

بررسی ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی فیلم فعال نشاسته- پلی وینیل الکل حاوی اسانس آویشن و امولسیون آن

علیرضا درعلی بنی^۱، نرجس آقاجانی^۲، عاطفه رضایی^۳، امیر دارائی گرمه خانی^۴

۱- دانش آموخته کارشناسی ارشد، گروه مهندسی علوم و صنایع غذایی، دانشکده صنایع غذایی بهار، دانشگاه بوعلی سینا، همدان، ایران

۲- نویسنده مسئول: استادیار گروه مهندسی علوم و صنایع غذایی، دانشکده صنایع غذایی بهار، دانشگاه بوعلی سینا، همدان، ایران، پست الکترونیکی: naghajani@basu.ac.ir.

۳- استادیار دانشکده تغذیه و علوم غذایی، مرکز تحقیقات تغذیه و امنیت غذایی، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان، ایران

۴- دانشیار گروه مهندسی علوم و صنایع غذایی، دانشکده فنی و منابع طبیعی تویسرکان، دانشگاه بوعلی سینا، همدان، ایران

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۵/۲۰

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۸/۱۴

چکیده

سابقه و هدف: اخیراً، تحقیقات مختلفی برای روشن شدن تأثیرات افزودن اسانس‌های مختلف به فیلم‌های زیست تخریب‌پذیر انجام شده است. این مطالعه با هدف بررسی ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی فیلم فعال نشاسته- پلی وینیل الکل حاوی اسانس آویشن و امولسیون آن انجام شد.

مواد و روش‌ها: به منظور تولید فیلم‌های فعال، پس از تهیه محلول نشاسته- پلی وینیل الکل، غلظت‌های مختلف اسانس آویشن (۱، ۳ و ۵ درصد) و غلظت ۱۰٪ از امولسیون‌های آویشن (امولسیون ۱، ۳ و ۵ درصد) استفاده شد.

یافته‌ها: مطابق با نتایج بدست آمده، فیلم‌های حاوی اسانس و امولسیون تأثیر مشابهی بر روی تمامی خصوصیات فیزیکوشیمیایی، مکانیکی و میکروبی فیلم داشتند، بدین صورت که افزایش اسانس آویشن و همچنین امولسیون آن به فرمولاسیون فیلم، باعث افزایش معنی‌دار ($p < 0.05$) در پارامترهای ضخامت، جذب رطوبت طی گذشت زمان، زاویه تماس و میزان فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم‌ها شد. از طرفی این افزایش بر روی خصوصیات میکروبی فیلم نیز تأثیر گذاشت و هر دو باعث افزایش مساحت هاله بازدارندگی از رشد/شریشیکلی و/استافیلوکوکوس/اورتوس شدند. نتایج FTIR نیز نشان داد که همه فیلم‌ها نوار جذب گسترده‌ای را در $3700-3000$ سانتی‌متر مربع نشان دادند که ناشی از ارتعاش کشش آزاد گروه‌های هیدروکسیل درون مولکولی و بین مولکولی بود و از طرفی از لحاظ ساختار میکروسکوپی، نتایج SEM نشان داد که سطح فیلم‌های بارگذاری شده با اسانس خشن‌تر بوده و با افزایش غلظت آن، تجمع کمی نشان داد.

نتیجه‌گیری: در حالت کلی فیلم‌های تهیه شده از نشاسته- پلی وینیل الکل حاوی اسانس آویشن و امولسیون آن مرغوبیت و بار میکروبی مناسبی برخوردار بوده و می‌توان از آن به عنوان بسته‌بندی فعال استفاده کرد.

واژگان کلیدی: اسانس آویشن، امولسیون آویشن، فیلم فعال نشاسته- پلی وینیل الکل، فعالیت آنتی‌اکسیدانی

• مقدمه

فیلم‌های خوراکی را می‌توان بر اساس نوع تهیه آن‌ها به سه دسته، پروتئینی (پروتئین‌های آب پنیر، سویا و ذرت)، پلی‌ساکاریدی (کیتوزان، سلولز، آلژینات و نشاسته) و لیپیدی (واکس‌ها و اسیدهای چرب) تقسیم‌بندی نمود (۳). بررسی نتایج حاصل از پژوهش‌های مختلف نشان داد که ترکیب بیوپلیمرهای مختلف نسبت به استفاده از یک بیوپلیمر خالص، فیلمی با ویژگی‌های مطلوب‌تر تولید می‌کند، زیرا در این حالت هم‌زمان می‌توان از کلیه خصوصیات مطلوب بیوپلیمرها بهره

استفاده از پلاستیک‌های حاصل از مشتقات نفتی در سال‌های اخیر، آلودگی‌های زیست محیطی را گسترش داده است (۱). علاوه بر این، اثرات منفی بالقوه این ترکیبات بر سلامت انسان، نگرانی‌های جهانی گسترده‌ای را به دنبال دارد. بنابراین، توسعه مواد بسته‌بندی ایمن و سازگار با محیط زیست مورد توجه قرار گرفته است (۲). این امر استفاده از بیوپلیمرهای زیست تخریب‌پذیر در بسته‌بندی مواد غذایی را به امری ضروری تبدیل کرده است (۱). بیوپلیمرهای مورد استفاده در تهیه

جست و همچنین آن‌ها اثرات نامطلوب و معایب یکدیگر را پوشش خواهند داد. نشاسته، یک کربوهیدرات پلیمری است که از واحدهای گلوکز تشکیل شده است و پس از سلولز فراوان‌ترین پلی‌ساکارید موجود در طبیعت می‌باشد (۴). تجدیدپذیر بودن، دسترسی آسان و قیمت پایین نشاسته باعث می‌شود که از آن به عنوان جایگزین پلیمرهای مصنوعی مشتق شده از نفت استفاده شود (۵). نشاسته خالص، فاقد مقاومت در برابر آب (به دلیل ماهیت آب دوستی) و پایداری حرارتی است (۶). بنابراین، برای تشکیل یک فیلم با خاصیت بسته‌بندی خوب، معمولاً نشاسته محلول در آب باید با پلیمری مانند پلی‌وینیل الکل مخلوط شود. بیوپلیمر سنتزی پلی‌وینیل الکل در نتیجه هیدرولیز پلیمر پلی‌وینیل استات تولید می‌شود. PVA دارای ویژگی‌هایی همانند مقاومت شیمیایی بالا، حلالیت در آب، تورم پذیری، زیست سازگاری، سمی نبودن، قابلیت تشکیل فیلم عالی، ثبات گرمایی و استحکام مناسب است (۱). این ویژگی‌ها، PVA را به گزینه مناسبی جهت اختلاط با پلیمرهای طبیعی در تولید فیلم‌های مرکب تبدیل کرده است (۶). با این حال، هزینه نسبتاً بالا و نرخ پایین تجزیه بیولوژیکی، دو محدودیت عمده در هنگام استفاده از مواد بسته‌بندی ساخته شده از پلی‌وینیل الکل خالص می‌باشد که با ترکیب کردن نشاسته با PVA خالص می‌توان این دو عیب را برطرف نمود. وجود گروه‌های هیدروکسیل در نشاسته و پلی‌وینیل الکل و در نتیجه برقراری پیوندهای هیدروژنی بین آن‌ها به طور بالقوه می‌تواند باعث افزایش قابلیت امتزاج پذیری و بهبود ویژگی‌های فیزیکی ترکیبات حاصل از آن‌ها شود (۷). خاصیت ضد میکروبی نیز برای بسته‌بندی مواد غذایی مهم است. بسته‌بندی فعال ضد میکروبی با بسته‌بندی‌های سنتی و رایج در توانایی کاهش یا مهار رشد میکروارگانیسم‌های بیماری‌زا و یا فساد از در سطوح مواد غذایی متفاوت است (۵). ترکیب اجزای عملکردی مانند اسانس‌ها در مواد بسته‌بندی، یک روش امیدوارکننده برای کنترل رشد نامطلوب میکروارگانیسم‌ها و افزایش ماندگاری است. علاوه بر این، افزودن اسانس‌ها برای تهیه فیلم‌های ترکیبی می‌تواند به طور مؤثری باعث بهبود خواص مکانیکی، مقاومت در برابر آب، فعالیت آنتی‌اکسیدانی و ضد میکروبی شود. آویشن (*Thymus vulgaris*) یکی از گیاهان تیره نعنائیان است. قسمت اعظم اسانس آویشن را فنول‌ها، هیدروکربن‌های مونوترپنی و الکل‌ها تشکیل می‌دهند. آویشن دارای فعالیت ضد میکروبی گسترده‌ای در برابر بسیاری از قارچ‌ها، مخمرها و باکتری‌ها است که این اثر به طور عمده مربوط به ترکیبات فنولی آن می‌باشد. هر قدر مقدار مواد فنولیک در اسانس بالاتر باشد، خواص ضد میکروبی آن بیشتر خواهد بود. این مواد شامل کارواکرول، اوژنول و تیمول

هستند. گزارش‌هایی در مورد تهیه فیلم‌های بسته‌بندی مواد غذایی حاوی آویشن برای کنترل فساد و بیماری‌زایی میکروارگانیسم‌ها وجود دارد (۸). نانو امولسیون، یک سیستم کلوئیدی تثبیت شده توسط لایه‌های سطحی سورفاکتانت است. سیستم کلوئیدی مبتنی بر نانو امولسیون روغن در آب می‌تواند به عنوان یک حامل ایده‌آل برای اسانس‌ها جهت بهبود ویژگی‌های آن‌ها در امولسیون‌های تشکیل فیلم باشد. علاوه بر این، از نانو امولسیون‌ها می‌توان برای بهبود حلالیت، پایداری در محیط و به حداقل رساندن اثرات مضر اسانس‌ها بر خواص حسی استفاده کرد. نانو امولسیون‌ها می‌توانند فعالیت‌های آنتی-اکسیدانی فیلم‌های زیست تخریب‌پذیر را بهبود بخشند، همچنین می‌توانند مقاومت فیلم‌ها در برابر آب را افزایش دهند در عین حال حلالیت فیلم‌ها را کاهش و خواص مکانیکی آن‌ها را بهبود بخشند.

استفاده از اسانس‌های گیاهی و عصاره ادویه‌جات به جای مواد نگه‌دارنده شیمیایی نگرانی‌های ناشی از مصرف این گونه مواد را کاهش می‌دهد (۹). اسانس‌های گیاهی و ترکیبات آن‌ها از زمان‌های قدیم به عنوان مواد طعم‌دهنده مورد استفاده قرار گرفته‌اند و هم اکنون ثابت شده است که این مواد دارای طیف وسیعی از فعالیت ضد میکروبی هستند (۹). ترکیب، ساختار و گروه‌های عاملی اسانس‌ها نقش مهمی در فعالیت ضد میکروبی آن‌ها ایفا می‌کنند و معمولاً ترکیباتی که دارای گروه‌های فنولی هستند، مؤثرترند.

حسینی و همکاران (۱۳۸۷) در بررسی خود به این نتیجه رسیدند که افزودن اسانس آویشن به فیلم‌های کیتوزان، محتوای رطوبت، درصد انحلال در آب، نرخ عبور بخار آب و درصد افزایش طول فیلم‌ها را در لحظه پاره شدن افزایش داد. آویشن از مواد ضد میکروبی مناسب برای تولید فیلم‌ها و پوشش‌های از جنس کیتوزان با خواص ضد میکروبی برای بسته‌بندی فعال مواد غذایی مختلف می‌باشد (۱۰).

اخیراً، تحقیقات مختلفی برای روشن شدن تأثیرات افزودن اسانس‌های مختلف به فیلم‌های زیست تخریب‌پذیر انجام شده است (۲). بنابراین استفاده از فیلم ترکیبی نشاسته - پلی‌وینیل الکل غنی شده با آویشن به عنوان جایگزین بسته‌بندی‌های پلیمری مصنوعی مشتق شده از نفت، سبب کاهش میزان آلودگی‌های زیست محیطی شده و به دلیل دارا بودن خاصیت ضد میکروبی و فعالیت آنتی‌اکسیدانی می‌تواند سبب افزایش ایمنی و ماندگاری مواد غذایی موجود در بسته‌بندی، حفاظت از محیط زیست، تضمین سلامتی مصرف‌کنندگان مواد غذایی و کاهش تلفات مواد غذایی گردد (۲). با توجه به مطالب فوق این مطالعه با هدف بررسی اثر

فعال، پس از تهیه محلول نشاسته- پلی وینیل الکل، غلظت‌های مختلف اسانس آویشن (۱، ۳ و ۵ درصد) و غلظت ۱۰٪ از امولسیون‌های آویشن (امولسیون ۱، ۳ و ۵ درصد) اضافه و به مدت ۵ دقیقه هم‌زده شدند. ادامه مراحل همانند روش تولید فیلم پایه نشاسته- پلی وینیل الکل می‌باشد.

