

ارزیابی فاکتورهای موثر بر خواص مکانیکی، کدورت و نفوذ پذیری نسبت به بخار آب فیلم های خوراکی بر پایه صمغ تراگاکانت با استفاده از روش پاسخ سطح

مریم رضائی تقی آبادی^۱، ندا مفتون آزاد^{۲*}، فوژان بدیعی^۳، سید ابراهیم حسینی^۱

۱- دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم تحقیقات

۲- مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی فارس، بخش تحقیقات فنی و مهندسی کشاورزی

۳- موسسه تحقیقات فنی و مهندسی کشاورزی

(تاریخ دریافت: ۸۹/۸/۱۶ تاریخ پذیرش: ۹۰/۶/۵)

چکیده

فرمولاسیون امولسیون پوشش/فیلم های خوراکی با استفاده از صمغ کتیرا (تراگاکانت) بعنوان ماده اصلی تشکیل دهنده فیلم صورت گرفت. برخی آزمایشات برای تعیین غلظت صمغ کتیرا (تراگاکانت)، لیپید و ماده نرم کننده در فیلم انجام شد و اثرات غلظت های مختلف صمغ کتیرا (۰،۶۵، ۱، ۱،۵، ۲، ۲،۳۵، ۳،۵ گرم کتیرا/گرم آب مقطر)، روغن کانولا (۲۳، ۳۰، ۴۰، ۵۰، ۵۸ درصد وزن خشک صمغ کتیرا) و گلیسرول (۳۳، ۴۰، ۵۰، ۶۰، ۶۷ درصد وزن خشک صمغ کتیرا) بر قابلیت نفوذ پذیری نسبت به بخار آب، ویژگی های مکانیکی و کدورت فیلم ها با استفاده از روش پاسخ سطح ارزیابی شد. قابلیت نفوذ پذیری نسبت به بخار آب در محدوده $10^{-11} \text{ g m}^{-1} \text{ s}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$ (۲/۰۵-۳۶) مشاهده شد و با افزایش غلظت گلیسرول و صمغ افزایش و با افزایش غلظت روغن کاهش یافت. تحت تاثیر ترکیبات فیلم محدوده وسیعی از مقدار مقاومت کششی (۷/۱۵-۶۵ مگا پاسکال) و درصد افزایش طول در نقطه پاره شدن (۷/۸-۱/۹۹) مشاهده شد. افزایش محتوی صمغ تراگاکانت و کاهش غلظت گلیسرول باعث افزایش مقاومت کششی شد در حالیکه افزایش طول در نقطه پاره شدن با افزایش غلظت صمغ تراگاکانت و گلیسرول افزایش داشت و با افزایش غلظت روغن کاهش داشت. روغن مهمترین فاکتور موثر بر کدورت بود و با افزایش غلظت روغن کدورت افزایش یافت. مدل های موجود برای نفوذ پذیری بخار آب، مقاومت کششی، درصد افزایش طول، و کدورت دارای مقدار R^2 بالا به ترتیب (۰/۹۸۳-۰/۹۵۲-۰/۸۲۴ و ۰/۹۴) بود.

کلید واژگان: کتیرا، خواص مکانیکی، نفوذ پذیری به بخار آب، کدورت، روش پاسخ سطح

* مسئول مکاتبات: neda.maftoonazad@farsagres.ir

۱- مقدمه

فیلم های خوراکی بصورت لایه های نازک از مواد خوراکی هستند که پس از تولید بر روی مواد غذایی یا بین اجزاء آن ها قرار می گیرند [۱].

ترکیبات اصلی آن ها پلیمر های طبیعی موجود (لیپیدها، پروتئین ها و پلی ساکاریدها) هستند. خواص کاربردی، ارگانولپتیکی، تغذیه ای و مکانیکی یک فیلم خوراکی با اضافه کردن ترکیبات شیمیایی مختلف در مقادیر کم بهبود می یابد. اکثر این فیلم ها به منظور ممانعت از انتقال رطوبت و اکسیژن، حفظ مواد معطر، ترکیبات طعم دهنده و یا روغن ها به کار می روند تا کیفیت و زمان ماندگاری مواد غذایی افزایش یابد. اثر محافظتی فیلم های خوراکی با اضافه کردن مواد ضد میکروبی و آنتی اکسیدان ها افزایش می یابد. از مزایای دیگر فیلم های خوراکی جابجایی آسانتر، بهبود کیفیت، افزایش عمر ماندگاری، قابلیت زیست تخریب پذیری، سهولت دسترسی و هزینه کم مواد بسته بندی است. از سوی دیگر کاهش مواد باقیمانده، منابع قابل بازیافت و ضایعات از طریق چرخه زیست - محیطی عامل جایگزینی موفقیت آمیز فیلم ها و پوشش های خوراکی به جای مواد بسته بندی پلیمری مصنوعی بوده است تمامی این عوامل اساس بررسی های انجام شده توسط محققین مختلف در زمینه خواص محافظتی، مکانیکی و حسی انواع فیلم ها و پوشش های خوراکی در سه دهه اخیر می باشد. [۲].

کتیرا، صمغ تراگاکانت (*Gum Tragacanth*) پلیمری طبیعی است که از ترشح گیاهان نوع *Astragalus* از خانواده *Leguminosa* بدست می آید. این صمغ رنگ سفید متمایل به زرد داشته و بدون بو و نیمه شفاف و دارای بافت سخت می باشد. در آب محلول است. قابلیت تورم صمغ تراگاکانت در آب برای ایجاد قوام، امولسیون کنندگی و ویسکوزیته از اهمیت ویژه ای برخوردار است. [۳].

محدوده pH صمغ تراگاکانت ۵-۶ است. صمغ تراگاکانت در مقابل سایر صمغ ها، در محدوده وسیعی از pH های اسیدی پایدار است. حتی در pH های بسیار پائین حدود ۲ نیز ژل صمغ تراگاکانت نسبتاً پایدار است. از این رو در صنایع غذایی که ویسکوزیته پایدار و نسبتاً پایین نیاز است از آن استفاده می شود [۴].

انواع مختلفی از ترکیبات لیپیدی به عنوان پوشش های محافظ به کار برده شده اند که از این دسته می توان به منوگلیسریدها،

منوگلیسرید های استیله، واکس ها، موم عسل، واکس کارنوبا، واکس کاندلیلا، تری گلیسرید ها، اسید های چرب، الکل های چرب و رزین ها اشاره نمود. لیپیدها با دارا بودن خصوصیات آب گریزی، چسبندگی و انعطاف پذیری و ساختار کریستالی محکم؛ نفوذ ناپذیری بسیار خوب به رطوبت دارند و به طور طبیعی مانع عبور ملکول های بخار آب می شوند [۵].

