



## بهینه سازی تولید فیلم زیست تخریب پذیر حاوی عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری بر پایه ژلاتین به روش سطح پاسخ

فخری شهیدی<sup>۱\*</sup>، محمد مالکی<sup>۲</sup>، سحر روشنگر<sup>۳</sup>، محمود علیزاده ثانی<sup>۴</sup>

۱- استاد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.

۲- دکتری تخصصی، گروه بهداشت مواد غذایی و آبزیان، دانشکده دامپزشکی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

۳- دانشجوی دکتری، علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.

۴- دانشجوی دکتری تخصصی، رشته بهداشت و ایمنی مواد غذایی، گروه بهداشت و ایمنی مواد غذایی، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی تهران، تهران، ایران.

### اطلاعات مقاله

### چکیده

تاریخ های مقاله :

تاریخ دریافت: ۱۴۰۰/۰۳/۰۹

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۰۶/۰۸

کلمات کلیدی:

فیلم زیست تخریب پذیر،

چوبک،

اسانس رزماری.

DOI: 10.52547/fsct.18.119.85

\* مسئول مکاتبات:

fshahidi@um.ac.ir

در این پژوهش از غلظت های مختلف عصاره آبی ریشه گیاه چوبک (در سطوح صفر، ۰/۵، ۱، ۱/۵ و ۲ درصد) با غلظت های مختلف نانوامولسیون اسانس رزماری (صفر، ۰/۵، ۱، ۱/۵ و ۲ درصد) با هدف بهینه سازی تولید فیلم زیست تخریب پذیر بر پایه ژلاتین مورد استفاده قرار گرفت. پاسخ های آزمون برای تمام مدل های رگرسیونی برازش شده از نظر آماری در سطح ۹۹٪ اطمینان معنی دار بودند. برای بهینه سازی تولید فیلم بیشترین میزان شفافیت، زاویه تماس، مقاومت کششی، میزان کشش تا نقطه پارگی و کمترین حلالیت، تورم و نفوذپذیری به بخار محاسبه گردید. پس از برازش مدل ها، نتایج نشان داد که تأثیر عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری بر تمام پاسخ ها معنی دار ( $P < 0.05$ ) بود. افزایش عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری باعث افزایش ضخامت، زاویه تماس و میزان کشش تا نقطه پارگی و کاهش محتوای رطوبتی، نفوذپذیری به بخار، شفافیت، حلالیت، مقاومت کششی و تورم گردید. بر اساس نتایج حاصل از پیش بینی مدل و مقایسه آن با مقادیر تجربی، عصاره آبی ریشه گیاه چوبک در غلظت ۲ درصد و نانوامولسیون اسانس رزماری با غلظت ۰/۷۷ درصد، به عنوان مقادیر بهینه به دست آمدند.

## ۱- مقدمه

فساد مواد غذایی نتیجه فعالیت نامطلوب میکروارگانیسم‌ها در طی نگهداری و توزیع مواد غذایی است و تاثیر زیادی بر کیفیت و قابلیت ماندگاری مواد غذایی دارد. مصرف مواد غذایی آلوده به میکروارگانیسم‌های بیماری‌زا نیز می‌تواند منجر به ایجاد بیماری یا بروز مسمومیت شوند [۱]. در حال حاضر استفاده از منابع طبیعی به عنوان روشی برای افزایش زمان ماندگاری و کاهش فساد مواد غذایی، مورد توجه محققان صنایع غذایی قرار گرفته است [۲]. از طرف دیگر، افزایش نگرانی مصرف‌کنندگان در خصوص مصرف مواد نگهدارنده مصنوعی و مهاجرت پلیمرهای پلاستیکی به مواد غذایی و تمایل آن‌ها به مواد غذایی که تحت فرایندهای کمتری قرار می‌گیرند، صنعت غذا را با چالش‌های بسیاری مواجه کرده است [۳]. برای حل این چالش‌ها و یا به حداقل رساندن آن‌ها، راه‌حلی مانند استفاده از پلیمرها و فیلم‌های زیست‌تخریب‌پذیر طبیعی مورد بررسی قرار گرفته‌اند [۴]. نشاسته‌ها، ژلاتین و سلولز از مهم‌ترین ترکیبات طبیعی هستند که برای تولید فیلم‌های زیست‌تخریب‌پذیر طبیعی مورد استفاده قرار می‌گیرند [۳]. استفاده از فیلم‌های زیست‌تخریب‌پذیر باعث افزایش زمان ماندگاری مواد غذایی شده و مانعی در برابر ورود و یا خروج رطوبت، بخار آب، گازها و ترکیبات محلول ایجاد می‌کنند [۵]. با افزودن ترکیبات مختلف مانند ترکیبات ضد میکروبی و آنتی‌اکسیدانی، رنگ‌های خوراکی و سایر افزودنی‌های غذایی، می‌توان ویژگی‌های جدیدی به خصوصیات این فیلم‌ها افزود [۶]. ژلاتین دارای ۸۴٪ پروتئین، ۱۴٪ رطوبت و ۲٪ خاکستر است. ژلاتین در طول مدت نگهداری رطوبت جذب می‌کند و به همین دلیل باید در محل خشک و خنک نگهداری شود. ژلاتین به عنوان یک پلیمر طبیعی به مقدار بسیار زیادی در سراسر جهان تولید می‌شود [۷]. ژلاتین یک پروتئین محلول در آب است که از هیدرولیز کلاژن به دست آمده، قیمت پایینی داشته، در دسترس بوده و زیست‌تخریب‌پذیر است و این خصوصیات باعث می‌شود ترکیبی مناسب برای کاربردهای متفاوت مانند بسته بندی مواد غذایی، حامل دارو و پوشش زخم باشد [۸].

