

مطالعه ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی فیلم پلی لاکتیک اسید حاوی اسانس کاکوتی

کوهی، عصاره اتانولی برهموم و نانوذرات سلولز

نسیم شایوسی^۱، علی خنجری^۲، افشین آخوندزاده بستی^{۳*}، یاسر شهبازی^۱ و رضا تیموری فرد^۲

۱- استادیار و دانشیار، گروه بهداشت مواد غذایی، دانشکده دامپزشکی، دانشگاه رازی، کرمانشاه، ایران

۲- استادیار و استاد، گروه بهداشت مواد غذایی، دانشکده دامپزشکی، دانشگاه تهران، تهران، ایران

۳- دانش آموخته دکتری، دانشکده دامپزشکی، دانشگاه تهران

تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۲/۱۷؛ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۷/۶/۲۵

چکیده

در سال‌های اخیر، تحقیقات زیادی روی تولید و به‌کارگیری پلیمرهای زیست تخریب‌پذیر به‌منظور بسته‌بندی مواد غذایی صورت گرفته است که علل آن افزایش نگرانی به‌کارگیری بی‌رویه بسته‌بندی‌های پلاستیکی و افزایش علاقه مردم برای بهبود کیفیت و ظاهر بسته‌بندی‌های محصولات غذایی است. اهداف مطالعه حاضر بررسی ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی فیلم پلی لاکتیک اسید حاوی عصاره اتانولی برهموم جمع‌آوری شده از استان کرمانشاه (غلظت ۱ و ۲ درصد)، اسانس کاکوتی کوهی (غلظت ۱ و ۲ درصد)، و نانوذرات سلولز (غلظت ۱ درصد) به‌صورت جداگانه و ترکیبی است. ترکیبات تشکیل دهنده اسانس کاکوتی کوهی با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی گازی متصل به طیف‌سنج جرمی (GC-MS) شناسایی گردید. ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی فیلم‌های طراحی شده طبق پروتکل مصوب استاندارد ASTM بررسی شد. کارواکرول (۶۵/۲۲ درصد)، تیمول (۱۹/۵۱ درصد)، گاما-تریپنن (۴/۶۳ درصد) و پاراسیمین (۴/۸۶ درصد) بیشترین ترکیبات شناسایی شده در اسانس مورد مطالعه بودند. بر اساس نتایج این مطالعه، اضافه کردن اسانس، عصاره و نانوذرات سلولز موجب بهبود تنش کششی و خاصیت نفوذپذیری بخار آب می‌شود. به دلیل رنگ زرد عصاره برهموم تمامی فیلم‌های حاوی عصاره دارای شفافیت (L*) پایین و قرمزی (a*) بالا بودند. بنابراین یافته‌های این مطالعه، فیلم پلی لاکتیک اسید حاوی اسانس کاکوتی کوهی، نانوذرات سلولز و عصاره برهموم دارای خواص فیزیکی و مکانیکی مطلوبی است که می‌تواند در بسته‌بندی مواد غذایی استفاده شود.

واژه‌های کلیدی

اسانس گیاهی، بسته‌بندی، پلیمرهای زیست تخریب‌پذیر، فیلم خوراکی

مقدمه

به‌کارگیری این پلیمرها در بسته‌بندی مواد غذایی، بستگی زیادی به ویژگی‌های کاربردی آنها دارد مانند استحکام مکانیکی بالا، شفافیت و بازدارندگی در مقابل عبور نور فرابنفش و اکسیژن. پلی لاکتیک اسید یکی از مهم‌ترین این پلیمرهاست (Latou et al., 2014). پلی لاکتیک اسید که

در سال‌های اخیر توجه زیادی به پلیمرهای زیست تخریب‌پذیر شده است از جمله به پلیمرهای بر پایه پلی ساکاریدها، صمغ‌ها، پروتئین‌ها و لیپیدها به‌عنوان ساختار اولیه فیلم‌ها و پوشش‌های ضد میکروبی زیست تخریب‌پذیر

زمان نگهداری غذاها قابل توجه است (Khanjari *et al.*, 2013; Campos *et al.*, 2014). جنس *Ziziphora* از خانواده نعنائیان با نام عمومی کاکوتی کوهی شامل ۴ گونه علفی یکساله و چندساله به نام‌های *Z. clinopoioides*، *Z. capitata* L. subsp. *Z. persica* Bunge *tenuior* بر ایران در ترکمنستان، افغانستان، ارمنستان، آناتولی، پاکستان، آسیای مرکزی، سوریه، قفقاز و غرب سیبری می‌رویند. از زمان‌های قدیم از این گیاه به‌عنوان طعم‌دهنده در مواد غذایی مختلف مانند گوشت، پنیر و سوپ استفاده شده است. در طب سنتی مردم ایران گونه *Z. clinopoioides* به‌عنوان آرام‌بخش و مقوی معده، برطرف کننده اختلالات قلبی، سرماخوردگی، افسردگی، اسهال، سرفه، میگرن و تب استفاده می‌شود. مهم‌ترین ترکیبات ضد میکروبی موجود شناسایی شده در اسانس این گیاه ترکیبات فنولی مانند 1,8-cineole، pulegone و limonene است (Chitsaz *et al.*, 2007). از فناوری هاردل^۳ برای ایجاد بیشترین میزان جلوگیری از رشد عوامل بیماری‌زا در مواد غذایی استفاده می‌شود. بره‌موم^۴ ماده‌ای جامد، خمیری و چسبناک به رنگ قهوه‌ای متمایل به سبز تا قهوه‌ای تیره است که زنبور عسل از رزین‌های گیاهی تهیه می‌کند و در قسمت‌های داخلی کندو برای ضد عفونی کردن به کار می‌بندد. تاکنون بیش از ۳۰۰ ترکیب مختلف مانند پلی‌فنول، آلدئید فنولیک، مونوترپن‌ها، آمینواسیدها، استروئیدها و ترکیبات غیرآلی دیگر در ساختار بره‌موم شناسایی شده‌اند. میزان این ترکیبات به مکان و زمان جمع‌آوری و منابع گیاهی مورد استفاده زنبور عسل وابسته است. فعالیت بیولوژیکی بره‌موم به ترکیبات فنولی مانند فلاوونوئیدها بستگی دارد. این ماده از زمان‌های بسیار دور در طب سنتی در درمان بیماری‌ها استفاده شده و مطالعات نشان داده است دارای خواص ضدباکتریایی، ضدقارچی،