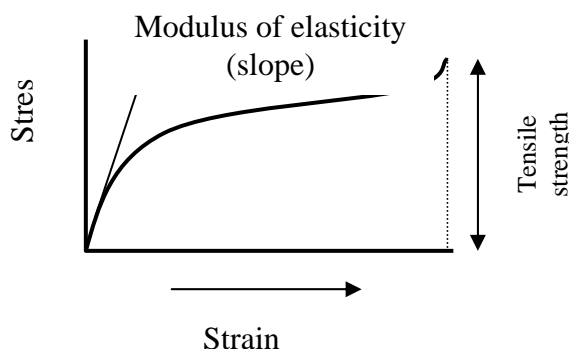
نرم کننده اساساً بعنوان یک ماده غیر فرار، با نقطه جوش بالا و جدایی ناپذیر بوده، که به مواد دیگر اضافه می شود و ویژگی های مکانیکی و یا فیزیکی آن ماده را تغییر می دهد. پلی اول هایمانند سوربیتول و گلیسرول بدلیل توانایی در کاهش باند های هیدروژنی داخلی و افزایش فضای بین مولکولی نرم کننده های موثری هستند [۵].

با در نظر گرفتن اینکه صمغ کتیرا (تراگاکانت)، خاص مناطقی در خاور میانه چون ایران است و با توجه به روند افزایشی در استفاده از فرآورده های این صمغ در صنایع غذایی، دارویی و آرایشی مطالعه بر روش های مختلف استفاده از کتیرا ضروری به نظر می رسد. یکی از موارد استفاده از هیدروکلوریدها تولید فیلم خوراکی می باشد که با توجه به کاربرد موثر این فیلم ها /پوشش ها در صنایع غذایی و دارویی این تحقیق برای اولین بار در کشور به منظور فرمولاسیون و تولید پوشش های خوراکی بر پایه صمغ تراگاکانت (کتیرا) انجام گرفته است. بنابراین هدف از انجام این مطالعه درک بهتر کنش اجزا تشکیل دهنده فیلم بر خصوصیات عملگرایی فیلم و نیز تجزیه و تحلیل اثرات پکتین، گلیسرول و روغن بر نفوذ پذیری فیلم نسبت به بخار آب، خصوصیات مکانیکی و کدورت فیلم بود. از آن جایی که تعداد زیادی فرمولاسیون با استفاده از طرح مرکب مرکزی چرخش پذیر و نیز روش سطح پاسخ طراحی شده است امکان استفاده از فیلم برای موارد کاربردی بخصوص نیز وجود دارد.

۲- مواد و روش ها

۲-۱- مواد

صمغ کتیرای مفتولی از گونه *Gumifier* (شهرستان اقلید، استان فارس، ایران) خریداری شد. غلظت های مختلف صمغ کتیرا بعد از دهیدراته کردن در آب مقطر به مدت ۱۸ ساعت در دمای ۲۰ درجه سانتی گراد به مدت ۴ دقیقه با بالاترین دور مخلوط شد و سپس، گلیسرول (کیمیا دارو، تهران، ایران) و



شکل ۱ نمایش تغییرات کشش - تنش

۲-۳- اندازه گیری میزان کدورت

با استفاده از روش استاندارد اصلاح شده (۷) میزان کدورت فیلم ها اندازه گیری شد. در این روش فیلم به شکل مستطیل برش داده شد و درون سلول اسپکتوفتومتر (Novaspec II, Biochrom Ltd, Cambridge, England) طیف جذب برای هر نمونه در محدوده طول موج جذبی (۸۰۰nm-۴۰۰) برای هر نمونه ثبت شد و میزان کدورت بر اساس محاسبه سطح زیر منحنی با استفاده از تکنیک انتگرال گیری بدست آمد و بصورت واحد جذب بر حسب نانومتر با واحد (AU.nm) بیان گردید.

۲-۴- اندازه گیری میزان نفوذ بخار آب

با استفاده از روش استاندارد ASTM-E96-80 [۸] میزان نفوذ پذیری فیلم ها به بخار آب تعیین شد. در این روش فنجانک های نفوذ ناپذیر شیشه ای که از قبل با محلول اشباع نیترات منیزیم برای حفظ رطوبت نسبی ۵۳٪ در زیر فیلم پر شده بودند، توسط فیلم پوشانده شد و با گریس محکم گردید، فنجانک های مذکور در دسیکاتور حاوی کلرید کلسیم بدون آب (Merck - ساخت آلمان) برای ایجاد رطوبت نسبی ۱۰٪ است قرار داده شد و سپس در داخل انکوباتوری با دمای ۲۵ درجه سانتی گراد قرار داده شد و فنجانک ها در فواصل زمانی مشخص از دسیکاتور خارج و با ترازوی دیجیتال percisa (300C-100M-Swiss) وزن شدند. تغییر وزن در طول زمان بصورت منحنی رگرسیون خطی مورد بررسی قرار گرفت و تغییرات وزن بعنوان متغیر وابسته، و زمان (متغیر مستقل) رسم شد. با تقسیم شیب منحنی رگرسیون بر سطحی از فیلم که بخار از آن عبور می کند آهنگ عبور بخار

روغن مایع کانولا (آفتاب، بهشهر، ایران) و (۳۰ درصد وزن خشک روغن) لستین (serva، نیویورک، آمریکا) اضافه گردید و در بالاترین سرعت به مدت ۱ دقیقه مخلوط گردید. حباب های موجود در محلول ها با قرار دادن ظرف ها در آون تحت خلاء مدل (Vision, 1202 v5، فوشان، کره) از امولسیون خارج شد. فیلم ها با پخش کردن امولسیون ها روی سطح صاف از جنس پلی اتیلن تهیه شدند. امولسیون های پخش شده به مدت ۱۸ ساعت در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد و در رطوبت نسبی ۴۰ درصد خشک شدند. تمام فیلم های آماده شده در رطوبت نسبی ۵۳٪ با استفاده از محلول اشباع نیترات منیزیم (سیگما، نیوجرسی، آمریکا) در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد به مدت ۷۲ ساعت جهت انجام آزمایش ها متعادل گردیدند. ضخامت فیلم ها توسط دستگاه میکرومتر (Mitutoyo Corp., Morton Grove, IL) در چند نقطه از فیلم ها قبل از انجام آزمایش ها تعیین گردید. ضخامت متوسط فیلم ها بعد از خشک شدن حدود ۰/۰۵ میلی متر بود.

