نقره در محدوده ابعادی بالای ۱۰۰ نانومتر قرار گرفته‌اند.

اندازه‌گیری شارژ و اندازه نانو ذرات نقره با آزمون 'DLS' همانطور که در شکل ۱ مشاهده می‌شود مقدار بار سطحی ذرات نانو نقره ۳۰/۷- میلی‌ولت اندازه‌گیری گردید. مقدار بار سطحی NFC نیز به دلیل حضور گروه‌های یونی از قبیل کربوکسیلیک‌اسید که در نتیجه فرایندهای شیمیایی و یا حضور بعضی از پلی‌ساکاریدها مانند گلوکوزونوزایلان بر اساس منابع در حدود ۱۶/۸- می‌باشد ( Martins *et al.*, 2012; Pinto *et al.*, 2009).

به‌منظور اطمینان از دستیابی به ذرات نانومتری در احیای نانو ذرات نقره از آزمون طیف‌سنجی نورفعال استفاده شد. مطابق شکل ۲ بررسی نتایج حاصل از نانو نقره پس از

#### 1- Dynamic Light Spectroscopy

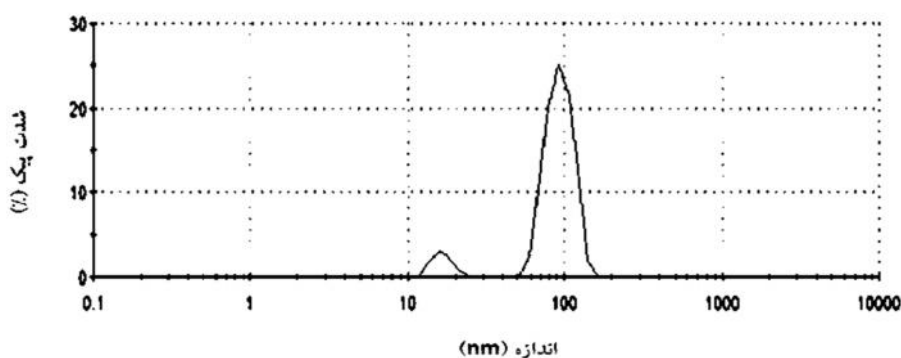


شکل ۲- توزیع ابعادی ذرات نقره قبل از تیمار فراصوتی با استفاده از آزمون DLS

به طور کلی این نتایج نشان می‌دهد که احیاء نانو ذرات نقره توسط سدیم بورهیدرید تمایل زیادی به تجمع و ایجاد توده دارند، زیرا بعد از اعمال تیمار فراصوتی اندازه ذرات کوچک‌تر شده که مؤید این واقعیت می‌باشد. کوچک‌تر شدن ذرات که همراه با افزایش سطح مؤثر واحد حجم آنهاست موجب تشدید فعالیت‌های یونی و افزایش خواص ضدباکتریایی می‌شود.

برای کاهش اندازه ذرات نانو نقره از تیمار فراصوتی استفاده شد و بعد اندازه و بار نانو ذرات نقره مورد بررسی قرار گرفت. شکل ۳، نتایج توزیع طولی ذرات نانونقره پس از تیمار فراصوتی را نشان می‌دهد. در این طیف، دو پیک از اندازه ابعاد ذرات نانونقره مشاهده می‌شود. اندازه ذرات در پیک اول در محدوده ۱۶ نانومتر و در پیک دوم در حدود ۹۰ نانومتر می‌باشد که بیشترین مقدار را شامل می‌گردد.

توزیع ابعادی

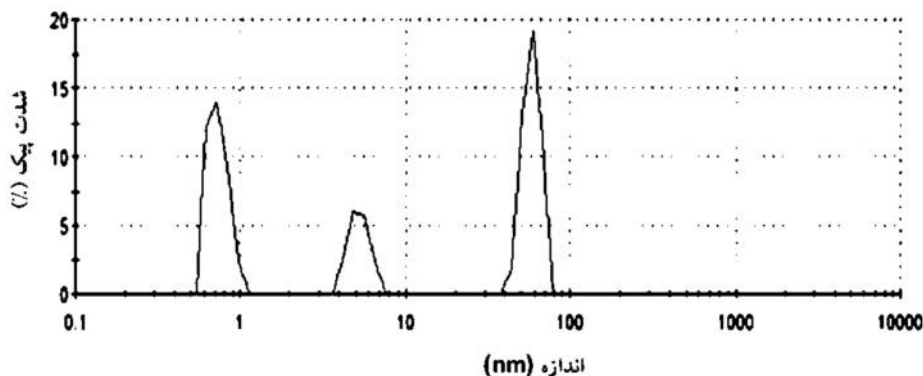


شکل ۳- توزیع ابعادی نانوذرات نقره پس از تیمار فراصوتی بر اساس آزمون DLS

سه پیک نشان می‌دهد. اندازه ذرات در پیک اول ۰/۷ نانومتر، در پیک دوم حدود ۵ نانومتر و در پیک سوم که بیشترین مقدار را شامل می‌شود، در محدوده ۵۸ نانومتر می‌باشد.