اسانس روغنی رزماری<sup>۱</sup> (REO) یک ترکیب زیست‌فعال<sup>۲</sup> با

ویژگی ضد میکروبی است. اسانس روغنی رزماری از گیاه رزماری (*Rosmarinus officinalis*) که یک گیاه چند ساله از خانواده Lamiaceae است، استخراج می‌شود و به طور گسترده به عنوان یک ترکیب نگهدارنده و طعم دهنده در فرآورده‌های غذایی به کار می‌رود [۹]. با این وجود، طعم شدید گیاهان آروماتیک یا مشتقات آن‌ها، افزودن مستقیم آن‌ها را به مواد غذایی محدود می‌کند. همچنین حل نمودن اسانس‌ها در فرآورده‌هایی که فاز آبی در آن‌ها غالب باشد، دشوار است. لذا برای رفع این مشکل، روش‌های متفاوت از جمله ریزپوشانی و نانو پوشانی مورد بررسی قرار گرفته‌اند [۱۰]. نانوامولسیون‌ها، امولسیون‌هایی هستند که اندازه ذرات فاز پراکنده در آن‌ها در محدوده ۲۰-۳۰۰ نانومتر است. نانوامولسیون‌ها مزایای بسیار زیادی دارند و به دلیل ذرات کوچک و افزایش نسبت سطح به حجم قطرات، در مقایسه با سایر انواع امولسیون‌ها دارای پتانسیل بالاتری برای بهبود خواص بیولوژیکی ترکیبات موثره مولد عطر و طعم هستند [۱۱، ۱۲].

عصاره ریشه گیاه چوب‌ک به دلیل محتوای ساپونینی ضمن اینکه از خواص دارویی زیادی برخوردار است، یک عامل تشکیل دهنده کف و امولسیون پایدار بینظیر نیز محسوب می‌شود. عصاره ریشه گیاه چوب‌ک نیز دارای خواص آنتی‌اکسیدانی و ضد-میکروبی قوی است [۱۳، ۱۴]. این آنتی‌اکسیدان‌ها و مواد ضد میکروبی طبیعی می‌توانند به عنوان جایگزین ترکیبات سنتزی در مواد غذایی، منجر به افزایش ماندگاری محصول شوند. لذا هدف از انجام این پژوهش امکان‌سنجی تولید فیلم زیست تخریب‌پذیر حاوی نانوامولسیون اسانس رزماری و عصاره آبی ریشه گیاه چوب‌ک بر پایه ژلاتین و بررسی ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی آن بوده است.

## ۲- مواد و روش‌ها

## ۲-۱- آماده‌سازی نانوامولسیون رزماری

نانوامولسیون رزماری بر اساس روش هشت جین و عباسی (۲۰۱۵) با اندکی تغییر تهیه شد [۱۵]. ابتدا اسانس رزماری (شرکت داروسازی باریج اسانس) با نسبت ۱ درصد وزنی-وزنی به عنوان فاز روغنی و محلول‌تویین ۸۰ در آب دیونیزه (۲ درصد

1. Rosemary Essential Oil

2. Bioactive

گرفت [۱۷]. محلول تهیه شده بر روی قالب‌های تفلونی ریخته شد و در دمای  $22 \pm 3$  درجه سانتی‌گراد و رطوبت نسبی  $85 \pm 8$  درصد برای مدت ۲۴ ساعت خشک گردید.

#### ۲-۴- ضخامت فیلم

ضخامت فیلم‌ها با میکرومتر دیجیتالی در چند نقطه گوناگون از فیلم‌ها به صورت تصادفی گرفته شد و میانگین ضخامت گزارش گردید.

#### ۲-۵- شفافیت

شفافیت با دستگاه اسپکتروفوتومتر (CAMSPEC M550-آلمان) در طول موج ۶۰۰ نانومتر تعیین شد. فیلم‌ها در ابعاد  $1 \times 3$  سانتی‌متر بریده شدند، و پس از آن در دیواره شفاف سل کالیبره شده قرار گرفتند. شفافیت با استفاده از رابطه ۱، محاسبه شد که در آن  $A_{600}$  میزان جذب در طول موج ۶۰۰ نانومتر و  $X$  ضخامت فیلم برحسب میلی‌متر است.

$$\text{Transarency} = A_{600}/X \quad (1)$$

#### ۲-۶- حلالیت در آب

به منظور اندازه‌گیری حلالیت فیلم‌های خوراکی ابتدا فیلم‌ها با ضخامت  $0.1$  میلی‌متر در ابعاد  $2 \times 2$  سانتی‌متر برش خوردند و برای محاسبه وزن خشک در آن قرار گرفتند ( $W_i$ ). سپس فیلم‌ها در  $50$  میلی‌لیتر آب به مدت  $6$  ساعت نگه‌داری شدند، و مجدداً برای تعیین درصد حلالیت در آن قرار گرفتند ( $W_f$ ) و بر اساس فرمول (۲) درصد حلالیت در آب ( $S(\%)$ ) تعیین گردید [۱۸].

$$S\% = (W_i - W_f / W_i) \times 100 \quad (2)$$

#### ۲-۷- نفوذپذیری به بخار آب (WVP)

برای محاسبه نفوذپذیری به بخار آب از استاندارد مصوب ASTM E96 - 95 استفاده شد... نمونه‌ها برای  $48$  ساعت در دمای  $25$  درجه سانتی‌گراد در رطوبت نسبی  $65 \pm 2$  درصد نگه‌داری شدند. در هر فنجانک  $2/5$  گرم سلیکاژل فاقد آب (رطوبت نسبی صفر درصد) ریخته، و فنجانک‌ها با فیلم‌ها کاملاً پوشانیده شدند. محلول اشباع  $K_2SO_4$  در دسیکاتور رطوبت نسبی  $98$  درصد ایجاد کرد. تغییرات وزن ظرف هر  $6$  ساعت اندازه‌گیری شد و سپس شیب محاسبه گردید و در انتها میزان