استفاده از آن به‌عنوان ماده در تماس با مواد غذایی، از سوی سازمان غذا و داروی آمریکا مجاز شمرده شده است، از مونومرهای اسیدلاکتیک منابع تجدید پذیر از جمله ذرت، نیشکر و آب‌پنیر اسیدی از تخمیر حاصل می‌شود. از ویژگی‌های مطلوب این پلیمر می‌توان به استحکام مکانیکی بالا، شفافیت و بازدارندگی در مقابل عبور نور فرابنفش اشاره کرد (Dobrev *et al.*, 2010; Rezaeigolestani *et al.*, 2017). استفاده از نانوذرات در ساختار بسته‌بندی مواد غذایی می‌تواند ویژگی‌های کاربردی پلیمرها را تقویت و معایب آنها را کاهش دهد. نانوذرات سلولز که ماده‌ای غیر سمی، می‌تواند به‌منظور تقویت خواص کاربردی پلیمرها به‌خصوص بهبود استحکام کششی، درجه بلورینگی و دمای ذوب مفید پلیمرها به کار رود. مطالعات نشان داده است که این ماده دارای خواص ضدباکتریایی و ضدقارچی در برابر برخی از میکروارگانیسم‌ها مانند *استافیلوکوکوس اورئوس*، *اشریشیا کلی*، *آسپرژیلوس نایجر*^۱ و *کاندیدا آلبیکنز*^۲ است. مهم‌ترین ویژگی‌های ذرات سلولز مقاومت مکانیکی بالا، نسبت سطح به حجم زیاد، چگالی پایین، سهولت دسترسی، قیمت مناسب و زیست تخریب‌پذیری است (Latou *et al.*, 2014; Rezaeigolestani *et al.*, 2017). از طرف دیگر، به کارگیری اسانس‌های گیاهی و عصاره‌های طبیعی در مواد غذایی خام، به‌خصوص مواد غذایی فرآوری شده، به‌عنوان جایگزینی مناسب برای مواد نگهدارنده سنتزی و افزودنی‌های شیمیایی افزایش یافته است تا سلامت و مدت نگهداری مواد غذایی افزایش یابد. اسانس‌ها مایعات روغنی معطری هستند که معمولاً با روش تقطیر با آب از قسمت‌های مختلف گیاهان مانند ساقه، پوست، غنچه، گل، ریشه، جوانه و برگ تهیه می‌شوند که به آنها روغن‌های فرار یا روغن‌های اساسی هم می‌گویند. نقش اسانس‌ها در کنترل عوامل فساد (باکتریایی و قارچی) و بیماری‌زا، توکسین‌های تولید شده، و افزایش مدت

1- *Aspergillus niger*
3- Hurdle technology

2- *Candida albicans*
4- Propolis

گیاه کاکوتی کوهی، با سدیم سولفات بدون آب آبی گیری و تا زمان استفاده در ظروف شیشه ای تیره در دمای یخچال نگهداری شد (European Pharmacopoeia, 1997).

شناسایی ترکیبات تشکیل دهنده اسانس کاکوتی کوهی
ترکیبات تشکیل دهنده اسانس گیاه مورد مطالعه با همکاری پژوهشکده گیاهان دارویی جهاد دانشگاهی دانشگاه تهران شناسایی شد. اسانس گیاه مورد نظر پس از آماده سازی به دستگاه کروماتوگرافی گازی متصل به طیف سنج جرمی تزریق شد تا نوع ترکیب‌های تشکیل دهنده آن تجزیه و تحلیل شود. مشخصات دستگاه گاز کروماتوگرافی (Thermo Quest Finninga، مدل ۵۹۷۵C، انگلستان) شامل: ستون مویینه به طول ۳۰ متر، قطر داخلی ۲۵۰ میکرومتر و ضخامت لایه داخلی ۰/۲۵ میکرومتر از نوع HP-5MS با برنامه دمایی ۵۰ تا ۲۶۵ درجه سلسیوس و با افزایش تدریجی ۲/۵ درجه سلسیوس در هر دقیقه و نگهداری ستون در ۲۶۵ درجه سلسیوس به مدت ۱۰-۲ دقیقه بود. دمای محفظه تزریق ۲۶۵ درجه سلسیوس و سرعت گاز هلیوم (به عنوان حامل) ۱/۲ میلی لیتر در هر دقیقه بود. طیف سنج جرمی از نوع Thermo Quest Finningan با انرژی یونیزاسیون ۷۰ الکترون ولت و دمای منبع یونیزاسیون ۲۵۰ درجه سلسیوس بود. طیف‌ها به کمک شاخص بازداری آنها و مقایسه با شاخص‌های موجود در کتاب‌های مرجع و با استفاده از طیف‌های جرمی ترکیبات با استفاده از برنامه کتابخانه نرم افزار وایلی دستگاه گاز کروماتوگرافی متصل به طیف سنج جرمی شناسایی شدند.

تهیه عصاره اتانولی بره‌موم

نمونه‌های بره‌موم در اوایل فصل بهار سال ۱۳۹۴ از کندوهای زنبور عسل استان کرمانشاه تهیه شد. نمونه‌های جدا شده با کاردک‌های تیز و استریل، بلافاصله به آزمایشگاه منتقل و در یخچال نگهداری شد. به منظور تهیه عصاره اتانولی بره‌موم، از

ضدانگلی، ضدویروسی، آنتی‌اکسیدانی و ضدالتهابی است. بره‌موم و عصاره آن در درمان بیماری‌هایی مانند روماتیسم، دیابت، تومورهای سرطانی، آلرژی، آسم، قلبی - عروقی، ذات‌الریه، آنفلوآنزا، زخم معده و زخم‌های واژینیت مزمن کاربرد دارد. این ماده همچنین دارای خواص محرک سیستم ایمنی همورال و سلولی، بی‌حسی و بی‌هوشی، آنتی‌اکسیدانی، ضدالتهابی، ممانعت از فعالیت برخی از هیدرولازها، اکسیدوردوکتازها، کینازها و همچنین برای نگهداری مواد غذایی به‌عنوان آنتی‌اکسیدان به کار می‌رود (Kročko *et al.*, 2014). در برخی محصولات خام نمی‌توان از فرآیندهای حرارتی استفاده کرد، از این رو استفاده از بسته‌بندی مناسب می‌تواند نقش مؤثری در تأمین سلامت و افزایش دوره نگهداری محصولات خام داشته باشد (Elsabee *et al.*, 2013). فیلم پلی لاکتیک اسید خالص ویژگی‌های ضد میکروبی ندارد و نیاز دارد اثر اضافه کردن ترکیبات ضد میکروبی بر خصوصیات فیزیکی و مکانیکی آن بررسی شود. بنابراین، هدف از این مطالعه بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی فیلم پلی لاکتیک اسید حاوی عصاره اتانولی بره‌موم، نانوذرات سلولز و اسانس کاکوتی کوهی است.

