

## بررسی اثر دماهای خشک کردن و غلظت گلیسرول بر ویژگی های فیزیکی و مکانیکی فیلم ترکیبی صمغ دانه قدومه شهری - ایزوله پروتئین خلر

سیده الهام ابراهیمی<sup>1</sup>، آرش کوچکی<sup>2\*</sup>، محبت محبی<sup>2</sup>، الناز میلانی<sup>3</sup>

1- دانشجوی سابق کارشناسی ارشد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد

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

3- دانشیار، گروه فرآوری مواد غذایی، پژوهشکده علوم و فناوری مواد غذایی جهاد دانشگاهی مشهد

(تاریخ دریافت: 96/10/05 تاریخ پذیرش: 97/04/09)

### چکیده

در این پژوهش اثر غلظت های مختلف گلیسرول (60، 70 و 80 درصد) و دماهای مختلف خشک کردن (45، 60 و 75 درجه سانتی گراد) بر ویژگی های فیزیکی و مکانیکی فیلم ترکیبی صمغ دانه قدومه شهری-ایزوله پروتئین خلر مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که مدت زمان خشک کردن محلول فیلم با افزایش دما از 45°C به 75°C کاهش و با افزایش غلظت گلیسرول از 60 به 70 درصد افزایش یافت. طول دوره خشک کردن برای نمونه های حاوی 70 و 80 درصد گلیسرول تقریباً مشابه هم بود. با افزایش دما از 45°C به 75°C حلالیت، جذب رطوبت، مقاومت نسبت به کشش کاهش و مدول الاستیسیته فیلم زیاد شد. درحالیکه با افزایش غلظت گلیسرول از 60 به 80 درصد حلالیت و جذب رطوبت افزایش و مقاومت نسبت به کشش و مدول الاستیسیته کاهش یافت.

کلید واژگان: خشک کردن، صمغ دانه قدومه شهری، پروتئین خلر، جذب رطوبت، مقاومت نسبت به کشش

**1- مقدمه**

در سال های اخیر فیلم های زیست تخریب پذیر<sup>1</sup> به دلیل مزایایی که نسبت به پلیمر های سنتزی دارند بسیار مورد تحقیق و بررسی قرار گرفتند. مهم ترین مزیت این فیلم ها قابلیت تجزیه در محیط زیست می باشد و از این طریق به کاهش آلودگی طبیعت کمک می کنند [1]. بیوپلیمرهای تشکیل دهنده فیلم های زیست تخریب پذیر می تواند از هیدروکلونیدها (صمغ ها و پلی ساکاریدها)، پروتئین ها و لیپیدها تهیه شوند [2]. به طور کلی فیلم هایی که تنها از یک نوع بیوپلیمر تولید می شوند یا ویژگی های مکانیکی خوبی دارند یا اثر بازدارندگی مناسبی خواهند داشت. بنابراین، به ندرت می توان فیلم خالصی را یافت که هر دوی این ویژگی ها را به طور همزمان داشته باشد. به منظور بهبود این ویژگی ها می توان ترکیبی از پلیمر های مختلف را برای تهیه فیلم استفاده کرد [1].

فیلم های پلی ساکاریدی نسبت به عبور اکسیژن، طعم ها و روغن مقاوم هستند. با این وجود، این فیلم ها به دلیل طبیعت آبدوستشان، نسبت به رطوبت حساس هستند [3]، [4] و نسبت به نفوذ گازها و بخار آب اثر ممانعت کنندگی ضعیفی دارند [1]. در تحقیقی که توسط سیدی و همکاران (2014) انجام شد فیلم تهیه شده از صمغ دانه قدومه شهری، ویژگی های مکانیکی مناسبی نداشته و با اعمال نیروی کم به سهولت پاره می شد [5]. بنابراین، استفاده از ایزوله پروتئین خلر احتمالاً می تواند باعث بهبود ویژگی فیلم های تهیه شده با این صمغ شود.

تحقیقات نشان داده که ویژگی های مکانیکی و بازدارندگی فیلم های پروتئینی معمولاً بهتر از فیلم های پلی ساکاریدی است [6]، [7] و [8]. بنابراین، استفاده از پروتئین در فرمول فیلم ها می تواند باعث بهبود این ویژگی ها شود.

دانه های حبوبات، ارزان بوده و ارزش تغذیه ای بالایی دارند. بنابراین، این پروتئین ها منبع مناسبی جهت تهیه فیلم های زیست تخریب پذیر می باشند [9]. خلر یا سنگنگ (*Lathyrus sativus*) گیاهی است یکساله از خانواده بقولات، پائیزه و بومی آسیای جنوب غربی که در شرایط نامناسب به خوبی رشد و نمو می نماید. این گیاه در مقایسه با شبدر، یونجه، اسپرس و سایر

گیاهان علوفه ای ارزش غذایی یکسانی داشته و پروتئین آن ها با توجه به مرحله ای از رشد که برداشت می شوند بین 12 تا 20 درصد متغیر می باشد [10].

پلاستی سایزرها<sup>2</sup> اجزای ضروری برای تهیه فیلم ها و پوشش های خوراکی از پروتئین ها و پلی ساکاریدها می باشند. این ترکیبات، موادی با وزن مولکولی پایین و قطبیت بالا می باشند که در بین زنجیره های پلیمری قرار می گیرند و باعث افزایش انعطاف پذیری فیلم حاصل می گردند [11] و [12].