وزنی-وزنی)، به عنوان فاز آبی با یکدیگر مخلوط شدند و به مدت  $15$  دقیقه با سرعت  $700$  دور بر دقیقه به وسیله همزن مغناطیسی به خوبی همزده شد. سپس مخلوط امولسیون به دست آمده به منظور ریز شدن ذرات و تولید نانوامولسیون به مدت  $20$  دقیقه با استفاده از یک هوموژنایزر اولتراسونیک (Schaper Unique USC) با توان  $100$  و اتوفرکانس  $40$  کیلوهرتز، در معرض امواج اولتراسونیک قرار گرفت. همگن‌سازی در دمای  $15$  درجه سانتی‌گراد انجام پذیرفت. ویژگی‌های فیزیکی نانوامولسیون تولید شده شامل اندازه ذرات و پتانسیل زتا با کمک دستگاه سنسجسگر بررسی گردید. نانوامولسیون به دست آمده در ظرف کهربایی رنگ در دمای یخچال نگهداری شد.

#### ۲-۲- آماده‌سازی عصاره آبی ریشه گیاه چوبک

نمونه‌های گیاهی پس از تمیزکردن و شستوش و در شرایط مناسب (خشک کردن در آفتاب) خشک گردید و توسط آسیاب آزمایشگاهی مدل Waring پودر شد. جهت تهیه عصاره آبی، گیاه خشک و آسیاب شده، به نسبت  $1$  به  $5$  با آب مخلوط شده و به مدت  $72$  ساعت در شیکر قرار گرفت. مخلوط پس از صاف شدن و خروج حلال اضافی، تا انجام آزمایش‌ها در میکروتیوب‌های استریل  $15$  میلی‌لیتری که دور آنها جهت جلوگیری از رسیدن نور به عصاره‌ها توسط فویل آلومینیومی پوشیده شده بود، در یخچال نگهداری گردید [۱۶].

#### ۲-۳- آماده‌سازی فیلم

ابتدا محلول  $3$  درصد وزنی-وزنی ژلاتین در آب مقطر تهیه و به طور کامل حل شد سپس عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری به محلول اضافه گردید و برای رسیدن به یک محلول یکنواخت به مدت  $45$  دقیقه در دمای  $60$  درجه سانتی‌گراد با کمک همزن مغناطیسی با سرعت  $500$  دور بر دقیقه، همزده شد. سپس گلیسرول به نسبت  $50$  درصد وزنی ماده جامد کل، به عنوان نرم‌کننده به محلول اضافه گردید و به مدت  $30$  دقیقه درون حمام آب  $70$  درجه سانتی‌گراد همزده شد. پس از خنک شدن، با هدف خروج گاز و ایجاد پراکنش یکنواخت زنجیره‌ها، به مدت  $20$  دقیقه درون حمام اولتراسونیک (Schaper Unique USC) با فرکانس  $25$  KHz، قرار

**Table 1** Selected points for biodegradable film optimization

Importance	Goal	Factor Name
	In range	Rosemary
	In range	Chubak
4	Minimize	WVP (g/mhPa)
3	Maximize	Transparency
3	Minimize	Solubility in water (%)
3	Maximize	TS (MPa)
3	Maximize	EB (%)
1	Maximize	Contact angle ( $\Theta$ )
2	Minimize	Swelling (%)

### ۱۲-۲- آزمون صحت مدل

بر اساس نتایج به دست آمده در نرم افزار دیزاین اکسپرت، فیلم بر اساس نقطه بهینه در شرایط آزمایشگاه تولید گردید و نتایج آزمون ها با مدل پیش بینی شده موردسنجش قرار گرفت.

### ۱۳-۲- آنالیز آماری

تجزیه و تحلیل آماری با استفاده از نرم افزار آماری دیزاین اکسپرت ورژن (۸,۰,۷,۱) در سطح معنی داری ۵ درصد ( $P < 0.05$ ) در سه تکرار انجام پذیرفت. برای تمام نمونه ها برآزش صورت گرفت و تمام رابطه های بدست آمده در معرض الگوریتم حذف پسخور قرار گرفتند.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۱-۳- ضخامت

با توجه به شکل ۱، ضخامت فیلم با افزایش عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری افزایش یافته با مطالعات کارنیو و همکاران (۲۰۰۹)، مطابقت داشت [۲۰]. افزایش میزان رطوبت موجود در فیلم ناشی از طبیعت آب دوست عصاره آبی ریشه گیاه چوبکاست که موجب افزایش ضخامت و تورم گردید. افزایش ضخامت فیلم ناشی از برهمکنش نانوامولسیون اسانس رزماریو ژلاتین، ناشی از نیروهای آب گریز و پیوندهای هیدروژنی است که موجب اتصالات محکم تر و در نتیجه ضخامت بیشتر فیلم می گردد [۲۱].

نفوذپذیری به بخار (g/mhPa) بر اساس فرمول (۳) محاسبه شد [۱۸].

$$WVP = (WVTR / P (R_1 - R_2)X) \times 100 \quad (3)$$

که در آن سرعت عبور بخار آب (WVTR) به عنوان شیب (g/h) تقسیم بر مساحت سطح فیلم ( $m^2$ ) تعریف می شود. فشار بخار اشباع آب (Pa) در دمای آزمایش (۲۵ درجه سانتی گراد) و  $R_1$  رطوبت نسبی در دسیکاتور،  $R_2$  رطوبت نسبی نفوذ کرده به ظرف و X ضخامت فیلم (m) است.