جذب رطوبت

مقدار جذب آب فیلم‌های تولید شده طبق روش قنبرزاده و همکاران (۲۰۱۰) انجام شد. فیلم‌ها به صورت قطعات ۲×۲ سانتی‌متری آماده و در دسیکاتور حاوی سولفات کلسیم (رطوبت نسبی کمتر از ۵٪) به مدت ۲۴ ساعت مشروط گردیدند. پس از توزین، نمونه‌ها (m_1) به دسیکاتور حاوی محلول اشباع سولفات پتاسیم (دمای ۲۰ °C و رطوبت نسبی ۹۷٪) منتقل و در فواصل زمانی معین تا رسیدن به وزن ثابت توزین شدند (m_2). مقدار جذب رطوبت از رابطه (۱) محاسبه گردید. این آزمون با سه تکرار برای هر فیلم انجام شد (۱۲).

$$(1) \quad \text{درصد جذب رطوبت} = (m_2 - m_1 / m_1) \times 100$$

ضخامت فیلم

ضخامت فیلم‌های تولید شده به وسیله یک کولیس دیجیتالی (اینسایز مدل ۱۱۰۸-۱۵۰) با دقت ۰/۰۱ میلی‌متر در ۱۰ موقعیت تصادفی از هر فیلم اندازه‌گیری شد. میانگین ضخامت هر فیلم در محاسبات ویژگی‌های مکانیکی و نفوذپذیری به بخار آب استفاده شد (۱۲).

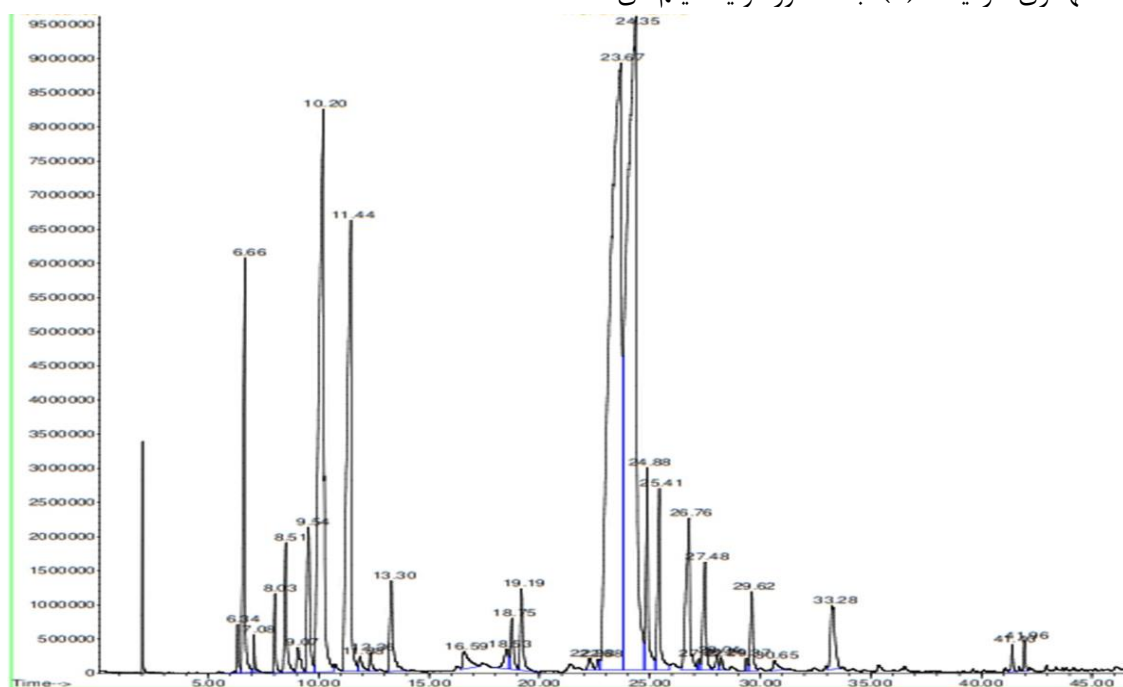
افزودن غلظت‌های مختلف اسانس و امولسیون آویشن بر ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی و ضدمیکروبی فیلم فعال و زیست تخریب‌پذیر بر پایه نشاسته - پلی وینیل الکل انجام شد.

• مواد و روش‌ها

آماده‌سازی فیلم فعال حاوی نانو امولسیون آویشن /

نشاسته ذرت-پلی وینیل الکل

جهت انجام این تحقیق از اسانس آویشن استخراج شده در گروه علوم و صنایع غذایی دانشگاه بوعلی سینا استفاده شد و جهت شناسایی ترکیبات مورد آنالیز GC-MS قرار گرفت (شکل ۱ و جدول ۱). تهیه امولسیون اسانس آویشن (با غلظت‌های ۱، ۳ و ۵ درصد) بر اساس روش غنی و همکاران (۲۰۱۸) انجام و تا هنگام استفاده در دمای اتاق نگهداری شد. برای تهیه فیلم‌های ترکیبی نشاسته - پلی وینیل الکل از روش ریخته‌گری محلول استفاده شد (۱۱). ابتدا ۳/۵ گرم نشاسته خشک، ۳/۵ گرم پلی وینیل الکل، ۴ گرم گلیسرول، ۰/۲ گرم سدیم بی‌سولفیت و ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر آماده شد. این مخلوط با استفاده از همزن مغناطیسی با سرعت ۵۰۰ دور در دقیقه و به مدت ۶۰ دقیقه در حمام آب در دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد مخلوط شد. مخلوط تا دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد خنک و برای تهیه فیلم‌ها، ۵۰ میلی‌لیتر از محلول تشکیل‌دهنده فیلم به پلیت (۲۵×۲۵ سانتی‌متر) اضافه و به مدت ۱۲ ساعت در ۴۰ درجه سانتی‌گراد خشک گردید. فیلم‌های تهیه شده درون کیسه‌های پلی اتیلن قرار داده شدند و برای ارزیابی در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد نگهداری گردیدند (۲). به منظور تولید فیلم‌های



شکل ۱. پیک کروماتوگرافی GC-MS اسانس آویشن

جدول ۱. نتایج تجزیه و تحلیل GC-MS اسانس آویشن و ترکیبات تشکیل دهنده آن

شماره	سطح زیر پیک (%)	زمان ظهور پیک	ترکیب تشکیل دهنده
1	0.37	6.34	Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 4-meth...
2	3.60	6.65	(1R)-2,6,6- Trimethylbicyclo[3.1 alpha.-Pinene
3	0.24	7.08	Camphene
4	0.55	8.02	Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dime... beta.-Pinene
5	1.27	8.51	beta.-Myrcene
6	0.37	9.07	.alpha.-Phellandrene
7	1.77	9.55	Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-meth... (+)-4-Carene (+)-2-Carene
8	11.57	10.20	p-Cymene o-Cymene Benzene, 1-methyl-3-(1-methylet...
9	7.62	11.44	gamma.-Terpinene
10	0.21	11.88	Bicyclo[3.1.0]hexan-2-ol, 2-met... 5-Isopropyl-2-methylbicyclo[3.1...
11	0.16	12.36	Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-meth... (+)-4-Carene
12	1.23	13.30	Linalool
13	0.48	16.59	Terpinen-4-ol 3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(...
14	0.38	18.53	L-.alpha.-Terpineol
15	0.60	18.75	Benzene, 2-methoxy-4-methyl-1-(...
16	0.90	19.19	Benzene, 2-methoxy-1-methyl-4-(...
17	0.19	22.28	Bornyl acetate Acetic acid, 1,7,7-trimethyl-bi... Bicyclo[2.2.1]heptan-2-ol, 1,7,...
18	0.13	22.68	3-Methyl-4-isopropylphenol Phenol, 2-methyl-5-(1-methyleth...
19	29.71	23.67	3-Methyl-4-isopropylphenol Phenol, 2-methyl-5-(1-methyleth... Thymol
20	27.77	24.35	3-Methyl-4-isopropylphenol Phenol, 2-methyl-5-(1-methyleth... Thymol
21	1.95	24.89	Phenol, 5-methyl-2-(1-methyleth...
22	1.88	25.42	Phenol, 2-methyl-5-(1-methyleth...
23	2.50	26.77	Caryophyllene Bicyclo[5.2.0]nonane, 2-methyle...
24	0.10	27.22	.alpha.-Maaliene (-)-.alpha.-Panasinsen (2S,4aR,8aR)-4a,8-Dimethyl-2-(p...
25	1.38	27.49	1H-Cycloprop[e]azulene, decahyd... Aromandendrene
26	0.18	28.03	1,4,7,-Cycloundecatriene, 1,5,9... Humulene
27	0.13	28.24	Alloaromadendrene (1R,9R,E)-4,11,11-Trimethyl-8-m...
28	0.12	29.37	1H-Cycloprop[e]azulene, 1a,2,3,... Alloaromadendrene 1H-Cyclopropa[a]naphthalene, 1a...
29	0.82	29.62	1H-Cycloprop[e]azulene, 1a,2,3,...
30	0.21	30.65	Benzene, 1-methoxy-4-(1-methoxy... Ethanone, 1-(2-hydroxy-6-methox... Ethanone, 1-(2-hydroxy-5-methox...
31	1.21	33.29	1H-Cycloprop[e]azulen-7-ol, dec... (-)-Spathulenol 1H-Cycloprop[e]azulen-7-ol, dec...
32	0.19	41.40	3,4,5-LANDRIN ACEPHATE
3	0.21	41.96	3,4,5-LANDRIN ACEPHATE

سنجش میزان زاویه تماس فیلم‌ها

اندازه‌گیری زاویه تماس فیلم‌ها با روش قطره چسبنده (Sessile drop) که یک روش متداول در تعیین میزان آب‌گریزی سطوح جامد می‌باشد، انجام شد. بدین منظور ۵ میکرولیتر آب دیونایز توسط دستگاه (Kruss G10, Germany) بر روی نمونه‌ها قرار داده شد و زاویه تماس قطره با فیلم در زمان اولیه گزارش گردید. این آزمون در سه تکرار انجام شد (۱۲).

رفتار تورم

به منظور تخمین درجه تورم و تراکم پیوند عرضی پلاستیک، سه نمونه (۱/۵ سانتی متر $\times$ ۱/۵ سانتی متر) برش از ۳ تکرار فیلم به طور جداگانه در ۷۰ سانتی متر مکعب آب دیونیزه خیسانده شد. تقریباً پس از ۲۴ ساعت غوطه‌وری، تورم حاصل شد و وزن نمونه‌های متورم (W_1) تعیین شد. سرانجام، هر نمونه تا رسیدن به وزن ثابت درون دسیکاتور خشک و مجدداً توزین شد (W_0). کل این روش در دمای اتاق انجام شد. میانگین محتوای آب فیلم‌ها (WQ) از میانگین شاخص‌های محاسبه شده برای ۳ نمونه با استفاده از معادله ۲ به دست آمد. همچنین میانگین درجه تراکم (Sw) از معادله (۳) محاسبه شد.

$$WQ(\%) = \frac{W_1 - W_0}{W_1} \times 100 \quad (2)$$

$$Sw = W_0 - W_1 / W_0 \quad (3)$$

حلالیت فیلم‌ها

میزان حلالیت فیلم‌ها در آب به روش اکرامی و همکاران (۲۰۱۴) انجام شد. قطعات 3×3 سانتی‌متر از هر فیلم پس از توزین درون ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر انداخته و مدت ۹ ساعت در دمای 25°C توسط ارلن شیکر به آرامی هم‌زده شد. سپس کل محتویات ظرف روی کاغذ صافی واتمن شماره ۴۱ که قبلاً به وزن ثابت رسیده و دقیقاً توزین شده بود، ریخته شد. کاغذ صافی به همراه نمونه در دمای 100°C تا رسیدن به وزن ثابت خشک شد. حلالیت فیلم‌ها به کمک رابطه (۴) محاسبه گردید. این آزمون با سه تکرار برای هر فیلم انجام شد (۱۳).

$$100 \times (\text{وزن خشک نهایی} - \text{وزن خشک اولیه}) = \text{درصد حلالیت در آب}$$

$$\text{وزن خشک نمونه} \quad (4)$$

اثر ضد میکروبی فیلم فعال مبتنی بر پلی وینیل الکل

به منظور بررسی اثر ضد میکروبی فیلم حاوی اسانس آویشن بر باکتری‌ها از روش کشت سطحی استفاده گردید. به طوری که در شرایط استریل و در زیر هود، ۰/۱ میلی‌لیتر از محیط کشت مولر هیلتون براث (MHB) که سوش در آن فعال شده بود، به محیط کشت مولر هیلتون آگار (MHA) منتقل گردید و به وسیله سوآپ استریل در سطح محیط کشت پخش شد. سپس فیلم‌های حاوی اسانس که به صورت دیسک‌هایی با قطر

۹ mm پانچ شده بود، روی محیط کشت قرار گرفت. محیط‌های کشت همراه با دیسک‌ها در انکوباتور با دمای 37°C قرار داده شدند و بعد از ۲۴ ساعت از انکوباتور خارج و مورد بررسی قرار گرفتند و قطر هاله عدم رشد که در اطراف دیسک‌ها تشکیل شده بود، اندازه‌گیری گردید (۱۴).

طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه FT-IR

گروه‌های عملکردی فیلم‌ها با استفاده از طیف سنج FT-IR (نیکولت ۵۷۰۰، ترمو الکترونی، ایالات متحده آمریکا) در محدوده تعداد موج $4000 - 500 \text{ cm}^{-1}$ با سرعت اسکن 4 cm^{-1} ضبط شد (۱۵).