در میان مراحل مختلف تهیه فیلم، خشک کردن یکی از مهم ترین مراحل می باشد. روش و شرایط خشک کردن به طور قابل توجهی بر ویژگی های نهایی فیلم زیست تخریب پذیر (مکانیکی، بازدارندگی و فیزیکی) تاثیر می گذارد [13].

تاخیر و همکاران (2010) اثر روش های خشک کردن و غلظت پلاستی سایزر بر ویژگی های فیزیکی و مکانیکی فیلم های کیتوزان خوراکی را بررسی کردند. نتایج نشان داد که در روش خشک کردن یکسان، زمان خشک کردن با افزایش غلظت گلیسرول افزایش یافت. با افزایش غلظت پلاستی سایزر، مقاومت نسبت به کشش<sup>3</sup> و میزان کش آمدگی<sup>4</sup> فیلم های خشک شده با هوای داغ به ترتیب، کاهش و افزایش یافت [14].

نتایج مطالعه فرناندیزپین و همکاران (2013) نشان داد که وزن مولکولی کیتوزان اثر معنی داری بر کینتیک خشک کردن فیلم نداشت در حالیکه وزن مولکولی کیتوزان و شرایط خشک کردن (دما و رطوبت نسبی) پارامترهای مهم برای بهبود ویژگی های مکانیکی و بازدارندگی فیلم های کیتوزان بودند. در این بین اثر دما بر ویژگی های فیلم نسبت به رطوبت بیشتر بود. با افزایش دمای خشک کردن مقاومت نسبت به کشش، میزان کش آمدگی و تراوش پذیری به بخار آب<sup>5</sup> کاهش یافت [15].

به طور کلی، هدف از بررسی رفتار خشک کردن فیلم، کاهش دادن مدت زمان فرایند، با حفظ ویژگی های فیزیکی و مکانیکی فیلم می باشد. از عوامل موثر بر مدت زمان خشک کردن فیلم دما و غلظت گلیسرول می باشد. بنابراین، هدف از این مطالعه، بررسی اثر سطوح مختلف دما و غلظت های گلیسرول بر کینتیک

2. Plasticizer  
3. Tensile strength  
4. Elongation at break  
5. Water vapor permeability

1. Biodegradable

خشک کردن، ویژگی های فیزیکی و مکانیکی فیلم ترکیبی صمغ دانه قدومه شهری-ایزوله پروتئین خلر می باشد.

## 2- مواد و روش ها

### 2-1- مواد

دانه قدومه شهری از فروشگاه گیاهان دارویی در مشهد، دانه خلر از فروشگاه خشکبار در مشهد، گلیسرول، کلریدکلسیم بدون آب و سولفات پتاسیم از شرکت مرک و نترات کلسیم از شرکت قطران شیمی خریداری شد.

### 2-2- روش ها

#### 2-2-1- استخراج صمغ

دانه‌ها جهت حذف مواد خارجی نظیر خار و خاشاک، سنگ، دانه‌های شکسته و کاه به شیوه دستی تمیز شدند. ابتدا pH آب دیونیزه بوسیله محلول سود 0/1 نرمال در محدوده 8 تنظیم شد و در حمام آب گرم تا رسیدن به دمای  $48 \pm 1$  درجه سانتی گراد حرارت داده شد. سپس دانه‌ها وارد آب شدند و جهت تکمیل فرایند جذب آب، در حمام آب گرم به مدت 1/5 ساعت قرار گرفتند و به طور متناوب هم زده شدند. در نهایت عصاره هیدروکلئیدی توسط اکستراکتور آزمایشگاهی (پارس خزر، ایران) استخراج گردید و در  $45^\circ\text{C}$  خشک، آسیاب و الک (مش 100) شد [16].

#### 2-2-2- تهیه ایزوله پروتئین خلر

ایزوله پروتئین خلر با روش کور و همکاران (2007) و با استفاده از استخراج قلیایی و ترسیب اسیدی تهیه گردید. برای این منظور آرد خلر به نسبت 1 به 15 با آب مقطر مخلوط و pH محلول به کمک سود 1 نرمال به 9/9 رسانده شد. این سوسپانسیون سانتریفوژ شد. محلول شفاف رویی به کمک اسیدکلریدریک 1 نرمال به pH 4/5 (ایزوالکتریک پروتئین خلر) رسانده شد و به مدت 15 دقیقه سانتریفوژ گردید. برای داشتن خلوص بالاتر پروتئین بازیابی شده، رسوب حاصل را با استفاده از آب مقطر و به کمک سانتریفوژ در دور 5000g به مدت 5 دقیقه طی دو مرحله شستشو داده و pH آن به حدود 7 تنظیم شد. محلول پروتئینی توسط خشک کن انجمادی Freeze dryer, 1500w،

### 2-2-3- آماده سازی فیلم

محلول های تشکیل دهنده فیلم با 1/5 درصد ماده خشک از صمغ دانه قدومه شهری، پروتئین خلر و گلیسرول را توسط هات پلیت مجهز به همزن مغناطیسی (Heidolph MR3001K) با هم مخلوط کرده و در دمای  $40-45^\circ\text{C}$  به هم زده شد. محلول فیلم ترکیبی تا دمای اتاق سرد شده و قالب گیری در قالب های شیشه ای به قطر 15 cm انجام گردید. سپس پلیت ها را در  $40^\circ\text{C}$  (SOROUSH OVEN-SO-2005)، به مدت 24 ساعت قرار داده تا فیلم ها کاملا خشک شوند. فیلم های سالم و بدون حباب را برای اندازه گیری ویژگی های فیلم انتخاب کردیم.