اندازه ذرات سلولز نانوفیبریل‌شده تیمار شده با نانو ذرات نقره بر اساس آزمون DLS شکل ۴ اندازه ذرات NFC تیمار شده با نانونقره را نشان می‌دهد. این طیف، اندازه ذرات (قطر ذرات) را در محدوده

توزیع ابعادی

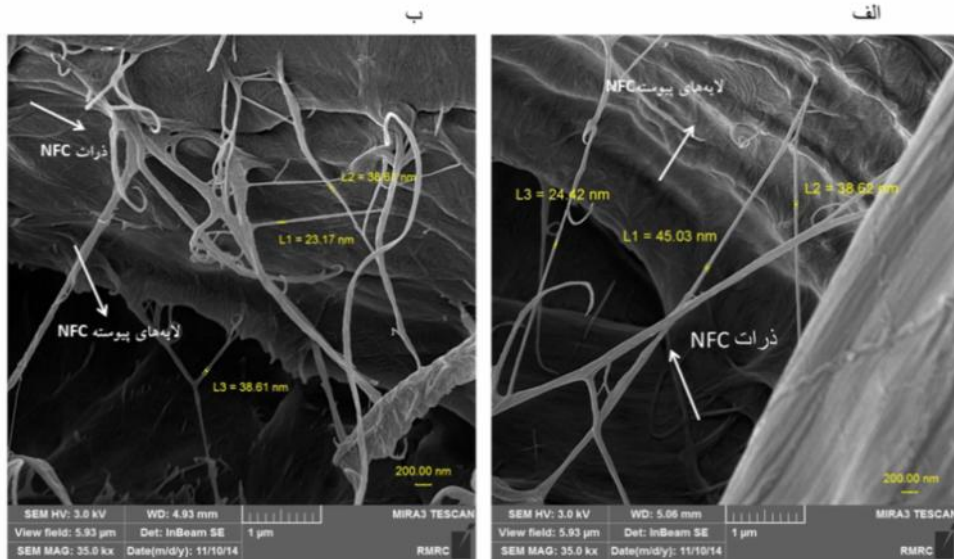


شکل ۴- توزیع ابعادی سلولز نانوفیبریل‌شده تیمار شده با نانو ذرات نقره با استفاده از آزمون DLS

جدا از هم در تصویر مشهود است. همان‌طور که در تصویر مشاهده می‌شود قطر ذرات NFC با نتایج حاصل از آزمون DLS تقریباً همخوانی داشته و در محدوده زیر ۱۰۰ نانومتر می‌باشد.

ریزننگاره میکروسکوپ الکترونی از فیلم‌های خالص سلولز نانوفیبریله شده

شکل ۵ تصاویر میکروسکوپی از فیلم خالص NFC را نشان می‌دهد. لایه‌های به هم پیوسته فیبرهای NFC و ذرات



شکل ۵- تصاویر FESEM از فیلم ساخته شده با سلولز نانوفیبریله شده

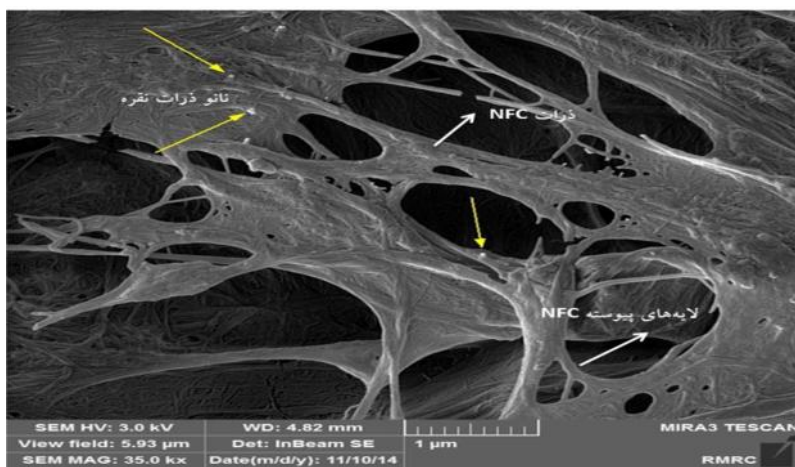
مشهود است. نانو ذرات نقره بر روی نانو الیاف فیبریله شده و لایه‌های به هم پیوسته نانو الیاف مشاهده می‌شود که عموماً دارای ابعاد نانومتری می‌باشد. ابعاد بزرگتر ذرات نقره موجود در تصویر مؤید تمایل شدید نانو ذرات نقره به توده شدن دارند.

ریزننگاره میکروسکوپ الکترونی از فیلم نانو کامپوزیت

NFC / نانو نقره

شکل ۶ تصویری از فیلم نانو کامپوزیت NFC /

نانو نقره در سطح نقره مصرفی ۱۰ ppm را نشان می‌دهد. لایه‌های به هم پیوسته و ذرات NFC مجزا به طور کامل