میکروسکوپ الکترونی روبشی

تفاوت در مورفولوژی فیلم‌های تولید شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) با بررسی سطح روبی و مقطع عرضی فیلم‌های تولید شده مورد مطالعه قرار گرفت. مورفولوژی فیلم‌های تولیدی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی در ولتاژ عملکردی ۵۰۰ کیلو وات مورد بررسی قرار گرفت. نمونه‌ها روی یک پایه استوانه‌ای شکل پوشانده شده با نوار کربن قرار گرفتند و سپس با یک لایه طلا پوشانده شدند.

نفوذپذیری فیلم‌ها نسبت به بخار آب

آزمون تراوایی نسبت به بخار آب فیلم‌های خوراکی تولید شده، طبق روش Xue و همکاران (۲۰۱۹) انجام شد (۲۹). در این آزمون از سل‌های شیشه‌ای استفاده شد. سل‌ها با ۳۰ گرم سیلیکاژل پر و نمونه‌های فیلم روی دهانه سل‌ها قرار داده شد و با چسب نواری، پارافین مذاب و پارافیلیم، محکم و آب‌بندی گردید. سل‌ها درون دسیکاتور حاوی محلول اشباع کلرید سدیم با رطوبت نسبی ۷۵٪ و دمای 20°C قرار گرفت. مدت دو هفته در بازه‌های زمانی مشخص سل‌ها با ترازویی با دقت ۰/۰۰۱ گرم توزین و نمودار آن به صورت تابعی از زمان رسم گردید. شیب هر خط رسم شده محاسبه و نرخ انتقال بخار آب از تقسیم شیب خط کشیده شده بر سطح فیلم‌های مورد آزمون مطابق با رابطه (۵) به دست آمد.

$$(5) \quad \text{WVTR (مساحت سطح فیلم / شیب منحنی)} = \text{Water vapor}$$

با ضرب نرخ انتقال بخار آب در ضخامت فیلم و تقسیم کردن بر اختلاف فشار بین رطوبت نسبی درون سل‌ها و رطوبت نسبی دسیکاتور، نفوذپذیری نسبت به بخار آب حاصل شد (۶). این آزمون با سه تکرار برای هر فیلم انجام شد.

$$(6) \quad \text{میزان نفوذپذیری} = (WVTR \times Z / \Delta P)$$

ΔP اختلاف فشار و Z ضخامت نمونه‌هاست (۱۶).

خواص مکانیکی

خواص مکانیکی شامل مقاومت کششی (Tensile strength)، مدول یانگ (YM) و ازدیاد طول تا نقطه شکست (EB) با استفاده از دستگاه آنالیز بافت (دستگاه بافت سنج مدل SANTAM STM) با استفاده از پروب آکوستیک چندگانه کششی به دست آمد. فیلم‌ها به نوارهای مستطیلی (۵۰×۲۰ میلی‌متر) برش داده شدند. فاصله اصلی و سرعت آزمایش به ترتیب ۵۰ میلی‌متر و ۰/۱ میلی‌متر بر ثانیه تنظیم شد (۱۲). استحکام کششی، حداکثر تنش لازم برای پاره شدن فیلم طی آزمون کششی است. استحکام کششی با دستگاه تجزیه و تحلیل بافت اندازه‌گیری می‌شود. هنگامی که طول کشیده شده فیلم تا نقطه پاره شدن آن اندازه‌گیری شود، از اصطلاح کشیدگی در پارگی یا EB استفاده می‌شود. در صورتی که نسبت طول کشیده شده فیلم به طول نخستین آن پیش از نقطه پاره شدن به صورت درصد گزارش شود، اصطلاح درصد کشیدگی یا PE کاربرد دارد. این شاخص را مقاومت به پاره شدن یا TR نیز نامیده‌اند.

مدول الاستیک یا EM (Elastic modulus) نمایانگر مقدار نیرو لازم برای تغییر شکل جسم الاستیک تا حد مشخص است. مدول الاستیک با دستگاه بافت سنج اندازه‌گیری می‌شود. کاربرد واژه سختی نیز در این ارتباط مرسوم است (۱۲).

فعالیت آنتی‌اکسیدانی

فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم‌ها با استفاده از روش مهار رادیکال‌های آزاد DPPH ارزیابی شد. فیلم‌های تهیه شده برای اندازه‌گیری در محفظه‌ای قرار گرفتند (23±2°C, 55±5% RH) و هر یک روز در میان نمونه‌برداری شد. ۰/۱ گرم از هر فیلم (با برش‌های تقریباً کوچک) به ۲ میلی‌لیتر متانول افزوده شد و به مدت ۳ ساعت در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد با سرعت ۱۵۰ دور در دقیقه هم‌زده شد. سپس به منظور جداسازی مواد حل نشده، مخلوط به مدت ۱۰ دقیقه (3000×g) سانتریفیوژ شد. محلول عصاره فیلم (۱ میلی‌لیتر) با محلول متانولی ۰/۲ میلی مولار DPPH مخلوط شد. مخلوط ورتکس شده و در تاریکی پردازش شد (۳۰ دقیقه، ۲۵ °C). جذب نمونه‌ها با دستگاه اسپکتروفوتومتری در طول موج ۵۱۷ نانومتر اندازه‌گیری شد. درصد مهار رادیکال‌های DPPH با استفاده از معادله ۷ محاسبه شد.

$$\text{DPPH radical scavenging activity \%} = \frac{\text{Abs}_{\text{control}} - \text{Abs}_{\text{sample}}}{\text{Abs}_{\text{control}}} \times 100 \quad (7)$$

که Abs sample و Abs control به ترتیب جذب در ۵۱۷ نانومتر برای محلول حاوی DPPH و محلول فاقد DPPH را نشان می‌دهد (۱۷-۱۸).

تجزیه و تحلیل آماری

در این مطالعه، اثر افزودن غلظت‌های مختلف اسانس آویشن (۱، ۳ و ۵ درصد) و امولسیون آویشن (۱، ۳ و ۵ درصد) بر ویژگی‌های کیفی فیلم نشاسته-پلی وینیل الکل در کنار نمونه فیلم شاهد بدون ماده فعال در ۵ تکرار در قالب طرح کاملاً تصادفی بررسی و توسط نرم‌افزار SPSS نسخه ۲۶ مورد تجزیه و تحلیل آماری قرار گرفت. مقایسه میانگین تیمارها با آزمون چند دامنه‌ای دانکن با سطح احتمال ۵٪ انجام شد. برای رسم نمودارها از نرم‌افزار Excel (۲۰۰۷) استفاده شد.

• یافته‌ها

تعیین ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی فیلم تولید شده

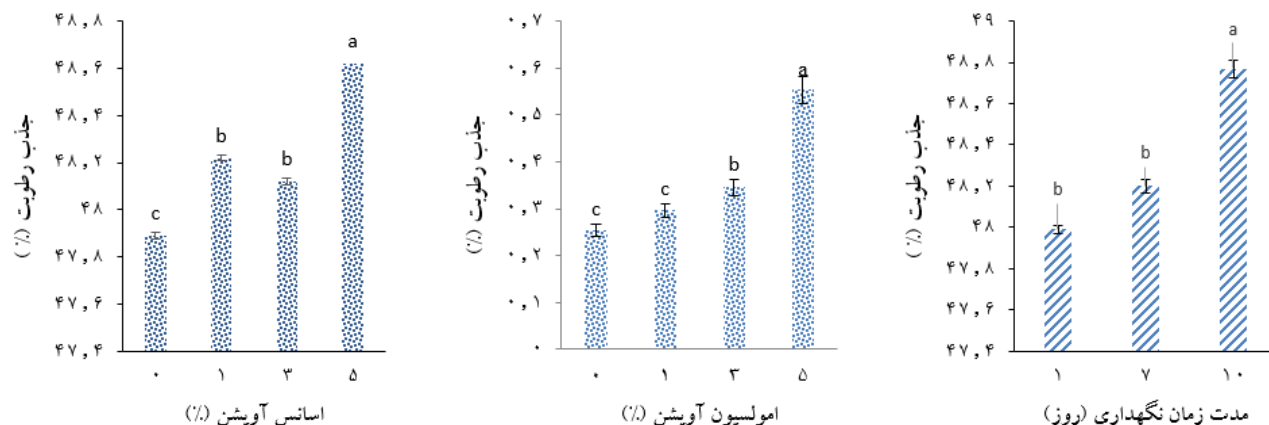
جذب رطوبت فیلم

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی درصد جذب رطوبت فیلم‌های تولیدی در جدول ۲ ارائه شده است. مطابق با نتایج بدست آمده اسانس آویشن و زمان نگهداری اثر معنی‌دار بر روی درصد جذب رطوبت فیلم‌های تولیدی دارند ($p < 0.05$). مطابق با نتایج معنی‌دار بدست آمده، نمودار مقایسه میانگین جذب رطوبت به صورت تابعی از تغییرات تیمار و مدت زمان نگهداری به ترتیب در شکل ۲ نشان داده شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود با افزایش غلظت اسانس و مدت زمان نگهداری بر میزان درصد جذب رطوبت افزوده شده بود. به طوری که نمونه حاوی ۵٪ اسانس آویشن و همچنین نمونه نگهداری شده در روز دهم بیشترین میزان جذب رطوبت را از خود نشان دادند ($p < 0.05$). محدوده درصد رطوبت جذب شده در فیلم‌های تولیدی ۴۷/۳۲-۴۹/۳۰ با انحراف استاندارد ۰/۵۰۱ بدست آمد.

نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی درصد جذب رطوبت فیلم‌های تولیدی در جدول ۲ ارائه شده است. مطابق با نتایج بدست آمده امولسیون آویشن و زمان نگهداری اثر معنی‌داری بر روی درصد جذب رطوبت فیلم داشتند ($p < 0.05$). مطابق با نتایج معنی‌دار بدست آمده اثر امولسیون، نمودار مقایسه میانگین در شکل ۲ قابل مشاهده می‌باشد. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش امولسیون تغییرات معنی‌داری در جهت افزایش جذب رطوبت در فیلم‌های تولیدی مشاهده شده است. محدوده درصد رطوبت جذب شده در فیلم‌های تولیدی ۴۷/۷۱-۴۹/۸۰ با انحراف استاندارد ۲/۰۹ بود.

جدول ۲. تجزیه واریانس اثر اسانس و امولسیون آویشن بر روی میزان جذب رطوبت طی زمان نگهداری فیلم

منابع تغییرات	درجه آزادی	اسانس آویشن	میانگین مربعات	امولسیون اسانس آویشن
تیمار	۳	۰.۶۳۰*	۰.۳۵۱**	
زمان نگهداری (روز)	۲	۱.۴۷۳**	۲.۱۵۴**	
اثر متقابل روز*تیمار	۶	۰.۰۸ ^{ns}	۰.۰۱۳ ^{ns}	
خطا	۲۴	۰.۱۱۲	۰.۲۴۷	
کل	۳۵			

* = معنی دار در سطح ۹۵٪، ** = معنی دار در سطح ۹۹٪ و ^{ns} = غیر معنی دار

شکل ۲. منحنی مقایسه میانگین اثر اسانس و امولسیون آویشن و مدت زمان نگهداری بر درصد جذب رطوبت فیلم‌های تولیدی (حروف متفاوت نشان‌دهنده تفاوت معنی دار و حروف مشابه نشان‌دهنده عدم تفاوت معنی دار در سطح احتمال ۹۵ درصد)

نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی درصد تورم فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ نشان داده شده است. مطابق با نتایج بدست آمده، امولسیون آویشن نیز اثر معنی‌داری بر روی درصد تورم فیلم‌های تولیدی نداشت ($p > 0.05$). به عبارت دیگر تفاوت معنی‌داری بین میانگین تیمارها از لحاظ درصد تورم دیده نشد (شکل ۳).

ضخامت فیلم

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر ضخامت فیلم در جدول ۳ قابل مشاهده می‌باشد. با توجه به نتایج بدست آمده اسانس آویشن اثر معنی‌داری بر روی ضخامت فیلم داشت ($p < 0.05$). مطابق با نتایج معنی‌دار بدست آمده، نمودار مقایسه میانگین در شکل ۳ قابل مشاهده می‌باشد. نتایج مقایسه میانگین‌ها نشان داد که با افزایش درصد اسانس آویشن، بر میزان ضخامت فیلم‌ها افزوده شد به طوری که کم‌ترین ضخامت مربوط به فیلم شاهد یا فیلم حاوی صفر درصد اسانس آویشن بوده (۰/۲۵۳ میلی‌متر) و بیشترین ضخامت نیز مربوط به فیلم حاوی ۵ درصد اسانس آویشن (۰/۴۸۶ میلی‌متر) بود ($p < 0.05$). محدوده ضخامت بدست آمده برای فیلم‌ها ۰/۵۰ - ۰/۲۴ میلی‌متر با انحراف استاندارد ۰/۰۸۸ بود.

