

## تولید فیلم خوراکی بر پایه کربوکسی متیل سلولز - بتا-گلوکان، حاوی اینولین و بررسی ویژگی‌های مکانیکی، بازدارندگی و ساختاری آن

سحر سیدزاده هاشمی<sup>۱</sup>، وحید مفید<sup>۲</sup>، سیده مرضیه حسینی<sup>۳</sup>، رضا محمدی<sup>۴</sup>، سید امیر محمد مرتضویان<sup>۴</sup>، سعیده شجاعی علی آبادی<sup>۵</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد گروه علوم و صنایع غذایی، کمیته تحقیقات دانشجویان، دانشکده تغذیه و علوم صنایع غذایی، انستیتو تحقیقات تغذیه و صنایع غذایی، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی، تهران، ایران

۲- گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده علوم تغذیه و صنایع غذایی، انستیتو تحقیقات تغذیه و صنایع غذایی کشور، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی، تهران، ایران

۳- دانشیار گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده علوم تغذیه و صنایع غذایی، دانشگاه علوم پزشکی کرمانشاه، کرمانشاه، ایران

۴- نویسنده مسئول: استاد گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده تغذیه و صنایع غذایی، انستیتو تحقیقات تغذیه و صنایع غذایی کشور، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی، تهران، ایران، پست الکترونیکی: mortazvn@smbu.ac.ir

۵- نویسنده مسئول: دانشیار گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده تغذیه و صنایع غذایی، انستیتو تحقیقات تغذیه و صنایع غذایی کشور، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی، تهران، ایران، پست الکترونیکی: s\_shojaee@smbu.ac.ir

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۹/۱۷

تاریخ دریافت: ۱۴۰۰/۶/۱۲

### چکیده

**سابقه و هدف:** سیستم‌های بسته‌بندی زیست فعال (پوشش/فیلم) یک فناوری جدید در صنعت غذا هستند که به دلیل داشتن ترکیباتی مانند: آنتی اکسیدان، ویتامین، پری بیوتیک و پروبیوتیک می‌توانند سبب ارتقای سطح سلامت مصرف کننده شوند. هدف از این مطالعه امکان سنجی تولید فیلم خوراکی پری بیوتیک از طریق افزودن اینولین به فیلم خوراکی بر پایه کربوکسی متیل سلولز و بتا-گلوکان و بررسی ویژگی‌های مکانیکی، بازدارندگی، نوری و ساختاری فیلم می‌باشد.

**مواد و روش‌ها:** در این مطالعه غلظت‌های مختلفی از اینولین (۴، ۲، ۰ w/v) به محلول کربوکسی متیل سلولز/ بتا-گلوکان افزوده شد. سپس ویژگی‌های مکانیکی (مقاومت کششی و کشش پذیری)، بازدارندگی (نفوذپذیری به اکسیژن و بخار آب)، نوری (کدورت،  $a$ ،  $b$  و  $L$ ) و ساختاری فیلم‌های تهیه شده مورد مقایسه قرار گرفت.

**یافته‌ها:** در تمامی تیمارهای حاوی اینولین نسبت به تیمار شاهد اثر نرم‌کنندگی افزایش می‌یابد. بدین ترتیب مقاومت کششی کاهش و میزان آبدوستی به طور معنی‌داری افزایش ( $p < 0.05$ ) یافت و باعث بهبود کشش‌پذیری و کاهش نفوذپذیری به اکسیژن گردید. تجزیه و تحلیل طیف سنجی مادون قرمز با تبدیل فوریه نشان می‌دهد که نیروی اصلی بین کربوکسی متیل سلولز، بتا-گلوکان و اینولین پیوندهای هیدروژنی می‌باشد که متعاقباً باعث افزایش انعطاف‌پذیری و میل فیلم به سمت آب می‌شود.

**نتیجه‌گیری:** اگرچه افزودن اینولین از طریق افزایش کشش‌پذیری و کاهش نفوذپذیری به اکسیژن باعث بهبود فیلم ترکیبی شد، اما آبدوستی را افزایش داد. بنابراین این فیلم‌ها می‌توانند در مواردی که آبدوستی مزیت محسوب می‌شود کاربرد داشته باشند مانند پوشش‌های خوراکی که همراه محصول غذایی مصرف می‌شود، اما در غیر این صورت لازم است مطالعات بیشتری انجام شود.

**واژگان کلیدی:** پری بیوتیک، کربوکسی متیل سلولز، بتا-گلوکان، فیلم خوراکی

### ● مقدمه

محافظت می‌کنند و به دلیل ممانعت از رطوبت و اکسیژن کیفیت مواد غذایی را بهبود می‌بخشند. مواد اصلی تشکیل دهنده فیلم‌ها و پوشش‌های خوراکی پلیمرهای طبیعی چون پروتئین‌ها، لیپیدها و پلی‌ساکاریدها می‌باشند (۱).

در سال‌های اخیر افزایش نگرانی‌های زیست محیطی پیرامون مواد پلاستیکی بر پایه پتروشیمی باعث توسعه جایگزین‌های زیست تخریب پذیر جهت بسته بندی محصولات غذایی شده است. فیلم‌های خوراکی مواد غذایی را از فساد

از جمله تحقیقات انجام شده روی تأثیر استفاده از پری بیوتیک بر ویژگی‌های فیلم خوراکی، استفاده از فیبر سیب، فیبر پرتقال، اینولین و الیگوفروکتوز در فیلم خوراکی بر پایه ی سدیم آلژینات و کیتوزان بوده است. در سال ۲۰۱۸، Alvarez و همکاران بلویری تازه را با این فیلم پوشش دادند. نتایج نشان داد فیلم پری بیوتیک کشش پذیری و انعطاف پذیری مناسبی جهت پوشش دارد و محصول پوشش داده شده، خواص حسی و ماندگاری بهتری دارد (۹). همچنین در سال ۲۰۱۶، Bersaneti و همکارانش اثر فروکتوالیگوساکارید را بر فیلم نشاسته کاساوا مورد بررسی قرار دادند. بررسی خواص مکانیکی و حائلی نشان داد که افزودن فروکتوالیگوساکارید به فیلم باعث کاهش مقاومت بافت و افزایش انحلال پذیری فیلم می‌شود (۱۲).