۲-۲- بررسی خواص مکانیکی

خواص مکانیکی فیلم های خوراکی و زیست تخریب پذیر نیز یکی از ارکان مهم جهت انتخاب و بکارگیری آن ها برای مصارف بسته بندی می باشد و به اندازه خواص بازدارندگی آن ها با اهمیت می باشد. معمولاً فیلمی از نظر مکانیکی مطلوب است که در عین حال که مقاومت مکانیکی آن بالا باشد، کشش پذیری و انعطاف پذیری آن نیز بالا بوده و ترد و شکننده نباشد. برای انجام آزمون کشش از دستگاه اینسترون (Sms. Surey.UK, TA X2i Instruments) استفاده شد. نمونه ها به مدت ۷۲ ساعت در دسیکاتور با رطوبت نسبی ۵۳٪ در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد نگهداری شدند نمونه های مورد آزمون بوسیله تیغ به شکل مستطیل برش داده شدند، فاصله بین دو فک دستگاه در ابتدای آزمون ۱۲/۷۹ mm تنظیم شد [۶] ویژگی های مکانیکی فیلم با استفاده از منحنی کشش - تنش اندازه گیری گردید. ماکزیم نیرویی که برای پاره شدن فیلم استفاده شده مقاومت کششی فیلم وحداکثر طولی که فیلم در آن پاره می شود درصد افزایش طول فیلم می باشد (شکل ۱).

۲-۶- تجزیه و تحلیل داده ها

داده ها به منظور برازش معادله زیر (۲) با هریک از متغیرهای وابسته (Y) آنالیز شدند:

که در آن b_n ضرایب رگرسیونی ثابت و X_1, X_2 و X متغیرهای مستقل کدگذاری شده بودند. آنالیز واریانس و محاسبه ضرایب رگرسیونی با استفاده از نرم افزار Microsoft Excel صورت گرفت. نرم افزار SAS [۹] نیز برای انجام دستور کار Stepwise و ساده سازی مدل ها بکار گرفته شد. گراف های سطحی سه بعدی نیز با استفاده از نرم افزار Sigma Plot [۱۰] رسم شدند. جدول ۲، سطوح واقعی و کدگذاری شده فاکتورها و نیز مقادیر پاسخ ها را نشان می دهد.

۲-۷- مدل پیشرفته

داده های حاصل از آزمایش با معادله ۳ برازش داده شد که نتایج آن در جدول ۱ ارائه گردیده است. چهار معادله بدست آمد و جدول (۲) خلاصه نتایج آنالیز واریانس را برای همه متغیرها نشان می دهد. معادلات ۳ تا ۶ مدل های نفوذ پذیری نسبت به بخار آب (WVP)، افزایش طول در نقطه شکست (EB)، مقاومت کششی (TS) و کدورت (OP) را نشان می دهند.

$$WVP = 14.38 \cdot 10^{-11} + 2.8 \cdot T + 7.68 \cdot G - 1.45 \cdot O + 0.988 \cdot T^2 + 1.99 \cdot G^2 + 2.19 \cdot O^2 \quad (۳)$$

$$TS = 2.64 + 1.35 \cdot T - 0.399 \cdot G - 0.481 \cdot O + 0.624 \cdot T^2$$

$$EB = 4.13 + 0.610 \cdot T + 1.42G - 0.237 \cdot O + 0.176 \cdot T^2 + 0.255G^2 \quad (۵)$$

$$OP = 286 + 49.46T - 6.44G - 6.80O - 16.6T^2$$

(۶)

آب (Water Vapour Transmission Rate) بدست آمد. با تقسیم آهنگ عبور بخار آب بر اختلاف فشار در دو طرف فیلم میزان نفوذ فیلم (Permeance) بدست آمد. حاصلضرب میزان نفوذ در ضخامت فیلم میزان نفوذ پذیری فیلم به بخار آب (Water Vapour Permeability) را نشان داد.

۲-۵- طرح آزمایشی

در این تحقیق از طرح کاهش یافته فاکتوریل، در سه سطح جهت ارزیابی اثرات اصلی و متقابل فاکتور ها استفاده شد. طرح آزمایشی مذکور یک طرح مرکب مرکزی بود که در آن سه فاکتور مستقل در پنج سطح انتخاب گردید. سه فاکتور مستقل عبارت از غلظت صمغ کتیرا (T)، غلظت گلیسرول (G) و غلظت روغن (O) در امولسیون تشکیل دهنده فیلم می باشد. متغیرهای مستقل بصورت $1/68$ - (کمترین سطح)، 1 ، 0 (سطح میانی)، 1 و $1/68$ (بالاترین سطح) کدگذاری شدند. مقادیر واقعی که از آزمایشات اولیه بدست آمده بودند، مقادیر کدگذاری شده هر سه متغیر مستقل و پاسخ های مربوط به مقادیر وابسته در جدول ۱ نشان داده شده است. ارتباط بین مقادیر کدگذاری شده و مقادیر واقعی با استفاده از فرمول زیر (برای متغیر X) تعیین گردید.

$$Z = (X - X^0) / \Delta X \quad (\text{معادله ۱})$$

که در آن Z مقدار کدگذاری شده برای متغیر، X مقدار واقعی، X^0 مقدار واقعی در سطح مرکزی و ΔX مقدار متناسب با ۱ واحد Z بود. طرح کامل شامل ۱۲ نقطه آزمایشی بود که سطح مرکزی آن جهت تخمین میزان خطای آزمایش و پیش بینی عدم برازش مدل ها ۶ بار تکرار شد. متغیرهای وابسته عبارت از نفوذ پذیری به بخار آب (WVP)، مقاومت کششی (TS)، افزایش طول در نقطه شکست (EB) و کدورت (OP) بودند.

نتایج برای مقایسه مقدار آزمایشی و مقادیر پیش بینی شده تجزیه و تحلیل شدند.

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{12} X_1 X_2 + b_{13} X_1 X_3 + b_{23} X_2 X_3 + b_{11} X_{12} + b_{22} X_{22} + b_{33} X_{32} + b_{123} X_1 X_2 X_3 \quad (\text{معادله ۲})$$