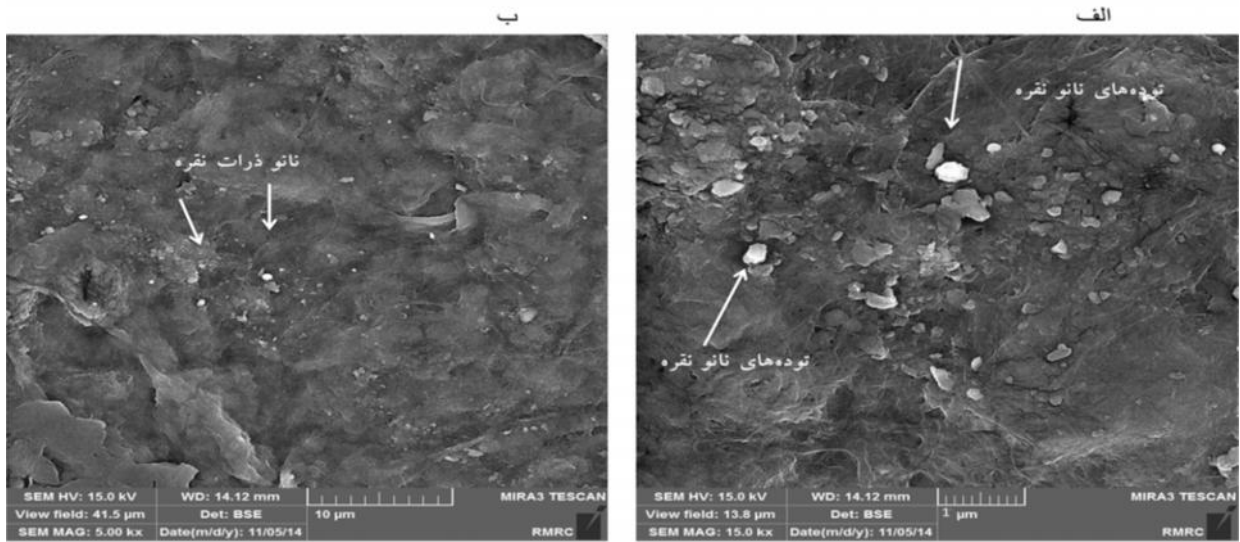


شکل ۶- تصاویر FESEM از نانو کامپوزیت NFC / نانو نقره ۱۰ ppm



روش غوطه‌وری در دو بزرگ‌نمایی مشاهده می‌شود. نانو ذرات نقره بر روی سطح فیلم به صورت نقاط براق قابل رؤیت است که اندازه ابعادی آن با نتایج آزمون زتاسایزر مطابقت دارد.

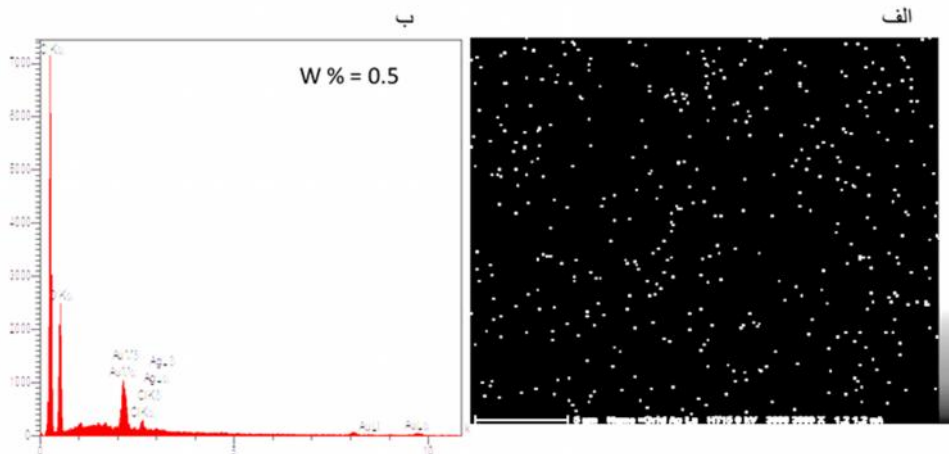
ریزننگاره میکروسکوپ الکترونی از فیلم NFC تیمار شده با نانو ذرات نقره به روش غوطه‌وری در شکل ۷ تصاویر FESEM از سطح فیلم NFC تیمار شده با نانو ذرات نقره با سطح مصرفی ۱۰ ppm به



شکل ۷- تصاویر FESEM از سطح فیلم NFC تیمار شده با نانو ذرات نقره در سطح مصرفی ۱۰ ppm به روش غوطه‌وری

انجام شده در ماندگاری و تثبیت ذرات نانونقره در فیلم‌های تولید شده می‌باشد. بدین منظور و برای ارزیابی این مسئله، از آزمون آنالیز عنصری استفاده شد.

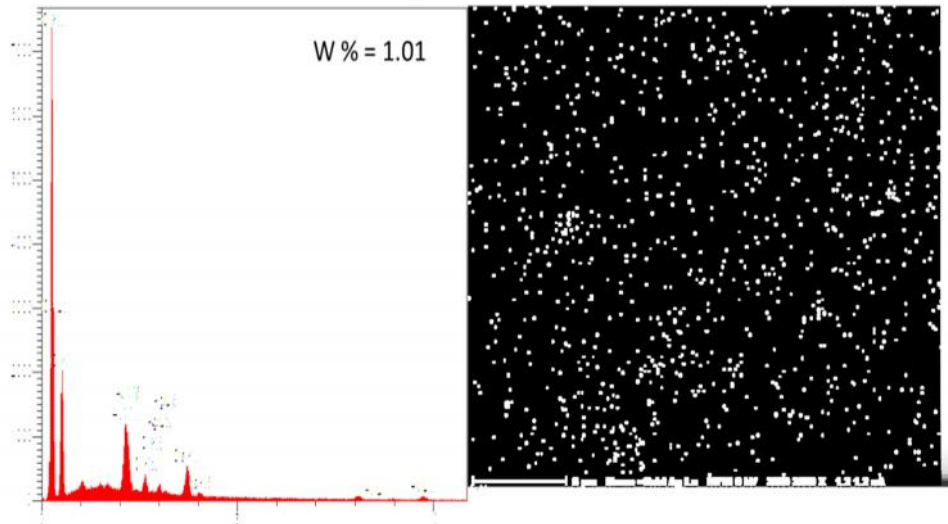
آنالیز عنصری و تصویر MAP سطح فیلم نانوکامپوزیت NFC/نانونقره همانطور که در بخش مقدمه و طرح مسئله بیان شد، یکی از اهداف مهم این پژوهش، بررسی مقایسه‌ای دو روش