### 2-2-4- بررسی کینتیک خشک کردن فیلم ترکیبی

به منظور رسیدن به دمای مورد نظر، دستگاه خشک کن به مدت 30 دقیقه قبل از فرایند روشن و پلیت های حاوی محلول های فیلم در آن قرار داده شد. آزمایش در سه دمای  $45^\circ\text{C}$ ،  $60^\circ\text{C}$  و  $75^\circ\text{C}$  انجام گردید. نمونه ها هر 15 دقیقه توزین شد تا زمانیکه اختلاف دو توزین متوالی به 0/001 رسید. با محاسبه میزان رطوبت ماده در هر لحظه از خشک کردن و داشتن رطوبت اولیه به دست آمده، می توان نسبت رطوبت (MR) را محاسبه کرد:

$$MR = \frac{M_t - M_e}{M_0 - M_e}$$

$M_t$  میزان رطوبت در لحظه  $t$ ،  $M_e$  میزان رطوبت نمونه در حالت تعادل و  $M_0$  میزان رطوبت اولیه نمونه می باشد. با رسم MR بر حسب زمان، منحنی خشک کردن به دست می آید [13].

ضریب  $K_0$  با رسم منحنی  $\ln(MR)$  در مقابل زمان محاسبه می شود. مطابق این فرمول می توان مقدار ضریب نفوذ موثر ( $D_{\text{eff}}$ ) را به دست آورد.

$$K_0 = \frac{\pi^2 D t}{4L^2}$$

مطابق مدل آرنیوس، انرژی فعال سازی به ضریب دیفوزیون بستگی دارد. انرژی فعال سازی از طریق رسم نمودار ضریب نفوذ موثر نسبت به عکس دمای مطلق تعیین شده و مطابق رابطه

زیر مشخص می گردد:

$$D_{eff} = D_0 \exp \left[ -\frac{E_a}{RT} \right]$$

در این رابطه  $E_a$  انرژی فعال سازی بر حسب (kJ/mol)،  $R$  ثابت جهانی گاز (KJ/mol.K)،  $T$  دمای مطلق و  $D_0$  نفوذ موثر در غلظت بالای مایع می باشد.

### 2-2-5- اندازه گیری جذب رطوبت

با استفاده از روش انگل و دفرس (2000) محاسبه گردید. فیلم به ابعاد  $2 \times 2 \text{ cm}^2$  تهیه و در دسیکاتور حاوی کلرید کلسیم بدون آب با رطوبت صفر در دمای آزمایشگاه قرار داده شد. نمونه هر 24 ساعت یکبار (تا رسیدن به وزن ثابت)، توزین شد و سپس در دسیکاتور حاوی محلول اشباع پتاسیم سولفات قرار گرفت و توزین مانند مرحله قبلی (تا رسیدن به وزن ثابت) انجام گردید [18]. جذب رطوبت مطابق روش ذیل محاسبه شد:

$$\text{Moisture absorption} = \frac{M_2 - M_1}{M_1}$$

$M_2$ : وزن فیلم بعد از رسیدن به وزن ثابت در محلول اشباع سولفات پتاسیم (گرم) و  $M_1$ : وزن فیلم بعد از رسیدن به وزن ثابت در کلرید کلسیم بدون آب (گرم).

### 2-2-6- حلالیت در آب

حلالیت در آب فیلم‌های خوراکی توسط روش گوننارد و همکاران (1994) محاسبه شد. فیلم به ابعاد  $2 \times 2 \text{ cm}^2$  بریده و در  $105^\circ \text{C}$  به مدت 24 ساعت خشک و برای اندازه‌گیری ماده خشک اولیه وزن گردید. سپس قطعه دیگری با وزن برابر نمونه اولیه در 50ml آب مقطر ( $25^\circ \text{C}$ ) به مدت 24 ساعت غوطه‌ور و در شیکر مکانیکی (JANKE & KUNKEL KA-WERK) با دور ملایم به هم زده شد. محلول توسط قیف بوختر بر روی کاغذ صافی تحت شرایط خلاء صاف و در  $105^\circ \text{C}$  به مدت 24 ساعت خشک و به منظور تعیین ماده خشک نهایی توزین شد [19]. حلالیت با استفاده از فرمول ذیل محاسبه گردید:

$$\text{Solubility} = \frac{DM_1 - DM_2}{DM_1} \times 100$$

### 2-2-7- اندازه گیری ویژگی های مکانیکی

مقاومت نسبت به کشش و مدول الاستیسیته<sup>6</sup> فیلم بر اساس

6. Elastic modulus

استاندارد ASTM-882-02 (2002) و با استفاده از دستگاه بافت سنج (مدل TA-Plus، انگلیس) محاسبه شد. ابتدا فیلم به ابعاد  $1 \times 14 \text{ cm}^2$  بریده شد و ضخامت در 10 نقطه محاسبه گردید. فیلم به مدت 3 روز در دسیکاتور حاوی محلول نیترات کلسیم با رطوبت 55 درصد مشروط شد و سپس به منظور اندازه‌گیری ویژگی‌های مکانیکی بین دو فک دستگاه بافت سنج با فاصله‌ی اولیه 100 mm و سرعت حرکت فک 12/5 mm/min قرار داده شد [20].

### 2-2-8- آنالیز آماری

آزمایش‌ها در سه تکرار و با طرح کاملاً تصادفی انجام شد. آنالیز داده‌ها با استفاده از نرم افزار Minitab 16 مقایسه میانگین‌ها با آزمون توکی و در سطح احتمال 95 درصد صورت گرفت.