با وجود مطالعات انجام شده روی اثرات پری بیوتیک بر فیلم خوراکی (۱۴-۱۲، ۹) تاکنون اثر اینولین در فیلم کربوکسی متیل سلولز/بتا-گلوکان مورد بررسی قرار نگرفته است. از طرفی در مطالعات پیشین فیلم بتا-گلوکان، همواره از بتا-گلوکان با خلوص بالا استفاده شده است که به دلیل هزینه بالای فرآیند خالص‌سازی برای تهیه فیلم مقرون به صرفه نمی‌باشد (۱۵). استفاده از بتا-گلوکان با خلوص پایین (کمپلکس بتا-گلوکان-پروتئین) می‌تواند بر این محدودیت غلبه کند. لذا هدف از این پژوهش بررسی اثر افزودن اینولین بر ویژگی‌های فیزیکیوشیمیایی و ساختاری فیلم ترکیبی کربوکسی متیل سلولز/بتا-گلوکان با خلوص پایین می‌باشد.

## • مواد و روش‌ها

**مواد شیمیایی:** کربوکسی متیل سلولز با وزن مولکولی متوسط ۴۱۰۰۰ توسط انستیتو تحقیقات تغذیه و صنایع غذایی دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی اهدا شد (Robertet, France). بتا-گلوکان جو (خلوص = ۲۳٪) از شرکت CFF GMBH CO.KG (آلمان) و اینولین (پلیمر خطی D- فروکتوز (2,1)  $\beta$ ، 3-65 = n) از اکبری (تهران، ایران) خریداری شد. سایر مواد مانند گلیسرول، سدیم کلرید، کلسیم کلرید و منیزیم نیترات منیزیم، از شرکت مواد شیمیایی مرک (Germany, Darmstadt) تهیه شد.

**آزمایش‌های اولیه به منظور دستیابی به فیلم مناسب بر پایه کربوکسی متیل سلولز / بتا-گلوکان و حاوی اینولین:** پس از مطالعات اولیه برای تعیین مقادیر مناسب پلاستی سایزر و اینولین در ساخت فیلم‌ها، ابتدا فیلم‌های خوراکی با غلظت‌های w/w ۳۰، ۳۵، ۴۰، ۴۵ و ۵۰ درصد

پلیمرهای پلی ساکاریدی همچون سلولز و ترکیبات مشتق شده از دیواره سلولی غلات مانند بتا-گلوکان پتانسیل زیادی برای زیست تخریب پذیری و سازگاری با محیط زیست دارند و به دلیل تشکیل بافت مناسب و دسترسی راحت مورد توجه قرار گرفته‌اند (۲). بتا-گلوکان یک پلی ساکارید غیر نشاسته‌ای است که در منابع میکروبی و گیاهی یافت می‌شود و دارای خواص پری بیوتیکی و تشکیل فیلم است (۳). به علت مقاومت کششی ضعیف فیلم بتا-گلوکان، فیلم آن معمولاً در ترکیب با بیوپلمرهای همچون آرابینوکسیلان، پولولان و ژلاتین تهیه شده است (۴، ۵). فیلم‌های سلولز و مشتقات آن مانند کربوکسی متیل سلولز، دارای خواص مکانیکی قوی بوده و شفاف، بی مزه و بدون بو هستند (۶). لذا ترکیب بتا-گلوکان با کربوکسی متیل سلولز منجر به تولید فیلمی با خواص مکانیکی قابل قبول خواهد شد.

سیستم‌های بسته بندی زیست فعال (پوشش/فیلم) مفهومی جدید در فناوری تولید غذاهای فراسودمند هستند. فیلم‌های خوراکی می‌توانند در بردارنده ی ترکیباتی همچون پروبیوتیک و پری بیوتیک باشند. این بسته بندی‌ها ترکیبات زیست فعال را در ساختار خود به دام می‌اندازند و سپس آن‌ها را به طور کنترل شده آزاد می‌کنند. بدین ترتیب در برابر شرایط نامساعد فرآوری و نگهداری محصولات غذایی و سیستم گوارشی از آن‌ها محافظت می‌کنند (۷). پری بیوتیک‌ها ترکیبات هضم‌ناپذیر یا هضم‌پذیر اندک در برابر آنزیم‌های گوارشی بدن انسان هستند که رشد و یا فعالیت میکروارگانیسم‌های پروبیوتیک میزبان را به طور انتخابی تحریک می‌کنند. مصرف پری بیوتیک‌ها باعث بهبود جذب کلسیم و منیزیم، تقویت پروبیوتیک‌های روده و جلوگیری از سرطان‌های سیستم گوارش می‌شود. اینولین یکی از شناخته شده‌ترین پری بیوتیک‌هاست که عمدتاً از کاسنی استخراج می‌شود و به آنزیم‌های گوارشی مقاوم است. این ماده در مطالعات محصولات غذایی، بسیار بکار برده شده است. پوشش‌های حاوی اینولین باعث بهبود خواص حسی میوه‌ها طی مدت ماندگاری می‌شوند و در صورت استفاده از این فیلم‌ها در بسته بندی محصولات پروبیوتیک و یا حتی قبل یا بعد از مصرف غذای پروبیوتیک توسط فرد، پری بیوتیک‌ها می‌توانند به عنوان منبع کربن توسط ارگانیسم‌های محصول مورد استفاده قرار بگیرند. (۸، ۹). در مطالعات انجام شده، مشخص شده است که اینولین انحلال پذیری مناسبی در سیستم‌های آبی داشته و نیز زیست فراهمی آن در مواد غذایی قابل توجه است (۱۰، ۱۱).

۱۰۰ × (وزن ماده خشک اولیه - وزن فیلم خشک پس  
 انحلال پذیری =  $\frac{\text{از غوطه وری}}{\text{وزن ماده خشک اولیه}}$ )

**رطوبت:** قطعات ۲×۲ سانتی متر نمونه‌ها توزین شده و در آن با دمای ۱۱۰°C قرار گرفتند تا به وزن ثابت برسند و پس از سرد شدن در دسیکاتور توزین شدند. درصد رطوبت مطابق فرمول زیر محاسبه شد (۲۰).

