مقاله علمی پژوهشی/ نشریه پژوهش‌های صنایع غذایی/ جلد ۳۰ شماره ۱/ سال ۱۳۹۹/ صفحات ۲۱۱ تا ۲۲۶

بررسی ویژگی های فیزیکی شیمیایی و مکانیکی فیلم زیست تخریب پذیر پکتین/زنیان/بتاکاروتن

امیرافشار اصدق[۱]، اصغر خسروشاهی اصل*[۲] و سجاد پیرسا[۲]

تاریخ دریافت: ۹۷/۲/۷ تاریخ پذیرش:۹۷/٤/۲۳

[۱]دانشجوی دکتری گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه ارومیه

[۲] به‌ترتیب استاد و دانشیار گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه ارومیه

*مسئول مکاتبه: Email: a.khosrowshahi@gmail.com

چکیده

زمینه مطالعاتی: افزودن اسانس زنیان و بتاکاروتن خصوصیات فیلم پکتین را کاملاً تحت تأثیر قرار داده و در مجموع باعث بهبود ویژگی‌های فیزیکی شیمیایی و مکانیکی فیلم شد. **هدف**: در این تحقیق فیلم زیست تخریب پذیر پکتین/زنیان/بتاکاروتن تهیه شد و اثر همزمان اسانس زنیان و رنگدانه بتاکاروتن روی ویژگی‌های فیزیکی شیمیایی و مکانیکی فیلم تهیه شده مورد بررسی قرار گرفت. برای بررسی اثر اسانس زنیان در سطوح ۰/۵-۰ درصد و رنگدانه بتاکاروتن در سطوح ۰/۰۳-۰ درصد از طرح مرکب مرکزی استفاده شد. **روش کار**: برای آماده‌سازی فیلم ۲ درصد وزنی/حجمی پکتین در ۱۰۰میلی لیتر آب دیونیزه به مدت ۱۲ ساعت در دمای ۳۰ درجه سانتیگراد با همزن مغناطیسی مخلوط شد، پس از سرد شدن ٤۰ درصد وزنی/وزنی ماده خشک گلیسرول اضافه شد و محلول به مدت ۱۰ دقیقه با همزن مخلوط شد و به این ترتیب فیلم شاهد (بدون بتاکاروتن و زنیان) تهیه شد. برای تهیه فیلم‌های حاوی اسانس زنیان بعد از مخلوط شدن گلیسرول به محلول حاصل اسانس در غلظت‌های ۰/۲۵ و۰/۵ درصد ماده خشک پکتین به همراه ۵ درصد حجمی/حجمی ماده خشک، توئین ۸۰ به عنوان امولسیفایر اضافه سپس توسط همزن با دور۹۰۰۰ در دقیقه به مدت ۵ دقیقه مخلوط شد. برای تهیه فیلم‌های حاوی بتاکاروتن ابتدا کریستال‌های بتا در غلظت‌های ۰/۰۱۵ و ۰/۰۳ درصد در ۲۰ میلی‌لیتر کلروفرم حل شد و به حجم ۱۰۰میلی با آب مقطر رسیده به همراه ۵ درصد توئین طبق روش فوق با همزن با دور ۱۳۰۰۰ به مدت ۲دقیقه با پلیمر مخلوط شد. جهت تهیه فیلم‌های ترکیبی (اسانس و بتاکاروتن) مخلوط پلیمر/اسانس/بتاکاروتن طبق روش فوق آماده شد با این تفاوت که مدت زمان مخلوط شدن با همزن به ۵ دقیقه افزایش یافت. **نتایج**: نتایج آزمون FTIR نشان دهنده برهمکنش جدید بین اسانس زنیان و بتاکاروتن بود. پراش اشعه ایکس نیز تأیید کرد که میزان کریستالی شدن فیلم با افزودن بتاکاروتن افزایش یافت. افزودن اسانس بر کدورت فیلم‌ها تأثیر معنی-دار داشت، به طوریکه بیشترین مقدار کدورت در فیلم حاوی ۰/۵ درصد اسانس ایجاد شد، از طرفی دیگر افزایش مقدار بتاکاروتن تا ۰/۰۱۵ درصد باعث کاهش مقدار کدورت شد ولی در غلظت‌های بالاتر افزایش کدروت را به همراه داشت. در نتایج حاصل از خواص مکانیکی، خاصیت کشسانی با افزودن اسانس سیر صعودی نشان داد، از طرفی بتاکاروتن و اسانس زنیان در غلظت‌های پایین باعث کاهش استحکام کششی و مدول الاستیک شدند، ولی در غلظت‌های بالاتر به بهبود خواص مکانیکی کمک کردند. **نتیجه گیری نهایی**: با توجه به اینکه رنگدانه بتاکاروتن در شرایط مختلف محصولات غذایی تغییر رنگ می‌دهد در ادامه میتوان از این فیلم‌ها برای بسته‌بندی هوشمند محصولات غذایی استفاده کرد.

واژگان کلیدی: اسانس زنیان، بتاکاروتن، خواص مکانیکی، فیلم خوراکی زیست تخریب‌پذیر

مقدمه

بسته‌بندی‌های پلاستیکی مرسوم از مشتقات نفتی می‌باشند که خطرات جدی زیست محیطی را در بردارند. فیلم‌ها و پوشش‌های خوراکی کیفیت فرآورده‌های غذایی را بالا می‌برند، از منابع تجدیدپذیر (زیست تخریب پذیر) به دست می‌آیند، خواص فیزیکی مشابه بسته‌بندی معمولی دارند و سبب حفظ طراوت مواد غذایی شده (هاک و همکاران ۲۰۱٤) و آن‌ها را از فسادهای فیزیکی، شیمیائی و میکروبی محفوظ می‌دارند (آلدانا و همکاران ۲۰۱۵). اکثر فیلم‌ها و پوشش‌های خوراکی به عنوان موانعی در مقابل روغن‌ها، گازها یا بخارها و به عنوان حامل مواد فعال، از قبیل مواد آنتی‌اکسیدانی، ضد میکروب، رنگ‌ها و بوها عمل می‌کنند. زیست تخریب بودن و خوراکی بودن مهم‌ترین دلایل استفاده از فیلم‌های خوراکی در صنعت بسته بندی هستند (صادقی و همکاران ۱۳۹۸). استفاده از مواد تخریب پذیر در صنعت بسته بندی ضمن دارا بودن خصوصیات پلاستیک‌های معمولی در طول عمر مفید خود پس از مدت زمان مشخص به وسیله میکروارگانیسم‌ها به محصولات طبیعی مانند CO_2، آب، اتان و بیومس تبدیل می‌شوند و هیچ گونه اثر منفی زیست محیطی ازجمله عناصر سنگین و مواد سمی نیز بر جای نمی‌گذارند. بنابراین می‌توانند به‌صورت جزئی یا کامل جایگزین پلاستیک‌های سنتزی شوند، پلیمرهای تشکیل دهنده فیلم می‌تواند پروتئین‌ها، پلی‌ساکاریدها یا مخلوطی از این دو ماده و همچنین ترکیبات لیپیدی باشند (هان ۲۰۱٤). مواد نرم کننده و افزودنی‌ها با پلیمرهای تشکیل دهنده فیلم با هم ترکیب شده و خواص فیزیکی یا عملکردی فیلم‌ها را اصلاح می‌نمایند. اخیراً استفاده از بسته‌بندی‌های فعال بر پایه ترکیبات طبیعی و حاوی نگهدارنده‌های طبیعی مورد توجه تولیدکنندگان و مصرف کنندگان قرار گرفته است، از آنجا که مصرف کنندگان به ایمنی مواد غذایی حاوی نگهدارنده‌های سنتزی اطمینان ندارند؛ تمایل به استفاده از نگهدارنده‌های طبیعی مانند عصاره‌ها و اسانس‌های گیاهی با خاصیت ضدمیکروبی، ضداکسایشی و ضد سرطانی افزایش یافته است (شاهینا و خاکسار ۲۰۱۳). پکتین یکی از اجزای اصلی دیواره سلول گیاهی است که به یکپارچگی و استحکام گیاه کمک می‌کند و یکی از پیچیده‌ترین ماکرومولکول‌های موجود در طبیعت است (جولی و همکاران ۲۰۱۰). منابع اصلی استخراج پکتین پوست گلابی، سیب و پوست مرکبات می‌باشد (ویدکوک و همکاران ۲۰۱۱). از نظر شیمیایی پکتین، از واحدهای آلفا ۱-٤ گالاکتورونیک اسید با درجه متفاوت متیلاسیون اسیدهای کربوکسیلیک اسید و یا اسید پلی‌گالاکتورونیک آمید تشکیل شده است (میشرا و همکاران ۲۰۱۲). پکتین فیلمی با منشأ پلی ساکاریدی می‌باشد فیلم‌های پلی ساکاریدی به دلیل خاصیت آبدوستی در برابر بخار آب نفوذپذیر می‌باشند، بنابراین برای بهبود خواص ممانعت کنندگی این فیلم‌ها می‌توان از مواد آب‌گریز مانند اسانس‌های و اسیدهای چرب استفاده کرد (گونزالز و همکاران ۲۰۱۱). اسانس‌های بدست آمده از گیاهان مختلف دارای خواص آنتی اکسیدانی و ضد میکروبی می‌باشند که این خاصیت به گروه‌های هیدروژن‌دار در ساختار آنها مربوط است (کولیسیک و همکاران ۲۰۰٤). از آنجایی که این ترکیبات به دلیل ایجاد عطر و رایحه قوی نمی‌توانند به طور مستقیم در ماده غذایی استفاده شوند میتوان از این ترکیبات در فیلم‌های خوراکی استفاده کرد. یکی از اسانس‌های گیاهی مورد استفاده در فیلم زنیان، می‌باشد. زنیان (*Carum copticum*) گیاه علفی یکساله با گل‌های سفید و دانه‌های کوچک قهوه‌ای متعلق به خانواده چتریان است که در کشور ایران، مصر و هند رشد می‌کند (خاجه و همکاران ۲۰۰٤). اسانس این گیاه دارای خاصیت آنتی‌اکسیدانی (نیکاور و شیخی ۲۰۰٦)، ضد درد (بوسکابادی و شیخی ۲۰۰٦) و آنتی هیستامینی است و دارای اثرات مهاری بالا در برابر قارچ‌ها و میکروارگانیسم‌ها (کاظمی ۲۰۱٤) می‌باشد.