مواد و روش‌ها

تهیه اسانس کاکوتی کوهی

گیاه کاکوتی کوهی مورد مطالعه در فصل بهار سال ۱۳۹۴ از شهرستان گیلان غرب، استان کرمانشاه جمع‌آوری و خشک گردید. گونه و جنس گیاه با همکاری دانشکده کشاورزی دانشگاه رازی تأیید شد. اسانس از قسمت برگ گیاه با استفاده از روش تقطیر با آب با دستگاه کلونجر^۱ تهیه شد. مقدار گیاه مورد استفاده در هر بار اسانس گیری ۱۰۰ گرم بود و اسانس گیری به مدت ۳ ساعت ادامه یافت. اسانس حاصل به رنگ زرد متمایل به سبز با بوی منحصر به فرد

اندازه‌گیری میزان رطوبت

پس از آنکه فیلم‌ها به تعادل رطوبتی رسیدند، میزان رطوبت آنها تعیین شد. تکه‌های فیلم وزن شده در درون کپسول (بشرهای شیشه‌ای) که قبلاً به وزن ثابت رسیده بود قرار داده شد. کپسول‌ها، برای حصول اطمینان از اینکه به وزن ثابت رسیده‌اند، پس از بیرون آوردن از آن در دسیکاتور قرار داده شدند و پس از سرد شدن با ترازو (دقت ۰/۰۰۰۱ گرم) (ساخت شرکت BL-200i، ژاپن) وزن شدند. کپسول‌های حاوی فیلم در آن در ۱۱۰ درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت حرارت داده شدند. از روی کاهش وزن نمونه‌ها، نسبت به نمونه اولیه، درصد رطوبت تعیین شد. در این آزمایش تبخیر پلاستی سایزر از درون فیلم‌ها ناچیز در نظر گرفته شد (Ojagh *et al.*, 2010).

$$(1) \quad \text{درصد رطوبت بر مبنای وزن مرطوب} = (A-B)/A \times 100$$

که در آن، A= وزن نمونه مرطوب، B= وزن نمونه خشک

اندازه‌گیری میزان نفوذپذیری فیلم‌ها در برابر بخار آب (WVP)

برای شروع این آزمایش از روش E96 مصوب استاندارد ASTM استفاده شد (ASTM, 1995). بدین منظور، کلرید کلسیم بدون آب درون فنجان شیشه‌ای با سر مدور اندازه‌گیری نفوذپذیری ریخته شد. سطح فنجان شیشه‌ای با سر مدور با فیلم و با استفاده از پارافین مذاب پوشانده شد. بدین ترتیب به علت جاذب الرطوبه بودن کلرید کلسیم بدون آب، رطوبت نسبی درون فنجان شیشه‌ای با سر مدور صفر می‌شود. در مرحله بعد، فنجان شیشه‌ای با سر مدور به درون دسیکاتور حاوی آب‌نمک اشباع منتقل شد. آب‌نمک (کلرید سدیم) اشباع در دمای ۲۵ درجه سلسیوس، رطوبت ۷۵

نمونه‌های جمع‌آوری شده ۳۰ گرم بره‌موم در ۱۰۰ میلی‌لیتر اتانول حل گردید و روی همزن مغناطیسی در دمای ۵۰ درجه سلسیوس به مدت ۳۰ دقیقه قرار داده شد. پس از آن در دمای ۱۰ درجه سلسیوس به مدت ۲۴ ساعت نگهداری شد. سپس با استفاده از کاغذ واتمن شماره ۱ عصاره صاف و با استفاده از دستگاه تبخیرکننده دوار تحت خلأ (ساخت شرکت JKA، آلمان) خشک گردید (Shavisi *et al.*, 2017).

تهیه فیلم پلی لاکتیک اسید

یک گرم پلی لاکتیک اسید (چگالی: ۱/۳ سانتی‌متر مکعب/گرم و وزن مولکولی: ۱۹۷۰۰۰ گرم/مول، شرکت FkuR kunststoffm GmbH آلمان) در ۵۰ میلی‌لیتر کلروفرم حل و به مدت ۸ ساعت هم‌زده شد. توپین ۸۰^۱ به میزان ۰/۲۵ درصد محلول به‌عنوان امولسیفایر و در ادامه غلظت‌های موردنظر اسانس کاکوتی کوهی (صفر، ۱ و ۲ درصد)، عصاره اتانولی بره‌موم (۰، ۱ و ۲ درصد) و نانوذرات سلولز خریداری شده از شرکت نانوپین پلیمر مازندران (۰ و ۱ درصد)، که با توجه به نتایج مطالعات اولیه روی خواص ضد میکروبی فیلم‌ها انتخاب شده بود، افزوده و در ۱۲۰۰۰ دور در دقیقه همگن شد. ماده به دست آمده روی قالب‌های شیشه‌ای ریخته شد. بعد از بخار شدن حلال در دمای اتاق، فیلم‌های تهیه شده از قالب‌ها جدا و به مدت یک روز در آن با دمای حدود ۴۰ درجه سلسیوس قرار داده شد تا باقیمانده حلال، که ممکن است نقش نرم‌کنندگی داشته باشد، به‌طور کامل حذف شود. فیلم‌ها به مدت ۴ ساعت در دمای اتاق نگهداری شدند تا کاملاً خشک شوند (Salmieri *et al.*, 2014).

بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی فیلم

اندازه‌گیری ضخامت فیلم

ضخامت فیلم‌های تولیدشده با استفاده از میکرومتر دیجیتالی (Mitutoyo، ژاپن) با دقت ۰/۰۰۰۱ میلی‌متر در حداقل ۱۰ نقطه تصادفی اندازه‌گیری شد.

اندازه‌گیری رنگ فیلم‌ها با استفاده از یک پلیت سفید استاندارد دستگاه کالیبره و استاندارد شد. پارامترهای تعیین شده در این دستگاه شامل L یا طول وضوح فیلم (از ۰-۸۰ نشان‌دهنده سیاهی تا ۱۰۰ نشان‌دهنده سفیدی)، a (از ۰-۸۰- نشان‌دهنده سبز بودن تا ۱۰۰ نشان‌دهنده قرمز بودن) و b (از ۰-۸۰- نشان‌دهنده آبی بودن تا ۷۰ نشان‌دهنده زرد بودن) فیلم است. قبل از آزمایش، با اندازه‌گیری رنگ فیلم‌ها با استفاده از یک پلیت سفید استاندارد ($L^*=94/24$, $a^*=0/52$, $b^*=4/19$) دستگاه کالیبره و استاندارد شد (Moradi *et al.*, 2012).

اندازه‌گیری تنش کششی

آزمایش‌های کشش با استفاده از دستگاه Testometric (مدل M350-10CT، ساخت انگلستان) و با استفاده از روش شماره D882-91 مصوب ASTM دنبال شد (ASTM, 1995). فیلم‌ها به شکل مستطیل به ابعاد 10×1 سانتی‌متر بریده می‌شوند. فاصله بین دو فک دستگاه ۵۰ میلی‌متر و سرعت حرکت فک‌ها ۵۰ میلی‌متر در دقیقه انتخاب شد. فاکتورهایی شامل حداکثر نیرو در نقطه پاره شدن و درصد افزایش طول در نقطه پاره شدن از روی منحنی‌های نیرو-تغییر شکل به دست می‌آیند.

تجزیه و تحلیل آماری

آزمایش‌ها در قالب طرح تصادفی و در حداقل سه تکرار اجرا گردید. پس از آزمایش‌های مختلف روی نمونه‌های فیلم پلی لاکتیک اسید، عصاره اتانولی بره‌موم و اسانس کاکوتی کوهی، داده‌ها در نرم‌افزار اکسل ثبت شد. برای آنالیز آماری داده‌ها از نرم‌افزار SPSS نسخه ۱۶ استفاده و مقدار p کمتر از ۰/۰۵ از نظر آماری معنی‌دار لحاظ گردید. از آزمون آنالیز واریانس یک طرفه برای بررسی اختلاف معنی‌دار میان شرایط تیمار و کنترل استفاده شد. از آزمون آماری دانکن برای مقایسه اختلاف بین میانگین‌ها در سطح ۰/۰۵ استفاده شد.