درصد رطوبت =  $\frac{۱۰۰ \times (\text{وزن اولیه} - \text{وزن نهایی})}{\text{وزن اولیه}}$

**نفوذپذیری به بخار آب:** این آزمون مطابق با استاندارد ASTM E96 انجام شد (۲۱). ابتدا در سلول‌های شیشه‌ای مقاوم به نفوذ بخار آب، ماده جاذب رطوبت کلسیم کلرید خشک ریخته شد و فیلم‌ها روی دهانه ظرف کشیده شدند. بدین ترتیب درون ظروف رطوبت نسبی صفر درصد وجود دارد. آب نمک اشباع در دمای ۲۵°C گراد رطوبت ۷۵ درصد ایجاد می‌کند. اختلاف رطوبت در دو سمت فیلم در این دما فشار بخاری معادل 1753/55 پاسکال ایجاد می‌کند. سپس در فواصل زمانی ۱ ساعت، در ۱۲ نقطه تغییرات وزن سلول‌ها را با ترازوی دیجیتال با دقت ۰/۰۰۰۱ تعیین شد و نمودار تغییرات وزن سلول نسبت به زمان رسم گردید. نرخ انتقال بخار آب از طریق تقسیم شیب به مساحت سطح فیلم محاسبه شد و پس از ضرب کردن آن در ضخامت فیلم و تقسیم بر مقدار اختلاف فشار بین رطوبت نسبی سلول و دسیکاتور، نفوذپذیری به بخار آب بدست آمد.

**اندازه گیری ویژگی‌های نوری فیلم‌ها:** کدورت و فاکتورهای رنگ (a,b,L) نمونه‌های فیلم با استفاده از رنگ‌سنج هانتربل (ColorFlex EZ, USA) تعیین گردید (۲۲).

$$\Delta E = \sqrt{(L^* - L)^2 + (a^* - a)^2 + (b^* - b)^2}$$

**سرعت انتقال اکسیژن (OTR):** نفوذ به اکسیژن با استفاده از آنالیز کننده نفوذ اکسیژن بر اساس روش مانومتریک (مدل GDP-C, Brügger, آلمان) تعیین شد و طبق فرمول زیر محاسبه گردید (۲۳).

سرعت انتقال اکسیژن = (ضخامت فیلم برحسب میکرومتر × متوسط OTR) (cm<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>.d.bar)

**بررسی ریز ساختار (SEM):** بررسی ریز ساختار نمونه‌های فیلم به وسیله تصاویر مقطع عرضی توسط میکروسکوپ

گلیسرول بر اساس وزن کربوکسی متیل سلولز و بتا-گلوکان تهیه شد. غلظت ۳۰٪ به عنوان غلظت مناسب جهت تولید فیلم‌های مورد بررسی در این پژوهش انتخاب شد. زیرا که نسبت به نمونه‌های دیگر دارای بافت بهتری بود و در غلظت‌های بالاتر فیلم بسیار چسپنده می‌شد. در بررسی مطالعات پیشین (۱۷، ۱۶) و آزمایش‌های اولیه که انجام شده، مشخص گردید که غلظت‌های پایین‌تر از ۳۰٪ (۲۰ و ۲۵ درصد) منجر به تولید فیلم‌های خشک و شکننده می‌شود. سپس اینولین در چهار غلظت ۰، ۲، ۴ و ۶ درصد به نمونه انتخابی اضافه شد. فیلم تهیه شده در غلظت ۶٪ بسیار شکننده بود و امکان سنجش ویژگی‌های آن فراهم نشد.

**تهیه فیلم:** ابتدا محلول ۱ w/v٪ فیلم کربوکسی متیل سلولز و بتا-گلوکان با نسبت ۱:۱ پس از ۴۰ دقیقه هم زدن (۶۰۰ rpm) در دمای ۷۰°C آماده شد. سپس مقادیر ۲ و ۴ درصد اینولین به محلول اضافه شد و به مدت ۲۰ دقیقه هم زده شد. بعد از افزودن گلیسرول در سطح ۳۰٪ کل ماده جامد کربوکسی متیل سلولز و بتا-گلوکان، محلول پلیمر زیستی-گلیسرول در دمای ۷۰°C به مدت ۲۰ دقیقه به منظور انحلال کامل حرارت داده شد. مقدار ۸۰ میلی لیتر از محلول حاصل داخل قالب‌های تفلون ریخته شد و پس از ۱۵ ساعت خشک شدن در دمای ۳۷°C در گرمخانه فیلم تشکیل شد (۱۸).

## آزمون‌ها

**ویژگی‌های مکانیکی:** قدرت کششی (مگاپاسکال) و کشش پذیری تا گسستن (درصد) با دستگاه (-TestometricM350- 10CT، ساخت کشور انگلستان)، طبق استاندارد ASTM به شماره D882 انجام گرفت (۱۹). نمونه‌ها به صورت قطعات مستطیل شکل در ابعاد ۱۰×۱/۵ سانتی‌متر برش داده شدند. فاصله بین دو فک دستگاه ۵ سانتی متر و سرعت حرکت آنها ۵۰ میلی متر بر دقیقه تنظیم گردید. فاکتورهای مقاومت کششی (مگاپاسکال) و کشش پذیری (٪) از طریق منحنی‌های نیرو برحسب تغییر شکل بدست آمدند.

**حلالیت:** ابتدا قطعات ۲×۲ سانتی متر نمونه‌ها به وزن ثابت (۲۴ ساعت در دمای ۱۱۰°C) رسیدند و توزین شدند. سپس نمونه‌ها در بشرهای حاوی ۵۰ میلی لیتر آب قرار داده شدند. بشرها در حالت سکون به مدت ۷ ساعت قرار داده شدند. کاغذ صافی همراه با مواد باقی مانده بر روی آن به وزن ثابت رسیده و توزین شده و با کم کردن وزن کاغذ صاف خشک پس از غوطه وری محاسبه گردید. درصد حلالیت فیلم در آب از رابطه زیر محاسبه گردید (۲۰).

**جدول ۱.** ویژگی‌های مکانیکی فیلم کربوکسی متیل سلولز/ بتا-گلوکان شاهد و حاوی اینولین a,b

| نوع فیلم<br>(درصد اینولین) | مقاومت کششی<br>(مگاپاسکال) | کشش پذیری<br>(درصد) |
|----------------------------|----------------------------|---------------------|
| %۰                         | $15/82 \pm 0/98^a$         | $18/06 \pm 0/73^c$  |
| %۲                         | $9/29 \pm 1/12^b$          | $22/26 \pm 0/84^b$  |
| %۴                         | $6/86 \pm 1/00^c$          | $28/95 \pm 1/15^a$  |

انحراف استاندارد  $\pm$  میانگین

<sup>b</sup> مقادیر با حروف متفاوت بر اساس آزمون دانکن در سطح ( $P < 0/05$ ) در هر ستون با هم اختلاف معنی‌دار دارند.