کاروتنوئیدها به عنوان پیش‌ساز ویتامین A و رتینوئید به عنوان مهم‌ترین ترکیبات زیست فعال برای انسان و حیوان شناخته شده‌اند، کاروتنوئیدها رنگدانه‌های طبیعی هستند (هری و همکاران ۲۰۱۸). حضور مقدار کمی از کاروتنوئیدها در غذاها می‌تواند به جلوگیری از اکسیداسیون سریع لیپید موجود در غذاها کمک کند. یکی از عمده‌ترین ترکیبات کاروتنوئیدی بتاکاروتن‌ها می‌باشند، بتاکاروتن یک ترکیب آب‌گریز رایج در مواد غذایی بوده و نقش مهمی در محافظت از بدن در برابر بیماری‌های قلبی-عروقی و سرطان دارد (چو و همکاران ۲۰۰۷). توانایی بتاکاروتن در خنثی کردن و غیر فعال کردن اکسیژن یگانه و جلوگیری از واکنش رادیکال‌های آزاد در مطالعات متعددی بررسی شده است (هری و همکاران ۲۰۱۸).

جاهد و همکاران (۲۰۱۷)، در بررسی استفاده از اسانس زنیان در فیلم کیتوزان اعلام کردند که افزودن اسانس زنیان باعث بهبود خواص مکانیکی فیلم شد. فیاضی و همکاران (۱۳۹٦)، نیز در مطالعه‌ای که اثر اسانس زنیان و اسانس گیاه مورد را روی خواص مکانیکی بررسی کردند مشاهده نمودند که افزودن اسانس زنیان باعث کاهش استحکام کششی و افزایش کشسانی شد. گوهیل و همکاران (۲۰۱۱)، بررسی ساختار فیلم پکتین توسط X Ray Diffraction (XRD) مشاهده کرد که فیلم‌های پکتین دارای ساختار کریستالی و آمورف می‌باشند. هدف از تحقیق حاضر تهیه فیلم پکتین حاوی اسانس زنیان و رنگدانه بتاکاروتن دارای خاصیت آنتی اکسیدانی و بررسی خواص فیزیکی، مکانیکی و ساختار شیمیایی آن به منظور نگهداری و افزایش ماندگاری مواد غذایی چرب می‌باشد.

مواد و روش ها

دانه زنیان از شهرستان ارومیه تهیه گردید و استخراج اسانس از آن انجام گرفت. پکتین پوست مرکبات HMP و بتاکاروتن با کد ۲۲۰٤۰ از شرکت سیگما آلدریچ خریداری شد. سایر ترکیبات شیمیایی شامل متانول، کربنات سدیم، معرف فولین کالچو، کلروفرم، سولفات کلسیم، نیتریت کلسیم، گلیسرول، توئین۸۰ و رادیکال آزاد DPPH از شرکت مرک خریداری شد.

استخراج اسانس

برای استخراج اسانس از روش تقطیر با آب از دستگاه کلونجر به مدت ٤ ساعت استفاده شد، اسانس به دست آمده پس از خالص‌سازی با سولفات سدیم بدون آب خشک شده و در دمای ٤ درجه سانتیگراد تا انجام آزمایشات در شیشه مات همراه با فویل آلومینیومی نگه داری شد (کاظمی ۲۰۱٤).

اندازه‌گیری میزان فنل کل

جهت اندازه‌گیری ترکیبات فنلی کل اسانس زنیان از معرف فولین کالچو استفاده شد، ۰/۵ میلی گرم از نمونه اسانس با ۵ میلی لیتر از معرف فولین-کالچو (که با آب مقطر۱۰ برابر رقیق شده بود) و ٤ میلی لیتر از محلول کربنات سدیم ۱مولار به خوبی مخلوط شد، مخلوط به مدت نیم ساعت در دمای اتاق قرار گرفت، سپس مقدار جذب توسط اسپکتروفتومتر در طول موج ۷٦۵ نانومتر قرائت شد. مقدار کل ترکیبات فنلی با استفاده از معادله خط رسم شده، که R^2=۰/۹۹۲۲ و Y=۰/۰۰۸۷X+۰/۰٦٤۳ بر مبنای گالیک اسید محاسبه شد(دورمان و همکاران ۲۰۰۳).

آماده سازی فیلم

فیلم پکتین با اندکی تغییرات طبق روش نیسار و همکاران (۲۰۱۸)، تهیه شد. برای آماده‌سازی فیلم ۲ درصد وزنی/حجمی پکتین در ۱۰۰میلی لیتر آب دیونیزه به مدت ۱۲ ساعت در دمای ۳۰ درجه سانتیگراد با همزن مغناطیسی مخلوط شد، پس از سرد شدن ٤۰ درصد وزنی/وزنی ماده خشک گلیسرول اضافه شد و محلول به مدت ۱۰ دقیقه با همزن مخلوط شد و به این ترتیب فیلم شاهد (بدون بتاکاروتن و زنیان) تهیه شد. برای تهیه فیلم‌های حاوی اسانس زنیان بعد از مخلوط شدن گلیسرول به محلول حاصل اسانس در غلظت‌های

۰/۲۵ و۰/۵ درصد ماده خشک پکتین به همراه ۵ درصد حجمی/حجمی ماده خشک، توئین ۸۰ به عنوان امولسیفایر اضافه سپس توسط همزن با دور۹۰۰۰ در دقیقه به مدت ۵ دقیقه مخلوط شد. برای تهیه فیلم‌های حاوی بتاکاروتن ابتدا کریستال‌های بتا در غلظت‌های ۰/۰۱۵ و ۰/۰۳ درصد در ۲۰ میلی‌لیتر کلروفرم حل شد و به حجم ۱۰۰میلی با آب مقطر رسیده به همراه ۵ درصد توئین طبق روش فوق با همزن با دور ۱۳۰۰۰ به مدت ۲دقیقه با پلیمر مخلوط شد. جهت تهیه فیلم‌های ترکیبی (اسانس و بتاکاروتن) مخلوط پلیمر/اسانس/بتاکاروتن طبق روش فوق آماده شد با این تفاوت که مدت زمان مخلوط شدن با همزن به ۵ دقیقه افزایش یافت. سپس بصورت محلول‌های ۲۵ میلی لیتری در پلیت‌های پلاستیکی در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد ریخته شد و در طی ۷۲ ساعت خشک و در نهایت تا زمان انجام آزمایشات درون کیسه‌های زیپ‌دار نگهداری شد (دوکسیا ۲۰۱٤).

آزمون‌ها

آزمون FTIR

برای انجام این آزمون از اسپکتوفتومتر FTIR (Shimadzu 4100، ساخت کشور ژاپن) استفاده شد. حدود ۲ میلی‌گرم از هر فیلم به صورت آسیاب شده و با نسبت ۱:۱۰۰ با KBr مخلوط شد و به شکل قرصی با ضخامت ۱ میلیمتر تبدیل شد. در ادامه این آزمون در محدوده ٤۰۰۰ تا ۵۰۰ کیزر و با تفکیک پذیری ۳۲ کیزر انجام گرفت (سوخته‌زاری و همکاران۲۰۱۷).