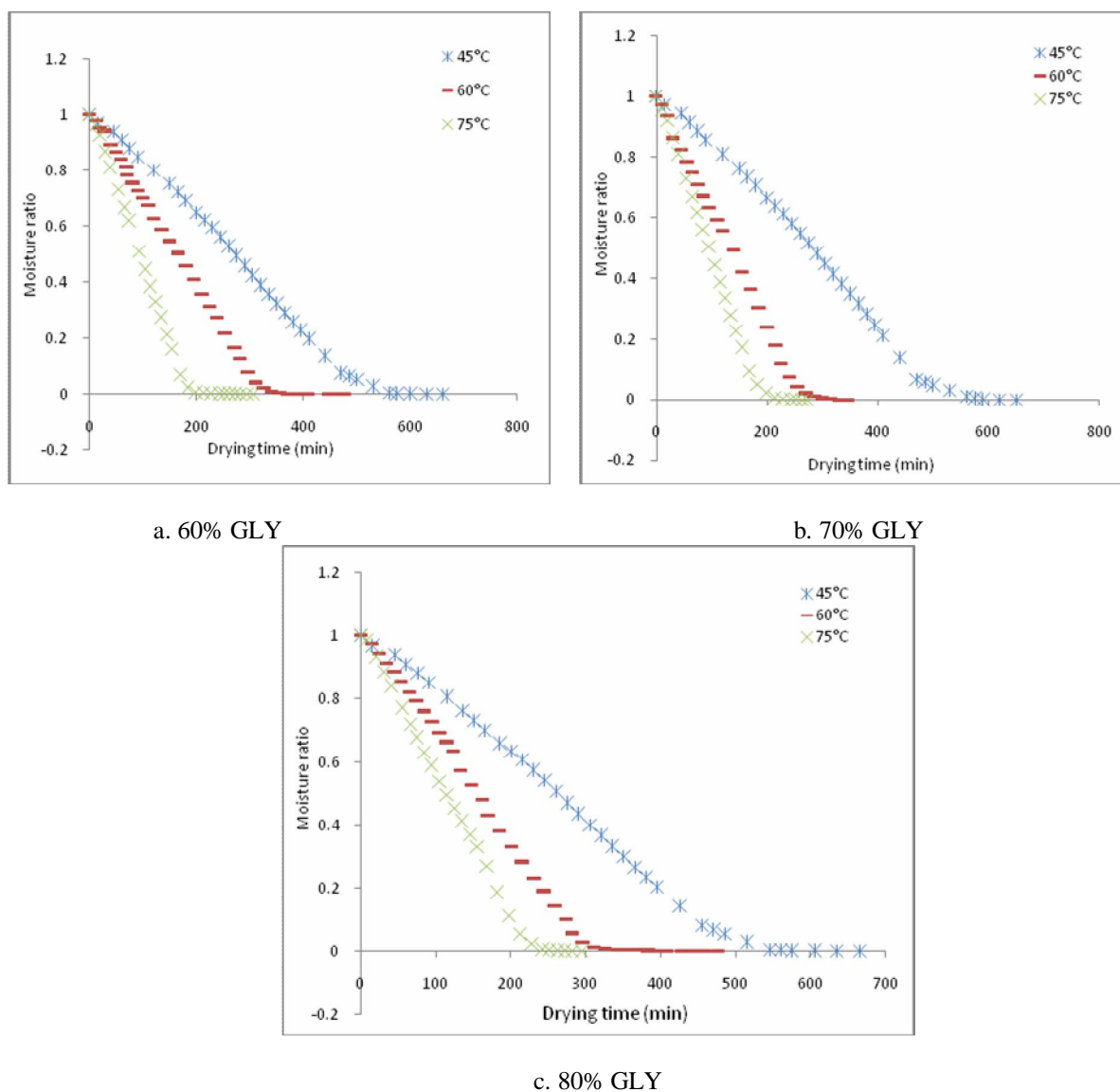
## 3- بحث و نتایج

### 3-1- کینتیک خشک کردن

#### 3-1-1- بررسی منحنی خشک کردن

با افزایش دما از  $45^\circ \text{C}$  به  $75^\circ \text{C}$  مدت زمان خشک کردن و میزان رطوبت فیلم ترکیبی صمغ دانه قدومه شهری-ایزوله پروتئین خلر کاهش یافت (شکل 1). افزایش دما از طریق افزایش سرعت انتقال رطوبت و حرارت باعث کاهش مدت زمان خشک کردن نمونه می شود [21].

در دمای ثابت، با افزایش غلظت گلیسرول از 60 به 70 درصد مدت زمان خشک کردن افزایش یافت (شکل 1). طول دوره خشک کردن برای نمونه‌های حاوی 70 و 80 درصد گلیسرول تقریباً مشابه هم بود. گلیسرول به دلیل طبیعت بسیار آبدوست، با مولکول‌های آب پیوند هیدروژنی برقرار می کند. بنابراین، طی دوره خشک کردن، فیلم‌های حاوی غلظت بالای گلیسرول به دلیل اتصال بیشتر با مولکول‌های آب، مقدار رطوبت کمتری در سطح دارند که باعث کاهش سرعت انتقال جرم و به دنبال آن افزایش مدت زمان خشک کردن می شوند [22].



**Fig 1** Drying curves for LPSG-LSPI films with different GLY concentrations (a. 60%, b. 70% GLY and C. 80% GLY) and drying temperatures (45 °C, 60 °C and 75 °C).