جدول ۱ طرح آزمایشی سه متغیر مستقل در ۵ سطح در قالب یک طرح مرکب مرکزی چرخش پذیر

متغیر های وابسته** (کد و واحد)				متغیر های مستقل*			ردیف
Y ₁ WVP	Y ₂ TS	Y ₃ EB	Y ₄ OP	X ₁ (T)	X ₂ (G)	X ₃ (O)	
۹/۵۵	۲/۱۳	۲/۹۹	۱۸۵	۱ (-۱)	۴۰ (-۱)	۳۰ (-۱)	۱
۸/۴۵	۱/۴۵	۲/۷۴	۳۰۱	۱ (-۱)	۶۰ (۱)	۳۰ (-۱)	۲
۲۳/۲	۲/۴۳	۴/۸۵	۱۹۰	۱ (-۱)	۴۰ (-۱)	۵۰ (۱)	۳
۱۹/۵	۱/۳۲	۴/۶۹	۳۰۳	۱ (-۱)	۶۰ (۱)	۵۰ (۱)	۴
۱۶/۲	۵/۴۹	۳/۳۵	۱۹۶	۲ (۱)	۴۰ (-۱)	۳۰ (-۱)	۵
۱۲/۵	۳/۶۲	۳/۱۹	۳۰۱	۲ (۱)	۶۰ (۱)	۳۰ (-۱)	۶
۳۲/۷	۵/۳۱	۶/۰۵	۱۹۵	۲ (۱)	۴۰ (-۱)	۵۰ (۱)	۷
۲۸/۳	۴/۴	۵/۹۵	۳۰۳	۲ (۱)	۶۰ (۱)	۵۰ (۱)	۸
۲۳/۵	۳/۰۹	۴/۷۱	۱۸۵	۱/۵ (۰)	۳۳ (-۱/۶۸)	۴۰ (۰)	۹
۲/۰۵	۲/۸۲	۳/۳۳	۳۲۰	۱/۵ (۰)	۶۷ (۱/۶۸)	۴۰ (۰)	۱۰
۱۴/۳	۱/۴۷	۲/۳۵	۲۸۰	۰/۶۵ (-۱/۶۸)	۵۰ (۰)	۴۰ (۰)	۱۱
۱۴/۳	۲/۴۷	۲/۱۳	۳۰۲	۰/۶۵ (-۱/۶۸)	۶۰ (۱)	۴۰ (۰)	۱۲
۳۶	۰/۶۷۲	۷/۸	۲۸۰	۱/۵ (۰)	۴۰ (-۱)	۵۸ (۱/۶۸)	۱۳
۳۳	۰/۶۵	۵/۰۷	۳۰۲	۱/۵ (۰)	۶۰ (۱)	۵۸ (۱/۶۸)	۱۴
۲۲/۳	۷/۱۵	۴/۹۱	۲۸۱	۲/۳۵ (۱/۶۸)	۵۰ (۰)	۴۰ (۰)	۱۵
۲۱/۳	۵/۵۲	۴/۶۱	۳۰۳	۲/۳۵ (۱/۶۸)	۶۰ (۱)	۴۰ (۰)	۱۶
۸/۰۸	۴/۳۹	۲/۰۳	۲۸۰	۱/۵ (۰)	۵۰ (۰)	۲۳ (-۱/۶۸)	۱۷
۶/۶۲	۱/۹۷	۱/۹۹	۳۰۰	۱/۵ (۰)	۶۰ (۱)	۲۳ (-۱/۶۸)	۱۸
۱۵	۲/۹۴	۴/۳۴	۲۸۵	۱/۵ (۰)	۵۰ (۰)	۴۰ (۰)	۱۹*** (x۶)

* X₁ غلظت صمغ کتیرا (گرم کتیرا/گرم آب مقطر)، X₂ غلظت گلیسرول (درصد وزن خشک کتیرا) و X₃ غلظت لیپید (درصد وزن خشک کتیرا)

** Y₁ نفوذپذیری بخار آب، $10^{-11} (g\ m^{-1}\ s^{-1}\ Pa^{-1})$ ، Y₂ مقاومت کششی (MPa)، Y₃ افزایش طول در نقطه شکست (%)، Y₄ کدورت (AU.nm).

*** (x۶): ۶ تکرار

جدول ۲ ضریب رگرسیون و آنالیز واریانس برای پاسخ های مربوط به متغیر ها.

کدورت	درصد افزایش طول	مقاومت کششی	نفوذ پذیری نسبت به بخار آب	ضریب
۲۸۶***	۴/۱۷***	۰/۲۸۸***	۱۴/۴***	b ₀
				خطی
۱/۴۹	۰/۵۸۸***	۱/۴۴***	۲/۹۹***	b ₁
۰/۵۸۸	۱/۴۱***	-۰/۴۱۲**	۷/۷۴***	b ₂
۴۹/۳***	-۰/۲۳۳**	-۰/۴۳۴**	-۱/۴۵***	b ₃
				اثر متقابل
-۰/۷۵	۰/۲۰۶	۰/۰۵۴	۰/۹۸۵	b ₁₂
-۱/۶۷	۰/۰۷۹	-۰/۲۹۳	-۰/۶۱۱	b ₁₃
۰/۰۰۲	۰/۰۵۱	۰/۰۴۷	-۰/۱۹۰	b ₂₃
				درجه دو
-۶/۴۴	-۰/۱۷۸***	۰/۵۴۳***	۰/۹۸۹***	b ₁₁
-۶/۸۰**	۰/۲۵۳***	-۰/۲۴۸	۲/۱۹***	b ₂₂
-۱۶/۶**	-۰/۰۴۸	-۰/۰۰۵	۰/۲۳۷***	b ₃₃
۰/۷۵***	-۰/۰۰۳	۰/۱۷۴	۰/۲۳۷	b ₁₂₃
۰/۹۴۰	۰/۹۵۲	۰/۸۲۴	۰/۹۸۳	R ²
۷۴/۴	۷۲/۰۳	۲۲/۱	۸۱/۰	F
NS	NS	NS	NS	عدم برازش

NS : عدم وجود اختلاف معنی دار

*** بسیار معنی دار (P<0.01)

** معنی دار (P<0.05)

۳- بحث و نتایج

۳-۱- خواص مکانیکی فیلم های بر پایه صمغ

کتیرا (تراگاکانت)

ویژگی های مواد بسته بندی بستگی به کاربرد های آن دارد. بطور کلی فیلم خوراکی باید نسبت به فشارهایی که ضمن استفاده و حمل و نقل به آن وارد می شود مقاوم باشد تا استحکام و همچنین ویژگی های مانعیت کنندگی خود را حفظ کند [۱۱] ماتریس سه بعدی ساخته شده از مولکول های پلی ساکارید تعیین کننده ویژگی های مکانیکی فیلم است. واکنش بین پلی ساکارید و مولکول های کوچکی مانند آب، نرم کننده، لیپیدها و سایر افزودنی های پراکنده در فضای ماتریس نیز در رفتارهای مکانیکی فیلم ها موثر می باشد. استحکام یک فیلم سبب می شود که فیلم از عیوب