آزمون پراش اشعه X

نمونه بر روی دیسک‌های فشرده شده و آنالیز به وسیله دستگاه پراش سنج MPD (B.V مدل، ساخت کشور هلند) با تولید اشعه CuK فیلتر شده با نیکل با طول موج۰/۱۵٤ نانومتر انجام شد. ژنراتور در 40KVو 40mA تنظیم شد. تشعشعات بازتابشی از نمونه، در دمای محیط و در محدوده زاویه 2θ از ۲درجه تا ٤۰درجه، سرعت انجام آزمون ۱ °/min، اندازه گام‌ها ۰/۰۲درجه اندازه‌گیری شد. شاخص بلورینگی نشان دهنده‌ی میزان نظم آرایشی رشته‌های فیبر می‌باشد.

اندازه‌گیری انحلال پذیری فیلم

ابتدا نمونه‌های فیلم برای رسیدن به وزن ثابت درون دسیکاتور قرار داده شدند. سپس نمونه فیلم ها پس از وزن شدن، در ۵۰ میلی لیتر آب مقطر به مدت ٦ ساعت در دمای محیط به آرامی همزده شد، سپس باقیمانده فیلم در آون در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت تا رسیدن به وزن ثابت قرار داده شد. درصد انحلال پذیری فیلم از معادله زیر به دست آمد: (حسینی و همکاران ۲۰۰۹)

$$\text{انحلال‌پذیری} = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100 \qquad \text{(معادله-۱)}$$

که M_1 وزن اولیه نمونه و M_2 وزن نمونه پس از خشک شدن می‌باشد.

کدورت

شفافیت فیلم پکتین حاوی اسانس زنیان و بتاکاروتن در برابر نور مرئی بر اساس روش پیشنهاد شده توسط پنگ و لی (۲۰۱٤)، با استفاده از اسپکتروفتومتر 2150 - (UV-Vis unico) ارزیابی شد، نوار فیلم مستطیلی در داخل سل اسپکتروفتومتر قرار گرفت و جذب در طول موج ٦۰۰nm بررسی شد. برای هر تست، چهار تکرار اندازه‌گیری شد. کدورت فیلم‌ها با استفاده از معادله زیر محاسبه شد:

$$O = \frac{Abs_{600}}{L} \qquad \text{(معادله -۲)}$$

مقدار جذب در Abs کدورت فیلم است، O در حالی که قطر ضخامت فیلم (میلی متر) می‌باشد.L٦۰۰ نانومتر و

آزمون اندازه گیری خواص مکانیکی

خواص فیلم‌ها توسط دستگاه آزمون مکانیکی Zwick/Roell مدل FR010 ساخت کشور آلمان اندازه‌گیری شد. برای این کار از استاندارد شماره

ASTM, D882-10 استفاده شد. قبل از انجام آزمایش‌های کشش، تمامی نمونه‌ها به مدت ۲٤ساعت در رطوبت نسبی ٥٥ درصد (نیتریت کلسیم اشباع) واجد شرایط شدند، سپس سه نمونه از هر کدام از فیلم‌ها به شکل دمبلی با ابعاد ۸×۰/۵سانتی متر بریده شد و در بین دو فک دستگاه قرار گرفت. فاکتورهای درصد کشسانی تا نقطه پارگی و مدول الاستیک (مگاپاسکال) با دستگاه اندازه گیری شده و با استفاده از معادله زیر نیز مقاومت کششی (TS) فیلم ها محاسبه شد:

$$TS = \frac{F}{w \times d}$$ (معادله-۳)

در این معادله **TS** مقاومت کششی بر حسب پاسکال، **F** نیرو بر حسب نیوتن، **d** ضخامت بر حسب میکرومتر و **w** عرض فیلم بر حسب متر می باشد.

طرح آماری

تحقیق انجام شده در قالب طرح مرکب مرکزی چرخش پذیر در سه سطح و پنج تکرار در نقطه مرکزی برای دو متغیر مستقل اسانس زنیان و بتاکاروتن انجام گرفت. در جدول متغیرهای مستقل، کد و سطوح مربوطه آن‌ها آورده شده است. حلالیت، کدورت و خواص مکانیکی به عنوان متغیرهای وابسته که تحت تأثیر متغیرهای مستقل قرار می‌گیرند، انتخاب شدند. داده‌های حاصل از طرح مرکب مرکزی مربوط به خصوصیات فیزیکی و خصوصیات بافتی در جدول ۲ آورده شده است. آنالیز داده‌ها (در سطح ۹۹درصد و ۹۵درصد) و رسم نمودارها توسط نرم افزار Design Expert 7.0.0 انجام گردید.

جدول ۱- متغیرهای مستقل و مقادیر آن‌ها

Table 1- Independent variables and their values

level			independent variable
-1	0	1 ۱	
0	0.25	0.5	A*
0	0.015	0.03	B

A* and B The percentages of essential oil and beta-carotene, respectively

جدول ۲- لیست آزمایشات انجام شده بر اساس طرح آماری و پاسخ‌های بدست آمده شامل خواص فیزیکی و بافتی

Table 2. List of tests performed on the basis of statistical design and responses obtained including physical and tissue properties

responses						independent variable	Test number
Elastic modulus (MPa)	Elastic (٪)	Tensile (MPa) strength	opacity (Au.nm^{-1})	Solubility (٪)	Beta-carotene (٪) (٪W/V)	Essential oil (٪W/V)	
162.97	2.56	4.17	1.0322	79.24	0	0	1
63.6	3.37	2.64	6.651	72.72	0	0.25	2
60.33	4.23	2.14	6.667	67.16	0	0.5	3
250.23	1.54	3.86	1.068	74.07	0.015	0	4
207.22	1.13	2.34	0.0793	71.83	0.03	0	5
132.64	2.26	3	0.868	68.5	0.015	0.25	6
83.17	3.38	2.81	1.946	65.4	0.03	0.25	7
71.07	3.97	2.78	2.194	65.78	0.015	0.5	8
90.73	3.11	2.82	1.73	61.53	0.03	0.5	9
135.96	2.34	3.13	1.841	66.66	0.015	0.25	10
133.5	2.25	3.001	1.064	73.61	0.015	0.25	11
132.6	2.26	3.005	1.145	64.15	0.015	0.25	12
131.9	2.265	3.0011	2.5	68.5	0.015	0.25	13

جدول ۳- ضرایب رگرسیون بدست آمده از مدل‌های برازش یافته بر داده‌های پاسخ

Table 3: Regression coefficients obtained from the fitted models on response data

Source	(٪) Solubility	(Au.nm) opacity	(MPa) Tensile strength	(٪) Elastic	(MPa) Elastic modulus
β.	77.67	2.10	4.12	2.07	172.42
A	-20.44	16.4	-6.03	4.04	-584.62
B	-226.22	-293.47	-3.18	-28.13	7363.62
A^2	–	-13.62	3.55	–	665.89
B^2	–	8071.9	-1646.51	–	-202874
AB	–	-265.6	166.8	–	-923.33
R^2	0.79	0.89	0.92	0.74	0.93
R^2(adj)	0.74	0.73	0.87	0.69	0.89