**آزمون‌های فیزیکی (میزان حلالیت، رطوبت و نفوذپذیری به بخار آب):** ویژگی‌های فیزیکی فیلم‌ها در جدول ۲ مشاهده می‌شود. حلالیت، رطوبت و نفوذپذیری به بخار آب با افزایش محتوای اینولین بطور معنی‌دار افزایش یافت ( $p < 0/05$ ).

**سرعت انتقال اکسیژن (OTR):** نرخ انتقال اکسیژن فیلم شاهد  $0/27 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{d} \cdot \text{bar}$  بود. افزودن اینولین باعث تغییر میزان انتقال اکسیژن شد و به  $0/18 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{d} \cdot \text{bar}$  در غلظت %۴ کاهش یافت.

**ویژگی‌های نوری:** نتایج مربوط به خصوصیات رنگ (a,b,L) تغییرات کلی رنگ ( $\Delta E$ ) و کدورت (Opacity) در جدول ۳ آورده شده است. مقادیر  $a^*$  در تمام نمونه‌ها منفی است و تغییر معنی‌داری در آن مشاهده نشد ( $p > 0/05$ )، اما  $L^*$  کاهش می‌یابد. افزایش در مقادیر  $b^*$ ، کدورت و بطور کلی تغییرات رنگ ( $\Delta E$ ) در نمونه‌ها معنی‌دار است ( $p < 0/05$ ).

الکترونی (Vega, Tescan, Czech Republic) انجام پذیرفت. نمونه‌ها شکسته در ازت مایع فرورده شدند، سپس از سمت مقابل قسمت شکسته شده به پایه چسبانده شدند. به منظور پوشش دادن نمونه‌ها با طلا، پایه‌ها در یک دستگاه پوشش دهنده طلا (Emitech, England) تا نقطه بحرانی خشک شده و به مدت پنج دقیقه با طلا پوشش داده شدند.

**واکنش‌های شیمیایی بین اجزا از طریق طیف فرسرخ با تبدیل فوریه (FTIR):** طیف سنجی FTIR-ATR با استفاده از طیف سنج Bruker FT-IR (Equinox.LS101, Germany) از  $4000 \text{ cm}^{-1}$  تا  $400 \text{ cm}^{-1}$  برای تعیین شدت‌های طیفی انجام شد. طیف پس زمینه با حفظ رزولوشن به عنوان  $4 \text{ cm}^{-1}$  جمع آوری شد. پس از آن، نمونه‌ها در نگهدارنده نمونه ثابت شدند و ارزیابی انجام شد.

**تجزیه و تحلیل آماری:** تمامی آزمون‌ها با سه تکرار انجام گرفت برای توصیف ویژگی‌های کمی از آمار توصیفی به کمک میانگین و انحراف معیار استفاده شد. برای مقایسه میانگین‌های داده‌ها، آنالیز واریانس یک طرفه (ANOVA) انجام گرفت و در مواردی که اثر کلی تیمارها معنی‌دار شناخته شد از آزمون دانکن (Duncan's Multiple Range Tests) در سطح احتمال ( $\alpha = 0/05$ ) استفاده گردید. تجزیه و تحلیل داده‌ها با کمک نرم افزار SPSS V.22.0 انجام گرفت.

## • یافته‌ها

**ویژگی‌های مکانیکی:** طبق نتایج ذکر شده در جدول ۱، با افزایش میزان اینولین مقاومت کششی از  $15/82 \pm 0/98$  مگاپاسکال برای نمونه شاهد به  $6/86 \pm 1$  مگاپاسکال در غلظت %۴ اینولین کاهش یافت و در مقابل کشش پذیری از  $18/06 \pm 0/73$  درصد به  $28/95 \pm 1/15$  درصد بطور معنی‌داری افزایش یافت ( $p < 0/05$ ).

**جدول ۲.** ویژگی‌های فیزیکی فیلم کربوکسی متیل سلولز/ بتا-گلوکان شاهد و حاوی اینولین a,b

| نوع فیلم<br>(درصد اینولین) | حلالیت<br>(درصد)   | رطوبت<br>(درصد)    | نفوذپذیری به بخار آب<br>( $\text{g}/\text{mPa} \cdot \text{s} \times 10^{-11}$ ) |
|----------------------------|--------------------|--------------------|--|
| %۰                         | $74/91 \pm 1/63^c$ | $22/86 \pm 0/53^a$ | $59/74 \pm 1/01^c$   |
| %۲                         | $85/07 \pm 0/81^b$ | $5/99 \pm 0/77^b$  | $67/88 \pm 0/83^b$   |
| %۴                         | $88/24 \pm 1/41^a$ | $1/02 \pm 0/41^c$  | $71/96 \pm 2/10^a$   |

انحراف استاندارد  $\pm$  میانگین

<sup>b</sup> مقادیر با حروف متفاوت بر اساس آزمون دانکن در سطح ( $P < 0/05$ ) در هر ستون با هم اختلاف معنی‌دار دارند.

جدول ۳. ویژگی‌های فیزیکی فیلم کربوکسی متیل سلولز/بتا-گلوکان شاهد و حاوی اینولین a,b