های آب پیوند هیدروژنی برقرار کرده و باعث کاهش آب آزاد، افزایش ویسکوزیته محلول فیلم و به دنبال آن کاهش تحرک مولکول های آب و  $D_{eff}$  می شود [13]. براساس قوانین ترمودینامیک میزان انرژی فعال سازی، سد انرژی است که مولکول های آب باید در مرحله انتقال در محلول فیلم از آن عبور نمایند [24] دامنه انرژی فعال سازی برای نمونه های حاوی 60، 70 و 80 درصد گلیسرول به ترتیب (KJ/mol) 12/388، 18/216 و 18/523 به دست آمد (جدول 1). انرژی

### 3-1-2- محاسبه ضریب نفوذ و انرژی فعال سازی

ضریب نفوذ با دما رابطه مستقیم دارد [23]. با افزایش دما از 45°C به 75°C، ضریب نفوذ ( $D_{eff}$ ) محلول فیلم به دلیل افزایش سرعت انتقال جرم و حرارت [24] افزایش پیدا کرد (جدول 1). در دمای ثابت، با افزایش غلظت گلیسرول از 60 به 70 درصد مقدار  $D_{eff}$  به مقدار زیادی کاهش یافت (جدول 1). افزایش مقدار گلیسرول از 70 به 80 درصد باعث کاهش اندکی در مقدار  $D_{eff}$  شد. گلیسرول به دلیل طبیعت بسیار آبدوست با مولکول

هیدروژنی برقرار کرده و در نتیجه فعالیت آبی سیستم کاهش می یابد [13]. به عبارتی دیگر، با افزایش غلظت گلیسرول مقدار انرژی لازم برای تبخیر آب محلول فیلم افزایش می یابد.

فعال سازی با افزایش غلظت گلیسرول افزایش یافت (جدول 1). استحکام پیوند هیدروژنی بین گلیسرول و پلیمر نسبت به پلیمر آب بیشتر است [25]. گلیسرول همچنین به دلیل داشتن طبیعت بسیار آبدوست با تعدادی زیادی از مولکول های آب پیوند

**Table 1** The Effective moisture diffusivity and activation energy of LPSG-LSPI films with different GLY concentrations dried at different temperatures

| Glycerol % (w/w) | Temperature (°C) | $D_{\text{eff}} (\text{m}^2/\text{s})$ | $E_a (\text{KJ/mol})$ |
|------------------|------------------|--|-----------------------|
| 60               | 45               | $24.06 \times 10^{-10}$                | 12.388                |
|                  | 60               | $25.8 \times 10^{-10}$                 |                       |
|                  | 75               | $36.185 \times 10^{-10}$               |                       |
| 70               | 45               | $18.065 \times 10^{-10}$               | 18.216                |
|                  | 60               | $21.705 \times 10^{-10}$               |                       |
|                  | 75               | $32.835 \times 10^{-10}$               |                       |
| 80               | 45               | $17.855 \times 10^{-10}$               | 18.532                |
|                  | 60               | $21.165 \times 10^{-10}$               |                       |
|                  | 75               | $32.795 \times 10^{-10}$               |                       |

ساختار فیلم در محیط آبی و نفوذ کندتر رطوبت به درون شبکه پلیمر گردد [15]. در نتیجه این تغییرات میزان حلالیت و جذب رطوبت فیلم ترکیبی کاهش یافت ( $P < 0/05$ ). افزایش غلظت گلیسرول در فیلم ترکیبی صمغ دانه قدومه شهری-پروتئین خلر باعث افزایش میزان رطوبت، حلالیت و جذب رطوبت فیلم گردید (جدول 2). به طوریکه، کم ترین و بیشترین میزان حلالیت و جذب رطوبت به ترتیب مربوط به نمونه های خشک شده در دمای  $75^\circ\text{C}$  حاوی 60 درصد گلیسرول و  $45^\circ\text{C}$  حاوی 80 درصد گلیسرول بود. گلیسرول به دلیل طبیعت بسیار آبدوست باعث کاهش پایداری فیلم در محیط آبی (کاهش حلالیت) و افزایش جذب رطوبت فیلم می گردد. با افزایش دما به دلیل افزایش سرعت انتقال جرم و حرارت، میزان رطوبت فیلم های با غلظت بالای گلیسرول نیز کم شد و ساختار فشرده ای تشکیل گردید که باعث کاهش حلالیت و جذب رطوبت فیلم شد. نتایج تحقیق جاگچود و چینان (1999) نیز نشان داد که با افزایش دما از  $70^\circ\text{C}$  به  $90^\circ\text{C}$  حلالیت فیلم پروتئین بادام زمینی کاهش یافت. تاکنون مطالعه ای در مورد اثر دما بر جذب رطوبت فیلم های خوراکی انجام نشده است [27].