β Constant coefficient, A Essential coefficient, B Beta Carotene Coefficient

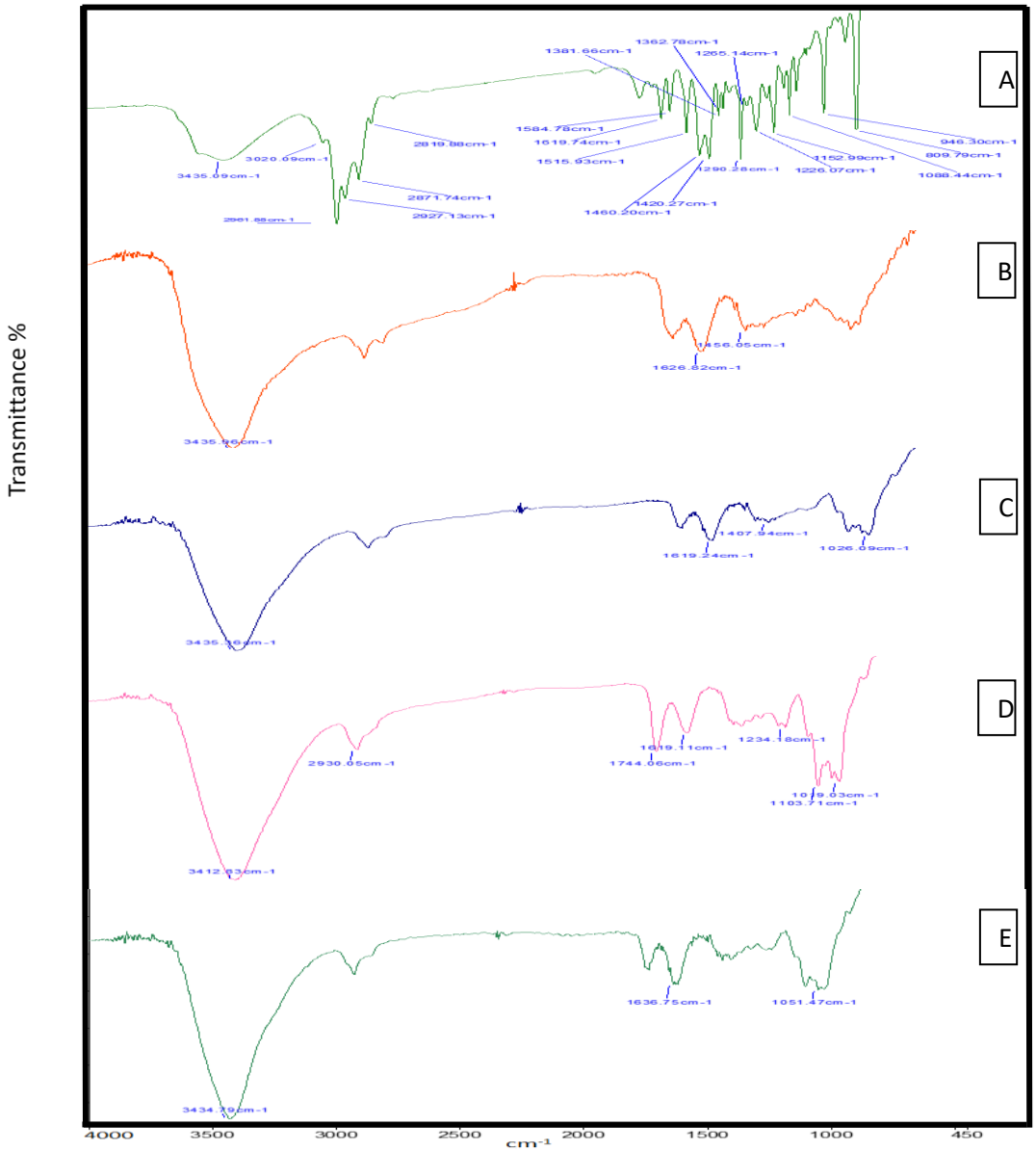
آنالیز FTIR

شکل ۱ پیک‌های FTIR اسانس زنیان خالص، فیلم پکتین خالص، پکتین حاوی اسانس زنیان، پکتین حاوی بتاکاروتن و فیلم پکتین حاوی اسانس زنیان و بتاکاروتن را نشان می‌دهد. طیف A مربوط به اسانس زنیان است که پیک جذب در ناحیه 3450 cm-1 به ارتعاشات کششی گروه O– H ترکیبات کارواکرول، آرتیمیزول و ترانس ۲ ال کارن اسانس زنیان اشاره دارد. پیک جذب در ناحیه 3020 cm-1 مربوط به ارتعاشات کششی گروه C-H ترکیبات آروماتیک کارواکرول می‌باشد. نتایج مشابهی نیز توسط جاهد و همکاران (۲۰۱۷)، در بررسی اثر اسانس زنیان در فیلم-های کیتوزان گزارش شده است. پیک جذب در ناحیه 2961 cm-1 به ارتعاشات متیلن هیدروژن نسبت داده شد. پیک جذب در ناحیه 2900 cm-1 و 3000 نیز به ارتعاشات کششی نامتقارن و متقارن از گروه‌های متیلن مربوط می‌شود و نیز ارتعاشات خمشی نامتقارن و متقارن از گروه‌های متیل به ترتیب در1480 و 1382 دیده می‌شود. پیک جذب در ناحیه 1619 cm-1 نیز در ارتباط با ارتعاش گروه C=C است (جاهد و همکاران ۲۰۱۷).

شکل B طیف مربوط به فیلم پکتین خالص است که برهمکنش بین مولکولی و تغییرات ساختاری در ماتریکس فیلم را در سطح مولکولی نشان می‌دهد. تعداد پیک‌های جذبی وسیعی در ناحیه جذب بین 2500-3400 cm-1 به دلیل برهمکنش بین مولکولی در میان مونومرهای پکتین خالص از طریق پیوندO-H دیده می‌شود. پیک جذب موجود در 2900 cm-1 به ارتعاش C-H از گروه‌های متیلن در زنجیره‌های پلیمری اشاره دارد. (نیسار و همکاران ۲۰۱۸). پیک جذب در ناحیه 1626 cm-1 به ارتعاش گروه کربوگسیل اشاره دارد (مانریک و لاجول ۲۰۰۲) و در نهایت جذب در ناحیه 1456 cm^{-1} ارتعاش کششی گروه C=H را نشان می‌دهد (سینیتسیا و همکاران ۲۰۰۳).

طیفC مربوط به فیلم پکتین حاوی اسانس زنیان است. نتایج به دست آمده نشان داد پیک‌های جذبی در ناحیه3100-3500 cm-1 مربوط به ارتعاشات کششی O-H می‌باشد. در فیلم مرکب پکتین حاوی اسانس زنیان، برهمکنش بین اسانس و پکتین باعث شد که پیک جذب مربوط به ارتعاش کششی O-H نسبت به فیلم پکتین خالص شدیدتر باشد (یون و همکاران ۲۰۰۹). حضور اسانس همچنین موجب تغییراتی در پیک‌های جذبی ناحیه بین 2800-2900 cm-1 شده است که تغییر شکل پیک‌ها مربوط به ارتعاش کششی گروه C-H می‌باشد (ولاکوس و همکاران ۲۰۰٦). پیک جذب در ناحیه 1619 cm-1 نیز مربوط به ارتعاشات کششی N=H است که به ترکیبات آمیدی اشاره دارد و در نهایت جذب در ناحیه

1407 cm-1 ارتعاش کششی C-C آروماتیک را نشان می‌دهد.



شکل ۱- طیف **FT-IR** مربوط به اسانس زنیان خالص **(A)**، پکتین خالص **(B)**، پکتین-اسانس زنیان **(C)**، پکتین-بتا کاروتن **(D)** و پکتین-اسانس زنیان- بتا کاروتن **(E)**

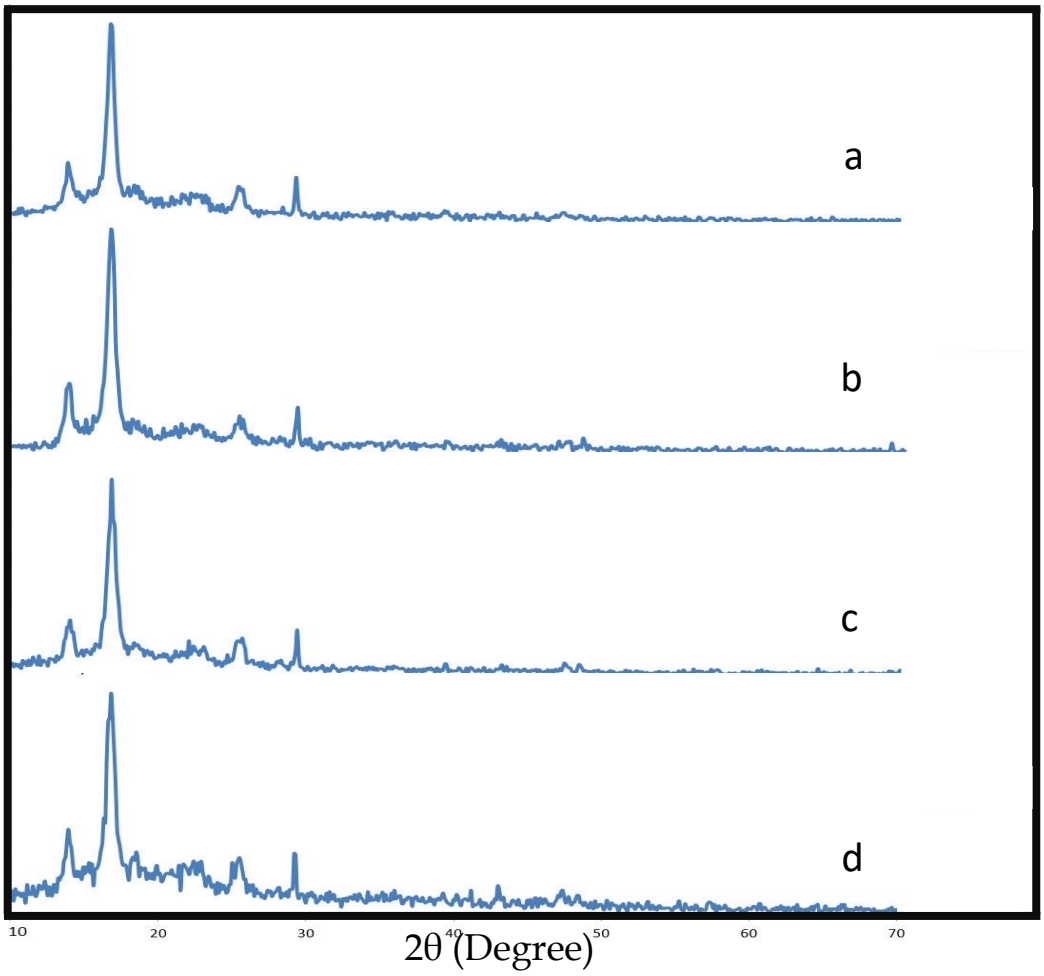
Figure 1 FT-IR spectra of pure essential oil (A), pure pectin (B), pectin-essential oil (C), pectin-beta-carotene (D) and pectin-essential oil-beta-carotene (E)

آنالیزXRD

طیفD مربوط به فیلم پکتین حاوی بتاکاروتن است که در ناحیه جذب 3412 cm-1 و 2930 به ترتیب پیوندهای کششی O-H و گروه‌های متیل C=H را نشان می‌دهد. پیک جذب در ناحیه 1744 cm-1 به ارتعاش کششی رادیکال‌های C=O مربوط می باشد که شدت آن نسبت به پیک‌های دیگر بیشتر است (هری و همکاران ۲۰۱۸) و پیک جذب در ناحیه 1619 cm-1 نیز ارتعاشات کششی N=H خارج از صفحه را نشان می‌دهد.