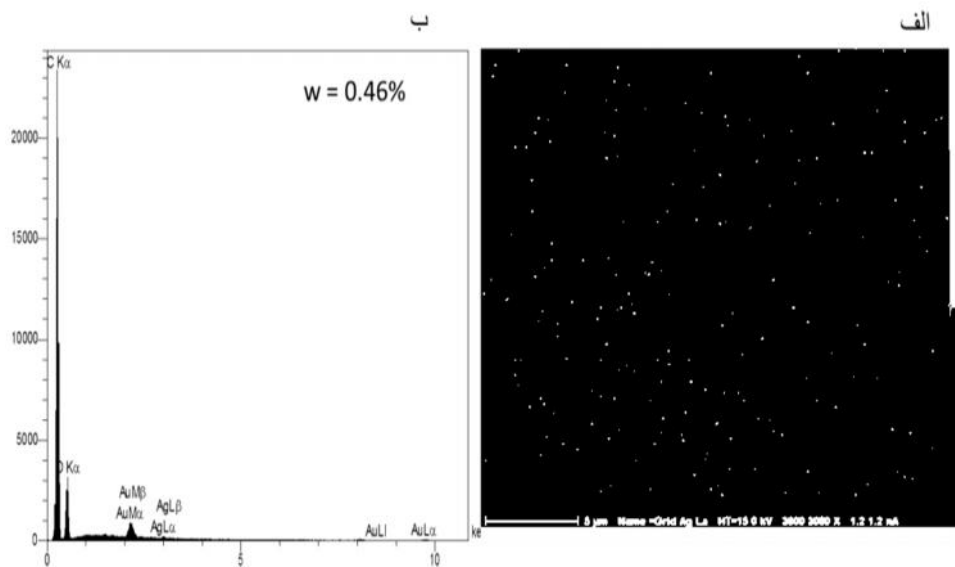
شکل ۸- الف) MAP نانوکامپوزیت NFC / نانونقره در سطح مصرفی نقره ۵ ppm و ب) نمودار آنالیز عنصری نمونه

شکل ۸ (الف) نقشه چگونگی توزیع نانو ذرات نقره در سطح فیلم نانوکامپوزیت NFC و نانونقره در سطح مصرفی ۵ ppm را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود، ذرات نانونقره توزیع و پراکنش یکنواختی روی سطح فیلم دارند. همچنین در بخش (ب) تصویر، شاهد آنالیز عنصری ترکیبات سطح فیلم می‌باشد که درصد وزنی نقره به وزن کل ترکیبات

شکل ۹ (الف) نقشه چگونگی توزیع نانو ذرات نقره در سطح مصرفی ۱۰ ppm می‌باشد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، ذرات نانونقره توزیع و پراکنش یکنواختی در سطح فیلم دارند. همچنین در بخش (ب) تصویر، شاهد آنالیز عنصری ترکیبات سطح فیلم نهایی، برابر با ۱/۰۱٪ به دست آمده است.



شکل ۹- (الف) MAP نانوکامپوزیت NFC/ نانونقره در سطح نقره مصرفی ۱۰ ppm و (ب) نمودار آنالیز عنصری نمونه



شکل ۱۰- (الف) MAP فیلم NFC تیمار شده با نانو ذرات نقره در سطح مصرفی ۵ ppm به روش غوطه‌وری و (ب) نمودار آنالیز عنصری نمونه

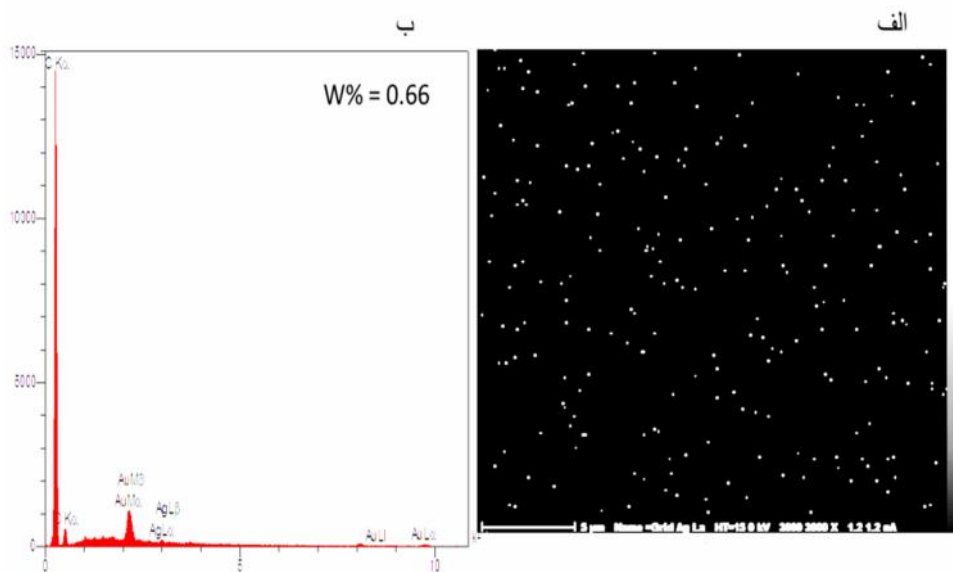
چگونگی توزیع ذرات نانوقره در سطح فیلم NFC در سطح نقره مصرفی ۵ ppm می‌باشد. نتایج حکایت از پراکنش و توزیع یکنواخت ذرات نانوقره در سطح NFC دارد. همچنین در بخش (ب) تصویر، آنالیز عنصری ترکیبات سطح کاغذ مشاهده می‌شود که درصد وزنی ذرات نانوقره به وزن کل ترکیبات در سطح فیلم نهایی ۰/۴۶٪ به دست آمده است.