### ۸-۲- مقاومت کششی (TS) و میزان کشش تا

#### نقطه پارگی (EB)

اندازه گیری حداکثر استحکام کششی و ازدیاد طول تا نقطه شکست فیلمها بر اساس استاندارد مصوب ASTM D ۸۸۲ و دستگاه بافت سنج ارزیابی گردید.

### ۹-۲- میزان تورم فیلم<sup>۱</sup>

فیلمها در ابعاد  $2 \times 2$  سانتی متر برش خورد و به مدت ۲۴ ساعت در آن در دمای ۱۰۵ درجه سانتی گراد خشک گردیدند ( $W_i$ ). سپس به مدت ۸ ساعت در ۵۰ میلی لیتر آب در دمای اتاق غوطه ور گردید. سپس با استفاده از پارچه جاذب رطوبت، آب سطحی گرفته شد و میزان وزن مرطوب تعیین گردید ( $W_f$ ). بر اساس فرمول (۴) میزان حلالیت در آب (SW%) محاسبه شد [۱۸].

$$SW\% = (W_f - W_i / W_f) \times 100 \quad (4)$$

### ۱۰-۲- زاویه تماس<sup>۲</sup> ( $\Theta$ )

زاویه تماس سطح فیلم ها با استفاده از دستگاه گونیومتر (مدل Kruss G10 ساخت آلمان) تعیین شد. ابتدا ۵ میکرو لیتر آب با استفاده از سرنگ در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد روی سطح فیلم قرار گرفت. سپس عکس برداری با حداقل ۶ تکرار برای هر نمونه انجام شد [۱۹].

### ۱۱-۲- بهینه سازی فیلم تولید شده

پس انجام آزمون ها، تعیین بهترین شرایط تولید فیلم و تعیین نقطه بهینه طبق جدول شماره ۱، انجام گرفت.

1. Swelling  
2. Contact Angle

بود و با افزایش عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری تورم (شکل ۳) و محتوای رطوبتی (شکل ۴) کاهش یافت. پلی ساکارید ممکن است باعث ایجاد برهمکنش با مولکول‌های ژلاتین از طریق پیوند هیدروژنی شود که این باعث کاهش تعامل بین مولکول‌های آب و گروه‌های آب دوست‌ژلاتین می‌شود و موجب کاهش محتوای رطوبتی و کاهش درصد تورم می‌گردد که با نتایج قنبرزاده و همکاران (۲۰۱۱) و ریز و همکاران (۲۰۱۸) مطابقت دارد [۲۱، ۲۴، ۲۵].

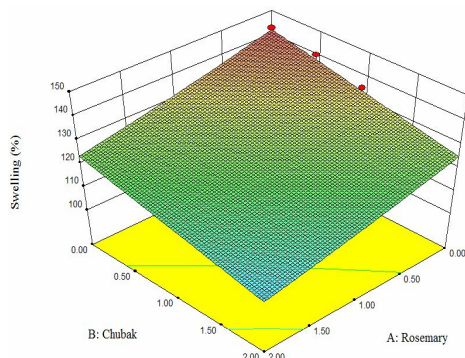


Fig 3 Response surface and contour plots for Swelling

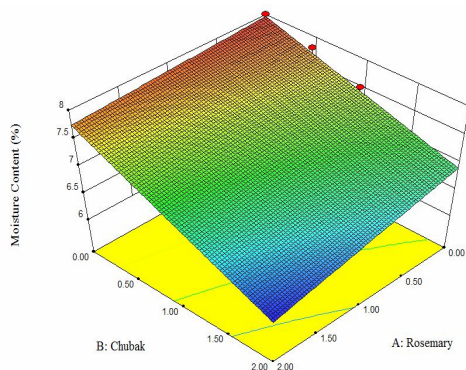


Fig 4 Response surface and contour plots for Moisture Content

### ۳-۴- نفوذپذیری به بخار آب

از مهم‌ترین خصوصیات فیزیکی فیلم‌های زیست تخریب پذیر خاصیت نفوذ پذیری به بخار آب می‌باشد که هرچه این پارامتر مقادیر کمتری داشته باشد نشان دهنده خصوصیات بهتر فیلم زیست تخریب پذیر می‌باشد و موجب کاهش نقل انتقالات آب بین ماده غذایی و محیط پیرامون آن می‌شود. نتایج نشان داد که افزودن و افزایش درصد عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و

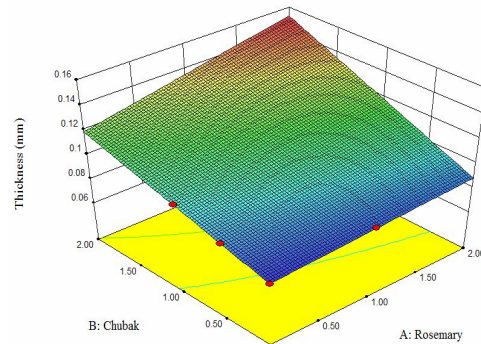


Fig 1 Response surface and contour plots for Thickness

### ۳-۲- حلالیت

حلالیت از پارامترهای فیزیکی مهم فیلم‌های بسته‌بندی زیست‌تخریب‌پذیر است، که هر چه حلالیت فیلم‌های تولیدی کمتر باشد نشان دهنده خصوصیات فیزیکی بهتر فیلم است. بر اساس شکل ۲، و نتایج آماری با افزایش عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری حلالیت به‌طور معنی‌داری ( $P < 0.05$ ) کاهش یافت. با افزایش غلظت عصاره آبی ریشه گیاه چوبک مصرف گلیسرول نیز افزایش یافته در نتیجه فعل و انفعالات بین مولکول‌های پلیمریزکاهش، و به دلیل خاصیت آب دوستی حلالیت کاهش یافت [۲۲].