### 3-1-3- اثر دما و غلظت گلیسرول بر حلالیت و جذب

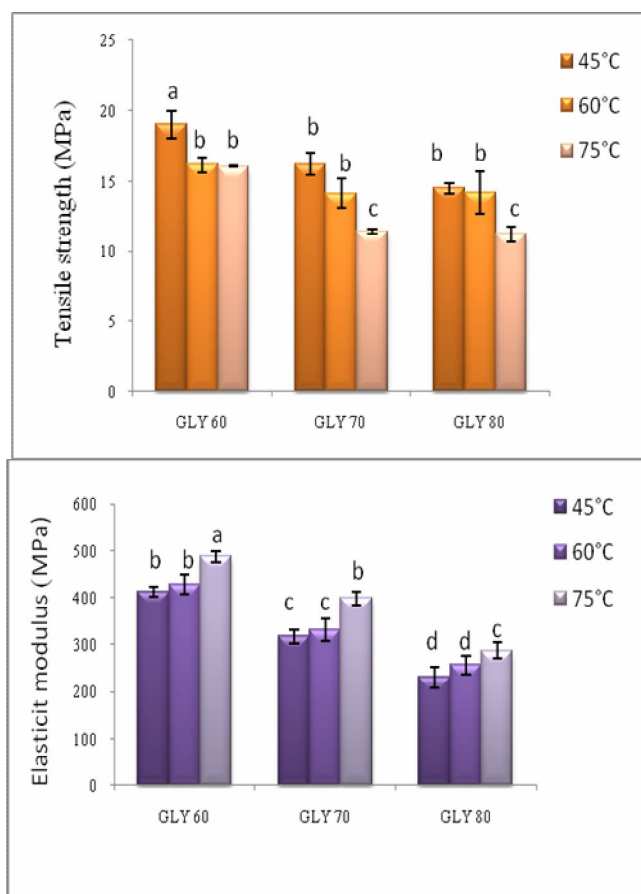
#### رطوبت فیلم ترکیبی

حلالیت و جذب رطوبت فیلم ترکیبی صمغ دانه قدومه شهری-پروتئین خلر با افزایش دما کاهش پیدا کرد (جدول 2). با افزایش دما از  $45^\circ\text{C}$  به  $75^\circ\text{C}$ ، به دلیل افزایش سرعت انتقال جرم و حرارت، میزان رطوبت فیلم کاهش یافت. نتیجه مشابهی در فیلم تهیه شده از آلزینات توسط داسیلوا و همکاران (2012) به دست آمد [26]. این محققین گزارش کردند که با افزایش دمای خشک کردن محلول فیلم، میزان رطوبت فیلم به دلیل از دست رفتن گلیسرول آزاد، طی فرایند خشک کردن فیلم کاهش یافت. با این وجود، افزایش دما اثر معنی دار در کاهش میزان رطوبت فیلم های تهیه شده از آلزینات نداشت. فرناندز-پن و همکاران (2010) نیز گزارش کردند با افزایش دمای خشک کردن از  $40^\circ\text{C}$  به  $80^\circ\text{C}$  میزان رطوبت فیلم تهیه شده از کیتوزان کم شد، اما این کاهش نیز معنی دار نبود ( $P < 0/05$ ) [15]. با افزایش دمای خشک کردن محلول فیلم، به دلیل کوتاه تر شدن مدت زمان فرایند، زنجیره های پلیمر ساختار فشرده ای را ایجاد می کنند که می تواند باعث افزایش پایداری، حفظ یکپارچگی

**Table 2** Physical properties of LPSG-LSPI films with different GLY concentrations dried at different temperatures

| Glycerol % (w/w) | Temperature (°C) | Solubility (%)                                       | Moisture absorption (%)                            |
|------------------|------------------|--|--|
| 60               | 45               |  |  |
|                  | 60               | 56.08±0.01 <sup>bcd</sup>                            | 100.82±0.01 <sup>bc</sup>                          |
|                  | 75               | 50.93±0.03 <sup>bcd</sup><br>35.06±0.05 <sup>e</sup> | 93.02±0.01 <sup>d</sup><br>81.02±0.02 <sup>e</sup> |
| 70               | 45               | 61.27±0.05 <sup>ab</sup>                             | 104.36±0.01 <sup>b</sup>                           |
|                  | 60               | 57.15±0.02 <sup>abc</sup>                            | 98.95±0.02 <sup>c</sup>                            |
|                  | 75               | 44.74±0.04 <sup>d</sup>                              | 88.12±0.03 <sup>d</sup>                            |
| 80               | 45               | 68.30±0.05 <sup>a</sup>                              | 109.87±0.02 <sup>a</sup>                           |
|                  | 60               | 59.72±0.02 <sup>abc</sup>                            | 100.22±0.01 <sup>bc</sup>                          |
|                  | 75               | 48.87±0.04 <sup>cd</sup>                             | 91.62±0.02 <sup>d</sup>                            |

Means with different superscript letters in each columns differ significantly ( $P < 0.05$ ).



**Fig 2** Mechanical properties of LSPI-LPSG composite films with different GLY concentrations (a. 60%, b. 70% GLY and C. 80% GLY) and drying temperatures (45 °C, 60 °C and 75 °C).

### 3-3- اثر دما و غلظت گلیسرول بر مقاومت

#### نسبت به کشش فیلم ترکیبی

افزایش دمای خشک کردن باعث کاهش میزان مقاومت نسبت به کشش فیلم ترکیبی شد (شکل 2). بیشترین و کمترین میزان مقاومت نسبت به کشش به ترتیب مربوط به نمونه خشک شده در دمای 45 °C و حاوی 60 درصد گلیسرول و نمونه های خشک شده در دمای 75 °C حاوی 70 و 80 درصد گلیسرول بود. برای سایر نمونه ها، افزایش دما و غلظت گلیسرول، تاثیر معنی داری بر مقاومت نسبت به کشش فیلم نداشت ( $P > 0/05$ ).

در دماهای پایین خشک کردن، زنجیره های پلیمر ساختار منظم تری را تشکیل می دهند [15]. با افزایش دمای خشک کردن به دلیل کوتاه تر شدن مدت زمان فرایند، ساختار نامنظم و فشرده ایجاد می شود و باعث تضعیف ساختار (کاهش تعداد پیوند های هیدروژنی بین صمغ و پروتئین) و میزان کش آمدگی کمتر فیلم می شود [15].