درصد ایجاد می‌کند. اختلاف رطوبت در دو سمت فیلم در ۲۵ درجه سلسیوس، منجر به شیب فشار بخار معادل ۱۷۵۳/۵۵ پاسکال می‌گردد. این اختلاف فشار عامل انتقال بخار آب از دسیکاتور به داخل فنجان شیشه‌ای با سر مدور است. در مدت ۲۴ ساعت، نمونه‌ها چندین مرتبه از دسیکاتور خارج و وزن شدند؛ تغییرات وزن فنجان‌های شیشه‌ای با سر مدور در این مدت با استفاده از یک ترازوی دیجیتال با دقت ۰/۰۰۱ گرم اندازه‌گیری شد. در تمام نمونه‌ها، نمودار افزایش وزن به‌صورت تابعی از زمان رسم شد. برای هر نمونه فیلم یک فنجان شیشه‌ای با سر مدور اندازه‌گیری فاقد کلرید کلسیم پوشانده شده با فیلم نیز به‌عنوان شاهد در نظر گرفته شد. بدین ترتیب رطوبتی اندازه‌گیری می‌شود که جذب فیلم شده و از درون آن عبور نکرده است. شیب هر خط رسم شده محاسبه شد و مقدار انتقال بخار آب (WVTR) از تقسیم شیب خط کشیده شده (گرم بر ثانیه) بر سطح فیلم‌های مورد آزمون (دهانه فنجان شیشه‌ای با سر مدور) (مترمربع) به دست آمد.

$$WVRT = A/B \quad (2)$$

که در آن، A = شیب منحنی (گرم بر ثانیه) = B = مساحت سطح فیلم است.

با ضرب کردن ضخامت فیلم و تقسیم بر اختلاف فشار بین رطوبت نسبی درون سل‌ها و رطوبت نسبی دسیکاتور، نفوذپذیری به بخار آب به دست آمد.

$$WVP = WVRT \times A/B \quad (3)$$

که در آن، A = ضخامت، B = اختلاف فشار است.

رنگ‌سنجی

رنگ نمونه‌های فیلم با دستگاه رنگ‌سنج (Minolta Chroma Meter Model CR-300، ژاپن) ثبت شد. قبل از آزمایش، با

نتایج و بحث

مشخصات ظاهری فیلم پلی لاکتیک اسید

از لحاظ ظاهری، فیلم پلی لاکتیک اسید سفید و تا حدودی محکم بود و به راحتی از قالب جدا می‌شد. فیلم پلی لاکتیک اسید حاوی عصاره بره‌موم به دلیل رنگ مخصوص عصاره، زرد کم‌رنگ و براق بود. در غلظت‌های اسانس مورد استفاده، میزان رنگ فیلم متأثر از میزان اسانس نبود. همچنین، میزان ثبات امولسیون محلول پلی لاکتیک اسید تحت تأثیر میزان

غلظت عصاره بره‌موم و اسانس نبود، به طوری که در غلظت‌های مختلف عصاره و اسانس متعاقب هوموژنیزاسیون، جداسدن فاز مشاهده نگردید.

آنالیز ترکیبات تشکیل دهنده اسانس کاکوتی کوهی

نتیجه آنالیز ترکیبات تشکیل دهنده اسانس کاکوتی کوهی در این مطالعه با استفاده از دستگاه گاز کروماتوگرافی متصل به طیف سنج جرمی همراه با زمان و شاخص بازداری کواتس^۱ در جدول (۱) نشان داده شده است.

جدول ۱- نتایج آنالیز اسانس کاکوتی کوهی با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی متصل به طیف‌سنج جرمی

ردیف	نام ترکیب	درصد	زمان بازداری (دقیقه)	شاخص بازداری
۱	α -Thujene	۰/۲۶	۱۱/۳۳	۹۲۷
۲	α -Pinene	۰/۲۷	۱۱/۷۱	۹۳۴
۳	Camphene	۰/۱۳	۱۲/۶۱	۹۵۲
۴	β -Pinene	۰/۰۶	۱۴/۰۶	۹۸۱
۵	1-Octen-3-ol	۰/۰۸	۱۴/۳۲	۹۸۶
۶	Myrcene	۰/۵۱	۱۴/۶۲	۹۹۲
۷	α -Phellandrene	۰/۱۳	۱۵/۵۸	۱۰۱۰
۸	α -Terpinene	۰/۷۹	۱۶/۱۱	۱۰۲۱
۹	<i>p</i> -Cymene	۴/۸۶	۱۶/۶۲	۱۰۳۰
۱۰	Limonene	۰/۱	۱۶/۷۷	۱۰۳۳
۱۱	β -Phellandrene	۰/۱۱	۱۶/۸۹	۱۰۳۶
۱۲	γ -Terpinene	۴/۶۳	۱۸/۳۱	۱۰۶۳
۱۳	<i>cis</i> -Sabinene hydrate	۰/۰۷	۱۹/۰۲	۱۰۷۷
۱۴	Terpinolene	۰/۰۸	۱۹/۶۹	۱۰۸۹
۱۵	Linalool	۰/۱۳	۲۰/۵	۱۱۰۵
۱۶	Borneol	۰/۶۱	۲۴/۳۶	۱۱۸۳
۱۷	Terpinene-4-ol	۰/۴۸	۲۴/۷	۱۱۹۰
۱۸	α -Terpineol	۰/۰۸	۲۵/۴۹	۱۲۰۶
۱۹	Carvacrol, methyl ether	۰/۰۴	۲۷/۳۸	۱۲۴۶
۲۰	Thymol	۱۹/۵۱	۲۹/۶۱	۱۲۹۳
۲۱	Carvacrol	۶۵/۲۲	۳۰/۵۷	۱۳۱۵
۲۲	<i>E</i> -Caryophyllene	۱/۰۷	۳۵/۴۷	۱۴۲۷
۲۳	Spathulenol	۰/۱۲	۴۲/۱۰	۱۵۹۰
۲۴	Caryophyllene oxide	۰/۳۱	۴۲۳۰	۱۵۹۵
	جمع کل	۹۹/۶۵		

از بین ترکیبات تشکیل‌دهنده اسانس کاکوتی کوهی، ۲۴ ترکیب شناسایی شد که ۹۹/۶۵ درصد ترکیبات اسانس را تشکیل می‌داد. بر اساس نتایج مطالعه حاضر، ترکیبات تشکیل‌دهنده اسانس متعلق به مونوترپن‌های هیدروکربنه^۱ (۱۱/۹۷ درصد)، مونوترپن‌های اکسیژنه^۲ (۸۶/۱ درصد)، سزکوئی ترپن‌های هیدروکربنه^۳ (۱/۰۷ درصد) و سزکوئی ترپن‌های اکسیژنه^۴ (۰/۴۳ درصد) بود. کارواکرویل (۶۴/۲۲ درصد) بیشترین میزان را داشت و سپس ترکیباتی همچون تیمول (۱۹/۲۲ درصد)، گاما-ترپینن (۴/۶۳ درصد) و پاراسیمن (۴/۸۶ درصد) قرار داشتند. بیشترین ترکیبات شناسایی شده در هر گروه عبارت‌اند از: مونوترپن‌های هیدروکربنه: گاما-ترپینن

۴/۶۳) و پاراسیمن (۴/۸۶)؛ مونوترپن‌های اکسیژنه: کارواکرویل (۶۴/۲۲ درصد) و تیمول (۱۹/۲۲ درصد)؛ سزکوئی ترپن‌های هیدروکربنه: کاریوفیلن (۱/۰۷ درصد) و سزکوئی ترپن‌های اکسیژنه: کاریوفیلن اکسید (۰/۳۱ درصد).

بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی فیلم

نتایج بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی فیلم پلی‌لاکتیک اسید حاوی اسانس کاکوتی کوهی، عصاره بره‌موم و نانوذرات سلولز در جداول (۲) و (۳) ارائه شده است. بر اساس نتایج مطالعه حاضر، عصاره بره‌موم، اسانس کاکوتی کوهی و نانوذرات سلولز به تنهایی و توأم تأثیر معنی‌داری بر ضخامت فیلم پلی‌لاکتیک اسید نداشتند ($p > 0.05$).

جدول ۲- خصوصیات ضخامت، تنش کششی (TS)، نفوذپذیری به بخار آب و رطوبت فیلم پلی‌لاکتیک اسید (PLA) حاوی اسانس کاکوتی کوهی (ZEO)، عصاره بره‌موم (PE) و نانوذرات سلولز (C)

فیلم	ضخامت (میلی‌متر)	تنش کششی (مگاپاسکال)	نفوذپذیری به بخار آب (کیلوپاسکال ساعت متر مربع / گرم میلی‌متر)	رطوبت (درصد)
PLA	۰/۰۸۰±۰/۰۱	۲۷/۸±۲/۸ ^a	۰/۰۶۲±۰/۰۷ ^a	۲/۴±۰/۶ ^a
PLA + C1%	۰/۰۸۱±۰/۰۰	۳۰/۶±۳/۳ ^c	۰/۰۵۲±۰/۰۳ ^b	۲/۳±۰/۳ ^a
ZEO 1%	۰/۰۸۰±۰/۰۰	۲۸/۲±۲/۲ ^a	۰/۰۴۹±۰/۰۱ ^c	۲/۲±۰/۵ ^a
ZEO 1% + C1%	۰/۰۸۰±۰/۰۲	۳۰/۷±۱/۷ ^c	۰/۰۴۸±۰/۰۵ ^c	۲/۲±۰/۷ ^a
ZEO 2%	۰/۰۸۰±۰/۰۱	۲۸/۲±۲/۴ ^{ab}	۰/۰۴۶±۰/۰۱ ^d	۲/۱±۰/۴ ^a
ZEO 2% + C1%	۰/۰۸۰±۰/۰۰	۳۰/۸±۵/۱ ^c	۰/۰۴۵±۰/۰۲ ^d	۲/۲±۰/۱ ^a
PE 1%	۰/۰۸۱±۰/۰۳	۲۹/۹±۱/۹ ^b	۰/۰۴۵±۰/۰۱ ^d	۲/۱±۰/۱ ^a
PE 1% + C1%	۰/۰۸۱±۰/۰۱	۳۱/۲±۱/۲ ^{cd}	۰/۰۴۵±۰/۰۱ ^d	۲/۲±۰/۳ ^a
PE 2%	۰/۰۸۱±۰/۰۰	۲۹/۹±۱/۸ ^b	۰/۰۴۲±۰/۰۱ ^e	۲/۱±۰/۶ ^a
PE 2% + C1%	۰/۰۸۱±۰/۰۲	۳۲/۴±۱/۵ ^d	۰/۰۴۳±۰/۰۱ ^e	۲/۰±۰/۱ ^a
ZEO 1% + PE 1%	۰/۰۸۲±۰/۰۰	۳۷/۳±۱/۳ ^e	۰/۰۳۷±۰/۰۴ ^f	۱/۷±۰/۳ ^a
ZEO 1% + PE1% + C1%	۰/۰۸۲±۰/۰۰	۳۹/۶±۵/۶ ^f	۰/۰۳۵±۰/۰۱ ^f	۱/۶±۰/۱ ^a
ZEO 1% + PE2%	۰/۰۸۲±۰/۰۰	۳۷/۷±۱/۷ ^e	۰/۰۳۳±۰/۰۱ ^g	۱/۲±۰/۷ ^b
ZEO 1% + PE 2% + C1%	۰/۰۸۱±۰/۰۱	۳۹/۸±۴/۸ ^f	۰/۰۳۱±۰/۰۱ ^g	۱/۲±۰/۱ ^b
ZEO 2% + PE1%	۰/۰۸۲±۰/۰۲	۳۸/۵±۶/۵ ^{ef}	۰/۰۳۰±۰/۰۳ ^g	۱/۱±۰/۵ ^b
ZEO 2% + PE1% + C1%	۰/۰۸۱±۰/۰۲	۳۹/۹±۱/۹ ^f	۰/۰۳۱±۰/۰۲ ^g	۱/۲±۰/۲ ^b
ZEO 2% + PE2%	۰/۰۸۱±۰/۰۱	۳۸/۸±۲/۸ ^{ef}	۰/۰۳۰±۰/۰۱ ^g	۱/۰±۱/۸ ^b
ZEO 2% + PE2% + C1%	۰/۰۸۱±۰/۰۰	۴۰/۱±۴/۶ ^g	۰/۰۳۰±۰/۰۱ ^g	۱/۱±۰/۶ ^b

^{a-g}: بیانگر اختلاف معنی‌دار میان فیلم‌های بررسی شده است ($p < 0.05$).

بودن فیلم) به صورت معنی‌داری با افزودن غلظت‌های بیشتر اسانس و عصاره در فیلم‌های مورد مطالعه افزایش پیدا کرده است ($p < 0.05$). مهم‌ترین دلیل افزایش این شاخص در فیلم‌ها مربوط به رنگ زرد، حضور عصاره بره‌موم است. مشابه با شاخص a^* ، شاخص b^* (شاخص رنگ قرمز) نیز با افزایش غلظت اسانس کاکوتی کوهی، عصاره بره‌موم و نانوذرات سلولز افزایش پیدا کرده است. کمترین میزان شاخص L^* نیز در فیلم پلی لاکتیک اسید حاوی ۲ درصد اسانس کاکوتی کوهی، ۲ درصد عصاره بره‌موم و ۱ درصد نانوذرات سلولز مشاهده می‌شود.