در شکل ۱۱ (الف) تصویر پراکنش ذرات نانوقره در سطح مصرفی ۱۰ ppm بر روی سطح فیلم NFC به روش غوطه‌وری مشاهده می‌شود. ذرات نانوقره، توزیع و پراکنش یکنواختی روی سطح فیلم داشته‌اند. همچنین در بخش (ب) تصویر، آنالیز عنصری ترکیبات سطح فیلم سلولز NFC تیمار شده با ذرات نانوقره در سطح مصرفی ۱۰ ppm نشان داده شده که درصد وزنی ذرات نانوقره به وزن کل ترکیبات سطح فیلم ۰/۶۶٪ به دست آمده است.

همان‌طور که در مقایسه دو تصویر مشاهده می‌شود، دو تیمار از پراکنش و توزیع نانوقره یکنواختی برخوردار می‌باشند. همان‌طور که پیش‌بینی می‌شد، از آنجا که در سطح نقره مصرفی ۱۰ ppm تعداد ذرات نقره در واحد حجم بیشتر می‌باشد (حدود دو برابر نسبت به تیمار ۵ ppm) و مقدار ذرات نانوقره در MAP و درصد وزنی نقره در سطح فیلم نانوکامپوزیت NFC/نانوقره در سطح نقره مصرفی ۱۰ ppm تقریباً دو برابر تیمار ۵ ppm بوده است.

آنالیز عنصری و تصویر MAP فیلم NFC تیمار شده با ذرات نانوقره در دو سطح نقره مصرفی ۵ ppm و ۱۰ ppm به روش غوطه‌وری

شکل ۱۰ آنالیز عنصری و توزیع ذرات نانوقره در فیلم NFC تیمار شده با ذرات نانوقره به روش غوطه‌وری در سطح مصرفی ۵ ppm را نشان می‌دهد. بخش (الف) مربوط به



شکل ۱۱- الف) MAP فیلم تیمار شده با ذرات نانوقره در سطح مصرفی ۱۰ ppm به روش غوطه‌وری و ب) نمودار آنالیز عنصری نمونه

می‌باشد مقدار ذرات نانوقره در MAP و درصد وزنی در سطح فیلم NFC تیمار شده با ذرات نانوقره در سطح مصرفی ۱۰ ppm بیشتر از تیمار ۵ ppm به دست آمده است.

همان‌طور که در مقایسه تصاویر مشاهده می‌شود، دو تیمار از پراکنش و توزیع نانوقره یکنواختی برخوردارند ولی همان‌طور که پیش‌بینی می‌شد، از آنجا که در سطح نقره مصرفی ۱۰ ppm تعداد ذرات نانوقره در واحد حجم بیشتر

همکاران در سال ۲۰۱۱ مطابقت دارد.

#### رشد باکتری اشرشیاکلی

طبق نتایج به دست آمده همان طور که انتظار می‌رفت ذرات نانوتقره به عنوان یک عامل ضدباکتری شناخته شده و باعث کاهش رشد باکتری شده است. نتایج به دست آمده با نتایج Youssef و Nassar (۲۰۱۲) و Martinse و همکاران (۲۰۱۲) مطابقت دارد، به گونه‌ای که در تمام این پژوهش‌ها اثر ضدباکتری نقره روی باکتری‌ها اثبات شده است.

شکل ۱۲ نشان می‌دهد که ذرات نانوتقره در مقادیر مصرف خیلی کم به طور مؤثری مانع از رشد باکتری اشرشیاکلی شد. همان طور که در شکل ۱۳ مشاهده گردید رشد باکتری در نمونه فیلم سلولز نانو فیبریله شده نسبت به نمونه شاهد (باکتری در محیط کشت خالص بدون هیچ ماده ضدباکتری) ۴/۴۷٪ کاهش یافت که می‌توان به واکنش الکتروستاتیکی پلیمر پلی‌دادمک با گروه‌های آمیونی در دیواره سلولی باکتری نسبت داد که سبب افزایش نفوذپذیری غشا و در نتیجه نشت پروتئین سلولی و در نهایت مرگ سلول می‌گردد (Rabea et al, 2003). گزارش شد که NFC به علت خاصیت آبدوستی زیاد، قادر به جذب آب از دیواره سلولی باکتری بوده که منجر به آسیب دیواره سلولی باکتری و همچنین دنا تورا سیون پروتئین باکتریایی شده و در نهایت موجب از بین رفتن باکتری می‌شود (Missoum et al, 2014).