مختلفی مانند وجود سوراخ های ریز که به خواص مانعیت کنندگی فیلم آسیب می زند عاری باشد. پوشش خوراکی همچنین می تواند آسیب های وارد به مواد غذایی را طی حمل و جابجایی کاهش دهد [۱۲]. مقاومت کششی، حداکثر کششی که فیلم تحمل میکند تا پاره شود (TS) و کشیدگی یا افزایش طول در نقطه شکست (EB)، درصد افزایش طول نمونه در زمان پاره شدن است [۱۳]. ضریب الاستیسیته (EM) نیز نشان دهنده سختی فیلم است [۱۲] ویژگی های مکانیکی فیلم بستگی به شرایط تولید فیلم دارد (جدول ۱). محدوده وسیعی از مقدار TS ۷/۱۵-۰/۶۵ MPa و برای افزایش طول در نقطه پاره شدن (EB) از ۷/۸٪-۱/۹۹٪ را نشان می دهد. مقاومت کششی فیلم بر پایه صمغ کتیرا تحت تاثیر اثرات خطی غلظت صمغ کتیرا گلیسرول و اثر متقابل صمغ کتیرا، گلیسرول و روغن بود (جدول ۲). با

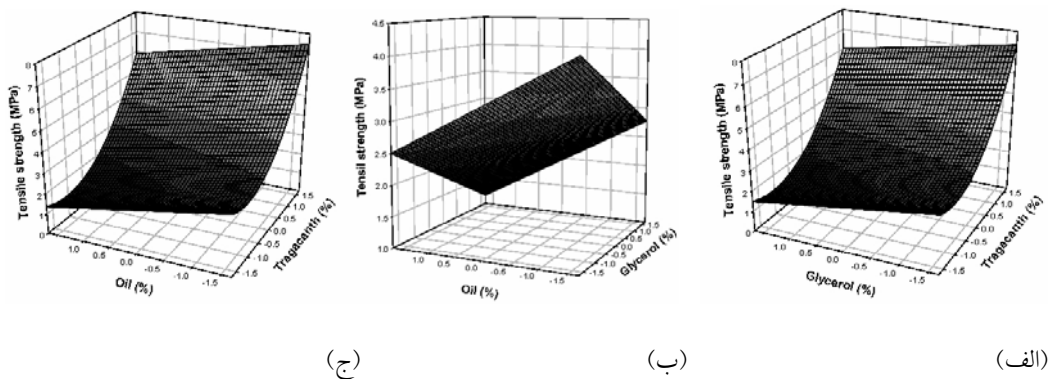
افزایش غلظت صمغ کتیرا با افزایش و توزیع ناهمگن گلبول های لیپیدی بزرگتر درون فیلم طی خشک شدن کاهش می یابد. کشش پذیری بالای فیلم، همیشه یک مشخصه مطلوب است که با درصد بالای افزایش طول در زمان پاره شدن (EB) مشخص می شود، افزایش طول در زمان پاره شدن فیلم های بر پایه صمغ کتیرا بصورت خطی تحت تاثیر غلظت صمغ کتیرا و گلیسرول ولپید و اثر درجه دوم صمغ کتیرا و گلیسرول قرار داشت (جدول ۲) فیلم های صمغ کتیرا افزایش در EB را با افزایش غلظت صمغ کتیرا نشان دادند (شکل های ۳ الف و ب)، همچنین افزایش در محتوی مولکول گلیسرول EB را افزایش می دهد (شکل های ۳ الف و ج). این صفت نیز در ارتباط با جایگزینی باند هیدروژنی کتیرا - کتیرا با کتیرا - گلیسرول است که باعث افزایش حرکات زنجیره ها و کشش پذیری فیلم میشود. بنابراین میتوان انتظار داشت اغلب فیلم های کشش پذیر در غلظت های بالای گلیسرول (۶۷٪ بر پایه وزن خشک صمغ کتیرا) شکل گیرد و پایین ترین افزایش طول در زمان پاره شدن نیز در پایین ترین غلظت گلیسرول (۳۳٪ بر پایه وزن خشک صمغ کتیرا) مشاهده شد. افزایش میزان گلیسرول به بالاتر از ۷۰٪ فیلمی چسبناک و خیس تولید کرد، بعلاوه همانطور که در قبل اشاره شد افزایش در غلظت نرم کننده پایداری فیلم را کاهش می دهد.

۳-۲-۳- کدورت فیلم های بر پایه صمغ کتیرا (تراگانانت)

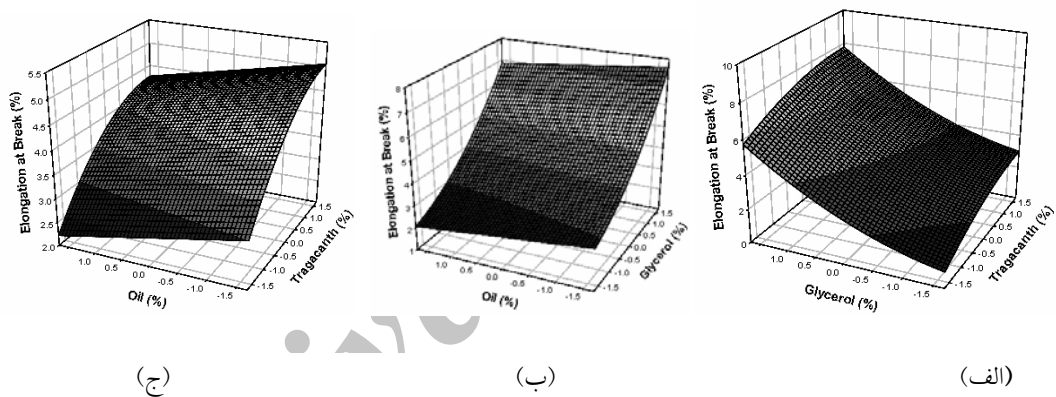
بررسی ویژگی های جذبی فیلم درک کاملتری از ساختار فیلم ارائه می دهد. زمانی که فیلم بعنوان پوشش سطحی استفاده می شود کدورت مورد مهمی خواهد بود، جدول ۲ فاکتورهای موثر بر کدورت فیلم را نشان میدهند. مهمترین فاکتور در ارتباط با کدورت فیلم غلظت لیپید است. کدورت فیلم تحت اثرات خطی غلظت لیپید و اثر درجه دوم لیپید و گلیسرول و اثرات متقابل سه متغییر هستند (شکل ۴، الف و ب)، انتظار میرود که بیشتر فیلم های شفاف در کمترین غلظت لیپید (۲۳٪ بر پایه وزن خشک صمغ کتیرا) تشکیل شوند. نتایج بدست آمده در بررسی فیلم های بر پایه پکتین توسط مفتون آزاد، راماسوامی و مارکوت [۶] نیز نشان داد که افزایش موم زنبور عسل باعث افزایش کدورت فیلم ها گردیده است.