مدول الاستیسیته میزان سختی فیلم را نشان می دهد [28]. برای نمونه های حاوی غلظت یکسان گلیسرول، افزایش دما از 45°C به 60°C اثر چندانی بر مدول الاستیسیته نداشت ( $P > 0/05$ ). درحالیکه افزایش دما از 60°C به 75°C به دلیل ایجاد ساختار سخت تر [29] باعث افزایش مدول الاستیسیته فیلم ترکیبی در تمام سطوح گلیسرول شد ( $P < 0/05$ ).

## 5- منابع

- [1] Bourtoom, T. (2008). Edible films and coatings: characteristics and properties. *International Food Research Journal*, 15(3), 237-248.
- [2] Dhanapal, A., Sasikala, P., Rajamani, L., Kavitha, V., Yazhini, G., and Banu, M. Sh. 2012. Edible films from Polysaccharides. *Food Science and Quality Management*, 3: 9-17.
- [3] Krochta, J.M., (2002). Proteins as raw materials for films and coatings: definitions, current status, and opportunities. In: Gennadios, A. (Ed.), *Protein-Based Films and Coatings*. CRC Press, Boca Raton, FL, pp. 1-41.
- [4] Kester, J.J and Fennema, O.R. 1986. Edible films and coatings. A review. *Food Technology*, 40(12): 47-59.
- [5] Seyedi, S., Koocheki, A., Mohebbi, M., Zahedi, Y. 2014. Lepidium perfoliatum seed gum: A new source of carbohydrate to make a biodegradable film. *Carbohydrate Polymers* 101: 349– 358.
- [6] Jia, D., Fang, Y., and Yao, K. ( 2009). Water vapor barrier and mechanical properties of konjac glucomannan–chitosan–soy protein isolate edible films. *food and bioproducts processing*, 87: 7–10.
- [7] Cuq, B., Gontard, N., Cuq, J.L., Guilbert, S. (1997). Selected functional properties of fish myofibrillar protein-based films as affected by hydrophilic plasticizers. *Journal agriculture food Chemistry*, 45, 622 – 626.
- [8] Guilbert, S. (1986). Technology and application of edible protective films. In *Mathlouthi, M.(Ed.), Food packaging and preservation*, 371–394. London, UK: Elsevier Applied Science.
- [9] Kowalczyk, D., and Baraniak, B. 2011. Effects of plasticizers, pH and heating of film-forming solution on the properties of pea protein isolate films. *Journal of Food Engineering*, 105 :295–305.
- [10] Campbell, C.G. (1997). Grass Pea, *Lathyrus Sativus L. Bioversity International. Italy*.
- [11] Guilbert, S., and Gontard, N. (1995). Edible and biodegradable food packaging. In: Ackermann, P., Ja'gerstad, M., Ohlsson, T. (Eds.), *Foods and Packaging Materials*

با افزایش غلظت گلیسرول و به دنبال آن افزایش میزان رطوبت فیلم به دلیل اثر نرم کنندگی آن ها [28] مدول الاستیسیته فیلم ترکیبی کاهش یافت (شکل 2). نتایج مشابهی در فیلم های تهیه شده از آرد تاج خروس (تایپا-بلاسیدو و همکاران، 2013)، آلزینات (داسیلوا و همکاران، 2012) به دست آمد [26] و [29]. بر خلاف یافته های حاصل از این تحقیق، [13] گزارش کردند که فیلم های تهیه شده از نشاسته شاه بلوط و کاراگینان که تحت جریان اجباری هوای داغ و دمای 50°C خشک شدند بیشترین میزان کش آمدگی و فیلم های خشک شده تحت جریان هوای طبیعی و دمای 30 °C کمترین میزان کش آمدگی و مقاومت نسبت به کشش را داشتند، این دو شرایط خشک کردن بر میزان مدول الاستیسیته فیلم تاثیر معنی داری نداشتند.

## 4- نتیجه گیری

بررسی کینتیک خشک کردن فیلم ترکیبی نشان داد که مدت زمان خشک کردن محلول فیلم با افزایش دما از 45°C به 75°C کاهش و با افزایش غلظت گلیسرول از 60 به 70 درصد افزایش یافت. طول دوره خشک کردن برای نمونه های حاوی 70 و 80 درصد گلیسرول تقریباً مشابه هم بود. افزایش دمای خشک کردن به دلیل افزایش سرعت انتقال رطوبت باعث افزایش ضریب دیفوزیون و کاهش انرژی فعال سازی نمونه ها گردید. در دمای ثابت، با افزایش غلظت گلیسرول از 60 به 70 درصد به علت آبدوستی بالای گلیسرول، ضریب دیفوزیون و انرژی فعال سازی به ترتیب کاهش و افزایش یافت، درحالیکه این مقادیر برای نمونه های حاوی 70 و 80 درصد گلیسرول کاهش معنی داری نداشت. با افزایش دمای خشک کردن از 45°C به 75°C حلالیت و جذب رطوبت فیلم کاهش یافت. به عبارت دیگر، افزایش دما و کاهش غلظت گلیسرول پارامترهای مهمی در افزایش پایداری فیلم در محیط آبی بودند. میزان مقاومت نسبت به کشش با افزایش دما و افزایش غلظت گلیسرول کاهش یافت. درحالیکه مدول الاستیسیته با افزایش دما از 60 °C تا 75 °C به طور معنی داری افزایش و با افزایش غلظت گلیسرول کاهش پیدا کرد.