در مورد فیلم‌های تیمار شده به روش غوطه‌وری مشخص شده که میزان ذرات نانوتقره آزاد شده به مدت زمان غوطه‌وری و غلظت و مقدار نانوذرات بستگی دارد (Diez et al, 2011; Pinto et al, 2009). نانوکامپوزیت NFC/ نانوتقره نسبت به فیلم‌های NFC تیمار شده با ذرات نانوتقره به روش غوطه‌وری طبق نتایج به دست آمده دارای خواص ضدباکتری بیشتری می‌باشد. به طوری که فیلم نانوکامپوزیت NFC/ نانوتقره ۹۷/۰۹٪ و فیلم NFC تیمار شده با نانو ذرات نقره به روش غوطه‌وری ۸۴/۳۸٪ نسبت به نمونه کنترل شاهد رشد باکتری را مهار کرد. علت این امر با توجه به نتایج تصاویر MAP و آنالیز عنصری می‌تواند به

مقایسه فیلم نانوکامپوزیت NFC/ نانوتقره با فیلم‌های

NFC تیمار شده با ذرات نانوتقره به روش غوطه‌وری

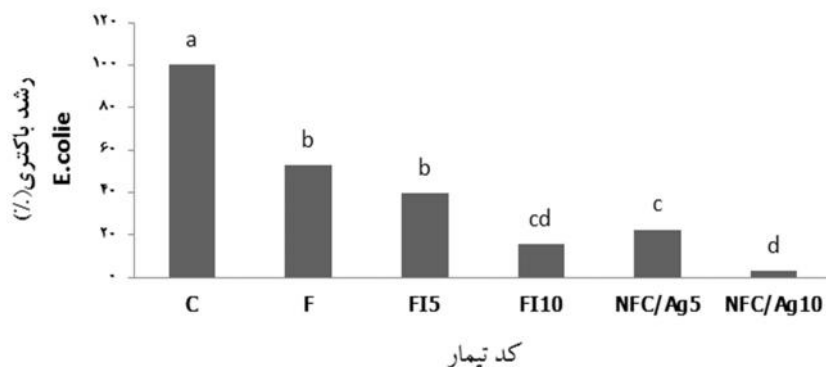
از مقایسه دو روش تولید فیلم‌های ضدباکتری مطابق با نتایج آنالیز عنصری مشاهده می‌شود که میزان ماندگاری ذرات نانوتقره در غلظت برابر در فیلم نانوکامپوزیت NFC/ نانوتقره، به ویژه در غلظت‌های بیشتر تقریباً بیشتر از فیلم NFC تیمار شده با ذرات نانوتقره می‌باشد. ذرات نانوتقره و NFC دارای بار منفی است، از این رو برای لایه‌نشانی این نانوذرات بر روی نانوالیاف از ماده پلیمری با قابلیت زتای مثبت (پلی‌دادمک) استفاده شد تا ذرات نانوتقره بر روی نانوالیاف بنشینند و جذب الیاف NFC شود. بنابراین به دلیل اصلاح سطح الیاف با پلیمر پلی‌دادمک، به دلیل اختلاف بار زیاد منفی و مثبت بین ذرات پلی‌دادمک با NFC و از سمت دیگر پلی‌دادمک با نانو نقره که دارای بار منفی می‌باشد جاذبه الکتروستاتیک قوی ایجاد شده است که مانع از آبرسانی نقره و هدررفت آن شده است، ولی در روش تولید فیلم‌های NFC تیمار شده با ذرات نانوتقره به روش غوطه‌وری، اتصال نانو ذرات نقره بر روی نانوالیاف به صورت سطحی بوده که در نهایت ماندگاری نانوتقره کمتری را نتیجه داده است. لازم به ذکر است که اختلاف مقادیر تثبیت شده نانوتقره در دو روش در غلظت‌های پایین ( $\delta$ ppm) بسیار ناچیز بوده که در مقادیر غلظت بیشتر این اختلاف بیشتر است. از طرفی در روش غوطه‌وری هر چند ماندگاری نانوتقره بر روی فیلم کمتر است اما برخلاف روش پایانه تر، نانوتقره اضافی در مرحله آبرگیری وارد محیط نشده و دوباره قابل استفاده می‌باشد.

آزمون بیولوژیکی فیلم‌های سلولز نانوفیبریله شده

به منظور بررسی خاصیت ضدباکتریایی، فیلم‌های تیمار شده با ذرات نانوتقره با دو نوع باکتری مورد بررسی قرار گرفتند. در روش غوطه‌وری فیلم‌ها بعد از چند دقیقه قرار گرفتن در معرض نور، زرد رنگ می‌شوند که به دلیل تشکیل ذرات نقره در سطح سلولز می‌باشد که مشاهدات با نتایج Pinto و همکاران در سال ۲۰۰۹ و همچنین Diez و

مربوط به آن تیمار نیز افزایش یافته است که نتایج با تصاویر توزیع نانو ذرات نقره بر سطح فیلم و همین‌طور آنالیز عنصری مطابقت دارد.

ماندگاری بیشتر ذرات نانونقره در نانوکامپوزیت NFC/نانونقره نسبت به روش غوطه‌وری باشد. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش مقدار مصرفی نانوذرات نقره به‌عنوان یک ماده ضدباکتریایی، خاصیت ضدباکتریایی فیلم