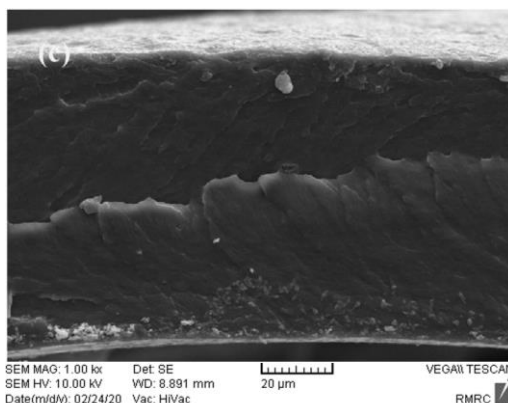
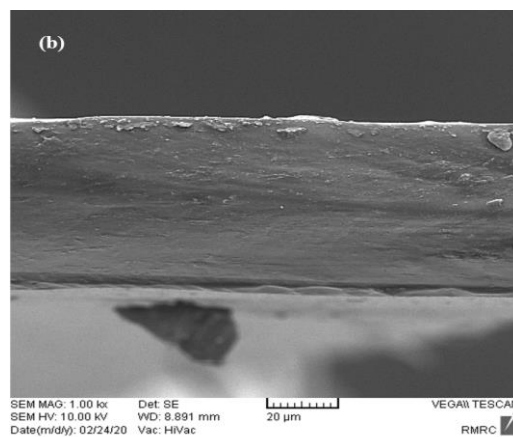
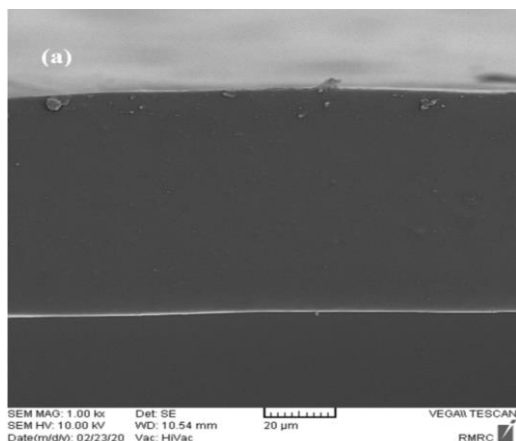
| نوع فیلم<br>(درصد اینولین) | a                    | b                 | L                  | کدورت              | $\Delta E$         |
|----------------------------|----------------------|-------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| ٪۰                         | $6^{a7} \pm 0.27/1-$ | $3/05 \pm 0.22^c$ | $88/84 \pm 0.60^a$ | $2/510 \pm 0.60^c$ | $5/76 \pm 0.160^c$ |
| ٪۲                         | $6^{a9} \pm 0.26/1-$ | $3/72 \pm 0.31^b$ | $87/89 \pm 0.60^b$ | $2/66 \pm 0.43^b$  | $6/58 \pm 0.160^b$ |
| ٪۴                         | $6^{a5} \pm 0.25/1-$ | $4/95 \pm 0.20^a$ | $87/20 \pm 0.60^c$ | $\pm 0.10^a 0.2/8$ | $7/67 \pm 0.160^a$ |

<sup>a</sup> انحراف استاندارد  $\pm$  میانگین

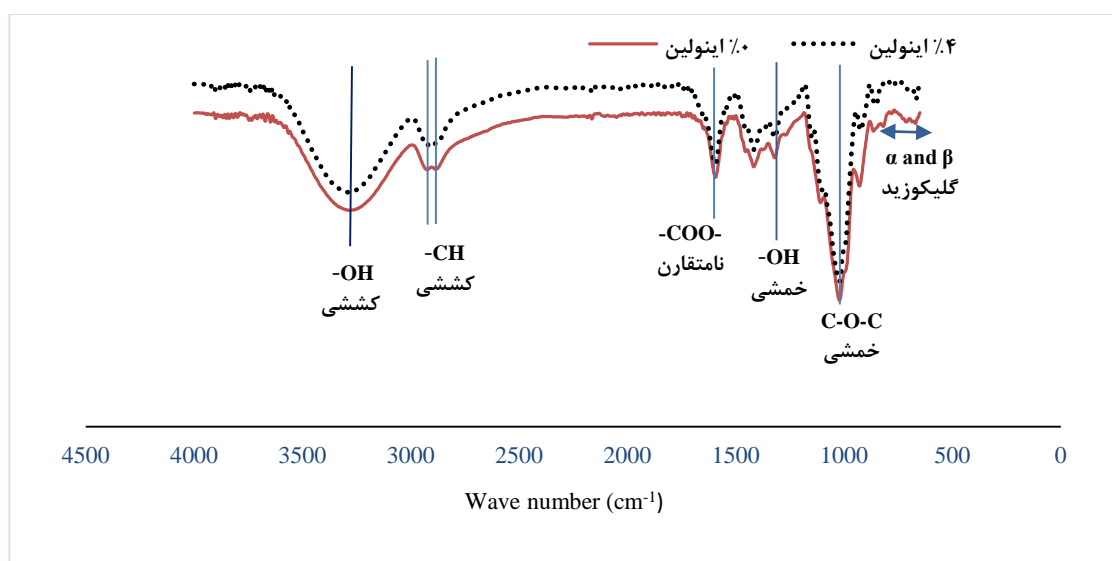
<sup>b</sup> مقادیر با حروف متفاوت بر اساس آزمون دانکن در سطح ( $p < 0.05$ ) در هر ستون با هم اختلاف معنی‌دار دارند.

دامنه‌های  $860-810 \text{ cm}^{-1}$  و  $924-898 \text{ cm}^{-1}$  به ترتیب مربوط به آلفا و بتا گلیکوزیدهای بتا-گلوکان هستند (۲۵). در فیلم شاهد، باندهای جذب در  $3300 \text{ cm}^{-1}$  (OH- کششی)،  $2943 \text{ cm}^{-1}$  (CH- کششی)،  $1594 \pm 1094 \text{ cm}^{-1}$  (COO- نامتقارن)،  $1415 \text{ cm}^{-1}$  (CH<sub>2</sub>- برشی)،  $1318 \pm 1310 \text{ cm}^{-1}$  (OH- خمشی)،  $1022 \text{ cm}^{-1}$  (COC خمشی) پیوندهای منحصر به فرد در ساختار کربوهیدرات هستند و مؤید وجود کربوکسی متیل سلولز و بتا-گلوکان می‌باشند (۲۶، ۱۵).

ریزساختار (SEM): شکل ۱ نشان دهنده تصاویر برش مقطعی فیلم‌های تهیه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، فیلم شاهد نسبت به نمونه‌های دیگر دارای بافتی صاف و متراکم می‌باشد و خلل و فرج کمتری دارد. واکنش‌های شیمیایی بین اجزا از طریق طیف فروسرخ با تبدیل فوریه (FTIR): طیف سنجی مادون قرمز با تبدیل فوریه در شکل ۲ نشان داده شده است. پلی‌ساکاریدها دارای پیک‌های مشخصی در محدوده  $800$  تا  $1200 \text{ cm}^{-1}$  هستند که تحت تأثیرهم پوشانی باندهای ارتعاشی کششی پیوند گلیکوزیدی C-O-C و گروه‌های جانبی -COH قرار دارد (۲۴).



شکل ۱. تصاویر برش مقطع عرضی نمونه‌های شاهد و حاوی اینولین. a (٪۰ اینولین)، b (٪۲ اینولین)، c (٪۴ اینولین)



شکل ۲. نمودار FTIR نمونه‌های شاهد و حاوی اینولین

## • بحث

انعطاف‌پذیرتر می‌شود (۱۴). Bersantei و همکاران در سال ۲۰۱۶ در بررسی تأثیر فروکتوالیگوساکارید بر خواص فیلم‌های نشاسته گیاه کاساوا مشاهده کردند که این پری بیوتیک یک ماتریس روان با سختی کمتر ایجاد می‌کند (۱۲).