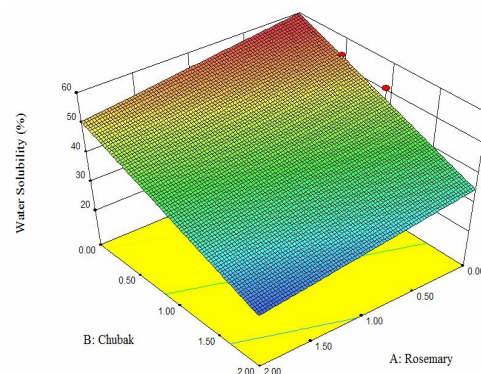
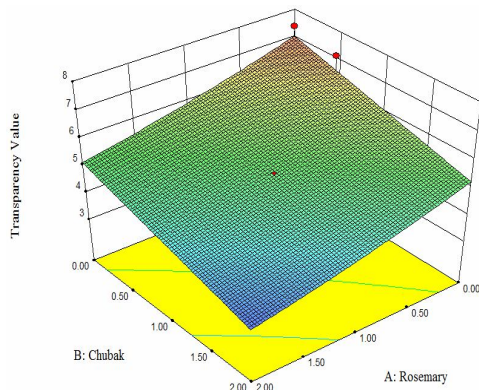


Fig 2 Response surface and contour plots for Water Solubility

### ۳-۳- محتوای رطوبتی و تورم

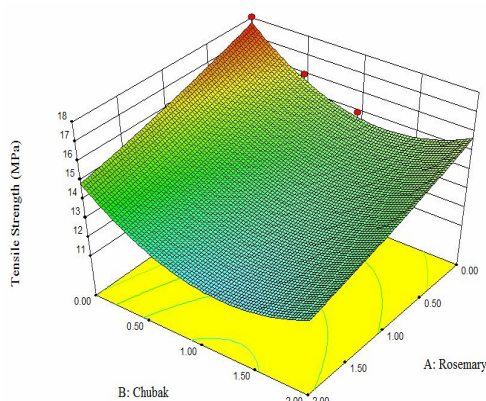
تورم فیلم یک از پارامترهای مهم فیزیکی فیلم‌های زیست تخریب پذیر برای پیش‌بینی ثبات و پایداری فیلم در طول دوره نگهداری است [۲۱، ۲۳]. بر اساس نتایج آماری، نتایج نشان داد که اثر عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری بر نسبت تورم و محتوای رطوبتی معنی ( $P < 0.05$ ) دارد



**Fig 6** Response surface and contour plots for Transparency Value

### ۳-۶- ویژگی های مکانیکی

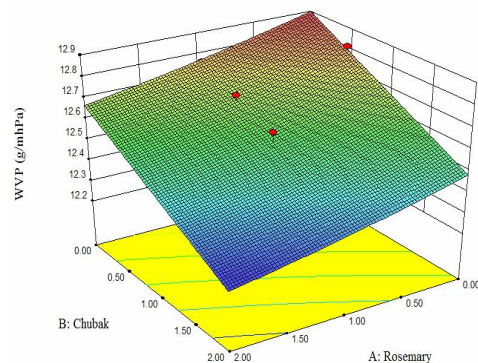
حداکثر استحکام کششی (TS) و میزان کشش تا نقطه پارگی (EB) از پارامترهای مهم فیلم های زیست تخریب پذیر بوده، و برای طول دوره نگه داری ماده غذایی بسیار حائز اهمیت است. اثر عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری بر این دو پارامتر معنی دار ( $P < 0.05$ ) بود و با افزایش درصد عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری حداکثر استحکام کششی کاهش (شکل ۷) و میزان کشش تا نقطه پارگی افزایش (شکل ۸) یافت. خصوصیات مکانیکی فیلم ها با میکروساختار، شبکه فیلم و نیروهای بین مولکولی در ارتباط است.



**Fig 7** Response surface and contour plots for Water Tensile Strength

این تغییرات ناشی از برهمکنش بین گروه های عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماریو گروه های ژلاتین

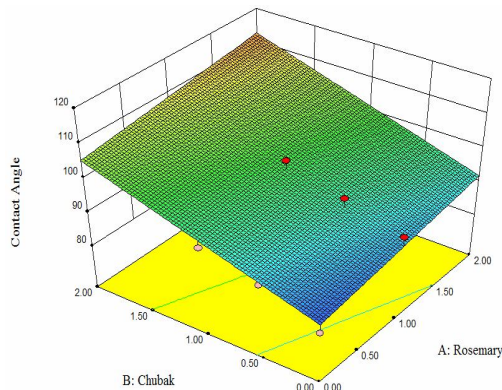
نانوامولسیون اسانس رزماری به فیلم ژلاتینه طور معنی داری ( $P < 0.05$ ) باعث کاهش نفوذپذیری به بخار فیلم می شود (شکل ۵) که با نتایج حسینی و همکاران (۲۰۱۳) و جوکی و همکاران (۲۰۱۳)، مطابقت دارد [۲۶، ۲۷]. وجود عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری و گلیسرول باعث ایجاد پیوندهای عرضی زیاد می شود و موجب ایجاد برهمکنش های جدیدی بین ماتریکس فیلم ژلاتین و مولکول های آب می شود. همچنین افزایش ضخامت ناشی از افزودن عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری موجب افزایش مدت زمان عبور آب از فیلم می گردد [۲۶].