افزایش غلظت صمغ کتیرا مقاومت کششی در فیلم های صمغ کتیرا افزایش یافت شکل های (۱ الف و ب). دلیل اینکه چرا صمغ کتیرا اثر معنی دار تری نسبت به لیپید نشان می دهد این است که ماتریس تشکیل دهنده فیلم صمغ کتیرا سهم بیشتری نسبت به اجزاء پخش شده (لیپید) در مقاومت مکانیکی فیلم دارد. طی خشک شدن امولسیون فیلم حاوی غلظت بالای صمغ کتیرا بخار آب از شبکه پلی ساکاریدی خارج میشود، که در نتیجه مجاورت زنجیره های صمغ کتیرا راحت تر بوده و بنابراین شکل گیری ماتریس متراکم آسان تر می شود. انتظار میرود در غلظت بالای صمغ کتیرا (۲ گرم/۱۰۰ میلی لیتر) و غلظت پایین گلیسرول (۳۳٪ بر پایه وزن خشک صمغ کتیرا) فیلم با پایداری بیشتر شکل بگیرد (شکل ۲ الف). در حقیقت با افزایش محتوی گلیسرول، مقاومت کششی فیلم کاهش می یابد. ضعیف ترین فیلم در پایین ترین غلظت صمغ کتیرا (۶۵٪ گرم / ۱۰۰ میلی لیتر) و بالاترین محتوی گلیسرول (۶۷٪ بر پایه وزن صمغ کتیرا) تشکیل شد.

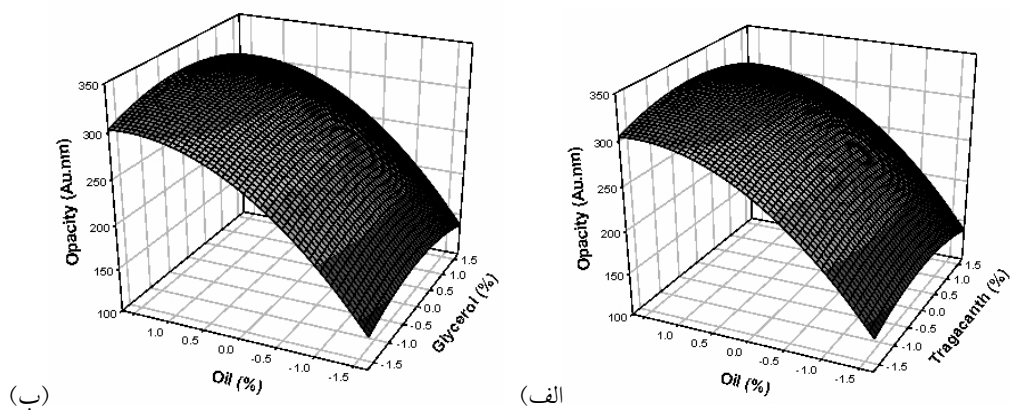
تعداد زیاد گروه های هیدروکسیل در مولکول های صمغ کتیرا مسئول ایجاد پیوند های بیشمار هیدروژنی بین زنجیره های مولکولی صمغ کتیرا است و واکنش های وسیع بین زنجیره ای به مقاومت مکانیکی بالای آن کمک میکند. قرار گرفتن مولکول های گلیسرول در شبکه فیلم صمغ کتیرا احتمالاً سبب توسعه باند های هیدروژنی گلیسرول-کتیرا بجای برخی باند های هیدروژنی کتیرا - کتیرا میگردد و در نتیجه واکنش های مستقیم بین زنجیره های مولکولی کاهش می یابد، و سبب افزایش تحرکات مولکولی می گردد و در نتیجه مقاومت مکانیکی فیلم کاهش می یابد [۱۴]. نتایج مشابه بوسیله گننارد، همکاران [۱۵] برای فیلم های گلو تن گندم، و مفتون آزاد و همکاران [۶] برای فیلم های پکتین حاوی سوربیتول مشاهده شد. با توجه به جدول ۲ لیپیدها اثر معنی داری بر مقاومت کششی دارند، (شکل های ۲ الف و ج) نیز نشان می دهند که افزایش مقدار لیپید در ساختار فیلم مقاومت کششی فیلم را به آرامی کاهش می دهد، این مسئله احتمالاً بعلاوه پیوستگی کمتر فیلم در نتیجه پراکندگی گلبول های لیپید درون فیلم است. دیفورت و ویلی [۲] نشان دادند که هر چه قطر گلبول لیپید کوچکتر و پخش یکنواخت آن ها درون ماتریس متیل سلولز بیشتر باشد مقاومت کششی و درصد افزایش طول بالاتر خواهد بود. از این رو مقاومت مکانیکی با افزایش مقدار لیپید در فیلم های بر پایه



شکل ۲ نمایش تاثیر (الف) تاثیر درصد گلیسرول و درصد غلظت صمغ کتیرا، (ب) تاثیر درصد روغن و درصد غلظت صمغ کتیرا و (ج) تاثیر درصد روغن و درصد گلیسرول بر مقاومت کششی فیلم خوراکی بر پایه صمغ کتیرا (تراگاکانت)



شکل ۳ نمایش تاثیر (الف) تاثیر درصد گلیسرول و درصد غلظت صمغ کتیرا، (ب) تاثیر درصد روغن و درصد غلظت صمغ کتیرا و (ج) تاثیر درصد روغن و درصد غلظت صمغ کتیرا بر افزایش طول در زمان پاره شدن فیلم خوراکی بر پایه صمغ کتیرا (تراگاکانت)



شکل ۴ نمایش تاثیر (الف) تاثیر درصد روغن و درصد غلظت صمغ کتیرا و (ب) تاثیر درصد روغن و درصد گلیسرول بر کدورت فیلم خوراکی بر پایه صمغ کتیرا (تراگاکانت)