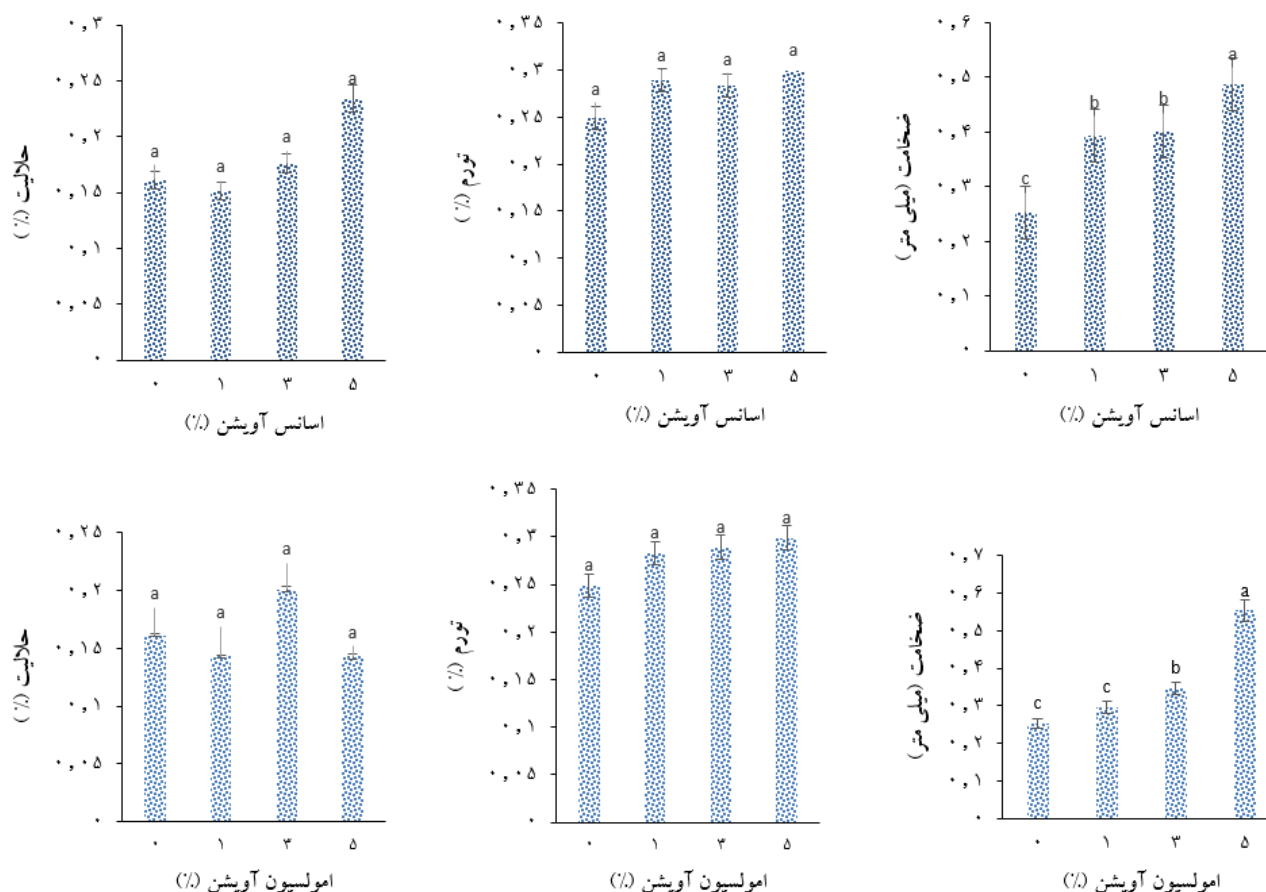
درصد حلالیت فیلم در آب

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی درصد حلالیت فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ نشان داده شده است. همان‌طور که از نتایج جدول تجزیه واریانس (۳) مشاهده می‌شود اسانس آویشن تأثیر معنی‌داری بر روی درصد حلالیت در آب فیلم ندارد ($p > 0.05$) و با توجه به نتایج بدست آمده اثر غیر معنی‌دار اسانس آویشن بر روی درصد حلالیت، در واقع تفاوت بین میانگین‌ها دیده نشد (شکل ۳).

نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی درصد حلالیت در آب فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ قابل مشاهده می‌باشد. مطابق با نتایج بدست آمده، امولسیون آویشن نیز اثر غیرمعنی‌داری بر روی درصد حلالیت فیلم در آب داشت ($p > 0.05$). به عبارت دیگر تفاوت معنی‌داری بین میانگین تیمارها از لحاظ درصد حلالیت دیده نشد (شکل ۳).

شاخص تورم فیلم

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی شاخص تورم فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ ارائه شده است. با توجه به نتایج بدست آمده اسانس آویشن اثر معنی‌دار بر روی درصد تورم فیلم‌های تولیدی ندارد ($p > 0.05$). با توجه به نتایج بدست آمده اثر غیرمعنی‌دار اسانس آویشن بر روی درصد تورم فیلم‌ها، در واقع تفاوتی بین میانگین‌ها دیده نشد (شکل ۳).



شکل ۳. منحنی مقایسه میانگین اثر اسانس (a) اسانس و (b) امولسیون آویشن بر روی (۱) درصد حلالیت (۲) درصد تورم و (۳) ضخامت فیلم‌های تولیدی (حروف متفاوت نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار و حروف مشابه نشان‌دهنده عدم تفاوت معنی‌دار در سطح احتمال ۹۵ درصد)

جدول ۳. تجزیه واریانس اثر اسانس و امولسیون آویشن بر روی خواص کیفی، آنتی‌اکسیدانی و ضد میکروبی فیلم‌های تولیدی

منابع تغییرات	df	ضخامت فیلم	حلالیت در آب	شاخص تورم	زاویه تماس	فعالیت آنتی‌اکسیدانی	مقاومت به کشش	ازدیاد طول	مدول الاستیسیته	مساحت هاله بازدارندگی رشد / اثرشیاکلکی	مساحت هاله بازدارندگی از رشد استافیلوکوکوس اورئوس
تیمار (اسانس آویشن)	۳	۰.۰۲۸**	۱.۹۴۰ ^{ns}	۰.۰۰۲ ^{ns}	۵۸۹.۸۴۵**	۲۰۵۵.۵۳۳**	۰.۱۲۳ ^{ns}	۴۵۸.۰۴۴ ^{ns}	۰.۱۳۸ ^{ns}	۴۵۵.۳۳۳**	۴۷۲.۷۵**
خطا	۱۲	۰.۰۰۰	۰.۰۰۲	۰.۰۰۳	۰.۷۸۴	۰.۰۰۹	۰.۲۴۴	۶۲۷.۷۹۶	۰.۰۶۹	۱۷.۵۸۳	۱.۰۸۳
کل	۱۵										
تیمار (امولسیون آویشن)	۳	۰.۰۵۳**	۰.۰۰۳ ^{ns}	۰.۰۰۱ ^{ns}	۲۴.۴۲۳**	۲۹۸۳.۲۶۳**	۰.۳ ^{ns}	۱۲۴۹.۶۳۳ ^{ns}	۰.۰۱۷ ^{ns}	۵۲۶.۸۸**	۳۷۴.۳۰۶**
خطا	۱۲	۰.۰۰۱	۰.۰۰۲	۰.۰۰۶	۱.۹۳۹	۰.۰۱۳	۰.۲۸	۷۱۲.۷۷۴	۰.۰۱۹	۱۰	۸.۱۶۷
کل	۱۵										

* = معنی‌دار در سطح ۹۵٪، ** = معنی‌دار در سطح ۹۹٪ و ^{ns} = غیر معنی‌دار

معنی‌دار در میزان ضخامت فیلم‌های تولیدی شده بود. محدوده ضخامت بدست آمده برای فیلم‌های تولیدی ۰/۲۴-۰/۶ میلی‌متر بدست آمد.

زاویه تماس

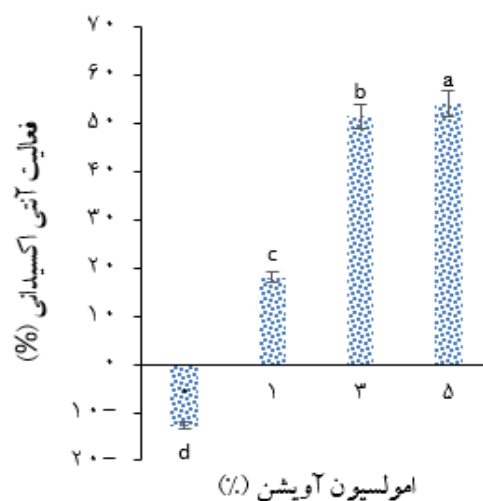
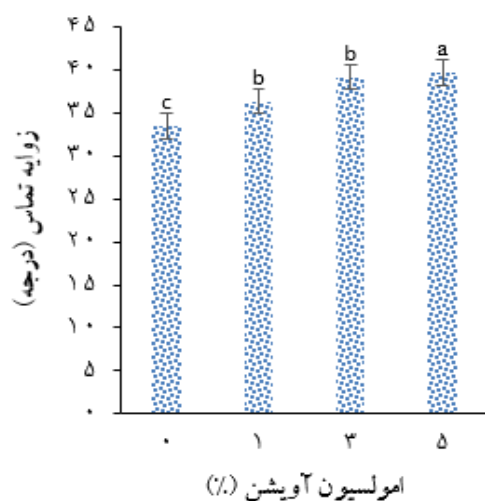
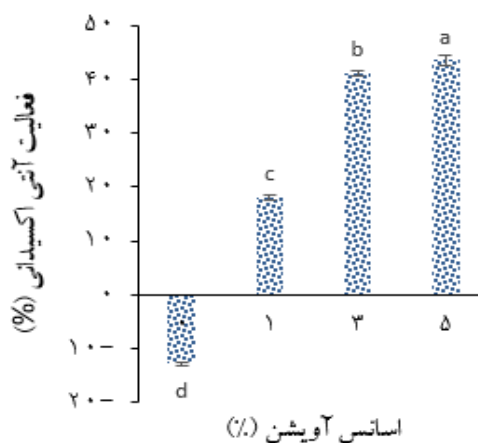
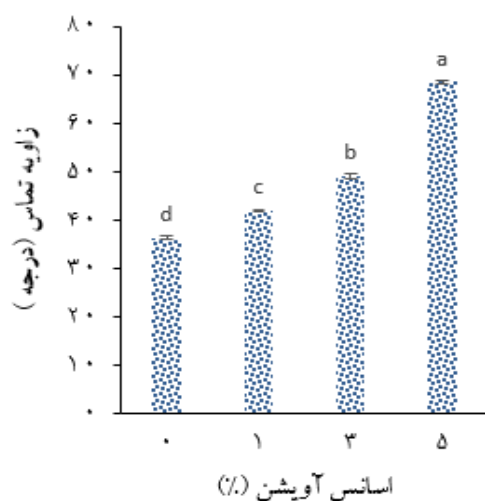
نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی زاویه تماس فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ قابل مشاهده می‌باشد. همان‌طور که از جدول ۳ مشاهده می‌شود اسانس آویشن تأثیر معنی‌داری

نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی ضخامت فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ ارائه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود امولسیون آویشن نیز تأثیر معنی‌داری بر روی ضخامت فیلم‌های تولیدی داشت ($p < 0.05$). با توجه به معنی‌دار بودن اثر امولسیون آویشن، نمودار مقایسه میانگین در شکل ۳ قابل مشاهده می‌باشد. نتایج بیانگر آن است که افزایش درصد امولسیون آویشن در فرمولاسیون فیلم، باعث افزایش

نتایج بدست آمده، امولسیون آویشن نیز اثر معنی‌داری بر روی زاویه تماس فیلم‌های تولیدی داشت ($p < 0.05$). به عبارت دیگر تفاوت معنی‌داری بین میانگین تیمارها از لحاظ زاویه تماس دیده شد ($p < 0.05$). مطابق با نتایج فوق، منحنی مقایسه میانگین‌های نتایج زاویه تماس فیلم‌های تولیدی در شکل ۴ نشان داده شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، از لحاظ زاویه تماس تفاوت معنی‌داری بین فیلم‌های حاوی امولسیون آویشن ۱ درصد تا ۵ درصد دیده شد ($p < 0.05$) و نمونه شاهد با تفاوت معنی‌دار نسبت به سایر نمونه‌ها، دارای کم‌ترین زاویه تماس بود. محدوده زاویه تماس بدست آمده برای فیلم‌های حاوی امولسیون آویشن ۳۳/۲-۴۱/۸ درجه با انحراف استاندارد ۲/۸۴ بود.

بر روی زاویه تماس فیلم‌های تولیدی داشت ($p < 0.05$). با توجه به نتایج بدست آمده اثر معنی‌دار اسانس آویشن بر روی زاویه تماس، نتایج مقایسه میانگین‌ها در شکل ۴ ارائه شده است. مطابق شکل ۴، با افزایش پیوسته غلظت اسانس آویشن، به شکل خطی زاویه تماس افزایش پیدا کرد به طوری که کم‌ترین درجه زاویه تماس مربوط به فیلم‌های حاوی ۰ درصد اسانس آویشن یا شاهد (۳۶/۳۲ درجه) و بیشترین مقدار درجه زاویه تماس مربوط به فیلم‌های حاوی ۵ درصد اسانس آویشن (۶۸/۵۱ درجه) بود ($p < 0.05$). محدوده زاویه تماس بدست آمده برای فیلم‌های تولیدی حاوی اسانس آویشن ۶۹/۰۷-۳۵/۸۰ درجه با انحراف معیار ۱۲/۷۰ بود.

نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی زاویه تماس فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ ارائه شده است. مطابق با



شکل ۴. منحنی مقایسه میانگین اثر (a) اسانس و (b) امولسیون آویشن بر روی (۱) زاویه تماس و (۲) فعالیت آنتی اکسیدانی فیلم‌های تولیدی (حروف متفاوت نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار و حروف مشابه نشان‌دهنده عدم تفاوت معنی‌دار در سطح احتمال ۹۵ درصد)

فعالیت آنتی‌اکسیدانی

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ ارائه شده است. نتایج جدول ۳ نشان می‌دهد که اسانس آویشن اثر معنی‌دار بر روی فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم داشت ($p < 0.05$). با توجه به نتایج بدست آمده اثر معنی‌دار اسانس آویشن بر روی فعالیت آنتی‌اکسیدانی، مقایسه میانگین‌ها در شکل ۷ ارائه شده است. مطابق شکل ۴، با افزایش پیوسته غلظت اسانس آویشن، به شکل خطی فعالیت آنتی‌اکسیدانی افزایش پیدا کرده است به طوری که کم‌ترین فعالیت آنتی‌اکسیدانی مربوط به نمونه شاهد یعنی فیلم‌های حاوی ۰ درصد اسانس آویشن ($12/78$) و بیشترین مقدار فعالیت آنتی‌اکسیدانی مربوط به فیلم‌های حاوی ۵ درصد اسانس آویشن ($43/56$) بود ($p < 0.05$). محدوده فعالیت آنتی‌اکسیدانی برای فیلم‌های حاوی اسانس آویشن $43/58 - 12/78$ با انحراف معیار $23/677$ می‌باشد.

نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم در جدول ۳ قابل مشاهده می‌باشد. مطابق با نتایج بدست آمده، امولسیون آویشن نیز اثر معنی‌دار بر روی فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم داشت ($p < 0.05$). به عبارت دیگر تفاوت معنی‌داری بین میانگین تیمارها از لحاظ فعالیت آنتی‌اکسیدانی دیده شد ($p < 0.05$). همان‌طور که از شکل ۴ قابل ملاحظه می‌باشد، با افزایش غلظت امولسیون اسانس آویشن از ۱ درصد به ۵ درصد تفاوت معنی‌داری در فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم‌های تولیدی دیده شد ($p < 0.05$) و نمونه شاهد با تفاوت معنی‌دار نسبت به سایر نمونه‌ها، دارای کم‌ترین فعالیت آنتی‌اکسیدانی بود ($p < 0.05$). محدوده فعالیت آنتی‌اکسیدانی بدست آمده برای فیلم‌های حاوی امولسیون اسانس آویشن $54/09 - 12$ با انحراف استاندارد $28/52$ بود.

خصوصیات مکانیکی فیلم

مقاومت کششی

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی مقاومت به کشش فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ قابل مشاهده می‌باشد. مطابق با نتایج بدست آمده، اسانس آویشن اثر معنی‌دار بر روی مقاومت کششی فیلم‌های تولیدی نداشت ($p > 0.05$). به گونه‌ای که هیچ تفاوت معنی‌داری بین فیلم‌ها حاوی اسانس با نمونه شاهد وجود نداشت ($p > 0.05$) (شکل ۵).

نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی مقاومت به کشش فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ ارائه شده است. همان‌طور که از نتایج جدول فوق مشاهده می‌شود، امولسیون آویشن نیز بر روی مقاومت به کشش فیلم اثر معنی‌دار نداشت ($p > 0.05$). به عبارت دیگر بین نمونه شاهد و نمونه‌های فیلم حاوی امولسیون اسانس آویشن تفاوت معنی‌دار وجود ندارد ($p > 0.05$). بر عکس نتایج بدست آمده، حسینی و همکاران (۱۳۸۸) در تحقیقی مشابه طی استفاده از اسانس آویشن در تولید فیلم خوراکی، گزارش دادند که با افزودن اسانس و افزایش غلظت آن، مقاومت کششی فیلم کاهش یافت (۱۰).

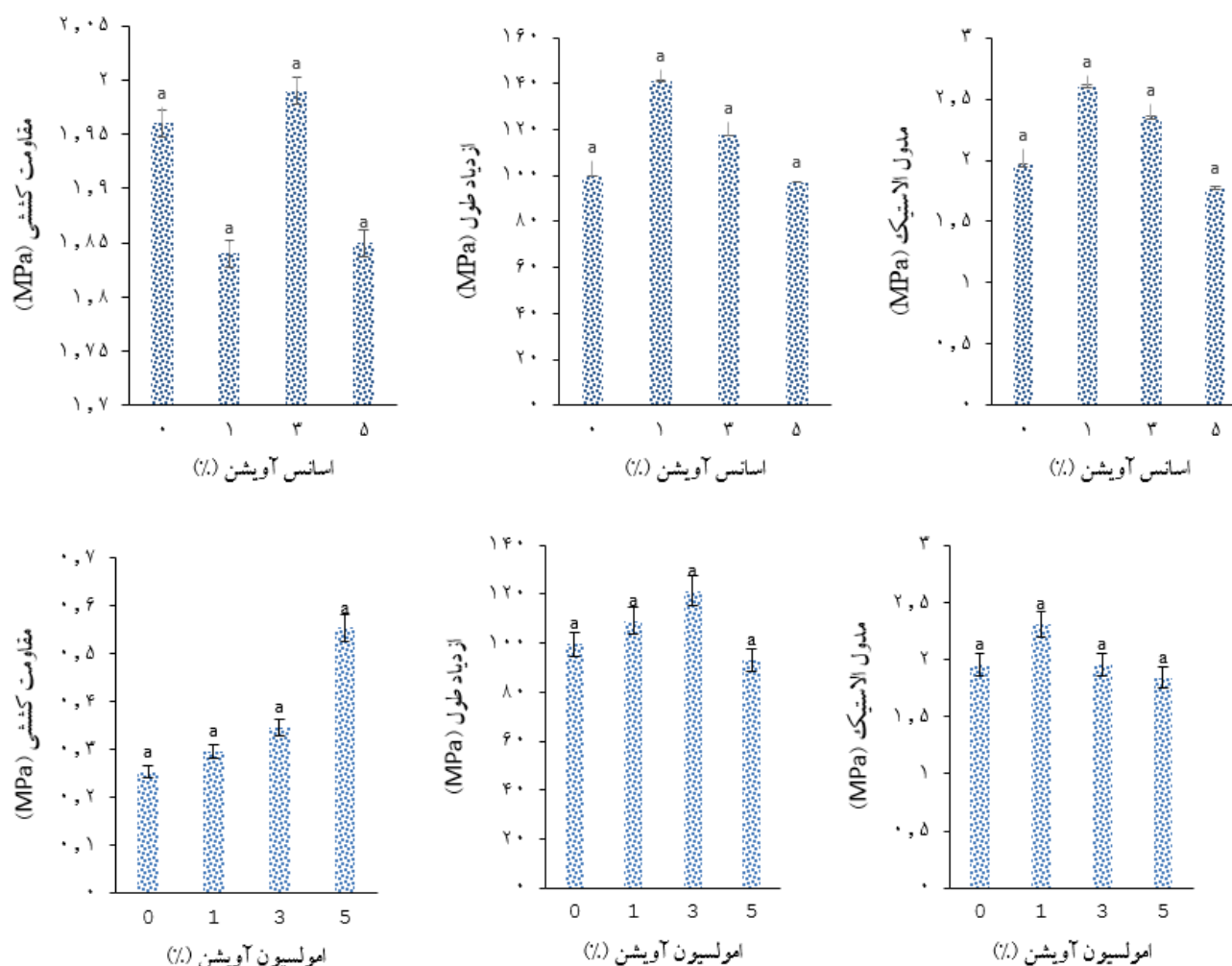
ازدیاد طول

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی ازدیاد طول فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ قابل مشاهده می‌باشد. مطابق با نتایج بدست آمده، اسانس آویشن اثر معنی‌دار بر روی ازدیاد طول در فیلم‌ها نداشت ($p > 0.05$) به گونه‌ای که از لحاظ ازدیاد طول هیچ تفاوت معنی‌داری بین فیلم‌های حاوی اسانس با نمونه شاهد وجود نداشت ($p > 0.05$). همچنین نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی ازدیاد طول فیلم‌های تولیدی (جدول ۳) نشان داد که امولسیون آویشن نیز بر روی ازدیاد طول فیلم‌های تولیدی اثر معنی‌دار نداشت ($p > 0.05$). به عبارت دیگر بین نمونه شاهد و نمونه‌های حاوی امولسیون آویشن به لحاظ ازدیاد طول فیلم تفاوت معنی‌دار وجود ندارد ($p > 0.05$) (شکل ۵).

مدول الاستیسیته

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی مدول الاستیسیته فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ ارائه شده است. مطابق با نتایج بدست آمده از جدول ۳، اسانس آویشن اثر معنی‌داری بر روی مدول الاستیسیته در فیلم‌های تولیدی نداشت ($p > 0.05$) به گونه‌ای که از نظر مدول الاستیسیته هیچ تفاوت معنی‌داری بین فیلم‌های حاوی اسانس با نمونه شاهد مشاهده نشد ($p > 0.05$) (شکل ۵).

مطابق با نتایج جدول ۳، بین نمونه شاهد و نمونه‌های حاوی امولسیون اسانس آویشن از لحاظ شاخص مدول الاستیسیته تفاوت معنی‌دار وجود نداشت ($p > 0.05$).



شکل ۵. منحنی مقایسه میانگین اثر (a) اسانس و (b) امولسیون آویشن بر روی (۱) مقاومت کششی (۲) ازدیاد طول تا حد پاره شدن (۳) مدول الاستیک فیلم‌های تولیدی

(حروف متفاوت نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار و حروف مشابه نشان‌دهنده عدم تفاوت معنی‌دار در سطح احتمال ۹۵ درصد)

مساحت هاله بازدارندگی از رشد/شریشیالکی فیلم‌های حاوی امولسیون آویشن

نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی هاله بازدارندگی از رشد/شریشیالکی فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ ارائه شده است. مطابق با نتایج بدست آمده امولسیون آویشن نیز اثر معنی‌دار بر روی مساحت هاله بازدارندگی از رشد/شریشیالکی دارد ($p < 0.05$). با توجه به معنی‌دار بودن اثر امولسیون آویشن، نمودار مقایسه میانگین در شکل ۶ قابل مشاهده می‌باشد.

نتایج مقایسه میانگین‌ها نشان می‌دهد که فیلم‌های فعال نشاسته-پلی وینیل الکل حاوی امولسیون اسانس آویشن موجب افزایش معنی‌داری در افزایش مساحت هاله بازدارندگی از رشد باکتری/شریشیالکی در مقایسه با نمونه شاهد شد ($p < 0.05$). این تغییر، متأثر از میزان اسانس اضافه شده به شکل امولسیون است.

مساحت هاله بازدارندگی رشد/شریشیالکی فیلم حاوی اسانس آویشن

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی مساحت هاله بازدارندگی از رشد/شریشیالکی فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ ارائه شده است. با توجه به نتایج بدست آمده اسانس آویشن اثر معنی‌داری در بازدارندگی رشد/شریشیالکی داشت ($p < 0.05$). نمودار مقایسه میانگین اثر اسانس آویشن بر روی مساحت هاله بازدارندگی از رشد/شریشیالکی فیلم‌های تولیدی در شکل ۶ قابل مشاهده می‌باشد.

نتایج مقایسه میانگین‌ها نشان می‌دهد که فیلم‌های فعال نشاسته-پلی وینیل الکل حاوی اسانس آویشن موجب افزایش معنی‌داری در افزایش مساحت هاله بازدارندگی رشد باکتری/شریشیالکی در مقایسه با نمونه شاهد شد ($p < 0.05$) که این تغییر، متأثر از میزان اسانس اضافه شده می‌باشد.