طیف E اثر همزمان اسانس و بتاکاروتن را در فیلم پکتین نشان میدهد. در این طیف پیک 3434 cm-1 و1636 به ترتیب مربوط به ارتعاشات O=H و پیوندهای آمیدی

C=O می‌باشد. پیک جذب در ناحیه 1700 cm-1 در نمونه حاوی اسانس و بتاکاروتن نسبت به سایر پیک‌ها شدت کمتری دارد و مربوط به ارتعاش کششی گروه‌های C=O می‌باشد. در نهایت جذب 1051 cm-1 ارتعاش کششی کربن سولفید را نشان می‌دهد. این مشاهدات نشان داد که ترکیب پکتین، اسانس و بتاکاروتن به دلیل ایجاد پیوندهای هیدروژنی بین مولکولی در گروه‌های OHاز اسانس و پکتین سبب افزایش پیوندهای هیدروژنی در شبکه پلیمر پکتین شد و سبب کاهش تعداد گروه‌های هیدروژن آزاد شد، در نهایت منجر به تولید فیلم‌هایی با خواص هیدرولیکی پایین شد و در نتیجه کاهش انحلال‌پذیری فیلم خوراکی را به همراه داشت.



شکل۲- فیلم پکتین خالص (a)، پکتین حاوی اسانس (b) پکتین حاوی بتاکاروتن (c) پکتین حاوی اسانس زنیان و بتاکاروتن (d)

Figure 2 - Pectin film of pure (a), pectin containing essential oil (b) pectin containing beta-carotene (c) pectin containing essential oil and beta-carotene (d)

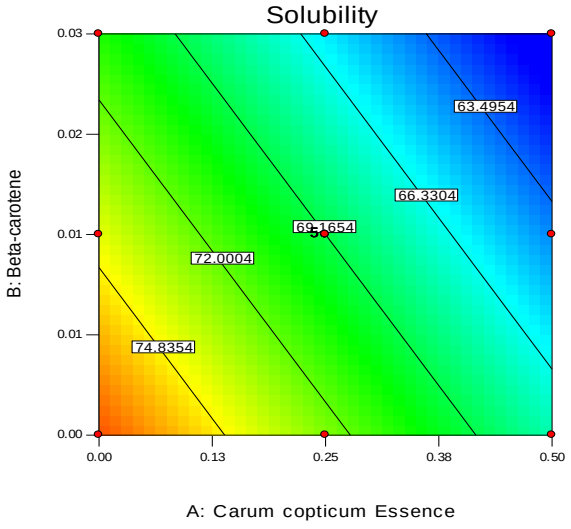
آنالیز XRD جهت بررسی ساختار کریستالی و ارزیابی سازگاری فیلم پکتین، پکتین حاوی اسانس زنیان، پکتی حاوی بتاکاروتن و پکتین حاوی اسانس زنیان و بتاکاروتن استفاده شد (شکل ۲)، در زاویه برخورد پرتو ایکس به صورت 2θ پیک‌های در ناحیه ۲۹/۳، ۲۵/٤، ۲۲/٦٦، ۱٦/۸، ۱٤، ۳۹/۳ مشاهده شد، که به بلورینگی فیلم پکتین خالص اشاره داشت (چایچی و همکاران ۲۰۱۷ و منگوین و همکاران ۲۰۱٤). بیشترین شدت پیک برگشتی پرتو ایکس در نمونه شاهد (فیلم پکتین خالص) ۱٦/۸ بود که در سایر نمونه‌ها به جز نمونه حاوی

بتاکاروتن و اسانس زنیان که در کمترین مقدار خود بود چندان تغییری در موقعیت آنها مشاهده نشد و در اثر ورود اسانس و بتاکاروتن موقعیت پیک‌ها نسبت به نمونه شاهد (فیلم پکتین خالص) جابه‌جایی قابل توجهی نداشت. نتایج بدست آمده با نتایج گزارش شده در مطالعات نیسار و همکاران (۲۰۱۸)، در استفاده از اسانس میخک در فیلم پکتین مطابقت دارد. وجود پیک-

حلالیت

با افزودن اسانس زنیان و بتاکاروتن اختلاف معنی‌داری در میزان حلالیت فیلم‌ها ایجاد شد . همانطور که در شکل ۳ مشاهده می‌شود، با افزایش مقدار اسانس زنیان و بتاکاروتن مقدار حلالیت فیلم‌ها کاهش یافت. اسانس زنیان اثر بیشتری در کاهش حلالیت نسبت به بتاکاروتن داشت. علت کاهش میزان حلالیت فیلم‌های امولسیونی با افزودن اسانس را می‌توان به ماهیت آبگریزی اسانس زنیان مرتبط دانست. نتایج بدست آمده در این پژوهش با نتایج مطالعه جاهد و همکاران (۲۰۱۷)، که از اسانس زنیان در فیلم کیتوزانی استفاده کرده‌اند مطابقت دارد. کاهش حلالیت فیلم با افزودن بتاکاروتن نیز به درجه خلوص و درجه بلورینگی بالای بتاکاروتن مورد استفاده بستگی داشت، که سبب کاهش بخش هیدروفیلی نسبت به بخش هیدروفوبی شد. نتایج بدست آمده از این پژوهش با نتایج هری و همکاران (۲۰۱۸)، که از بتاکاروتن در فیلم کیتوزان استفاده کرده بودند، مطابقت دارد. علت کاهش بیشتر حلالیت در غلظت‌های بالای اسانس نسبت به بتا کاروتن میتواند به برقراری پیوند مولکولی مولکول‌های پلیمر با ترکیبات فنولی اسانس با وزن مولکولی بالا مربوط باشد.

های جدیدی با شدت پراکش ایکس برگشتی کم، نشان از برهمکنش شیمیایی میان پلیمر در نمونه حاوی بتاکاروتن و نمونه حاوی بتاکاروتن و اسانس در 2θ بالای ٤٠ درجه بود نتایج به دست آمده نشان داد بیشترین حالت کریستالی مربوط به نمونه حاوی اسانس زنیان و بتاکاروتن بود (هری و همکاران ۲۰۱۸).

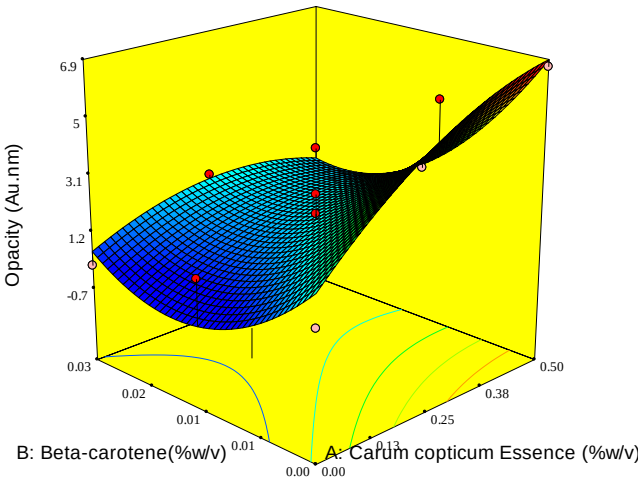


شکل ۳- منحنی کانتور پلات حلالیت بر اساس دو متغیر
Figure 3- Solubility contour plot curve based on two variables