۳-۳- قابلیت نفوذ پذیری فیلم های بر پایه

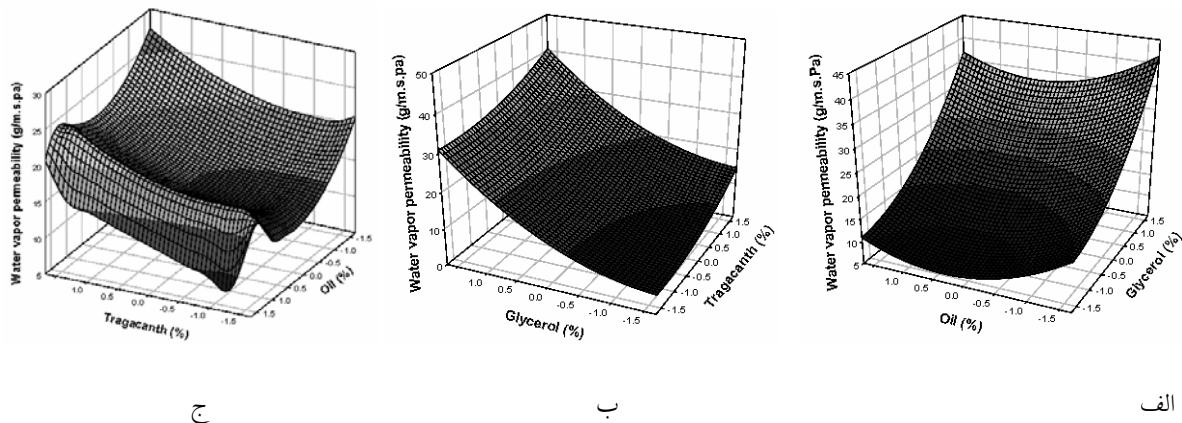
صمغ کتیرا (تراگاکانت) نسبت به بخار آب

یکی از عملکرد های اولیه فیلم یا پوشش خوراکی محدود کردن انتقال رطوبت بین ماده غذایی و محیط اطراف آن، یا بین دو جزء یک فرآورده غذایی ناهمگن است. از اینرو قابلیت نفوذ پذیری نسبت به بخار آب باید در کمترین میزان ممکن باشد [۱۱]. قابلیت نفوذ پذیری نسبت به بخار آب در فیلم های بر پایه صمغ کتیرا تحت تاثیر اثر خطی غلظت صمغ کتیرا، گلیسرول و لیپید (روغن کانولا) و همچنین اثرات درجه دوم کتیرا، گلیسرول و روغن کانولا بود (جدول ۲). همانطور که در (جدول ۱) مشاهده می شود کمترین نفوذ پذیری به بخار آب فیلم مربوط به ردیف ۱۰ و بیشترین آن در ردیف ۱۳ مشاهده میشود. نفوذپذیری فیلم به بخار با افزایش غلظت صمغ کتیرا افزایش یافت (شکل های ۵، الف و ج) این مسئله می تواند به دلیل حضور بالای گروه های هیدروکسیل موجود در صمغ کتیرا باشد، که سبب افزایش فعل و انفعال با آب می گردد و به انتقال بخار آب در ساختمان فیلم کمک میکند. بر اساس مطالعات هیگوشی و آگویار [۱۶] قابلیت نفوذ پذیری نسبت به بخار آب فیلم ها وابسته به تعداد گروه های قطبی پلیمر می باشد که باعث جذب مولکول های آب به سمت گروه های قطبی و در نتیجه باعث تسهیل انتقال آب میشود. جدول ۲ نشان می دهد که غلظت صمغ کتیرا، لیپید و گلیسرول فاکتورهای مهم و موثر در قابلیت نفوذ نسبت به بخار آب است. (شکل های ۵، الف و ب) نشان میدهند که قابلیت نفوذ پذیری نسبت به بخار آب با افزایش محتوای گلیسرول افزایش می یابد که با نتایج آزمایشات انجام شده بر فیلم های پرتوئین آب پنیر توسط گونتارد، گیلبرت و کیو [۱۱]، بر روی فیلم های ژلان توسط یانگ و پالسون [۱۴]، بر روی فیلم های نشاسته سیب زمینی شیرین توسط مالی، گراسمن، ماتینو و زاریتزکی [۱۷] و بر فیلم های پکتین توسط مفتون آزاد، راماسوامی و مارکوت [۶] مطابق است و بطور کلی عبور بخار آب از یک فیلم آب دوست به توزیع پذیری و حلالیت مولکول های آب در ماتریس فیلم وابسته است [۱۸]. داخل شدن مولکول های گلیسرول بین زنجیره های پلیمر باعث افزایش فضای بین زنجیره ها، توسعه انتشار بخار آب درون فیلم و افزایش میزان انتقال بخار آب میشود. همچنین کمک به جذب مولکول های آب به دلیل آب دوست بودن مولکول های گلیسرول نیز به

افزایش نفوذ پذیری بخار آب فیلم کمک میکند. بعلاوه در غلظت های بالا گلیسرول به حالت خوشه ای در آمده، ساختار پلیمر را باز کرده و در نتیجه نفوذ پذیری فیلم به رطوبت را بالا می برد [۱۷]. غلظت لیپید در فرمولاسیون نیز بر میزان نفوذ پذیری فیلم به بخار آب موثر است. همانطور که (شکل ۵، ج) دیده میشود افزایش غلظت لیپید (روغن کانولا) تا سطوح مرکزی نفوذ پذیری نسبت به بخار آب فیلم را کاهش داده اما با افزایش غلظت لیپید بیش از سطح مرکزی نفوذپذیری شروع به افزایش میکند. در حقیقت کمترین میزان نفوذ پذیری فیلم نسبت به بخار در فیلم های در سطح مرکزی میزان لیپید بدست آمد. در غلظت های بالاتر لیپید در مرحله خشک شدن فیلم گلبول های بزرگتری ایجاد میکند و سبب از هم گسیختن ساختار پیوسته فیلم ها میگردد و در نتیجه باعث بالا رفتن نفوذ پذیری فیلم نسبت به بخار آب می شود [۱۸]، علاوه بر این ساپورا و لابوزا [۱۹] توضیح دادند که افزایش غلظت اسید استئاریک بالاتر از یک حد بحرانی باعث ایجاد کریستال های بزرگ لیپید میشود و نقاطی از فیلم عاری از لیپید میشود و در نتیجه سبب تسهیل انتقال بخار آب از آن نقاط میگردد. علت دوباره پایین آمدن قابلیت نفوذ به بخار آب با رسیدن به مقادیر بالای لیپید احتمالاً بدلیل تشکیل یک لایه روغن روی سطح فیلم می باشد. بنظر میرسد که در این حالت فیلم بیشتر به صورت یک فیلم دولایه عمل می کند.

۴- نتیجه گیری

نتایج این تحقیق نشان داد که: اجزاء فیلم تاثیر قابل ملاحظه ای بر ویژگی های فیلم دارند. اثرات غلظت کتیرا (صمغ تراگاکانت)، روغن و گلیسرول بر نفوذ پذیری بخار آب، ویژگی های مکانیکی و کدورت فیلم ها با متدولوژی پاسخ سطح ارزیابی شد. نفوذ پذیری بخار آب با افزایش غلظت صمغ کتیرا (تراگاکانت) و گلیسرول افزایش و با افزایش غلظت روغن کاهش یافت. مقاومت کششی بشدت تحت اثر غلظت صمغ کتیرا بود و با افزایش غلظت صمغ کتیرا افزایش غلظت صمغ کتیرا و روغن کاهش یافت. اثر صمغ کتیرا و گلیسرول بر درصد افزایش طول بسیار معنی دار بود و با افزایش صمغ کتیرا و گلیسرول درصد افزایش طول فیلم افزایش یافت. افزایش در غلظت روغن نیز بصورت معنی داری بر افزایش طول موثر بود و باعث کاهش آن گردید.