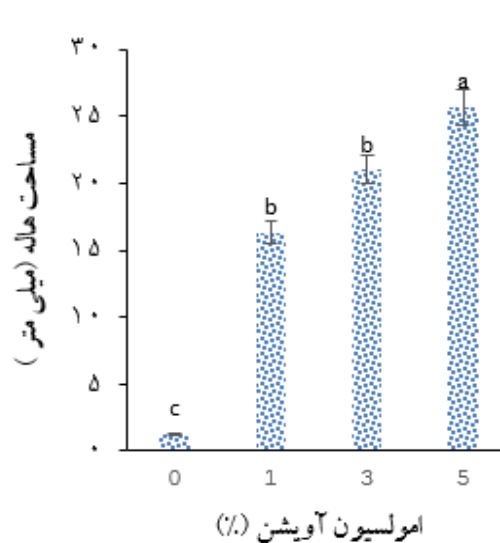
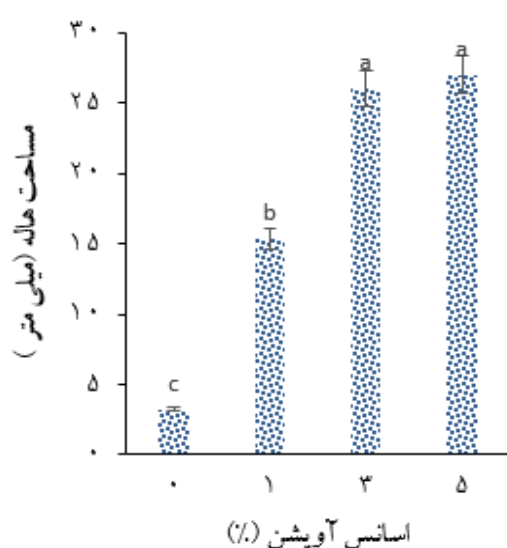
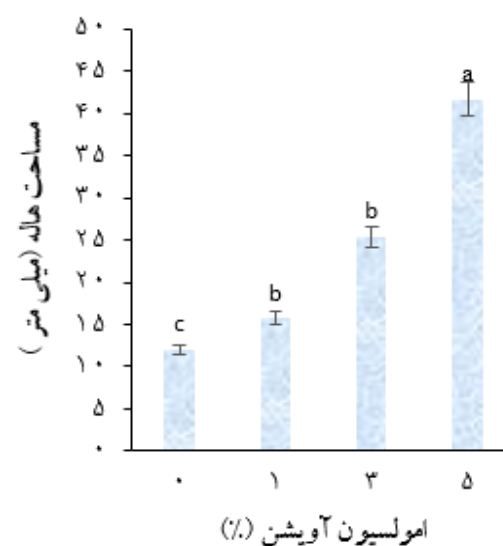
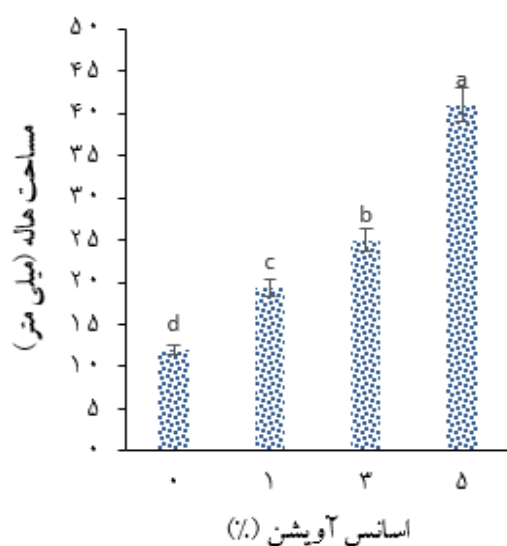
مقایسه با نمونه شاهد شدند ($p < 0.05$) که این تغییر، متأثر از میزان اسانس اضافه شده به فرمولاسیون فیلم‌های تولیدی است.

مساحت هاله بازدارندگی از رشد / استافیلوکوکوس اورئوس / اورئوس فیلم‌های حاوی امولسیون آویشن

نتایج تجزیه واریانس اثر امولسیون آویشن بر روی هاله بازدارندگی از رشد / استافیلوکوکوس اورئوس فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ قابل مشاهده می‌باشد. مطابق با نتایج بدست آمده امولسیون آویشن نیز اثری معنی‌دار بر روی مساحت هاله بازدارندگی از رشد / استافیلوکوکوس اورئوس فیلم‌های تولیدی داشت ($p < 0.05$). با توجه به معنی‌دار بودن اثر امولسیون آویشن، نمودار مقایسه میانگین‌ها در شکل ۶ قابل مشاهده می‌باشد.

مساحت هاله بازدارندگی رشد / استافیلوکوکوس اورئوس / فیلم‌های حاوی اسانس آویشن

نتایج تجزیه واریانس اثر اسانس آویشن بر روی مساحت هاله بازدارندگی از رشد / استافیلوکوکوس اورئوس فیلم‌های تولیدی در جدول ۳ ارائه شده است. با توجه به نتایج بدست آمده اسانس آویشن اثر معنی‌داری بر روی مساحت هاله بازدارندگی از رشد / استافیلوکوکوس اورئوس داشت ($p < 0.05$). مطابق با نتایج معنی‌دار بدست آمده، نمودار مقایسه میانگین در شکل ۶ قابل مشاهده می‌باشد. نتایج مقایسه میانگین‌ها نشان می‌دهد که فیلم‌های فعال نشاسته - پلی وینیل الکل حاوی اسانس آویشن موجب افزایش معنی‌داری در افزایش مساحت هاله بازدارندگی از رشد باکتری / استافیلوکوکوس اورئوس در



شکل ۶. منحنی مقایسه میانگین اثر اسانس و امولسیون آویشن بر روی مساحت هاله بازدارندگی از رشد (a) اشیشیالکی و (b) استافیلوکوکوس در فیلم‌های تولیدی

(حروف متفاوت نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار و حروف مشابه نشان‌دهنده عدم تفاوت معنی‌دار در سطح احتمال ۹۵ درصد)

ریز ساختار فیلم‌های تولید شده

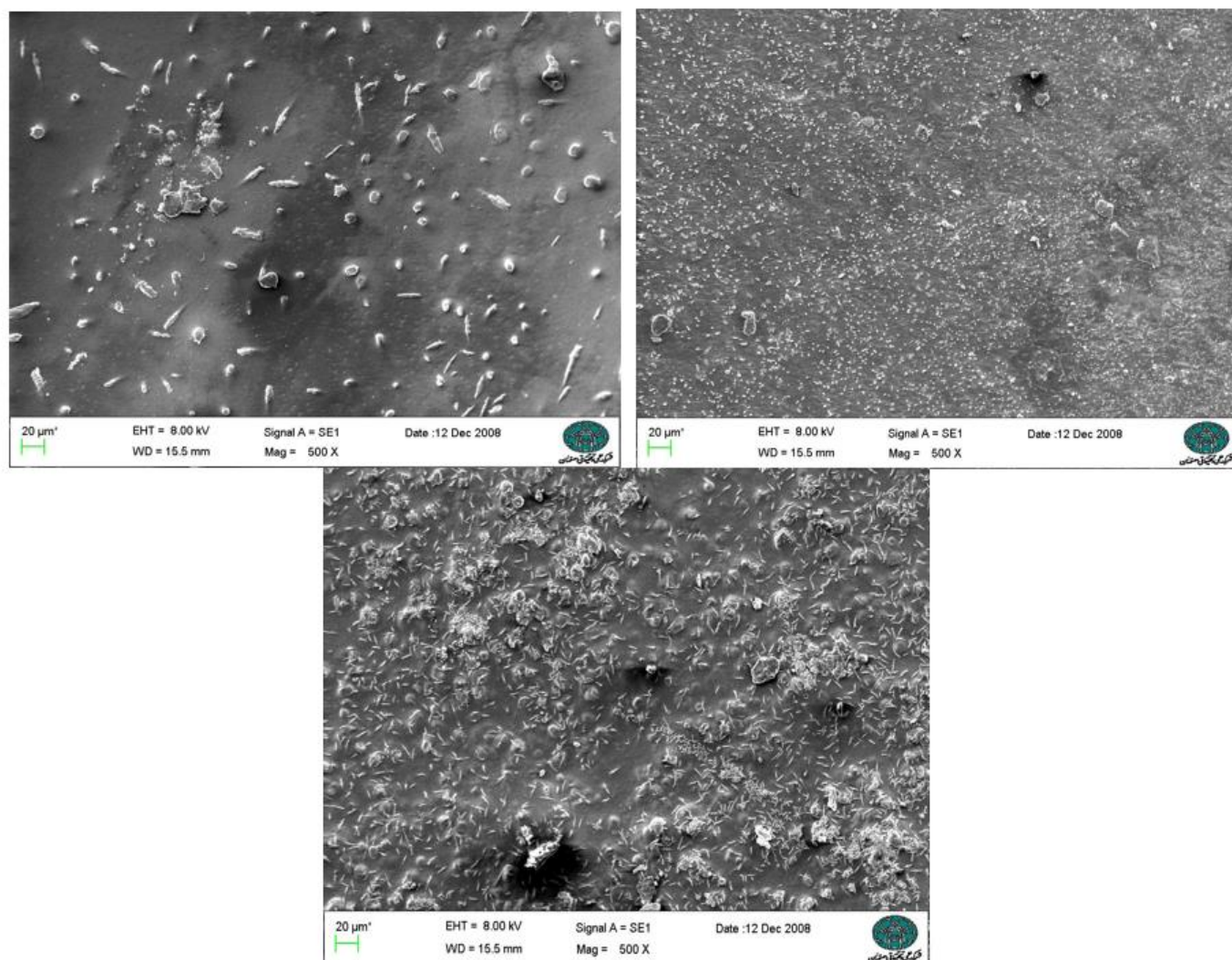
در شکل‌های ۷ تصاویر بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی از فیلم‌های تولید شده با ترکیبات مختلف اسانس آویشن و امولسیون آویشن نشان داده شده است. در واقع این آزمون ریز ساختار فیلم تهیه شده را نشان می‌دهد. با این حال، سطح فیلم‌های بارگذاری شده با اسانس خشن‌تر بوده (قسمت ج) و با افزایش غلظت آن، تجمع کمی نشان داد.

نتایج FTIR

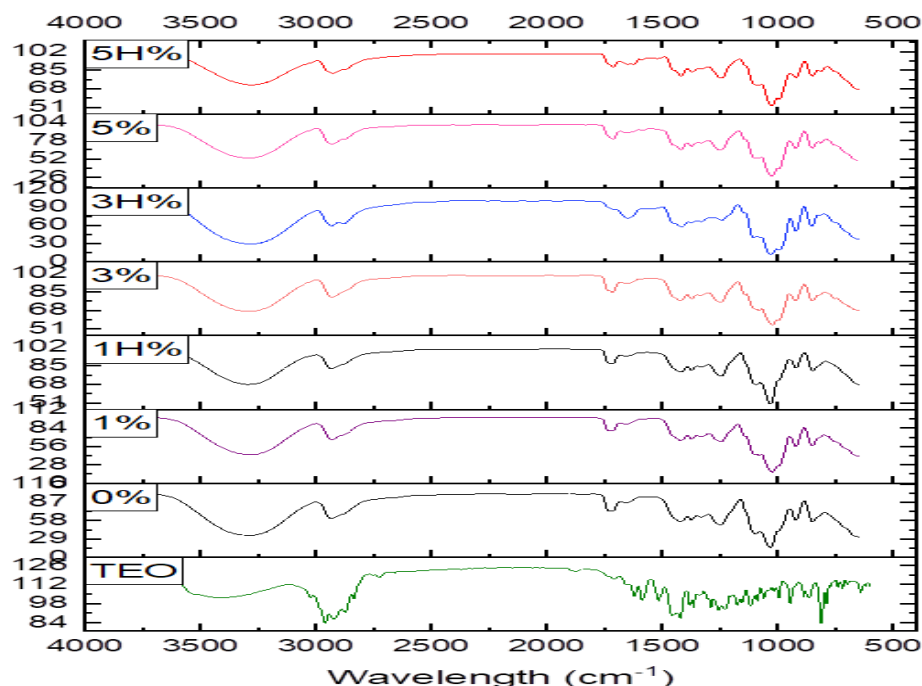
طیف FTIR فیلم‌های مبتنی بر فیلم بارگذاری شده با اسانس آویشن (TEO) در غلظت‌های انتخاب شده در شکل ۸ نشان داده شده است. همه فیلم‌ها نوار جذب گسترده‌ای را در $3700-3000$ سانتی‌متر مربع نشان دادند که ناشی از ارتعاش

کشش آزاد گروه‌های هیدروکسیل درون مولکولی و بین مولکولی بود.

پیک جذب گروه‌های هیدروکسیل فیلم خالص در 3307 بر سانتی‌متر ظاهر شد، در حالی که پیک جذب فیلم‌های بارگذاری شده با TEO در فرکانس بالاتری (3392) و همچنین برای فیلم‌های حاوی امولسیون اسانس آویشن 5 درصد (3271)، فیلم حاوی اسانس آویشن 3 درصد (3337cm^{-1})، فیلم حاوی اسانس آویشن 3 درصد (3323cm^{-1})، فیلم حاوی امولسیون اسانس آویشن 1 درصد (3338cm^{-1})، نمونه حاوی اسانس آویشن 1 درصد (3316cm^{-1}) و نمونه شاهد 3307cm^{-1} مشاهده شد.



شکل ۷. آزمون SEM برای تیمارهای شاهد (الف)، نمونه حاوی امولسیون (ب) و نمونه حاوی اسانس آویشن



شکل ۸. منحنی نتایج آزمون FTIR فیلم‌های حاوی اسانس و امولسیون اسانس آویشن تولیدی

• بحث

امروزه تحقیقات وسیعی به منظور تولید فیلم‌های زیست تخریب پذیر بر پایه پلیمرهای طبیعی صورت گرفته است. همچنین با افزودن یک یا چند اسانس می‌توان فیلم فعال با خواص ضد میکروبی و دارای خاصیت آنتی‌اکسیدانی تولید نمود. اما افزودن این اسانس‌ها و ترکیبات مختلف موجب تغییر خواص شیمیایی، مکانیکی و ضد میکروبی فیلم تولیدی می‌شود. نتایج این تحقیق بیانگر تغییرات گسترده در خواص مختلف فیلم تولیدی با افزودن اسانس و امولسیون آویشن بود. به عنوان مثال افزودن اسانس و امولسیون آویشن اثر معنی‌داری بر روی ضخامت فیلم تولیدی داشت که این افزایش ضخامت را می‌توان به تراکم ذرات کوچک اسانس در فیلم نسبت داد که تأثیر کمی بر تغییر ضخامت فیلم‌های تهیه شده دارد و ضخامت را به میزان کمی افزایش داد. علاوه بر آن، افزودن اسانس سبب ایجاد ساختار غیر یکنواخت همراه با منافذ می‌شود که نشان‌دهنده افزایش ضخامت است (۱۷). فاسملو و همکاران (۲۰۱۳) نیز به نتایج مشابهی دست یافته‌اند. به طوری که با افزایش غلظت اسانس پونه و آویشن شیرازی به فرمولاسیون فیلم، ضخامت فیلم‌های بر پایه نشاسته ذرت افزایش یافت (۱۹). همچنین نتایج این تحقیق با نتایج Nisar و همکاران (۲۰۱۷) مطابقت داشت آن‌ها نشان دادند با افزایش اسانس میخک در فیلم‌های بر پایه پکتین، ضخامت فیلم‌ها افزایش یافت (۱۴).