**Fig 5** Response surface and contour plots for Water Vapor Permeability

### ۳-۵- مقدار شفافیت

میزان شفافیت فیلم های زیست تخریب پذیر یکی از پارامترهای مشتری پسند می باشد. افزودن عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری به فیلم زیست تخریب پذیر بر پایه ژلاتین به طور معنی داری ( $P < 0.05$ ) باعث کاهش مقدار شفافیت فیلم ها شد که با نتایج هزیره و همکاران (۲۰۱۶)، مطابقت داشت [۲۸] (شکل ۶). افزایش ماده جامد ناشی از افزایش عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری به دلیل حضور گروه های آنیونی آرابینوگالاتان و واکنش های بین پروتئین و پلی- ساکارید عصاره آبی ریشه گیاه چوبک است، همچنین ایجاد شبکه بین عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماریو ژلاتین باعث کاهش عبور نور و در نتیجه کاهش شفافیت می شود [۲۹].



**Fig 9** Response surface and contour plots for Contact Angle

### ۳-۸- بهینه‌سازی تولید فیلم

بر اساس روش های آماری با دیزاین اکسپرت و مطابق جدول شماره ۱، فیلم تولیدی بهینه‌سازی شد و نتایج نشان داد که بهترین شرایط برای تولید فیلم عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری بر پایه ژلاتین، میزان ۲ درصد عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و ۰/۷۷ درصد نانوامولسیون اسانس رزماری می‌باشد.

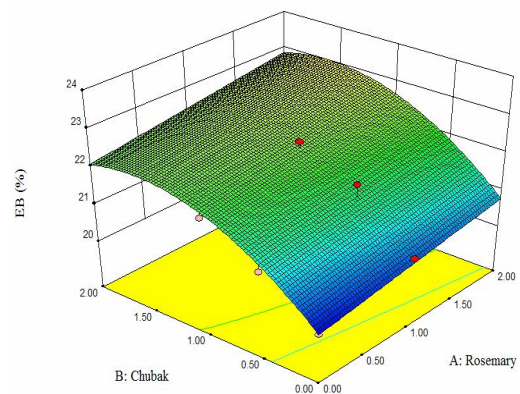
### ۳-۹- آزمون صحت مدل

آزمون صحت مدل برای تعیین مناسب بودن مدل‌های پیش‌بینی شده برای هر پاسخ طبق شرایط بهینه انجام شد. بهترین مدل، مدلی است که مقادیر پیش‌بینی شده (توسط مدل) به مقادیر تجربی به دست آمده در آزمون صحت نزدیک باشد. نزدیک بودن این اعداد به هم نشان‌دهنده مناسب و قابل قبول بودن مدل می‌باشد. نتایج آزمون (جدول ۲) نشان داد که مدل از قابلیت بالایی برای پیش‌بینی برخوردار است.

**Table 2** Predicted and experimental data for the responses at optimum point

Experimental value	Predicted value	Responses
4.64	6.38	WVP (g/mhPa)
4.5	4.40	Transparency
37.2	31.40	Solubility in water (%)
17	14.49	TS (MPa)
20	22.40	EB (%)
97	108.4	Contact angle (Θ)
126	117.36	Swelling (%)

می‌باشد. با افزایش غلظت عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری، میزان استفاده از گلیسرول نیز به همان نسبت افزایش یافت که بر اساس نفوذ ریز مولکول‌های گلیسرول به ساختمان پلیمر و کاهش اتصالات بین زنجیره‌ای، میزان کشش کاهش و میزان کشش تا نقطه پارگی افزایش یافت که با نتایج هو و همکاران (۲۰۱۶) و ابراهیم‌زاده و همکاران (۲۰۱۶)، مطابقت دارد [۳۱، ۳۰].



**Fig 8** Response surface and contour plots for Elongation at Brake

### ۳-۷- زاویه تماس

زاویه تماس عبارت است از زاویه‌ای که از تقاطع دو خط مورب به سطح مایع و جامد در محل تماس با فاز سوم (بخار یا هوا) تشکیل می‌شود. این زاویه نشان‌دهنده نحوه قرارگیری قطره یا رطوبت در سطح فیلم را در طول دوره نگه‌داری نشان می‌دهد که می‌تواند بر شرایط نگه‌داری محصول اثر گذار باشد. فرایند نمدار شدن توسط اندازه‌گیری زاویه تماس که نقطه مجزا با سطح جامد می‌سازد ارزیابی می‌گردد. زاویه تماس با افزودن عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری به‌طور معنی‌داری ( $P < 0.05$ ) افزایش پیدا کرد (شکل ۹) که نشان‌دهنده خواص بهتر فیلم حاوی عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری است. درصد بیشتر عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری باعث افزایش زاویه تماس گردید.

biodegradable film based on polylactic acid, modified with lycopene pigment and TiO<sub>2</sub> and studying its physicochemical properties. *Journal of Polymers and the Environment*, 28(2), 433-444.