شکل ۵ نمایش تاثیر (الف) تاثیر درصد گلیسرول و درصد روغن، (ب) تاثیر درصد غلظت صمغ کتیرا و درصد گلیسرول و (ج) تاثیر درصد روغن و درصد غلظت صمغ کتیرا بر نفوذ پذیری نسبت به بخار آب فیلم خوراکی بر پایه صمغ کتیرا (تراگاکانت).

gums did product development. Food technology, 45: 122-123.

[4]Kester, J. and Fennema, O (1986). Edible films and coatings: A Review. Food Technology, 40 (12): 47

[5]Banerjee, R . & chen , N . (1995). Functional properties of edible films using whey protein concentrate . Journal of dairy science, 78: 539-563.

[6]Maftoonazad, N., Ramasway, H. S. & Marcotte, M.(2007). Evaluation of factors affecting barrier, mechanical and optical properties of pectin_ based films using response surface methodology. Journal of Process Engineering, 30: 539-563.

[7]BSI. 1968. British Standards Institution , British Standard 1743.

[8]ASTM.1987. Annual Book of ASTM Standard , American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA.

[9]SAS (1999). Software program. User's guide: Statistics, Cary, NC: SAS Institute, Inc.

[10]Sigmaplot, (2001). Aspire Software International, Ashburn, VA.

[11]Gontard, N., Guilbert, S., and Cuq, J. 1992. Edible wheat gluten films: Influence of the main process variables on film properties using response surface methodology. Journal of Food Science, 57(1): 190-195.

[12]Chen, H. 1995. Functional properties and application of edible films made of milk proteins. Journal of Dairy Science, 78: 2563-2583.

[13]Gennadios, A., Weller, C.L., and Testin, R. F. 1993. Properties modification of edible wheat gluten-based films. Transactions of the

غلظت روغن فاکتور اصلی موثر در میزان کدورت بود و با افزایش غلظت روغن میزان کدورت افزایش یافت. همچنین اثرات متقابل سه فاکتور صمغ کتیرا و روغن و گلیسرول نیز در میزان کدورت فیلم موثر بودند. مدل های موجود برای نفوذ پذیری بخار آب، درصد افزایش طول، مقاومت کشی و کدورت دارای مقدار R^2 بالا به ترتیب (۰/۹۸۳ - ۰/۸۲۴ - ۰/۹۵۲ و ۰/۹۴۰) می باشد. بکارگیری روش سطح پاسخ در مطالعه شرایط پیچیده تشکیل فیلم و تاثیر متغیرهای مختلف از کارایی خوبی برخوردار بود. به منظور بهینه سازی شرایط تشکیل فیلم سایر فاکتورها مانند نوع استفاده از فیلم و تکنیک های کاربردی نیز باید مورد توجه قرار گیرد. استفاده از فیلم کتیرا با توجه نقش های کاربردی آن پتانسیل خوبی در تولید فیلم خوراکی محسوب می شود.

۵- منابع

[1]Baldwin, E. A., Nisperos-Carriedo, M. O. & Baker, R. A.(1995). Use of edible coatings to preserve quality of lightly (and slightly) processed products. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 35: 509-524.

[2]Debeaufort, F. and Voilley, A. (1995). Effect of surfactants and drying rate on barrier properties of emulsified edible films. International Journal of Food Science and Technology, 30: 183-190.

[3]Anonymous. (1991). A Focus on Gum building in texture , stability and emulsification are just some of ways in which

- [17]Mali, S., Grossmann, M. V. E., Garcia, M. A., Matino, M. N. and Zaritzky, N. E. 2004. Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films. *Carbohydrate Polymers*, 56: 129-135.
- [18]Kamper, S. L. and Fennema, O. (1984a). Water vapor permeability of edible bilayer films. *Journal of Food Science*. 49: 1478-1481, 1485.
- [19]Sapru, V. and Labuza T. P. 1994. Dispersed phase concentration effects on water vapor permeability in composite methyl cellulose-stearic acid edible films. *Journal of Food Processing and Preservation*, 18: 359-368.
- American Society of Agricultural Engineers, 36(2): 465-470.
- [14]Yang, L. and Paulson, A.T. 2000. Mechanical and water vapor barrier properties of edible gellan films. *Food Research International*, 33:563-570.
- [15]Gontard, N., Guilbert, S., and Cuq, J. 1993. Water and glycerol as plasticizers affect mechanical and water vapor barrier properties of an edible wheat gluten film. *Journal of Food Science*, 58:206-211.
- [16]Higushi, T. and Aguiar, A. 1959. Water vapor permeability of hydrophilic films *Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 48:578.

Evaluation of factors affecting barrier, mechanical and optical properties of tragacanth gum-based edible films using Response surface methodology

Rezaei Taghiabadi, M. ¹, Maftoonazad, N. ^{2*}, Badii, F. ³, Hosseini, S. E. ¹

1. Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran
2. Fars Research Center for Agriculture and Natural Resources, Department of Agricultural Engineering
3. Agricultural Engineering Research Institute, (AERI), Iran

(Received:89/8/16 Accepted: 90/6/5)

Emulsion coatings were formulated and films were developed using tragacanth gum as the basic structural component. Preliminary experiments were carried out to determine the proper concentration of tragacanth gum, lipid and plasticizers in the film. The effects of different concentrations of tragacanth gum (0.65, 1, 1.5, 2, 2.35 g/g distilled water), canola oil (23, 30, 40, 50, 58 g/g tragacanth dry wt basis) and glycerol (33, 40, 50, 60, 67 g/g tragacanth dry wt basis) on water vapor permeability (WVP), mechanical properties and opacity (OP) of the films were evaluated using the response surface methodology. WVP was observed in the range of $(2.05-36) \times 10^{-11}$ and increased by tragacanth and glycerol concentration and was decreased by oil concentration. Tensile strength and elongation at break ranged between 0.67-7.15 Mpa and 1.99 – 7.8%; respectively. Increasing the amount of tragacanth gum and decreasing the glycerol and oil concentration increased tensile strength (TS) while elongation at break (EB) increased by increasing both tragacanth and glycerol concentration and decreased by increasing oil concentration. Oil was the most influential factor that affected opacity, which increased with increasing oil concentration. Models developed for WVP, EB, TS and OP had high coefficient of multiple determination (R^2) values (0.983, 0.952, 0.824, 0.94) respectively.

Key Words : Tragacanth, mechanical properties, Water vapor permeability, Opacity, Response surface methodology

*Corresponding author email address: neda.maftoonazad@farsagres.ir