میزان تنش کشش فیلم خالص ۲۷/۸ مگاپاسکال بود و بالاترین میزان تنش کششی، کمترین نفوذپذیری به بخار آب و کمترین میزان رطوبت در فیلم پلی لاکتیک اسید حاوی ۲ درصد اسانس کاکوتی کوهی، ۲ درصد عصاره بره‌موم و ۱ درصد نانوذرات سلولز مشاهده می‌شود (جدول ۲). بر این اساس، افزودن اسانس، عصاره و نانوذرات سلولز به صورت معنی‌داری موجب افزایش میزان تنش کششی و کاهش میزان نفوذپذیری نسبت به بخار آب و رطوبت در فیلم‌های مورد مطالعه شده است ($p < 0.05$). مقایسه شاخص‌های رنگ در جدول (۳) ارائه شده است. شاخص b^* (شاخص زردرنگ

جدول ۳. خصوصیات رنگ فیلم پلی لاکتیک اسید (PLA) حاوی اسانس کاکوتی کوهی (ZEO)، عصاره بره‌موم (PE) و نانوذرات سلولز (C)

فیلم	L^*	a^*	b^*
PLA	۹۳/۴۲±۱/۵ ^a	-۲/۵۱±۰/۳ ^a	۱۸/۸۱±۱/۳ ^a
PLA + C1%	۹۳/۷۴±۲/۵ ^a	-۲/۵۶±۰/۳ ^a	۱۸/۴۸±۱/۳ ^a
ZEO 1%	۹۲/۳۸±۰/۵ ^a	-۲/۲۹±۰/۱ ^a	۲۰/۴۴±۲/۷ ^{ab}
ZEO 1% + C1%	۹۱/۷۶±۰/۳ ^a	-۲/۷۲±۰/۶ ^a	۲۰/۶۴±۰/۳ ^{ab}
ZEO 2%	۹۲/۹۰±۰/۳ ^a	-۲/۸۰±۰/۱ ^a	۲۲/۲۷±۲/۷ ^b
ZEO 2% + C1%	۹۳/۸۶±۰/۳ ^a	-۲/۸۰±۰/۶ ^a	۲۲/۵۸±۲/۹ ^b
PE 1%	۸۸/۲۹±۵/۱ ^b	-۵/۳۷±۱/۸ ^b	۲۳/۲۷±۰/۷ ^b
PE 1% + C1%	۸۹/۶۴±۱/۷ ^b	-۵/۳۰±۰/۳ ^b	۲۳/۱۲±۱/۲ ^b
PE 2%	۸۳/۳۲±۱/۵ ^c	-۵/۵۸±۰/۲ ^b	۲۸/۰۴±۲/۵ ^c
PE 2% + C1%	۸۱/۱۲±۴/۳ ^c	-۵/۷۶±۰/۳ ^b	۲۸/۱۴±۱/۶ ^c
ZEO 1% + PE 1%	۸۸/۳۲±۱/۳ ^b	-۵/۲۸±۰/۲ ^b	۲۳/۴۴±۳/۵ ^b
ZEO 1% + PE1% + C1%	۸۹/۲۲±۲/۵ ^b	-۵/۴۹±۰/۶ ^b	۲۳/۹۴±۰/۱ ^b
ZEO 1% + PE2%	۸۲/۸۸±۳/۶ ^c	-۵/۸۶±۰/۲ ^b	۲۸/۶۹±۱/۹ ^c
ZEO 1% + PE 2% + C1%	۸۱/۳۳±۲/۹ ^c	-۵/۸۴±۰/۱ ^b	۲۹/۲۹±۵/۸ ^c
ZEO 2% + PE1%	۸۳/۲۹±۱/۳ ^c	-۵/۱۱±۰/۷ ^b	۲۳/۳۱±۲/۱ ^b
ZEO 2% + PE1% + C1%	۸۳/۰۷±۲/۸ ^c	-۵/۲۰±۰/۱ ^b	۲۳/۲۸±۴/۵ ^b
ZEO 2% + PE2%	۸۰/۴۲±۳/۲ ^d	-۵/۹۸±۱/۲ ^b	۳۲/۱۹±۴/۱ ^d
ZEO 2% + PE2% + C1%	۸۰/۵۷±۱/۸ ^d	-۵/۹۴±۰/۲ ^b	۳۳/۴۸±۲/۱ ^d

^{a-g}: بیانگر اختلاف معنی‌دار میان فیلم‌های بررسی شده است ($p < 0.05$)

کروماتوگرافی گازی متصل به طیف‌سنج جرمی امکان پذیر است. اسانس‌ها می‌توانند بیش از ۶۰ ترکیب منحصر به فرد

مقالات متعددی در زمینه ترکیبات اسانس‌ها ارائه شده است. آنالیز جزء به جزء ترکیبات از طریق کروماتوگرافی گازی و

همکاران (Behravan *et al.*, 2007) گزارش کردند پولگون (۴۴/۵ درصد)، تریپینئول (۱۴/۵ درصد) و متیل استات (۱۰/۹ درصد) بیشترین ترکیبات شناخته شده در این گیاه است. همچنین در مطالعه‌ای در ترکیه نشان داده شده که بیشترین ترکیبات موجود در این اسانس پولگون (۳۱/۸۶ درصد)، ۱،۸ سینئول (۱۲/۲۱ درصد)، لیمونن (۱۰/۴ درصد) و منتول (۹/۱ درصد) است (Ozturk & Ercisli, 2007). مشابه با نتایج این تحقیق، آقاجانی و همکاران (Aghajani *et al.*, 2008) کارواکرول (۸/۷ درصد) و تیمول (۵۳/۶ درصد) را به‌عنوان بیشترین ترکیب شناخته شده در اسانس گیاه کاکوتی کوهی جمع‌آوری شده از استان لرستان گزارش کردند. به‌طور کلی تفاوت در ترکیبات شیمیایی اسانس گیاهان مختلف به فاکتورهای متعددی از قبیل روش اسانس گیری، شرایط جغرافیایی، آب و هوا و فصل برداشت، گونه گیاه، سن آن و نحوه خشک کردن گیاه بستگی دارد (Burt, 2004).

به‌طور کلی، خصوصیات مکانیکی فیلم پلی‌لاکتیک اسید به نوع حلال مورد استفاده، شرایط تهیه (میزان رطوبت، pH و غلظت پلی‌لاکتیک اسید) و میزان و نوع پلاستیسایزر بستگی دارد. خصوصیات مکانیکی فیلم پلی‌لاکتیک اسید با افزایش مدت زمان نگهداری، افزایش غلظت و همچنین کاهش دمای نگهداری فیلم بهبود می‌یابد. بنابراین، کنترل دقیق دما، رطوبت و مدت زمان نگهداری فیلم‌های تهیه شده باید مورد توجه قرار گیرد. میزان تنش کششی فیلم حاوی اسانس، عصاره و نانوذرات سلولز بستگی به میزان غلظت سه ترکیب مورد استفاده دارد. بالاترین میزان تنش کششی در فیلم پلی‌لاکتیک اسید حاوی اسانس کاکوتی کوهی ۲ درصد، عصاره بره‌موم ۲ درصد و نانوذرات سلولز ۱ درصد مشاهده شده است. نتایج این مطالعه با نتایج مطالعات گزارش شده اجاق و همکاران (Ojagh *et al.*, 2010)، مرادی و