- [6] Appendini, P., & Hotchkiss, J. H. (2002). Review of antimicrobial food packaging. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 3(2), 113-126.
- [7] Khodaei, D., Oltrogge, K., & Hamidi-Esfahani, Z. (2020). Preparation and characterization of blended edible films manufactured using gelatin, tragacanth gum and, Persian gum. *LWT*, 117, 108617.
- [8] Garavand, F., Rouhi, M., Razavi, S. H., Cacciotti, I., & Mohammadi, R. (2017). Improving the integrity of natural biopolymer films used in food packaging by crosslinking approach: A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 104, 687-707.
- [9] Hassanzad Azar, H., Ghafari, A., Yousefizadeh, S., Fathollahi, M., & Aminzare, M. (2019). Antimicrobial Effects of the Nanoemulsion of Rosemary Essential Oil against Important Foodborne Pathogens. *Journal of Human, Environment, and Health Promotion*.
- [10] Acevedo-Fani, A., Salvia-Trujillo, L., Rojas-Graü, M. A., & Martín-Belloso, O. (2015). Edible films from essential-oil-loaded nanoemulsions: Physicochemical characterization and antimicrobial properties. *Food Hydrocolloids*, 47, 168-177.
- [11] Ceylan, Z., Meral, R., Kose, S., Sengor, G., Akinay, Y., Durmus, M., & Ucar, Y. (2020). Characterized nano-size curcumin and rosemary oil for the limitation microbial spoilage of rainbow trout filets. *LWT*, 134, 109965.
- [12] Martin-Piñero, M. J., García, M. C., Santos, J., Alfaro-Rodríguez, M. C., & Muñoz, J. (2020). Characterization of novel nanoemulsions, with improved properties, based on rosemary essential oil and biopolymers. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 100(10), 3886-3894.
- [13] Moghimipour, E., Jasmenezhad, M., Mohammad Soleymani, S., & Salimi, A. (2021). Preparation and evaluation of a free surfactant herbal shampoo with *Acanthophyllum Squarrosium* Saponins. *Journal of Cosmetic Dermatology*, 20(1), 181-187.
- [14] Najjar-Tabrizi, R., Javadi, A., Sharifan, A., Chew, K. W., Lay, C. H., Show, P. L., ... & Berenjian, A. (2020). Hydrothermally extraction

## ۴- نتیجه گیری کلی

در این پژوهش اثر عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری در چهار سطح بر برخی خصوصیات فیلم زیست تخریب پذیر بر پایه ژلاتین مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از آزمون‌های مختلف و بهینه‌سازی با استفاده از نرم‌افزار دیزاین اکسپرت نشان داد که افزایش عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و نانوامولسیون اسانس رزماری باعث افزایش میزان کشش تا نقطه پارگی، ضخامت و زاویه تماس و کاهش محتوای رطوبتی، نفوذپذیری به بخار، شفافیت، حلالیت، تورم و مقاومت کششی می‌گردد و بهترین نقطه مقدار ۲ درصد عصاره آبی ریشه گیاه چوبک و ۰/۷۷ درصد نانوامولسیون اسانس رزماری است. با مقایسه نتایج حاصل از مدل پیش‌بینی شده و آزمون‌های تجربی، فیلم تولید شده بهینه شده کارایی مناسبی برای استفاده در مواد غذایی مختلف دارد.

## ۵- تقدیر و تشکر

این طرح با حمایت مالی معاونت پژوهشی دانشگاه فردوسی مشهد (شماره گرنت ۲/۴۹۱۴۹) انجام شده است.

## ۶- منابع

- [1] Villalobos-Delgado, L. H., Nevárez-Moorillon, G. V., Caro, I., Quinto, E. J., & Mateo, J. (2019). Natural antimicrobial agents to improve foods shelf life. In *Food Quality and Shelf Life* (pp. 125-157). Academic Press.
- [2] Nasery, M., Hassanzadeh, M. K., Najaran, Z. T., & Emami, S. A. (2016). Rose (*Rosa damascena* Mill.) essential oils. In *Essential Oils in Food Preservation, Flavor and Safety* (pp. 659-665). Academic Press.
- [3] Pellá, M. C., Silva, O. A., Pellá, M. G., Beneton, A. G., Caetano, J., Simões, M. R., & Dragunski, D. C. (2020). Effect of gelatin and casein additions on starch edible biodegradable films for fruit surface coating. *Food Chemistry*, 309, 125764.
- [4] Pirsá, S., Farshchi, E., & Roufegarnejad, L. (2020). Antioxidant/antimicrobial film based on carboxymethyl cellulose/gelatin/TiO<sub>2</sub>-Ag nano-composite. *Journal of Polymers and the Environment*, 28(12), 3154-3163.
- [5] Asadi, S., & Pirsá, S. (2020). Production of