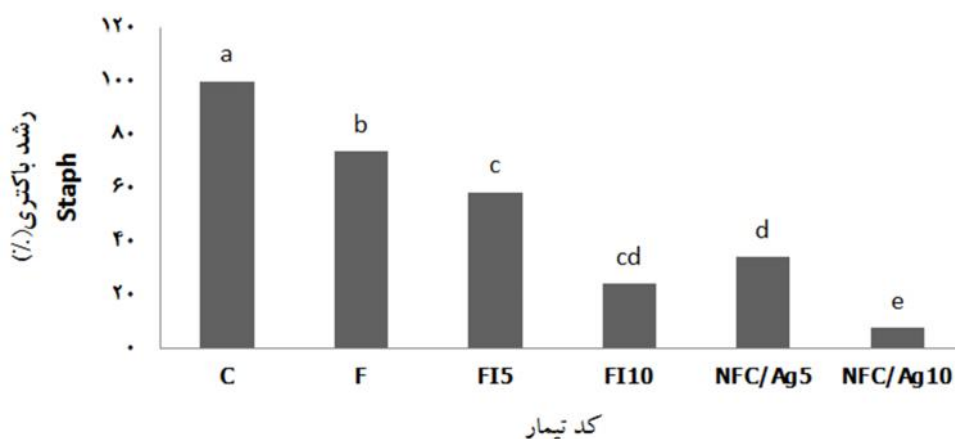


شکل ۱۲- نمودار رشد باکتری اشرشیاکلی (%)

به فیلم NFC تیمار شده با ذرات نانونقره به روش غوطه‌وری خواص ضدباکتری بیشتری را از خود نشان می‌دهد که به دلیل ماندگاری بیشتر نانونقره در روش اول می‌باشد (بر اساس نتایج آنالیز عنصری)، همچنین با مقایسه خواص ضدباکتری فیلم نانوکامپوزیت NFC/نانونقره با فیلم NFC تیمار شده با ذرات نانونقره به روش غوطه‌وری مشاهده می‌شود که با افزایش سطح مصرفی ذرات نانونقره، خواص ضدباکتری افزایش می‌یابد.

رشد باکتری استافیلوکوکوس اورئوس

شکل ۱۳ روند تغییرات ویژگی ضدباکتری فیلم‌های تیمار شده با نانو ذرات نقره را در برابر باکتری استافیلوکوکوس اورئوس نشان می‌دهد. با توجه به نتایج، نانوذره نقره در هر دو سطح توانسته است نقش خود را به‌عنوان یک ماده ضدباکتریایی در مقادیر کم به خوبی ایفا کند و رشد باکتری را کاهش دهد. بر اساس مقایسه نتایج، خواص ضدباکتری فیلم نانوکامپوزیت NFC/نانونقره نسبت



شکل ۱۳- نمودار رشد باکتری استافیلوکوکوس اورئوس (%)

## بحث

بر اساس داده‌های به دست آمده از مقادیر ماندگاری ذرات نانونقره در هریک از تیمارها، نتیجه‌گیری می‌شود که میزان ماندگاری این ذرات در روش تولید نانوکامپوزیت نسبت به روش غوطه‌وری، به‌ویژه در غلظت بیشتر (۱۰ ppm) تا حدی بیشتر بوده است که این نتیجه یک مزیت نسبی برای روش اول تلقی می‌شود که در نهایت خواص ضدباکتری بهتری نیز از خود نشان داده است، اما از طرف دیگر، در غلظت کمتر (۵ ppm) اختلاف ماندگاری نانونقره بر روی فیلم‌ها ناچیز بوده که این نتیجه به دو دلیل یک مزیت مطلق برای تیمار غوطه‌وری تلقی می‌گردد. اول اینکه مقادیر ماندگاری نانونقره قابل قبولی را از خود نشان داده است؛ دوم اینکه برخلاف روش اول (استفاده از نانونقره در پایانه تر) در آن مقادیر قابل توجهی از ذرات نانونقره در فرایند آگیری هدر رفته (جنبه اقتصادی) و همین‌طور بار آلاینده‌گی زیادی بر محیط زیست وارد می‌کند (جنبه سلامتی و امنیت). در روش غوطه‌وری با ماندگاری مناسب، می‌توان به دفعات مکرر با افزایش غلظت دوباره محلول، از آن استفاده کرد. استفاده از نانونقره باعث بوجود آمدن انقلابی شگرف در مواد ضدباکتریایی می‌باشد که دارای مزایای بسیار زیادی نسبت به مواد شیمیایی هستند. با توجه به اینکه حد مجاز مصرف ذرات نانونقره که اثر سمیت آن قابل چشم‌پوشی می‌باشد در منابع تا ۱۰۰ mpp ذکر شده است. در صورت انتشار در این روش، به دلیل میزان کم این مواد هیچ‌گونه ضرری بر طبیعت و موجودات زنده ندارد، از این‌رو از این دسته از محصولات می‌توان به دلیل مقادیر بسیار جزئی نانونقره در مقایسه با سایر پوشش‌های بسته‌بندی ضدباکتری در بسته‌بندی مواد غذایی، دارویی و بهداشتی استفاده کرد.