داده‌های حلالیت، رطوبت و نفوذپذیری به بخار آب نشان دهنده افزایش قطبیت در اثر افزودن اینولین است. رطوبت بالا در نمونه‌های حاوی اینولین به دلیل جاذب رطوبت بودن این فیبر است که به طور مستقیم بر حلالیت و نفوذپذیری به بخار آب اثر می‌گذارد. به علاوه، اثر نرم‌کنندگی اینولین باعث تسریع نفوذ مولکول‌های آب به فیلم شده و در نتیجه حلالیت افزایش می‌یابد (۱۴، ۵). طبق یافته‌های جدول ۲ نفوذپذیری به بخار آب به طور معنی‌داری از  $59/74 \pm 0/01$  برای فیلم شاهد تا  $71/96 \pm 2/10$  ( $\text{g/mPa.s} \times 10^{-11}$ ) در ۴٪ اینولین افزایش یافته است. در پلیمرهای آبدوست این فاکتور تابعی از میزان رطوبت است. بنابراین افزایش رطوبت، تحرک مولکول‌های آب در ساختار پلیمر را بالا می‌برد و بخار آب بیشتری از فیلم عبور می‌کند (۳۰).

افزودن اینولین به فیلم باعث کاهش نفوذپذیری به اکسیژن شد. همانطور که در بررسی ویژگی‌های فیزیکی نمونه‌ها ذکر شد، اینولین قطبیت فیلم را افزایش می‌دهد. تشدید قطبیت نمونه‌ها از طرق برقراری پیوندهای هیدروژنی، باعث افزایش چگالی انرژی هم‌چسبی پلیمر می‌گردد. با افزایش چگالی انرژی هم‌چسبی باز شدن زنجیره‌های پلیمر سخت‌تر بوده در نتیجه عبور اکسیژن از بستر پلیمری کاهش

ویژگی‌های مکانیکی از عوامل کلیدی مؤثر در استفاده نهایی فیلم خوراکی است زیرا که توانایی فیلم در حفظ یکپارچگی و مقاومت در برابر تنش برای بسته‌بندی مواد غذایی اهمیت دارد (۲۷). افزایش غلظت اینولین با کاهش مقاومت بافت فیلم از  $15/82 \pm 0/98$  مگاپاسکال در نمونه شاهد به  $6/86 \pm 1/00$  مگاپاسکال همراه است. تقلیل مقاومت کششی می‌تواند به دلیل ایجاد برهمکنش‌های درون بیوپلیمر و پری بیوتیک‌ها به جای فعل و انفعالات قوی بیوپلیمر-بیوپلیمر باشد که انسجام ساختار فیلم را کاهش داده و منجر به از بین رفتن مقاومت کششی می‌شود (۵). طبق تصاویر SEM در شکل ۱، اینولین باعث ایجاد ترک در بافت شده که مقاومت بافت را کاهش می‌دهد (۲۸). در مطالعه‌ای که Orozco و همکارانش در سال ۲۰۱۹ انجام دادند، اثر تیمار فیلم خوراکی نشاسته کاساوا با اینولین در غلظت‌های ۱-۰ درصد بررسی شد، مقدار مقاومت کششی در غلظت ۱٪ اینولین  $1/3$  مگاپاسکال گزارش شد (۲۹). مقایسه یافته‌های مکانیکی فیلم‌های مورد مطالعه با این پژوهش نشان دهنده برهمکنش قویتر اینولین در ماتریس کربوکسی متیل سلولز / بتا-گلوکان نسبت به نشاسته کاساوا است. همگام با افزایش مقدار اینولین کشش پذیری بهبود می‌یابد. پری بیوتیک‌های آب‌دوست به دلیل اثر نرم‌کنندگی باعث کاهش نیروهای بین مولکولی و ایجاد فضای آزاد در ماتریس می‌شوند و تحرک زنجیره‌های پلیمری را افزایش می‌دهند، پس فیلم‌های خوراکی

پیک‌های  $1594$  و  $1022$   $\text{cm}^{-1}$  به  $1592$  و  $1020$   $\text{cm}^{-1}$  تغییر مکان داده و عرض پیک‌ها کاهش می‌یابد که به دلیل تشکیل پیوند هیدروژنی در ماتریس فیلم می‌باشد. در اثر برهمکنش فروکتان اینولین با زنجیره آلکان کربوکسی متیل سلولز و بتا-گلوکان شدت و عرض پیک‌های ناحیه  $850-920$   $\text{cm}^{-1}$  زیاد می‌شود (۱۴). پیک‌های  $1329$   $\text{cm}^{-1}$  و  $1592$   $\text{cm}^{-1}$  مربوط به فعل و انفعالات درون مولکولی بین گروه‌های هیدروکسیل و کربوکسیلات است که با اضافه شدن اینولین شدت آنها کاهش می‌یابد. به نظر می‌رسد که پیوندهای هیدروژنی بین مولکولی، نیروهای اصلی بین ماتریس پلی‌ساکاریدی و اینولین هستند که متأثر از باندهای گروه‌های عاملی OH و COO- است.

به طور کلی در این بررسی افزودن اینولین در غلظت ۲٪ منجر به تولید فیلم‌هایی بدون حباب و با ظاهر مناسب شد که به راحتی از ظرف جدا شدند. فیلم‌های حاوی اینولین دارای انعطاف پذیری مناسبی هستند و با توجه به این خصوصیات مکانیکی (جدول ۱)، پتانسیل استفاده در بسته بندی مواد غذایی کم رطوبت مانند بیسکویت، آبنبات‌های کندی و مغزها را دارند (۳۴). در پژوهش‌های بعدی می‌توان زنده‌مانی پروبیوتیک‌ها در فیلم‌های مورد مطالعه و نیز کارایی آنها را در تولید محصولات غذایی مورد بررسی قرار داد.

### سپاسگزاری

بدین وسیله از دانشکده تغذیه و صنایع غذایی دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی جهت حمایت مالی این طرح و همچنین از کارشناسان آزمایشگاه‌های این مجموعه به جهت همکاری در انجام این پژوهش تشکر و قدردانی می‌شود.