- 82(2), 277-283.
- [23] Srinivasa, P. C., Ramesh, M. N., & Tharanathan, R. N. (2007). Effect of plasticizers and fatty acids on mechanical and permeability characteristics of chitosan films. *Food Hydrocolloids*, 21(7), 1113-1122.
- [24] Riaz, A., Lei, S., Akhtar, H. M. S., Wan, P., Chen, D., Jabbar, S., ... & Zeng, X. (2018). Preparation and characterization of chitosan-based antimicrobial active food packaging film incorporated with apple peel polyphenols. *International Journal of Biological Macromolecules*, 114, 547-555.
- [25] Ghanbarzadeh, B., Almasi, H., & Entezami, A. A. (2011). Improving the barrier and mechanical properties of corn starch-based edible films: Effect of citric acid and carboxymethyl cellulose. *Industrial Crops and Products*, 33(1), 229-235.
- [26] Hosseini, S. F., Rezaei, M., Zandi, M., & Ghavi, F. F. (2013). Preparation and functional properties of fish gelatin-chitosan blend edible films. *Food Chemistry*, 136(3-4), 1490-1495.
- [27] Jouki, M., Yazdi, F. T., Mortazavi, S. A., & Koocheki, A. (2013). Physical, barrier and antioxidant properties of a novel plasticized edible film from quince seed mucilage. *International Journal of Biological Macromolecules*, 62, 500-507.
- [28] Hazirah, M. N., Isa, M. I. N., & Sarbon, N. M. (2016). Effect of xanthan gum on the physical and mechanical properties of gelatin-carboxymethyl cellulose film blends. *Food Packaging and Shelf Life*, 9, 55-63.
- [29] Khezerlou, A., Ehsani, A., Tabibiazar, M., & Moghaddas Kia, E. (2019). Development and characterization of a Persian gum-sodium caseinate biocomposite film accompanied by *Zingiber officinale* extract. *Journal of Applied Polymer Science*, 136(12), 47215.
- [30] Hu, D., Wang, H., & Wang, L. (2016). Physical properties and antibacterial activity of quaternized chitosan/carboxymethyl cellulose blend films. *LWT-Food Science and Technology*, 65, 398-405.
- [31] Ebrahimzadeh, S., Ghanbarzadeh, B., & Hamishehkar, H. (2016). Physical properties of carboxymethyl cellulose based nanobiocomposites with Graphene nano-platelets. *International Journal of Biological Macromolecules*, 84, 16-23.
- of saponin from *Acanthophyllum glandulosum* root-Physico-chemical characteristics and antibacterial activity evaluation. *Biotechnology Reports*, 27, e00507.
- [15] Hashtjin, A. M., & Abbasi, S. (2015). Nano-emulsification of orange peel essential oil using sonication and native gums. *Food Hydrocolloids*, 44, 40-48.
- [16] van Riel, N. A. (2006). Dynamic modelling and analysis of biochemical networks: mechanism-based models and model-based experiments. *Briefings in bioinformatics*, 7(4), 364-374.
- [17] Eshagh, S., Abbaspour-Fard, M. H., Hosseini, F., & Tabasizadeh, M. (2020). Effect of Zinc Oxide Nanoparticles on Mechanical, Thermal and Biodegradability of Gelatin-Based Biocomposite Properties Films. *IRANIAN JOURNAL OF POLYMER SCIENCE AND TECHNOLOGY (PERSIAN)*, [online], 32(5), 411-426.
- [18] Azarifar, M., Ghanbarzadeh, B., Khiabani, M. S., Basti, A. A., Abdulkhani, A., Noshirvani, N., & Hosseini, M. (2019). The optimization of gelatin-CMC based active films containing chitin nanofiber and *Trachyspermum ammi* essential oil by response surface methodology. *Carbohydrate Polymers*, 208, 457-468.
- [19] Ojagh, S. M., Rezaei, M., Razavi, S. H., & Hosseini, S. M. H. (2010). Effect of chitosan coatings enriched with cinnamon oil on the quality of refrigerated rainbow trout. *Food Chemistry*, 120(1), 193-198.
- [20] Carneiro-da-Cunha, M. G., Cerqueira, M. A., Souza, B. W., Souza, M. P., Teixeira, J. A., & Vicente, A. A. (2009). Physical properties of edible coatings and films made with a polysaccharide from *Anacardium occidentale* L. *Journal of Food Engineering*, 95(3), 379-385.
- [21] Akhtar, H. M. S., Riaz, A., Hamed, Y. S., Abidin, M., Chen, G., Wan, P., & Zeng, X. (2018). Production and characterization of CMC-based antioxidant and antimicrobial films enriched with chickpea hull polysaccharides. *International Journal of Biological Macromolecules*, 118, 469-477.
- [22] Sánchez-González, L., Cháfer, M., Chiralt, A., & González-Martínez, C. (2010). Physical properties of edible chitosan films containing bergamot essential oil and their inhibitory action on *Penicillium italicum*. *Carbohydrate Polymers*,



## Optimization of biodegradable film production containing aqueous extract of Chubak root and nanoemulsion of rosemary essential oil based on gelatin by response surface methodology

Shahidi, F. <sup>1\*</sup>, Maleki, M. <sup>2</sup>, Roshanak, S. <sup>3</sup>, Alizade Sani, M. <sup>4</sup>

1. Professor, Department of Food Science & Technology, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.
2. Ph.D, Department of Food Hygiene and Aquaculture, Faculty of Veterinary Medicine, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.
3. Ph.D, student, Department of Food Science & Technology, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.
4. Ph.D, student, Student's Scientific Research Center, Department of Food Safety and Hygiene, School of Public Health, Tehran University of Medical Sciences, Tehran, Iran.

### ARTICLE INFO

### ABSTRACT

#### Article History:

Received 2021/05/30  
Accepted 2021/08/30

#### Keywords:

Biodegradable Films,  
Chubak,  
Rosemary Essential Oil.

**DOI: 10.52547/fsct.18.119.85**

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

In this study, different concentrations of aqueous extract of Chubak root (at levels of zero, 0.5, 1, 1.5, and 2%) with different concentrations of rosemary essential oil nanoemulsion (zero, 0.5, 1, 1.5, and 2%) was used to optimize the production of biodegradable gelatin-based film. Test responses were statistically significant for all fitted regression models at 99% confidence level. To optimize film production, maximum transparency, contact angle, tensile strength, Elongation at Brake to the point of rupture and minimum solubility, swelling and vapor permeability were evaluating. After fitting the models, the results showed that the effect of aqueous extract of Chubak root and rosemary essential oil nanoemulsion on all responses was significant ( $P < 0.05$ ). Increasing the aqueous extract of Chubak root and nanoemulsion of rosemary essential oil increased the thickness, contact angle and Elongation at Brake to the point of rupture and decreased moisture content, vapor permeability, transparency, solubility, tensile strength and swelling. Based on the results of model prediction and comparison with experimental values, aqueous extract of Chubak root at a concentration of 2% and nanoemulsion of rosemary essential oil with a concentration of 0.77% were obtained as optimal values.