کدورت فیلم

رنگ و شفافیت فیلم‌های خوراکی دو شاخص قابل توجه از لحاظ ظاهر کلی و پذیرش مصرف کنندگان است (نیسار و همکاران ۲۰۱۸). شفافیت فیلم‌ها به ساختار آنها بستگی دارد (عبدالهی و همکاران ۲۰۱۲). اثر خطی اسانس زنیان و بتاکاروتن و اثر درجه دوم بتاکاروتن روی کدورت فیلم معنی‌دار ارزیابی شد. فیلم‌های خوراکی پکتین بدون اسانس و بتاکاروتن شفافیت و وضوح بیشتری دارا بودند، با افزودن اسانس و توئین ۸۰ به محلول پکتین امولسیون تشکیل شده موجب افزایش کدورت فیلم شد (جاهد و همکاران ۲۰۱۷). همانطور که در شکل ٤ نیز مشاهده میشود افزایش مقدار زنیان باعث افزایش کدورت فیلم شد و بیشترین مقدار کدورت مربوط به نمونه حاوی ۰/۵ اسانس زنیان

بود، ولی افزایش مقدار بتاکاروتن تا ۰/۰۱۵ درصد باعث کاهش مقدار کدورت شد که ناشی از همگن‌تر شدن فیلم و عبور بیشتر نور بود، ولی افزایش بیشتر آن یعنی از ۰/۰۱۵ تا ۰/۰۳ درصد باعث افزایش مقدار کدورت فیلم‌های تهیه شده گشت، در غلظت‌های بالاتر از ۰/۰۳ درصد بتاکاروتن به دلیل افزایش میزان ماده خشک موجود در امولسیون میزان یکنواختی در بافت فیلم کاهش یافت، علت کاهش شفافیت در غلظت‌های بالای رنگدانه را میتوان به برهمکنش رنگدانه با پکتین و افزایش ویژگی‌های کریستالی فیلم‌ها ارتباط داد.



شکل ٤- سطح پاسخ اثر همزمان اسانس زنیان و بتاکاروتن روی کدورت فیلم

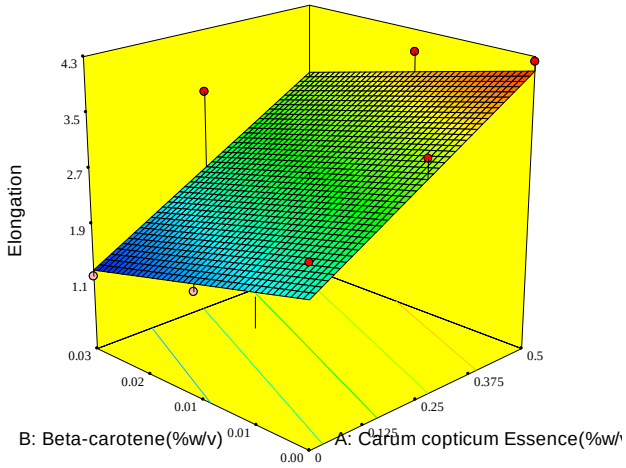
Figure 4- Response level of the simultaneous effect of female essential oil and beta carotene on film opacity

خواص مکانیکی

ویژگی‌های مکانیکی تحت تأثیر چند عامل از جمله برهمکنش بین ترکیبات فیلم، شرایط دمایی، فیزیکی و شیمیایی قرار می‌گیرند (گونزالز و همکاران ۲۰۱۱). درصدی کشسانی یک ویژگی مکانیکی است که اطلاعاتی در مورد تغییر شکل یک ماده قبل از شکستگی ارائه میدهد نتایج حاصل از افزودن اسانس زنیان به فیلم نشان‌دهنده افزایش معنی‌دار خاصیت کشسانی فیلم بود (شکل ٥)، طوریکه بیشترین مقدار کشسانی مربوط به فیلم حاوی ۰/٥ درصد اسانس زنیان بود. دلیل این افزایش را میتوان در ساختار فیلم و افزایش سیالیت پلیمر در نتیجه تداخل مولکول‌ها یا اسانس با فیلم بیان کرد. مقدار بتاکاروتن اضافه شده به فیلم اثر معنی‌داری روی خاصیت کشسانی فیلم نداشت.

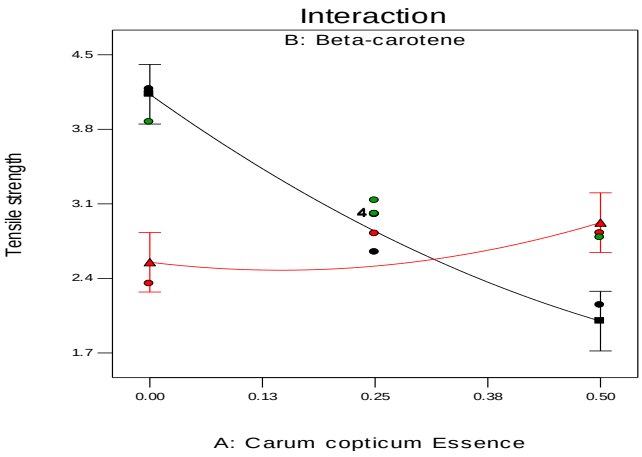
مقاومت کششی معمولاً به شبکه میکروساختار فیلم و نیروی بین مولکولی میان آنها بستگی دارد (نیسار و همکاران ۲۰۱۸). در مقادیر پایین بتا کاروتن افزایش مقدار اسانس باعث کاهش استحکام کششی در فیلم‌های پکتین شد که علت آن تغییرات در یکنواختی ساختار شبکه فیلم توسط اسانس بود در واقع اسانس سبب کاهش استحکام رشته‌های پلیمر پکتین ناشی از تجمع قطرات روغن در فضای بین پلیمرها شد (آتارس و همکاران ۲۰۱۱). در بررسی چند نوع اسانس پیرز و همکاران (۲۰۱۳)، در فیلم پروتئینی مشاهده کردند که همه اسانس‌ها به جز سنبل هندی باعث کاهش مقاومت کششی شد هم چنین اسانس ترخون تفاوت معنی‌داری با فیلم بدون اسانس نداشت اما سایر اسانس‌ها باعث افزایش استحکام کششی شدند از آنجایی که در هر اسانس ترکیبات مختلفی وجود دارد و تنها چند نوع از این ترکیبات در اسانس‌ها غالب هستند بنابراین نتایج مختلفی در اثر کاربرد هر نوع اسانس مشاهده می‌شود بنابراین نمی‌توان روند یکسانی را برای همه اسانس‌ها در فیلم مشاهده کرد. ولی در بیشینه مقدار بتاکاروتن افزایش اسانس زنیان باعث افزایش استحکام کششی شد (شکل٦) که دلیل افزایش استحکام کششی ناشی از افزایش بتاکاروتن و به دنبال آن افزایش بلورینگی فیلم-ها و چسبندگی خوب و تعاملات خاص بین اجزای اسانس با رنگدانه بود، علت تنوع در رفتار اسانس و بتاکاروتن ممکن است به نوع پلیمر پکتین (وزن مولکولی، نوع حلال) بستگی داشته باشد که این نیز تحت تأثیر تعاملات خاص اجزا، حضور سورفاکتانت،

رطوبت نسبی، دما و عوامل دیگر قرار گیرد (جاهد و همکاران ۲-۱۷).



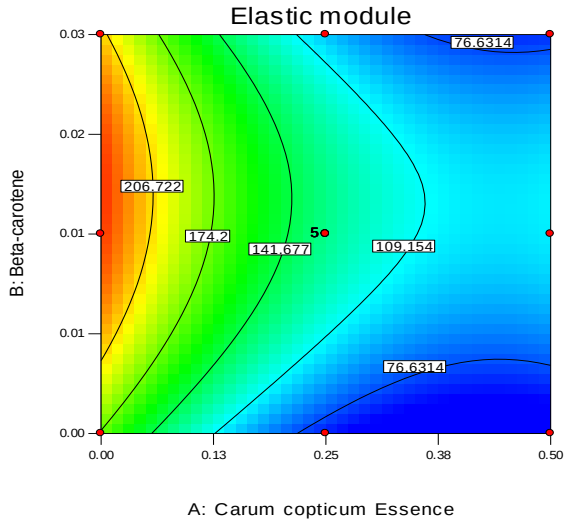
شکل ۵- سطح پاسخ اثر همزمان اسانس زنیان و بتاکاروتن روی درصد کشسانی فیلم

Figure 5. Response level of concurrent effects of female essential oil and beta carotene on elasticity of film



شکل ۶- منحنی برهمکنش اثر همزمان اسانس زنیان و بتاکاروتن روی مقاومت کششی فیلم

Figure 6. Interaction curve of the simultaneous effect of female essential oil and beta carotene on the tensile strength of the film



شکل۷- منحنی کانتور پلات مدول الاستیک فیلم بر اساس دو متغیر

Figure 7. Contour curve plot of elastic modulus of film based on two variables

همچنین در مقادیر پایین اسانس زنیان افزایش بتاکاروتن باعث کاهش استحکام کششی فیلمها شد که علت این نتیجه ناشی از به هم خوردن تراکم ساختاری و عدم یکنواختی ماتریکس و ایجاد نقاط گسیختگی بود (چن و همکاران ۲۰۰۹)، ولی در مقادیر بالای زنیان افزایش بتا کاروتن باعث بیشتر شدن استحکام کششی فیلم در نتیجه برهمکنش سازنده میان ماکرومولکول ها و افزایش تراکم شدند.