## منابع مورد استفاده

- Cheng, C.L., Sun, D.S., Chu, W.C., Tseng, Y.H., Ho, H.C., Wang, J.B. and Chang, H.H., 2009. The effects of the bacterial interaction with visible-light responsive titania photocatalyst on the bactericidal performance. *Journal of biomedical science*, 16(1): 7.
- Choi, O., Deng, K.K., Kim, N.J., Ross Jr, Surampalli, R.Y., and Hu, Z., 2008. The inhibitory effects of silver nanoparticles, silver ions, and silver chloride colloids on microbial growth. *Water research*, 42(12): 3066-3074
- Díez, I., Eronen, P., Österberg, M., Linder, M.B., Ikkala, O., and Ras, R.H. 2011. Functionalization of nanofibrillated cellulose with silver nanoclusters: Fluorescence and antibacterial activity. *Macromolecular bioscience*, 11(9): 1185-1191.
- Henriksson, M., 2008. Cellulose nanofibril networks and composites; preparation, structures and properties. KTH Chemical Science and Engineering. Stockholm, P:51.
- Kim, Y.S., Song, M.Y., Park, J.D., Song, K.S., Ryu, H.R., Chung, Y.H. & Hwang, I.K., 2010. Subchronic oral toxicity of silver nanoparticles. *Particle and fibre toxicology*, 7(1), 1.
- Martins, N.C., Freire, C.S., Pinto, R.J., Fernandes, S.C., Neto, C.P., Silvestre, A.J. and Trindade, T., 2012. Electrostatic assembly of Ag nanoparticles onto nanofibrillated cellulose for antibacterial paper products. *Cellulose*, 19(4): 1425-1436.
- Martins, N.C., Freire, C.S., Neto, C.P., Silvestre, A.J., Causio, J., Baldi, G. and Trindade, T., 2013. Antibacterial paper based on composite coatings of nanofibrillated cellulose and ZnO. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 417: 111-119
- Missoum, K., Sadocco, P., Causio, J., Belgacem, M.N. & Bras, J., 2014. Antibacterial activity and biodegradability assessment of chemically grafted nanofibrillated cellulose. *Materials Science and Engineering: C*, 45: 477-483
- Nassar, M.A. and Youssef, A.M., 2012. Mechanical and antibacterial properties of recycled carton paper coated by PS/Ag nanocomposites for packaging. *Carbohydrate polymers*, 89(1): 269-274.
- Petica, A., Gavrilu, S., Lungu, M., Buruntea, N. and Panzaru, C., 2008. Colloidal silver solutions with antimicrobial properties. *Materials Science and Engineering*, 152(1): 22-27.
- Pinto, R.J., Marques, P.A., Neto, C.P., Trindade, T., Daina, S. and Sadocco, P., 2009. Antibacterial activity of nanocomposites of silver and bacterial or vegetable cellulosic fibers. *Acta biomaterialia*, 5(6): 2279-2289.
- Chen, X., and Schluesener, H.J., 2008. Nanosilver: a nanoparticle in medical application. *Toxicology letters*, 176(1): 1-12.

- 961.
- Van Dong, P., Ha, C.H. and Kasbohm, J., 2012. Chemical synthesis and antibacterial activity of novel-shaped silver nanoparticles. *International Nano Letters*, 2(1): 1-9.
- Wani, I.A., Ganguly, A., Ahmed, J. and Ahmad, T., 2011. Silver nanoparticles: ultrasonic wave assisted synthesis, optical characterization and surface area studies. *Materials Letters*, 65(3): 520-522.
- Yamane, C., Aoyagi, T., Ago, M., Sato, K., Okajima, K. & Takahashi, T., 2006. Two different surface properties of regenerated cellulose due to structural anisotropy. *Polymer journal*, 38(8): 819-826.
- Rabea, E.I., Badawy, M.E.T., Stevens, C.V., Smagghe, G. and Steurbaut, W., 2003. Chitosan as antimicrobial agent: applications and mode of action. *Biomacromolecules*, 4(6): 1457-1465.
- Rai, M., Yadav, A. and Gade, A., 2009. Silver nanoparticles as a new generation of antimicrobials. *Biotechnology advances*, 27(1): 76-83.
- Sothornvit, R. & Krochta, J.M., 2001. Plasticizer effect on mechanical properties of  $\beta$ -lactoglobulin films. *Journal of Food Engineering*, 50(3): 149-155.
- Tang, J. & Xi, T., 2008. Status of biological evaluation on silver nanoparticles. *Sheng wu yi xue gong cheng xue za zhi= Journal of biomedical engineering Shengwu yixue gongchengxue zazhi*, 25(4): 958-

## Comparative study on antimicrobial property of cellulose-silver nanocomposite and nanocellulose film coated by silver nanoparticles

M. Shafae<sup>\*1</sup>, E. Afra<sup>2</sup>, A. Ghasemiyan<sup>2</sup>, M.R. Dhghani Firozabadi<sup>2</sup> and P. Ebrahimi<sup>3</sup>

1\*-Corresponding author, M.Sc., in Pulp and Paper Industries, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Iran, E-mail: mahdis.shafae@gmail.com

2-Associate Professore in Pulp and Paper Industries, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Iran

3-Assistant Professore, Department of chemistry, Golestan University, Golestan University, Iran

Received: Feb., 2016

Accepted: June, 2016

### Abstract

In recent years, there has been a considerable attention on producing and using renewable and environmental friendly cellulose film and coatings. In respect to the application of these films and coatings in different industries such as food, packaging and medical industries, the antimicrobial property such films and coating is an important issue.. The purpose of this research has been the production of cellulose based antibacterial film. First, long fiber pulp was converted to NFC using a supergrinder and then nanosilver treated films were prepared applying silver nitrate using two different methods. In the first method, silver nanoparticles at either 5 and 10 ppm dosage were reduced on NFC particles' surface using retention aid. In second method the prepared NFC film was immersed in a solution of silver nanoparticle having the concentration levels of 5 and 10 ppm. At higher concentration of nanosilver solution, the retention Ag nanoparticle in the first method was higher than the second method whereas, at lower concentration, the differences of retained nanosilver between two methods was not extensive .It worth to mention that immersion method shows the benefit of avoiding Ag nanoparticle to be drained during pulp dewatering and nanosilver solutions could besimply reused.

**Key words:** Nano composite, immersion, nano fibrillated cellulose, nanosilver, antibacterial.