## References

- Li S, Yi J, Yu X, Wang Z, Wang L. Preparation and characterization of pullulan derivative antibacterial composite films. *Materials Science and Engineering: C*. 2020;110:110721.
- Mohamed SAA, El-Sakhawy M, El-Sakhawy MA-M. Polysaccharides, Protein and Lipid -Based Natural Edible Films in Food Packaging: A Review. *Carbohydrate Polymers*. 2020;238:116178.
- Chang J, Li W, Liu Q, Zhou Y, Chen X, Lyu Q, et al. Preparation, properties, and structural characterization of  $\beta$ -glucan/pullulan blend films. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2019;140:1269-76.
- Tejinder S. Preparation and Characterization of Films Using Barley and Oat  $\beta$ -Glucan Extracts. *Cereal Chemistry*. 2003;80(6):728-31.
- Sárossy Z, Tenkanen M, Pitkänen L, Bjerre A-B, Plackett D. Extraction and chemical characterization of rye arabinoxylan and the effect of  $\beta$ -glucan on the mechanical and barrier properties of cast arabinoxylan films. *Food Hydrocolloids*. 2013;30(1):206-16.
- Dashipour A, Razavilar V, Hosseini H, Shojae-Aliabadi S, German JB, Ghanati K, et al. Antioxidant and antimicrobial carboxymethyl cellulose films containing Zataria multiflora essential oil. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2015;72:606-13.
- Singh P, Magalhães S, Alves L, Antunes F, Miguel M, Lindman B, et al. Cellulose-based edible films for probiotic entrapment. *Food Hydrocolloids*. 2019;88:68-74.
- Ehsani J, Mohsenzadeh M, Khomeiri M, Ghasemnezhad A, Ebrahimi S. A review of the most

می‌یابد (۳۱). داده‌های زیادی در رابطه با نفوذپذیری به اکسیژن در فیلم‌های پلی‌ساکاریدی به ویژه انواع پری‌بیوتیک وجود ندارد اما به طور کلی مقاومت آنها در برابر گازها خوب ارزیابی شده است (۳۱).

ویژگی‌های نوری نمونه‌ها در جدول ۳ نشان داده شده است. افزایش معنی‌دار کدورت و کاهش شفافیت در نمونه‌های اینولین می‌تواند از نقطه نظر افزایش ماندگاری محصولات غذایی مفید باشد. زیرا که این نوع بسته بندی به کاهش واکنش‌های نامطلوبی همچون اکسیداسیون و کاهش افت تغذیه ای منجر می‌شود (۳۲).

در تصاویر برش مقطعی نمونه‌ها (شکل ۱) شاهد ایجاد پستی و بلندی‌های نامنظم و ترک هستیم. یافته‌های مشابهی توسط Bersantei و همکاران در سال ۲۰۱۶ (۱۲) و Cao و همکاران در سال ۲۰۱۸ (۱۴) در مطالعات اثرافزودن فروکتوالیگوساکارید و اینولین به ترتیب در نشاسته کاساوا و کیتوزان مشاهده شد و علت ایجاد ترک و سطوح ناصاف، بازآرایی پری بیوتیک در محلول و بروز گره هنگام خشک شدن فیلم، بیان شده است.

در نمودار FTIR (شکل ۲) مشاهده می‌شود، در نتیجه ترکیب اینولین، پیک OH از  $3356$   $\text{cm}^{-1}$  به  $3284$   $\text{cm}^{-1}$  تغییر کرد که احتمالاً به علت تشکیل پیوند هیدروژنی درون مولکولی در هر کدام از ترکیبات اینولین و ماتریس یا بین مولکول‌های ماتریس و اینولین با هم می‌باشد. همانطور که در مطالعه ی Fernandes و همکاران در سال ۲۰۱۶ (۳۳) گزارش شده است، افزایش غلظت اینولین منجر به تقویت باند OH می‌شود زیرا گروه عاملی هیدروکسیل مشخصه اینولین است.

- common prebiotic combinations, with an emphasis on inulin. *Journal Of Neyshabur University Of Medical Sciences*. 2020;8(4):1-21. [in persian]
9. Alvarez MV, Ponce AG, Moreira MR. Influence of polysaccharide-based edible coatings as carriers of prebiotic fibers on quality attributes of ready-to-eat fresh blueberries. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 2018;98(7):2587-97.
  10. Palma M, García P, Márquez-Ruiz G, Vergara C, Robert P. Release kinetics of flavonoids in methyl linoleate from microparticles designed with inulin and channelizing agent. *Food Research International*. 2014;64:99-105.
  11. Byrne CS, Chambers ES, Preston T, Tedford C, Brignardello J, Garcia-Perez I, et al. Effects of Inulin Propionate Ester Incorporated into Palatable Food Products on Appetite and Resting Energy Expenditure: A Randomised Crossover Study. *Nutrients*. 2019;11(4):861.
  12. Bersaneti GT, Mantovan J, Magri A, Mali S, Celligoi MAPC. Edible films based on cassava starch and fructooligosaccharides produced by *Bacillus subtilis* natto CCT 7712. *Carbohydrate Polymers*. 2016;151:1132-8.
  13. Tang Y, Xie F, Zhang D, Zhu M, Liu L, Liu P, et al. Physical properties and prebiotic activity of maize starch-based functional films. *Starch - Stärke*. 2015;67(1-2):124-31.
  14. Cao TL, Yang S-Y, Song KB. Development of Burdock Root Inulin/Chitosan Blend Films Containing Oregano and Thyme Essential Oils. *International Journal of Molecular Sciences*. 2018;19(1):131.
  15. Razzaq HAA, Pezzuto M, Santagata G, Silvestre C, Cimmino S, Larsen N, et al. Barley  $\beta$ -glucan-protein based bioplastic film with enhanced physicochemical properties for packaging. *Food Hydrocolloids*. 2016;58:276-83.
  16. Tong Q, Xiao Q, Lim L-T. Preparation and properties of pullulan-alginate-carboxymethylcellulose blend films. *Food Research International*. 2008;41(10):1007-14.
  17. Rodsamran P, Sothornvit R. Rice stubble as a new biopolymer source to produce carboxymethyl cellulose-blended films. *Carbohydrate Polymers*. 2017;171:94-101.
  18. Ebrahimi B, Mohammadi R, Rouhi M, Mortazavian AM, Shojaee-Aliabadi S, Koushki MR. Survival of probiotic bacteria in carboxymethyl cellulose-based edible film and assessment of quality parameters. *LWT*. 2018;87:54-60.
  19. Properties ASDoM, editor Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting 1995: American Society for Testing and Materials.
  20. Shojaee-Aliabadi S, Hosseini H, Mohammadifar MA, Mohammadi A, Ghasemlou M, Ojagh SM, et al. Characterization of antioxidant-antimicrobial  $\kappa$ -carrageenan films containing *Satureja hortensis* essential oil. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2013;52:116-24.
  21. ASTM E 96 (1995), Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials, E 96/E 96M - 05, i (1995) 1-8.
  22. Honarvar Z, Farhoodi M, Khani MR, Mohammadi A, Shokri B, Ferdowsi R, et al. Application of cold plasma to develop carboxymethyl cellulose-coated polypropylene films containing essential oil. *Carbohydrate Polymers*. 2017;176:1-10.
  23. Moosavi MH, Khani MR, Shokri B, Hosseini SM, Shojaee-Aliabadi S, Mirmoghtadaie L. Modifications of protein-based films using cold plasma. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2020;142:769-77.
  24. Tabarsa M, Anvari M, Joyner HS, Behnam S, Tabarsa A. Rheological behavior and antioxidant activity of a highly acidic gum from *Althaea officinalis* flower. *Food Hydrocolloids*. 2017;69:432-9.
  25. Ali U, Bijalwan V, Basu S, Kesarwani AK, Mazumder K. Effect of  $\beta$ -glucan-fatty acid esters on microstructure and physical properties of wheat straw arabinoxylan films. *Carbohydrate Polymers*. 2017;161:90-8.
  26. Saadiah MA, Zhang D, Nagao Y, Muzakir SK, Samsudin AS. Reducing crystallinity on thin film based CMC/PVA hybrid polymer for application as a host in polymer electrolytes. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2019;511:201-11.
  27. Akhter R, Masoodi FA, Wani TA, Rather SA. Functional characterization of biopolymer based composite film: Incorporation of natural essential oils and antimicrobial agents. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2019;137:1245-55.
  28. Soukoulis C, Singh P, Macnaughtan W, Parmenter C, Fisk ID. Compositional and physicochemical factors governing the viability of *Lactobacillus rhamnosus* GG embedded in starch-protein based edible films. *Food Hydrocolloids*. 2016;52:876-87.
  29. Orozco-Parra J, Mejía CM, Villa CC. Development of a bioactive synbiotic edible film based on cassava starch, inulin, and *Lactobacillus casei*. *Food Hydrocolloids*. 2020;104:105754.
  30. Bonilla J, Atarés L, Vargas M, Chiralt A. Properties of wheat starch film-forming dispersions and films as affected by chitosan addition. *Journal of Food Engineering*. 2013;114(3):303-12.
  31. Miller KS, Krochta JM. Oxygen and aroma barrier properties of edible films: A review. *Trends in Food Science & Technology*. 1997;8(7):228-37.