- Plastic Sheeting. In Annual Book of ASTM Standards. American Society for Testing and Materials.
- [21] Meisami-asl, E., Rafiee, S., Keyhani A., and Tabatabaeefar POJ, A. (2010). Determination of suitable thin layer drying curve model for apple slices (variety-Golab). *plant omics journal*, 3(3), 103-108.
- [22] Talja, R.A., Helen, H., Roos, Y.H., and Jouppila, K. (2007). Effect of various polyols and polyol contents on physical and mechanical properties of potato starch-based films. *Carbohydrate Polymers*, 67, 288–295.
- [23] Shahidi, F., Mohebbi, M., Noshad, M., Ehtiati, A., Fathi, M. (2012). Effect of osmosis pretreatment and ultrasonic on some quality characteristics of dried banana by air dryer method. *Iranian Food Science and Technology*. 7, 263-272.
- [24] Pasban, A. (2012). Optimization Of Process Parameters For Foam Mat Drying Of Mushroom (*Agaricus bisporus* ) Puree, M.Sc. Thesis. Ferdowsi university of mashhad.
- [25] Alcantara, C.R., Rumsey, T.R., Krochta, J.M. 1998. Drying rate effect on the properties of [26] Da Silva, M.A., Bierhalz, A.C.K., and Kieckbusch, Th.G. (2012). Influence of Drying Conditions on Physical Properties of Alginate Films. *Drying Technology: An International Journal*, 30(1), 72-79.
- [27] Jangchud, A., and Chinnan, M.S. 1999. Peanut Protein Film as Affected by Drying Temperature and pH of Film Forming Solution. *Journal of food science*, 64(1), 153-157.
- [28] Mali, S., Sakanaka, L.S., Yamashita, F., Grossmann, M.V.E. (2005). Water sorption and mechanical properties of cassava starch films and their relation to plasticizing effect, *carbohydrate polymers*.
- [29] Tapia-Blácido, D., Sobral, P. J., and Menegalli, F. C. (2005). Effects of drying temperature and relative humidity on the mechanical properties of amaranth flour films plasticized with glycerol. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 22(02), 249-256.
- Chemical Interactions. *The Royal Society of Chemistry, Cambridge, U.K*, pp. 159\_168.
- [12] Krochta, J.M., 2002. Proteins as raw materials for films and coatings: definitions, current status, and opportunities. In: Gennadios, A. (Ed.), Protein-Based Films and Coatings. *CRC Press, Boca Raton, FL*, pp. 1\_41.
- [13] Moreira, R., Chenlo, F., Torres, M.D., Silva, C., Prieto, D.M., Sousa, A.M.M., Hilliou, L., and Gonçalves, M.P. (2011). Drying Kinetics of Biofilms Obtained from Chestnut Starch and Carrageenan with and without Glycerol, *Drying Technology: An International Journal*, 29(9), 1058-1065.
- [14] Thakhiew, W., Devahastin, S., and Soponronnarit, S. (2010). Effects of drying methods and plasticizer concentration on some physical and mechanical properties of edible chitosan films. *Journal of Food Engineering*, 99, 216–224.
- [15] Fernández-Pan, I., Ziani, K., Pedroza-Islas, R., and Maté, J.I. (2010). Effect of Drying Conditions on the Mechanical and Barrier Properties of Films Based on Chitosan. *Drying Technology: An International Journal*, 28(12), 1350-1358.
- [16] Koocheki, A., Taherian, A. R., and Bostan, A. 2013. Studies on the steady shear flow behavior and functional properties of *Lepidium perfoliatum* seed gum. *Food Research International*, 50: 446–456.
- [17] Kaur, M., and Singh, N. (2007). Characterization of protein isolates from different Indian chickpea cultivars. *Food Chemistry*, 102, 366-74.
- [18] Angles, M. N., and Dufrense, A. (2000). Plasticized starch/tunicin whiskers nanocomposites. Structural analysis. *Macromolecules*, 33, 8344-8353.
- [19] Gontard, N., Duchez, C., Cuq, B., and Guilbert, S. 1994. Edible composite films of wheat gluten and lipids: water vapour permeability and other physical properties. *Food Science and Technology*, 29: 39–50.
- [20] ASTM, Designation D882-02. (2002). Standard method for Tensile Properties of Thin

## Effect of drying temperature and glycerol on physical and mechanical properties of *Lepidium perfoliatum* seed gum - grass pea (*Lathyrus sativus*) protein isolate composite film

Ebrahimi, E. <sup>1</sup>, Koocheki, A. <sup>1\*</sup>, Mohebbi, M. <sup>1</sup>, Milani, E. <sup>2</sup>

1. Department of Food Science and Technology, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran
2. Food Science and Technology Research Institute, Iranian Academic Centre for Education Culture and Research (ACECR), Khorasan Razavi, Iran

(Received: 2017/12/26 Accepted: 2018/06/30)

In this study, the effect of glycerol concentrations (60, 70 and 80 %) and drying temperatures (45, 60 and 75 °C) on physical and mechanical properties of *Lepidium perfoliatum* seed gum-grass pea (*Lathyrus sativus*) protein isolate composite film was investigated. Results showed that with increasing the temperature from 45°C to 75°C, the drying time needed for the composite film containing 60 and 70% reduced. Whilst, drying times of the samples with 70 and 80% glycerol were nearly the same. Water solubility, moisture absorption and elongation at break (E%) reduced when the drying temperature increased and the elastic modulus (EM) decreased. With increasing glycerol concentration from 60 to 80 %, water solubility and moisture absorption increased and E% and EM reduced.

**Key words:** *Lepidium perfoliatum* seed gum; *Lathyrus sativus* protein isolate; Moisture absorption; Solubility

---

\* Corresponding Author E-Mail Address: koocheki@um.ac.ir