اسانس و امولسیون آویشن و زمان نگهداری به طور معنی‌دار موجب افزایش درصد جذب رطوبت فیلم‌های تولیدی شدند که این افزایش درصد رطوبت فیلم‌ها طی گذشت زمان و افزایش میزان امولسیون مصرفی آویشن در ساختار فیلم ($p < 0.01$) را می‌توان به دلیل کاهش افت وزن در فیلم‌های دارای اسانس و عصاره دانست از طرف دیگر با گذشت زمان فیلم با داشتن ساختار قطبی و گروه‌های عاملی هیدروکسیل و الکی با گذشت زمان رطوبت بیشتری جذب نموده است (۲۰). با توجه به نتایج این مطالعه اسانس و امولسیون آویشن تأثیر معنی‌داری بر روی درصد حلالیت در آب و شاخص تورم فیلم نداشتند. همچنین نتایج دیگری توسط Song و همکاران (۲۰۱۸) ارائه شده است که نشان می‌دهد افزایش اسانس لیمو به فیلم‌های نشاسته ذرت و گندم موجب کاهش حلالیت در آب فیلم‌های تولیدی شده است (۲۱). دلیل کاهش حلالیت را می‌توان به کاهش طبیعت آب دوستی فیلم‌ها در اثر برهم کنش بین ترکیبات اسانس و گروه‌های هیدروکسیل فیلم‌ها نسبت داد که می‌تواند دسترسی راحت گروه‌های هیدروکسیل برای واکنش با مولکول‌های آب را کاهش داده و متعاقباً منجر به آب‌گریزی فیلم‌ها شود (۲۱). شاخص تورم نشان‌دهنده‌ی حفظ کیفیت محصول غذایی در طول بسته‌بندی و ذخیره‌سازی می‌باشد. هاشمی و موسوی خانقاه (۲۰۱۷) نیز گزارش کردند که با افزایش درصد اسانس پونه، شاخص تورم در فیلم‌های بر پایه صمغ دانه ریحان افزایش یافت که می‌تواند به دلیل وجود ساختار فیلم و ترکیبات موجود

در آن باشد. همچنین دلیل این رفتار را می‌توان به عدم گرایش برای تعاملات بین مولکولی شدید، بین ماتریس پلیمر و ترکیبات فنولی موجود در اسانس و امولسیون آویشن دانست که منجر به افزایش یکپارچگی فیلم و در نهایت منجر به عدم شکستن بخش‌هایی از این فیلم‌ها می‌شود (۲۲).

یکی از ویژگی‌های اصلی هر سیستم دو یا چند فازه امتزاج ناپذیر که دو فاز آن متراکم (جامد یا مایع) و حذاقل یکی از فازها مایع باشد، زاویه تماس یک مایع روی فاز متراکم دیگر (سطح مایع با جامد) می‌باشد. این فازها شامل موارد زیر هستند مایع-جامد-بخار: برای مثال یک قطره آب روی فیلم خوراکی، مایع-مایع-جامد: برای مثال آب، روغن و پروتئین موجود در امولسیون‌ها و در نهایت مایع-مایع-بخار: برای مثال قطره روغن روی آب. مطابق نتایج بدست آمده افزایش میزان اسانس باعث افزایش زاویه تماس و باعث افزایش آب‌گریزی می‌شود که این امر مربوط به وجود مقادیر بالاتر گروه‌های هیدروفوب در اسانس‌ها نسبت به نمونه شاهد می‌باشد که منجر به کاهش ظرفیت جذب آب و ایجاد پیوندهای هیدروفوبی می‌گردد. که دقیقاً به آب‌گریز بودن ترکیبات موجود در اسانس آویشن مربوط می‌گردد. نوشیروانی و همکاران (۱۳۹۶) در تحقیقی مشابه، به بررسی تهیه فیلم‌های فعال بر پایه کربوکسی متیل سلولز-کیتوزان-اسید اولئیک حاوی اسانس زنجبیل و تعیین ویژگی‌های فیزیکی، ضد کپکی و ضد اکسایشی پرداختند و گزارش دادند که با افزایش اسانس به فیلم، زاویه تماس فیلم‌ها به طور معنی‌داری افزایش یافت (۲۳).

اسانس آویشن را به دلیل وجود مونوترپن‌های اکسیژنه و هیدروکربن‌های مونوترپنی دارای خواص آنتی‌اکسیدانی خوبی بوده و افزودن اسانس و امولسیون آویشن موجب افزایش خاصیت آنتی‌اکسیدانی فیلم‌های تولیدی شد. در راستای تأیید نتایج فوق، شرافتی چالشتی و همکاران (۲۰۱۳) در تحقیقی مشابه، گزارش کردند که محتوی فنول کل عصاره آویشن شیرازی $283/43 \pm 11/06$ میلی‌گرم در گرم معادل اسید گالیک و محتوی فلاونوئید و فلاونول کل به ترتیب $131/23 \pm 4/50$ و $92 \pm 5/67$ میلی‌گرم در گرم معادل روتین بود. میزان فعالیت آنتی‌اکسیدانی نیز برابر 71 ± 4 درصد بود (۲۴).

یکی از مهم‌ترین ویژگی‌هایی که در ارتباط با فیلم‌های خوراکی مطرح است خواص مکانیکی فیلم‌های تولیدی می‌باشد. اجزاء فیلم تولیدی بر خواص مکانیکی فیلم تأثیر بسزایی داشته و دست‌یابی به فرمولاسیون بهینه می‌تواند موجب تولید فیلمی با خواص مکانیکی مطلوب گردد. نتایج این مطالعه نشان داد که افزودن اسانس و امولسیون اسانس آویشن تأثیر معنی‌داری بر خواص مکانیکی مثل مقاومت کششی، ازدیاد طول و مدول

الاستیسیته فیلم تولیدی نداشت برعکس نتایج بدست آمده، در اکثر تحقیقات مشابه، اسانس‌ها موجب بروز تغییراتی بر روی خواص مکانیکی فیلم‌های خوراکی شده‌اند. در تبیین نتایج خواص مکانیکی فیلم‌های تولید شده می‌توان گفت که حضور اسانس و امولسیون سبب به هم خوردن تراکم ساختاری و یا کاهش مقاومت نمونه‌های حاوی اسانس در برابر کشش نشده است. بر اساس تحقیقات صورت گرفته توسط محققین مختلف، افزودن ترکیبات ضد میکروبی به پلیمرهای مختلف به علت ایجاد تغییرات در سطح مولکولی سبب تغییر خواص مکانیکی فیلم‌های تولید شده از این پلیمرها می‌شود. این تغییرات به علت تخریب ماتریکس فیلم در اغلب موارد، در جهت کاهش مقاومت فیلم‌ها در برابر کشش می‌باشد (۲۵). به طور کلی با کاهش مقاومت کششی، شاهد افزایش طول بیشتری هستیم. به طور کلی در حالت مقایسه‌ای فیلم‌های حاوی اسانس‌های مختلف مثل میخک خواص مکانیکی بهتری نسبت به فیلم‌های حاوی اسانس آویشن نشان داده‌اند. افزودن اسانس آویشن در مقایسه با اسانس‌های دیگر مقاومت کششی فیلم‌ها را با شدت بیشتری کاهش داده است. این پدیده به خصوص در زمانی که از محلول تشکیل‌دهنده چنین فیلم‌هایی برای پوشش دادن ماده غذایی استفاده شود می‌تواند اثرات منفی به جا گذارد. چنین اثراتی را می‌توان با تغییر مقدار پلاستی‌سایزر یا نوع آن کاهش داد (۲۶). حسینی و همکاران (۱۳۸۸) در بررسی خواص فیلم‌های خوراکی تولید شده از کیتوزان حاوی اسانس‌های آویشن و میخک اعلام کردند که با افزایش غلظت اسانس مقاومت کششی به طور معنی‌داری کاهش پیدا می‌کند. حضور اسانس، سبب به هم خوردن تراکم ساختاری و کاهش مقاومت فیلم‌های حاوی اسانس در برابر کشش شد. به طور کلی فیلم‌های حاوی اسانس میخک خواص مکانیکی بهتری نسبت به فیلم‌های حاوی اسانس آویشن نشان دادند (۱۰). Pires و همکاران (۲۰۱۳)، در بررسی اثر چند نوع اسانس در فیلم پروتئینی مشاهده کردند که همه اسانس‌ها بجز سنبل هندی، باعث کاهش مقاومت کششی و اسانس آویشن باعث کاهش درصد کشش تا نقطه شکست می‌شود. همچنین فیلم‌های حاوی اسانس ترخون تفاوت معنی‌داری با فیلم بدون اسانس نداشت، اما سایر اسانس‌ها باعث افزایش درصد کشش شدند. از آن جا که در هر نوع اسانس، ترکیبات مختلفی وجود دارد و تنها چند نوع از این ترکیبات در اسانس غالب هستند، بنابراین نتایج مختلفی در اثر کاربرد هر نوع اسانس مشاهده می‌شود (۲۷).

نتایج تحقیق حاضر بیانگر تأثیر معنی‌دار اسانس و امولسیون آویشن بر جلوگیری از رشد/شریشیالکی و استافیلوکوکوس/اورئوس بود در راستای تأیید نتیجه بدست آمده شرافتی

ارزیابی تغییرات ساختار مولکولی و گروه‌های جانبی با FTIR نشان داد که با افزایش درصد اسانس آویشن بر مقدار فرکانس افزوده می‌شود در حالی که امولسیون آویشن حالتی عکس اسانس آویشن دارد به طوری که در مقادیر پایین‌تر امولسیون اسانس آویشن مقدار فرکانس بالاتر است. این مشاهدات نشان می‌دهد که برهمکنش پیوند هیدروژنی بین پلیمرها تحت تأثیر افزایش اسانس قرار گرفته است (۲۹). علاوه بر این، اوج جذب در ۹۲۸-۸۴۳ سانتی‌متر مربع در فیلم‌های بارگذاری شده با اسانس آویشن مشاهده شد که به ارتعاش کششی پیوندهای C-C اختصاص داده شد (۳۰). علاوه بر این، پیک جدیدی در فیلم‌های حاوی اسانس آویشن در ۸۱۰ سانتی‌متر مشاهده شد که به دلیل وجود کارواکرول در اسانس‌ها، مطابق با گزارش‌های قبلی بود (۳۱).

نتیجه‌گیری

مطابق با نتایج بدست آمده، فیلم‌های حاوی اسانس و امولسیون آویشن تأثیر مشابهی بر روی تمامی خصوصیات فیزیکوشیمیایی، مکانیکی و میکروبی فیلم‌های تولیدی داشتند. بدین صورت که افزایش اسانس آویشن و همچنین امولسیون آن به فرمولاسیون فیلم، باعث افزایش معنی‌دار در پارامترهای ضخامت، جذب رطوبت طی گذشت زمان، زاویه تماس و میزان فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم‌ها شد. از طرفی این افزایش بر روی خصوصیات میکروبی فیلم‌ها نیز تأثیر گذاشت. افزودن اسانس و امولسیون اسانس آویشن به فرمولاسیون فیلم تولیدی باعث افزایش مساحت هاله بازدارندگی از رشد /شریشیکلی و /استافیلوکوکوس/ورئوس شدند. نتایج آزمون FTIR نیز نشان داد که طیف FTIR فیلم‌های حاوی TEO در غلظت‌های مختلف نشان داد که همه فیلم‌ها نوار جذب گسترده‌ای را در ۳۰۰۰-۳۷۰۰ سانتی‌متر مربع نشان دادند که ناشی از ارتعاش کشش آزاد گروه‌های هیدروکسیل درون مولکولی و بین مولکولی بود. از لحاظ ساختار میکروسکوپی روبشی یا نتایج SEM نشان داد که سطح فیلم‌های بارگذاری شده با اسانس خشن‌تر بوده و با افزایش غلظت آن، تجمع کمی نشان داد. در حالت کلی فیلم‌های تهیه شده از مرغوبیت و فعالیت ضد میکروبی مناسبی بر خوردار بوده و می‌توان از آن به عنوان بسته‌بندی فعال استفاده کرد.

References

- Jayakumar A, Heera K V, Sumi T S, Meritta J, Shiji M, Praveen G, Indu C N, Radhakrishnan E K. Starch-PVA composite films with zinc-oxide nanoparticles and phytochemicals as intelligent pH sensing wraps for food package application. *Int. J. Biol. Macromol* 2019; 136: 395-403.