داشته باشند. ترکیبات اصلی می‌توانند تا ۸۵ درصد روغن اسانسی را تشکیل دهند. در صورتی که سایر ترکیبات تنها به‌صورت ناچیز وجود دارند. برخی شواهد نشان می‌دهد ترکیبات ناچیز موجود در اسانس از طریق اثر سینرژیستی با ترکیبات اصلی در خواص ضد میکروبی اسانس‌های گیاهی نقش مهمی دارند. این خصوصیت در مورد برخی از موارد شامل مریم‌گلی، برخی از گونه‌های آویشن و پونه کوهی یافت شده است (Taliadourou *et al.*, 2003; Tajkarimi *et al.*, 2010). از بین ترکیبات تشکیل‌دهنده اسانس کاکوتی کوهی، ۲۴ ترکیب که ۹۹/۶۵ درصد ترکیبات اسانس را شامل می‌گردید شناسایی شد. بر اساس نتایج مطالعه حاضر، ترکیبات تشکیل‌دهنده اسانس متعلق به مونوترپن‌های هیدروکربنه (۱۱/۹۷ درصد) مونوترپن‌های اکسیژنه (۸۶/۱ درصد)، سزکوئی‌ترین‌های هیدروکربنه (۱/۰۷ درصد) و سزکوئی‌ترین‌های اکسیژنه (۰/۴۳ درصد) بود. کارواکرول (۶۵/۲۲ درصد) بیشترین میزان را داشت و سپس ترکیباتی همچون تیمول (۱۹/۵۱ درصد)، گاما-تریپینن (۴/۶۳ درصد) و پاراسیمن (۴/۸۶ درصد) قرار داشتند. بیشترین ترکیبات شناسایی شده در هر گروه عبارت‌اند از: مونوترپن‌های هیدروکربنه: گاما-تریپینن (۴/۶۳ درصد) و پاراسیمن (۴/۸۶ درصد)؛ مونوترپن‌های اکسیژنه: کارواکرول (۶۵/۲۲ درصد) و تیمول (۱۹/۵۱ درصد)؛ سزکوئی‌ترین‌های هیدروکربنه: کاریوفیلن (۱/۰۷ درصد) و سزکوئی‌ترین‌های اکسیژنه: کاریوفیلن اکسید (۰/۳۱ درصد). تیمول و کارواکرول از مهم‌ترین ترکیبات مونوترپنی اکسیژنه با خواص ضدباکتریایی و ضدقارچی هستند و در اسانس گیاهان مختلف مانند کاکوتی کوهی، آویشن شیرازی، پونه کوهی، مریم‌گلی و تعدادی دیگر از گیاهان یافت می‌شوند (Azizkhani *et al.*, 2013). برخی از محققان ترکیبات شیمیایی اسانس کاکوتی کوهی را در مناطق مختلف ایران بررسی کرده‌اند. به‌روان و

پلی لاکتیک اسید نسبت به سایر فیلم‌های بسته‌بندی مانند کیتوزان و ژلاتین به دلیل داشتن خاصیت آب‌گریزی نسبت به بخار آب نفوذپذیری کمتری دارد. این ویژگی کاربرد فیلم پلی لاکتیک اسید را به‌عنوان فیلم ارزشمند در بسته‌بندی مواد غذایی دو‌چندان می‌سازد. نتایج این مطالعه نشان داده است که میزان نفوذپذیری نسبت به بخار آب فیلم‌های خالص پلی لاکتیک اسید خالص برابر با ۰/۰۶۲ گرم میلی‌لیتر/ کیلوپاسکال ساعت متر مربع است. نتایج مطالعات مختلف نیز نشان داده است هرچه میزان ترکیبات آب‌گریز از جمله اسیدهای چرب، اسانس و عصاره‌های طبیعی در فیلم افزایش یابد علاوه بر بهبود خصوصیات ضد میکروبی و آنتی‌اکسیدانی، میزان نفوذپذیری نسبت به بخار آب کاهش می‌یابد که با نتایج این پژوهش همخوانی دارد. برابر نتایج به دست آمده از این مطالعه، کمترین نفوذپذیری در برابر بخار آب در فیلم‌های حاوی ۲ درصد اسانس آویشن شیرازی به میزان ۰/۰۳ گرم میلی‌متر بر کیلو پاسکال بر ساعت بر مترمربع مشاهده شده است (Javidi *et al.*, 2016; Tajkarimi *et al.*, 2010; Burt, 2004). این شاخص به‌صورت معنی‌داری تحت تأثیر ساختار شیمیایی، ریخت شناسی فیلم، شرایط تهیه و نوع و غلظت مواد افزودنی قرار دارد. ترکیبات فنولی با قرار گرفتن در شبکه پلی لاکتیک اسید ایجاد یک سری پیوند هیدروژنی و کووالانسی با گروه‌های فعال پلی لاکتیک اسید می‌کنند. این پیوندهای هیدروژنی و کووالانسی بین شبکه پلی لاکتیک اسید و ترکیبات فنولی موجب کاهش توانایی گروه‌های هیدروژنی برای تشکیل پیوند هیدروژنی با آب و در نهایت کاهش تمایل فیلم نسبت به آب می‌شود. چنین تداخل‌هایی بین ترکیبات فنولی و شبکه فیلم، بر خصوصیات فیزیکی و مکانیکی، انحلال‌پذیری و رهایش ترکیبات فعال نیز تأثیرگذار است (Sivarooaban *et al.*, 2008). پارامترهای رنگی فیلم‌های

همکاران (Moradi *et al.*, 2012) و جاویدی و همکاران (Javidi *et al.*, 2016) همخوانی دارد. افزایش میزان تنش کششی در فیلم‌های حاوی اسانس، عصاره و نانوذرات سلولز به دلیل پیوندهای عرضی است که بین فیلم پلی لاکتیک اسید و ترکیبات فنولی اسانس و عصاره و همچنین نانوذرات سلولز ایجاد می‌شود. در اسانس کاکوتی کوهی، تیمول و کارواکرول و در عصاره بره‌موم، ترکیبات مختلفی نظیر پلی فنول، آلدئید فنولیک، مونوترپن‌ها، آمینواسیدها، استروئیدها و ترکیبات غیرآلی دیگر یافت می‌شود. به دلیل وزن مولکولی بالای این ترکیبات و اتصالات ایجاد شده در فیلم، میزان نرم شدن کاهش و میزان مقاومت آنها در برابر تنش کششی افزایش پیدا می‌کند (Ghasemlou *et al.*, 2011). از طرف دیگر، به دلیل ماهیت آب‌گریز بودن اسانس و عصاره، میزان رطوبت در این دسته از فیلم‌ها نسبت به گروه فیلم پلی لاکتیک اسید به‌صورت معنی‌داری کاهش پیدا کرده است که این مسئله به افزایش مقاومت فیلم در برابر تنش کششی و پارگی می‌افزاید (Javidi *et al.*, 2016).