همانطور که در جدول ۳ مشاهده میشود، اثر خطی و درجه دوم اسانس زنیان و اثر درجه دوم بتاکاروتن روی مدول الاستیک معنی‌دار بود. افزایش مقدار اسانس زنیان تا ۰/۲۵ درصد مقدار مدول الاستیک به شدت کاهش یافت ولی در مقادیر بالاتر از ۰/۲۵ درصد زنیان مقدار مدول الاستیک تغییری نکرد و ثابت ماند (شکل ۷) احتمالاً مولکول‌های اسانس در ماتریکس پکتین نقش یک پلاستی سایزر و کاهش دهنده برهمکنش میان مولکول ها را ایفا کردند که به نوبه خود منجر به کاهش مدول الاستیک فیلمها شد. مرادی و همکاران (۲۰۱۱)، نتایج مشابهی از افزودن عصاره انگور به فیلم کیتوزان

گزارش کردند. از طرفی دیگر با افزایش مقدار بتاکاروتن تا ۰/۰۱۵ درصد مقدار مدول الاستیک افزایش یافت ولی در مقادیر بالاتر بتاکاروتن مقدار مدول الاستیک تغییری نیافت.

نتیجه گیری کلی

در مطالعه حاضر ساخت فیلم خوراکی حاوی اسانس زنیان و بتاکاروتن بر پایه پلیمر پکتین انجام گرفت. با اضافه کردن اسانس زنیان و بتاکاروتن حلالیت کاهش یافت که این پدیده را می‌توان به خاصیت آب‌گریزی آنها نسبت داد. تأثیر افزودن اسانس بر کدورت فیلم‌ها اختلاف معنی‌دار ایجاد کرد، طوریکه بیشترین مقدار کدورت برای فیلم حاوی ۰/۵درصد اسانس حاصل شد، که دلیل آن کاهش شفافیت و حالت شیشه‌ای در فیلم‌ها در اثر افزودن اسانس بود که کاهش شفافیت نیز به دلیل ایجاد یک سطح ناهموار در زمان خشک کردن فیلم بود که اسانس در سطح فیلم‌ها جمع شده و باعث ایجاد سطح ناهمگون در فیلم گشت. افزایش مقدار بتاکاروتن تا ۰/۰۱۵ درصد باعث کاهش مقدار کدورت شد، ولی در غلظت‌های بالاتر اثر معکوس نشان داد. افزودن اسانس باعث افزایش قابلیت کشسانی شد و برهمکنش غلظت-های بالای اسانس (سطح ۰/۵ درصد) و بتاکاروتن (۰/۰۳ درصد) باعث افزایش استحکام کششی و مدول الاستیک شد و عملکرد خواص مکانیکی را بهبود بخشید. نتایج تجزیه و تحلیل XRD نشان دهنده افزایش بلورینگی در فیلم پکتین حاوی اسانس ناشی از افزودن بتاکاروتن بود. ساختار شیمیایی و برهمکنش مولکولی اثر همزمان اسانس زنیان و بتاکاروتن در فیلم پکتین توسط FTIR وXRD مورد تأیید قرار گرفت. پژوهش حاضر نشان داد که امکان استفاده از اسانس زنیان و بتاکاروتن در فیلم تجزیه‌پذیر پکتین وجود دارد که میتواند به کاهش حلالیت، افزایش مقدار فنول کل و بهبود خواص مکانیکی فیلم منجر شود، پس بهتر است از این مواد در تهیه فیلم به منظور افزایش عمر نگهداری و بهبود خواص کیفی در مواد غذایی مانند کره استفاده کرد.

منابع مورد استفاده

صادقی س، محمدزاده میلانی ج، اسماعیل زاده کناری ر، کسایی م، ۱۳۹۸، خصوصیات مکانیکی و ضد میکروبی فیلم‌های خوراکی بر پایه پروتئین کنجاله کنجد حاصل از دو روش استخراج قلیلی و نمکی. نشریه پژوهش‌های علوم و صنایع غذایی،جلد۲۹، شماره۳، صفحه ۱۱۵-۱۳۰

فیاضی آ، مصلحی م و هاشمی م، ۱۳۹۶. اثر اسانس زنیان و مرو بر بهبود ویژگی مکانیکی فیلم کربوکسی متیل سلولز، دومین کنفرانس علوم و صنایع غذایی. ایران. تهران

مرادی م، تاجیک ح، رضوی روحانی م، ارومیه‌ای ع، ملکی‌نژاد ح و قاسم مهدی ه. ۱۳۹۱. تهیه و ارزیابی خصوصیات فیلم آنتی اکسیدان کیتوزان حاوی عصاره دانه انگور. فصلنامه گیاهان دارویی، ۱۱: ٤٢-٥١.

Abdollahi M, Rezaei M and Farzi G, 2012. Improvement of active chitosan filmproperties with rosemary essential oil for food packaging. International Journalof Food Science and Technology 47: 847–853.

Aldana D S, Andrade-Ochoa S, Aguilar C.N, Contreras-Esquivel J.C and Nevárez-Moorillón G., 2015. Antibacterial activity of pectic-based edible films incorporated with Mexican lime essential oil. Food Control 50: 907-912.

ASTM, 2001. Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting. In standards designations: D882. Annual book of ASTM. Philadelphia, Pa: American society for testing and materials.

Atarés L, Pérez-Masiá R and Chiralt A, 2011. The role of some antioxidants in the hpmc film properties and lipid protection in coated toasted almonds. Journal of Food Engineer 104: 649-56.

Boskabady M. H and Shaikhi J, 2006. Analgesic effect of essential oil (EO) from Carum copticum in mice. World Journal of Medical Science 1: 95–99.

Chaichi M, Hashemi M, Badii F and Mohammadi A, 2017. Preparation and characterization of a novel bionanocomposite edible film based on pectin and crystalline nanocellulose. Carbohydrate polymer 157: 167-175.

Chen C H, Kuo W. S and Lai, L. S. (2009). Rheological and physical characterization of film-1 forming solutions and edible films from tapioca starch/decolorized hsian-tsao leaf gum. Food Hydrocolloids 24: 2123, 2132.

Chu S, Ichikawa S, Kanafusa S and Nakajima M, 2007. Preparation of protein stabilized b-carotene Nano dispersions by emulsification evaporation method. Journal of the American Oil Chemists' Society 84:1053-1062.

Duoxia X, 2014. Influence of whey protein–beet pectin conjugate on the properties and digestibility of b-carotene emulsion during in vitro digestion. Food Chemistry 156: 374–379.

Dorman HJD, Peltoketo A, Hiltunen R and Tikkanen MJ, 2003. Characterization of the antioxidant properties of deodourised aqueous extracts from selected Lamiaceae herbs. J. Food Chem 83: 255-262.

Gohil M, 2011. Synergistic blends of natural polymers, pectin and sodium alginate. Journal of Applied Polymer Science 120: 2324-2336.

González S, Chiralt A, Martínez G and Cháfer M, 2011. Effect of essential oils on properties of film forming emulsions and films based on hydroxypropylmethylcellulose and chitosan. Journal of Food Engineering 105: 246–253.

Hari N, Francis S, Alakananda G, Rajendran N and Ananthakrishnan N, 2018. Synthesis, characterization and biological evaluation of chitosan film incorporated with β-Carotene loaded starch nanocrystals. Food Packaging and Shelf Life 16: 69-76.

Han JH, Chapter9 Edible Films and Coatings: A Review, in Innovations in Food Packaging (Second Edition). 2014, Academic Press: San Diego 9: 213-255.

Haq M, Hasnain A and Azam M, 2014. Characterization of edible gum cordia film: effects of plasticizers. LWT – Food Science and Technology 55: 163-169.

Hosseini MH, Razavi SH and Mousavi MA, 2009. Antimicrobial, physical and mechanical properties of chitosan-based films incorporated with thyme, cloveand cinnamon essential oils. Journal of Food Process. Preservation 33: 727-43.

Jahed E, Alizadeh Khaledabad M, Almasi H and Hasanzadeh H, 2017. Physicochemical properties of Carum copticum essential oilloadedchitosan films containing organic nanoreinforcements. Carbohydrate Polymers 164: 325–338.

Jolie R, Duvetter T, Van Loey AM and Hendrickx ME, 2010. Pectin methyl esterase and its proteinaceous inhibitor: a review. Carbohydrate Research 345: 2583-2595.

Kazemi. M, 2014. Chemical composition, antimicrobial, antioxidant andanti-inflammatory activity of carum copticum Journal of Essential Oil Bearing Plants oil 17: 1040–1045.