چالشتری (۲۰۱۳) در مطالعه‌ای مشابه، نشان دادند که محتوی فنول کل عصاره /آویشن شیرازی/ $283/43 \pm 11/06$ میلی‌گرم در گرم معادل اسید گالیک و محتوی فلاونوئید و فلاونول کل به ترتیب $131/23 \pm 4/50$ و $92 \pm 5/67$ میلی‌گرم در گرم معادل روتین بود. میزان فعالیت آنتی‌اکسیدانی نیز برابر 71 ± 4 درصد بود. همچنین عصاره /آویشن شیرازی/ در شرایط یخچالی سبب مهار رشد باکتری /استافیلوکوکوس/ورئوس در همبرگر شد. در واقع به این نتیجه رسیدند که عصاره /آویشن شیرازی/ دارای اثر ضد باکتریایی بوده و می‌تواند به عنوان یک نگهدارنده ضد باکتریایی در همبرگر و سایر فرآورده‌های گوشتی پیشنهاد گردد (۲۴). استفاده از اسانس‌های گیاهی و ترکیبات آن‌ها از زمان‌های قدیم به عنوان طعم‌دهنده مورد استفاده قرار گرفته‌اند و هم اکنون ثابت شده است که این مواد دارای طیف وسیعی از فعالیت ضد میکروبی و آنتی‌اکسیدانی هستند. ترکیب، ساختار و گروه‌های عاملی اسانس‌ها نقش مهمی در فعالیت ضد میکروبی آن‌ها ایفا می‌کنند. معمولاً ترکیباتی که دارای گروه‌های فنولی هستند، مؤثرترند. در این میان اسانس آویشن مؤثرترین ترکیبات علیه میکروارگانیسم‌ها هستند (۲۸). همچنین اسانس‌ها به طور معنی‌داری ($p < 0/05$) در برابر باکتری‌های گرم مثبت مؤثرتر از باکتری‌های گرم منفی بودند که علت این امر تفاوت ساختار دیواره سلولی این دو نوع باکتری است. ترکیب اصلی دیواره سلولی باکتری‌های گرم مثبت پپتیدوگلیکان به همراه مقدار کمی پروتئین است؛ اما دیواره سلولی باکتری‌های گرم منفی با وجود ضخامت کمتر، پیچیدگی بیشتری داشته و علاوه بر پپتیدوگلیکان حاوی پلی ساکاریدهای مختلف، پروتئین‌ها و لیپیدها می‌باشد همچنین دیواره سلولی باکتری‌های گرم منفی دارای غشاء خارجی است که سطح خارجی دیواره را می‌پوشاند (۸). مجموعه این عوامل سبب افزایش مقاومت باکتری‌های گرم منفی نسبت به باکتری‌های گرم مثبت می‌شود. ارزیابی سطح فیلم با میکروسکوپ الکترونی نشان داد سطح فیلم‌های بارگذاری شده با اسانس خشن‌تر بوده و با افزایش غلظت آن، تجمع کمی نشان داد که احتمالاً به این دلیل بود که وجود اسانس برهمکنش پلی ساکارید در شبکه فیلم و نیروی تغییر شکل ناشی از تبخیر حلال بر روی یک زنجیره پلیمری را در طول تجمع تضعیف کرد (۱۹).

- Kong R, Wang J, Cheng M, Lu W, Chen M, Zhang R, Wang X. Development and characterization of corn starch/PVA active films incorporated with carvacrol nanoemulsions. *Int J Biol Macromol* 2020; 45(5): 421-479.
- Moradi, M., Tajik, H., Razavi Rouhani, S. M., Qasim Mahdi, H. Application of chitosan antimicrobial film containing Shirazi thyme essential oil and grape seed extract in martadella sausage. The 21st National Congress of Food Sciences and Industries of Iran, 2012; Shiraz University, Shiraz, Iran [in Persian].

4. Navarchian A H, Jalalian M, Pirooz M. Characterization of starch/poly (vinyl alcohol)/ clay nanocomposite films prepared in twin-screw extruder for food packaging application. *J Plast Film Sheet* 2015; 31(3): 309-336.
5. Souza V G L, Pires J R A, Rodrigues C, Coelho I M, Fernando A N. Chitosan composites in packaging industry current trends and future challenges. *J Polym* 2020; 12 (2): 417-436.
6. Zanela J, Casagrande M, Shirai M A, De Lima V A, Yamashita F. Biodegradable blends of starch/polyvinyl alcohol/glycerol: multivariate analysis of the mechanical properties. *Polymers* 2016; 26 (3): 193-196.
7. Paralikar SH A, Simonsen J, Lombardi J. Poly (vinyl alcohol)/cellulose nanocrystal barrier membranes. *J Membr Sci* 2008; 320 (2): 248-258.
8. Ozogul Y, Kuley Boğa E, Akyol I, Durmus M, Ucar Y, Regenstein J, Köşker A. Antimicrobial activity of thyme essential oil nanoemulsions on spoilage bacteria of fish and food-borne pathogens. *Food Biosci* 2020; 36: 2212-4292.
9. Daraei Garmakhany A, Mirzaei H, Shakarami K. Investigation of the effect of flower and leaf ethanolic extract of *Humulus lupulus* plant on the shelf life and quality attributes of strawberry fruits. *J. Food Sci. Technol. (Iran)* 2021; 17 (109): 75-90. [In Persian].
10. Hosseini M. H, Razavi S. H, and Mousavi, S M. A. Studies on physical, mechanical, antibacterial and microstructural properties of chitosan edible films containing thyme and cinnamon essential oils. *Journal of Food Processing and Preservation*, 2012; 1(2): 47-68. [In Persian].
11. Ghani S, Barzegar H, Noshad M, Hojjati M. The preparation, characterization and in vitro application evaluation of soluble soybean polysaccharide films incorporated with cinnamon essential oil nanoemulsions. *Int. J. Biol. Macromol* 2018; 112: 197-202.
12. Ganbarzadeh B, Almasi H. Physical characteristics biodegradable edible films comprising carboxy methyl cellulose- Oleic acid. *J. Food Sci. Technol* 2010; 2: 35-42.
13. Ekrami M, Emam Djomeh Z. Water vapor permeability, optical and mechanical properties of salep based edible film. *J. Food Process. Preserv* 2014; 38(4): 1812-1820.
14. Nisar T, Wang Z C, Yang X, Tian Y, Iqbal M, Guo Y. Characterization of citrus pectin films integrated with clove bud essential oil: Physical, thermal, barrier, antioxidant and antibacterial properties. *Int. J. Biol. Macromol* 2018; 106: 670-680.
15. Garmakhany A.D, Kashaninejad M, Aalami M, Maghsoudlou Y, Khomieri M, and Tabil L.G. Enhanced biomass delignification and enzymatic saccharification of canola straw by steam-explosion pretreatment. *J. Sci. Food Agric* 2014; 94: 1607-1613.
16. Siripatrawan U, Harte B R. Physical properties and antioxidant activity of an active film from chitosan incorporated with green tea extract. *Food Hydrocoll* 2010; 24: 770-775.
17. Jamróz E, Juszczak L, Kucharek M. Investigation of the physical properties, antioxidant and antimicrobial activity of ternary potato starch-furcellaran-gelatin films incorporated with lavender essential oil. *Int. J. Biol. Macromol* 2018; 114: 1094-1101.
18. Shahdadi F, Mirzaei H.O, and Daraei Garmakhany, A. 2015. Study of phenolic compound and antioxidant activity of date fruit as a function of ripening stages and drying process. *J. Food Sci. Technol*; 52: 1814-1819. <https://doi.org/10.1007/s13197-013-1177-6>.
19. Ghasemlou M, Aliheidari N, Fahmi R, Shojae-Aliabadi S, Keshavarz B, Cran MJ, Khaksar R. Physical, mechanical and barrier properties of corn starch films incorporated with plant essential oils. *Carbohydr. Polym* 2013; 98(1): 1117-1126.
20. Liu Z, Lin D, Shen R, Zhang R, Liu L, Yang X. Konjac glucomannan-based edible films loaded with thyme essential oil: Physical properties and antioxidant-antibacterial activities. *Food Packag. Shelf Life* 2021; 29: 100700.
21. Song X, Zuo G, Chen F. Effect of essential oil and surfactant on the physical and antimicrobial properties of corn and wheat starch films. *Int. J. Biol. Macromol* 2018; 107: 1302-1309.
22. Hashemi SMB, Khaneghah AM. Characterization of novel basil-seed gum active edible films and coatings containing oregano essential oil. *Prog. Org. Coat* 2017; 110: 35-41.
23. Noshirvani N, Ghanbarzadeh B, Rezaei Mokarram R, and Hashemi M. Preparation of active films based on carboxymethyl cellulose-chitosan-oleic acid containing ginger essential oils and investigation of physical, antifungal and antioxidant properties. *J. Food Res* 2017; 27 (2): 135-148. [In Persian].
24. Sharafati Chaleshtori R, Rafieian Kopaei M, Rokni N, Mortezaei S, Sharafati Chaleshtori A. Antioxidant Activity of Zataria Multiflora Hydroalcoholic Extract and Its Antibacterial Effect on *Staphylococcus Aureus*. *J Mazandaran Univ Med Sci* 2013; 22 (1): 88-94. [In Persian].
25. Guo M, Zhang L, He Q, Arabi SA, Zhao H, Chen W, Liu D. Synergistic antibacterial effects of ultrasound and thyme essential oils nanoemulsion against *Escherichia coli* O157: H7. *Ultrason. Sonochemistry* 2020; 66: 104988.
26. Agrimonti C, White JC, Tonetti S, Marmiroli N. Antimicrobial activity of cellulosic pads amended with emulsions of essential oils of oregano, thyme and cinnamon against microorganisms in minced beef meat. *Int. J. Food Microbiol* 2019; 305: 108246.
27. Pires C, Ramos C, Teixeira B, Batista I, Nunes M L A M. Hake proteins edible films incorporated with essential oils: physical, mechanical, antioxidant and antibacterial properties *Food Hydrocoll* 2013; 30: 224-31.
28. Acevedo-Fani A, Salvia-Trujillo L, Rojas-Graü MA, Martín-Belloso O. Edible films from essential-oil-loaded nanoemulsions: Physicochemical characterization and antimicrobial properties. *Food hydrocoll* 2015; 47: 168-177.
29. Xue F, Gu Y, Wang Y, Li C, Adhikari B. Encapsulation of essential oil in emulsion based edible films prepared by soy protein isolate-gum acacia conjugates. *Food Hydrocoll* 2019; 96: 178-189.
30. Guerrero P, Hanani ZAN, Kerry JP, de la Caba K. Characterization of soy protein-based films prepared with acids and oils by compression. *J. Food Eng* 2011; 107(1): 41-49.
31. Altiok D, Altiok E, Tihminlioglu F. Physical, antibacterial and antioxidant properties of chitosan films incorporated with thyme oil for potential wound healing applications. *J. Mater. Sci.: Mater. Med* 2010; 21(7): 2227-2236.

Investigating Physicochemical Characteristics of the Starch-polyvinyl Alcohol Active Films Containing Thyme Essential Oil and Its Emulsion

Dorali Bani A.R¹, Aghajani N^{2*}, Rezaei A³, Daraei Garmakhany A⁴

1- Former MSc Student, Department of Food Science and Technology, Bahar Faculty of Food Science and Technology, Bu-Ali Sina University, Hamadan, Iran

2- *Corresponding author: Assistant professor, Department of Food Science and Technology, Bahar Faculty of Food Science and Technology, Bu-Ali Sina University, Hamadan, Iran, Email:naghajani@basu.ac.ir.

3- Assistant Professor at the Department of Food Science and Technology, School of Nutrition and Food Science, Isfahan University of Medical Sciences, Isfahan, Iran.

4- Associate Professor. Department of Food Science and Technology, Toyserkan Faculty of Engineering and Natural Resources, Bu-Ali Sina University, Hamadan, Iran

Received 11 Aug, 2023

Accepted 5 Nov, 2023

Background and Objectives: Recently, studies have been carried out on effects of various essences on biodegradable films. The aim of this study was to investigate physicochemical characteristics of starch-polyvinyl alcohol active film containing thyme essential oil and its emulsion.

Materials and Methods: To produce active films, after preparing starch-polyvinyl alcohol solution, various concentrations of thyme essential oil (1, 3 and 5%) and 10% concentration of thyme emulsions (emulsion 1, 3 and 5%) were used.

Results: Based on the results, films containing essential oil and emulsion included similar effects on all physicochemical, mechanical and microbial characteristics of the film. Thus, addition of thyme essential oil and its emulsion to the film caused significant ($p < 0.05$) increases in the parameters of thickness, moisture absorption over time, contact angle and antioxidant activity of the films. Increases affected microbial characteristics of the films and both of them increased the area of growth inhibition of *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. The FTIR results showed that all films included a broad absorption band at 3000–3700 cm^{-1} , which was caused by the free stretching vibration of intramolecular and intermolecular hydroxyl groups. For the scanning microscopic structure or SEM results, it showed that the surface of the films loaded with the essential oil was rougher, also showing a little accumulation with increasing concentration.

Conclusion: In general, prepared films included good quality and microbial load on foods, which could be used as active packages.

Keywords: Thyme essential oil, Thyme emulsion, Starch-polyvinyl alcohol active film, Antioxidant activity