32. Odila Pereira J, Soares J, Costa E, Silva S, Gomes A, Pintado M. Characterization of Edible Films Based on Alginate or Whey Protein Incorporated with Bifidobacterium animalis subsp. lactis BB-12 and Prebiotics. *Coatings*. 2019;9(8):493.
33. Fernandes RVdB, Botrel DA, Silva EK, Borges SV, Oliveira CRd, Yoshida MI, et al. Cashew gum and inulin: New alternative for ginger essential oil microencapsulation. *Carbohydrate Polymers*. 2016;153:133-42.
34. Lan W, Zhang R, Ji T, Sameen DE, Ahmed S, Qin W, et al. Improving nisin production by encapsulated Lactococcus lactis with starch/carboxymethyl cellulose edible films. *Carbohydrate Polymers*. 2021;251:117062.

## Development and Characterization of a Novel Edible Film Based on Carboxymethylcellulose-Beta-Glucan Containing Inulin: Mechanical, Barrier and Structural Characteristics

Seyedzadeh-Hashemi S<sup>1</sup>, Mofid V<sup>2</sup>, Hosseini M<sup>2</sup>, Mohammadi R<sup>3</sup>, Mortazavian AM<sup>3\*</sup>, Shojaee-Aliabadi S<sup>4\*</sup>

1- MSc in Food Sciences and Technology, Faculty of Nutrition Sciences and Food Technology, National Nutrition and Food Technology Research Institute, Shahid Beheshti University of Medical Sciences, Tehran, Iran

2- Department of Food Sciences and Technology, Faculty of Nutrition Sciences and Food Technology, National Nutrition and Food Technology Research Institute, Shahid Beheshti University of Medical Sciences, Tehran, Iran

3- Associate Prof, Department of Food Science and Technology, School of Nutritional Sciences and Food Technology, Kermanshah University of Medical Sciences, Kermanshah, Iran.

4- \*Corresponding author: Prof, Department of Food Science and Technology, Faculty of Nutrition Sciences and Food Technology, National Nutrition and Food Technology Research Institute, Shahid Beheshti University of Medical Sciences, Tehran, Iran. Email: mortazyn@sbfu.ac.ir

5- \*Corresponding author: Associate Prof, Department of Food Science and Technology, Faculty of Nutrition Sciences and Food Technology, National Nutrition and Food Technology Research Institute, Shahid Beheshti University of Medical Sciences, Tehran, Iran. Email: s\_shojaee@sbfu.ac.ir

Received 3 Sept, 2021

Accepted 8 Dec, 2021

**Background and Objectives:** Bioactive packaging systems (coatings/films) are novel technology concepts in food industries. Bioactive compounds such as antioxidants, vitamins, probiotics and prebiotics are designed to be included in coatings or coating materials that directly affect health of consumers. The aim of this study was to assess feasibility of producing prebiotic edible films by adding inulin to the film based on carboxymethyl cellulose and beta-glucan and to investigate film mechanical, barrier and structural characteristics.

**Materials & Methods:** In this study, various concentrations of inulin (0, 2 and 4% w/v) were added to carboxymethylcellulose/beta-glucan solutions. Then, mechanical (tensile strength and elongation at break), barrier (oxygen and water permeability), optical (opacity, a, b and L) and structural characteristics of the films were compared with each other.

**Results:** Inulin included plasticizing effects in all treatments. Thus, tensile strength decreased and hydrophilicity, oxygen permeability and elongation at break increased significantly ( $p < 0.05$ ). Fourier-transform infrared spectroscopy analysis showed that hydrogen bonds were the major force between carboxymethylcellulose, beta-glucan and inulin, which increased flexibility and water affinity of the films.

**Conclusion:** Although addition of inulin improved composite films via increases in elongation at break and decreases in oxygen permeability of the composite films, their hydrophilicities increased as well. Therefore, these films include the potentials in cases, where packaging hydrophilicity is an advantage such as edible coating used in food products. However, further studies seem necessary.

**Keywords:** Prebiotic, Carboxymethyl cellulose, Beta-glucan, Edible film