Khajeh M, Yamani Y, Seiken F, and Bahramifar N, 2004.Comparison of essential oil composition of Carum copticum obtained by supercritical carbon dioxide extraction and hydro distillation methods. Food Chemistry 86:587-591

Kulisic T, Radonic A, Katalinic V and Milos. M. 2004. Use of different methods for testing antioxidative activity of oregano essential oil. Food chemistry 85: 633-640.

Manrique G and Lajol F. 2002. FT-IR spectroscopy as a tool for measuring degree of methyl esterification in pectins isolated from ripening papaya fruit, Postharvest Biology and. Technology 25: 99–107.

Meneguin A, Cury B, and Evangelista R, 2014. Films from resistant starch-pectin dispersions intended for colonic drug delivery. Carbohydrate polymer 99: 140-149.

Mishra RK, Banthia AK and Majeed ABA 2012. Pectin based formulations for biomedical applications:a review. Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research 5:1-7

Nickavar B Abolhasani FA, 2009. Screening of antioxidant properties ofseven Umbelliferae fruits from Iran. Pakistan Journal of Pharmaceutical Science 22: 30-35.

Nisar T, Wang Z, Yang X, Tian Y, Iqbal M and Guo Y, 2018. Characterization of citrus pectin films integrated with clove bud essential oil: Physical, thermal, barrier, antioxidant and antibacterial properties. International Journal of Biological Macromolecules 106: 670-680.

Peng Y and Li Y, 2014. Combined effects of two kinds of essential oils on physical, mechanical and structural properties of chitosan films. Food Hydrocolloids 36: 287-29.

Pires C, Ramos C, Teixeira B, Batista I and Nunes M, 2013 Hake proteins edible films incorporated with essential oils: physical, mechanical, antioxidant and antibacterial properties. Food Hydrocolloid 30: 224-31.

Shahnia M and Khaksar R, 2013. Antimicrobial effects and determination of minimum inhibitory concentration (MIC) methods of essential oils against pathogenic bacteria. Iranian Journal of Nutrition Sciences & Food Technology 7:949-955.

Synytsya AJ, Copikova A, Matejka P and Machovic V, 2003. Fourier transform Raman and infrared spectroscopy of pectins. Carbohydrate Polymers 54: 97-106.

Sukhtezari SH, Almasi H, Pirsa S, Zandi M and Pirouzifard, M, 2017. Development of bacterial cellulose based slow-release active films by incorporation of Scrophularia striata Boiss. extract, Carbohydrate Polymer 156: 1-31.

Videcoq P, Garnier C, Robert P and Bonnin E, 2011. Influence of calcium on pectin methylesterase behaviour in the presence of medium methylated pectins. Carbohydrate Polymers 86: 1657-1664.

Vlachos N, Skopelitis Y, Psaroudaki M, Konstantinidou V, Chatzilazarou A and Tegou N, 2009. Applications of Fourier transform-infrared spectroscopy to edible oils. Analytica Chimica Acta 573-574:459-465.

Yuen S, Choi M, Phillips D and Ma C, 2009. FTIR spectroscopic study of carboxymethylated non-starch polysaccharides. Food chemistry 114: 1091-1098.

Journal of Food Researches/vol.30 No.1/ 2020/pp 211-226

https://foodresearch.tabrizu.ac.ir

Investigation the physicochemical and mechanical properties of biodegradable film based on pectin /*Carum copticum* essential oil/ Beta-carotene

A Asdagh[1] , A Khosroshahi[2*] and S Pirsa[2]

Received: April 27, 2018 Accepted: July 14, 2018

[1]PhD Student, Department of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, Urmia University, Urmia, Iran

[2]Professor and Associate Professor, respectively, Department of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, Urmia University, Urmia, Iran

[*]Corresponding author: E mail: a.khosrowshahi@gmail.com

Introduction: Addition of female essential oil and beta-carotene completely affected the properties of pectin film and overall improved the physicochemical and mechanical properties of the film. Purpose: Pectin has good film forming properties but due to its hydrophilic nature it has high solubility and low elasticity. Therefore, in this paper biodegradable film of pectin / adenine / beta carotene was prepared and the simultaneous effect of essential oil of adenine and Beta carotene pigments were studied on the physicochemical and mechanical properties of the prepared film. The central composite design was used to study the effect of the essential oils on the levels of 0.5% and beta carotene pigments on the levels of 0.03%. Thirteen films were prepared and the tests were performed on them. Method: To prepare 2% w / v pectin film in 100 ml of deionized water for 12 h at 30 ° C, stirred with magnetic stirrer, after cooling 40% w / w of glycerol dry matter was added and the solution was added. The mixture was stirred for 10 minutes and the control film (without beta-carotene and adenine) was prepared. To prepare films containing feminine essential oil after mixing glycerol with the solution of essential oil in 0.25 and 0.5% pectin dry matter plus 5% vol / vol dry matter, Tween 80 as an emulsifier was then added by stirring. Mixed at 9000 rpm for 5 minutes. For preparation of beta-carotene films, the beta crystals were first dissolved in concentrations of 0.015 and 0.03% in 20 ml of chloroform and reached 100 ml with distilled water and 5% tween as described above. The 13000 was mixed with the polymer for 2 minutes. The polymer / essential oil / beta-carotene mixture was prepared according to the above method for the preparation of hybrid films (essential oil and beta-carotene) but the mixing time was increased to 5 minutes. Results: The results of FTIR test showed a new interaction between female essential oil and beta-carotene. X-ray diffraction also confirmed that the crystallization rate of the film increased with the addition of beta-carotene. The essential oil and beta-carotene reduced the water solubility of the films, the effect of the essential oil was higher due to the bonding between phenolic compounds of high molecular weight with the polymeric pectin molecules. The addition of essential oil had a significant effect on the turbidity of the films, with the highest amount of turbidity in the film containing 0.5% of the essential oil, on the other hand, increasing the beta-carotene content to 0.015% reduced the turbidity but at concentrations Higher yields increased opacity. In the results of mechanical properties, tensile properties by addition of ascending garlic essence showed that on the other hand, beta-carotene and femoral oils at low concentrations reduced tensile strength and elastic modulus, but at higher concentrations helped to improve mechanical properties. Conclusion: As the beta-carotene pigment changes in different food conditions, these films can then be used for smart packaging of food products.

Material and methods: The pectin film was prepared with slight modifications according to the method of Nisar et al. (2018). For preparation of 2% w / v pectin film in 100 ml of deionized water was mixed with magnetic stirrer for 12 h at 30 ° C, after cooling to 40% w / w glycerol was added and the solution was stirred for 10 min. The minute was mixed with the stirrer and the control film (without beta-carotene and adenine) was prepared. To prepare films containing feminine essential oil after mixing glycerol with the essential oil solution at 0.25 and 0.5% pectin dry matter plus 5% vol / vol dry matter, Tween 80 as an emulsifier was then added by stirring. Mixed at 9000 rpm for 5 minutes. For the preparation of beta-carotene films, the beta crystals were first dissolved in concentrations of 0.015 and 0.03% in 20 ml of chloroform and reached 100 ml with distilled water and 5% tween as described above. The 13000 was mixed with the polymer for 2 minutes. The polymer / essential oil / beta-carotene mixture was prepared according to the above method for preparation of composite films (essential oil and beta-carotene) but the mixing time was increased to 5 minutes. It was then poured into 25 ml solutions in plastic plates at 25 ° C and kept in a sachet bag for 72 hours until finally tested (Doxia 2014).

Results and discussion: In the present study, edible film containing pectin polymer based on adipose and beta carotene was prepared. Adding essential oils and beta-carotene decreased the solubility, which could be attributed to their hydrophobicity. The effect of adding essential oil on film opacity made a significant difference, with the highest amount of opacity for the film containing 0.5% of the essential oil, due to the decreased transparency and glassy state of the films as a result of the addition of essential oil. The decrease in transparency was also due to an uneven surface during drying of the film, where the essential oil accumulated on the film surface and caused a heterogeneous surface in the film. Increasing the amount of beta-carotene to 0.015% reduced the amount of turbidity but had the opposite effect at higher concentrations. Addition of essential oil increased elasticity and interaction of high concentrations of essential oil (0.5% level) and beta-carotene (0.03%) increased tensile strength and elastic modulus and improved mechanical properties performance. The results of XRD analysis showed an increase in the crystallinity of the pectin film containing essential oil due to the addition of beta-carotene. The chemical structure and molecular interaction of the synergistic effect of female essential oil and beta-carotene on pectin film were confirmed by FTIR and XRD .

Conclusion: The present study showed that it is possible to use admixture and beta-carotene in degradable pectin film which can decrease solubility, increase total phenol content and improve the mechanical properties of the film, so it is better to increase the film content. Used shelf life and improved quality properties in foods such as butter.

Keywords: Biodegradable Edible Film, Beta-carotene, Carum copticum essential oil, Mechanical Properties