نتایج مطالعات رضایی گلسستانی و همکاران (Rezaeigoolestani *et al.*, 2017) نشان می‌دهد افزودن اسانس به فیلم پلی لاکتیک اسید میزان تنش کششی را کاهش می‌دهد که با نتایج مطالعه حاضر متفاوت است که دلیل آن شاید متفاوت بودن نوع اسانس مورد استفاده در دو مطالعه باشد. در صورت استفاده از فیلم‌های ضد میکروبی در بسته‌بندی مواد غذایی با رطوبت متوسط و بالا، ارزیابی میزان نفوذپذیری در برابر بخار آب ضروری است. میزان انتقال بخار آب حجمی از بخار آب است که از سطحی مشخص و در زمانی خاص عبور می‌کند. این شاخص تحت تأثیر دو فاکتور قرار دارد: خصوصیت نفوذپذیری نسبت به بخار آب مورد استفاده در تهیه فیلم (به ویژه نوع پلیمر) و اختلاف غلظت بخار آب در دو سمت فیلم در حین آزمایش. فیلم

در رنگ فیلم بسته‌بندی مواد غذایی می‌شود (García *et al.*, 2004). نتایج مطالعات مرادی و همکاران (Moradi *et al.*, 2012) نیز نشان می‌دهد افزودن عصاره هسته انگور به فیلم کیتوزان در غلظت‌های ۱ و ۲ درصد به همراه اسانس آویشن شیرازی ۱ درصد موجب تغییر معنی‌دار در رنگ فیلم می‌شود. بر اساس نتایج این مطالعه و پژوهش‌های سایر محققان، به هنگام مطالعه در زمینه فیلم‌های بسته‌بندی، ارزیابی حسی آنها به منظور تعیین مقبولیت ظاهری فیلم‌ها ضروری است.

نتیجه‌گیری

نتایج این مطالعه نشان می‌دهد با استفاده از اسانس کاکوتی، نانوذرات سلولز و عصاره اتانولی می‌توان فیلم فعال جدید به حوزه بسته‌بندی مواد غذایی معرفی کرد که نسبت به فیلم پلی‌لاکتیک اسید خالص دارای خواص فیزیکی و مکانیکی بهتری است. از نظر اقتصادی، این نوع بسته‌بندی می‌تواند در ارتباط با مواد غذایی بسیار فساد پذیر و گران قیمت، مانند گوشت چرخ کرده، استفاده شود و با افزایش مدت زمان نگهداری این گونه مواد، تولید تجاری این فیلم‌های زیست تخریب پذیر مورد توجه قرار گیرد. از این رو بررسی تأثیرات آن بر مدت زمان نگهداری مواد غذایی مختلف توصیه می‌شود.

مورد استفاده در بسته‌بندی مواد غذایی به دلیل تأثیراتشان در پذیرش مصرف‌کننده اهمیت بالایی دارد. مقایسه شاخص‌های رنگ در جدول (۳) ارائه شده است. شاخص b^* (شاخص زردرنگ بودن فیلم) به صورت معنی‌داری با افزودن غلظت‌های بیشتر اسانس و عصاره در فیلم‌های مورد مطالعه افزایش پیدا کرده است ($p < 0.05$). مهم‌ترین دلیل افزایش این شاخص در فیلم‌ها مربوط است به رنگ زرد عصاره بره‌موم. مشابه با شاخص b^* ، شاخص a^* (شاخص رنگ قرمز) نیز با افزایش غلظت اسانس کاکوتی کوهی، عصاره بره‌موم و نانوذرات سلولز افزایش پیدا کرده است. کمترین میزان شاخص L^* نیز در فیلم پلی‌لاکتیک اسید حاوی ۲ درصد اسانس کاکوتی کوهی، ۲ درصد عصاره بره‌موم و ۱ درصد نانوذرات سلولز مشاهده می‌شود. نتایج این مطالعه نشان می‌دهد تغییر رنگ فیلم متأثر از نوع و میزان اسانس و عصاره مورد استفاده، حتی در غلظت‌های پایین، است که با نتایج تحقیقات لیو و همکاران و رضایی گلستانی و همکاران (Liu *et al.*, 2016; Rezaeigolestani *et al.*, 2017) که به ترتیب بیان کرده بودند اضافه نمودن اسانس پونه کوهی و اسانس آویشن شیرازی به فیلم‌های پلی‌لاکتیک اسید موجب کاهش شفافیت فیلم‌ها می‌شود، همخوانی دارد. نتایج مطالعات سایر محققان نیز نشان داده است افزایش غلظت اسانس فلفل، دارچین و میخک موجب تأثیر معنی‌دار

مراجع

- ASTM. 1995. Standard test methods for water vapor transmission of material In: Annual book of ASTM. Philadelphia, PA: American Society for Testing and Material. 96-97.
- Aghajani, Z., Assadian, F., Masoudi, S., Chalabian, F., Esmaeili, A., Tabatabaei-Anaraki, M. and Rustaiyan, A. 2008. Chemical composition and in vitro antibacterial activities of the oil of *Ziziphora clinopodioides* and *Z. capitata* subsp. *capitata* from Iran. *Chemistry of Natural Compounds*. 44(3): 387-389.

- Azizkhani, M., Misaghi, A., Basti, A.A., Gandomi, H. and Hosseini, H. 2013. Effects of *Zataria multiflora* Boiss essential oil on growth and gene expression of enterotoxins A, C and E in *Staphylococcus aureus* ATCC 29213. International Journal of Food Microbiology. 163(2-3): 159-165.
- Behravan, J., Ramezani, M., Hassanzadeh, M., Eskandari, M., Kasaian, J. and Sabeti, Z. 2007. Composition, antimycotic and antibacterial activity of *Ziziphora clinopodioides* Lam essential oil from Iran. Journal of Essential Oil Bearing Plants. 10(4): 339-345.
- Burt, S. 2004. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods-a review. International Journal of Food Microbiology. 94(3): 223-253.
- Campos, J.F., dos Santos, U.P., Macorini LFB, de Melo, A.M.M.F., Balestieri, J.B.P., Paredes-Gamero, E.J. and dos Santos, E.L. 2014. Antimicrobial, antioxidant and cytotoxic activities of propolis from *Melipona orbignyi* (Hymenoptera, Apidae). Food and Chemical Toxicology. 65, 374-380.
- Chitsaz, M., Pergar, A., Naseri, M., Kamalinajad, M., Bazargan, M., Mansouri, S. and Ansari, F. 2007. Composition of the essential oil and antibacterial activity of alcoholic extract and oil of *Ziziphora clinopodioides*. Lamom selected bacteria. Daneshvar Journal. 14(68): 15-22. (in Persian)
- Dobrev, T., Benavente, R., Perena, J.M., Perez, E., Avella, M., Garcia, M. and Bogoeva- Gaceva, G. 2010. Effect of different thermal treatments on the mechanical performance of poly (L- lactic acid) based eco- composites. Journal of Applied Polymer Science. 116(2): 1088-1098.
- European Pharmacopoeia. 1997. 3rd. Ed. Royal Society of Medicine Press, Strasbourg.
- García, M.A., Pinotti, A., Martino, M.N. and Zaritzky, N. E. 2004. Characterization of composite hydrocolloid films. Carbohydrate Polymer. 56(3): 339-345.
- Ghasemlou, M., Khodaiyan, F. and Oromiehie, M. 2011. Physical, mechanical, barrier, and thermal properties of polyol-plasticized biodegradable edible film made from kefir. Carbohydrate Polymer. 84(1): 477-483.
- Javidi, Z., Hosseini, S.F. and Rezaei, M. 2016. Development of flexible bactericidal films based on poly (lactic acid) and essential oil and its effectiveness to reduce microbial growth of refrigerated rainbow trout. LWT-Food Science and Technology. 72, 251-260.
- Khanjari, A., Misaghi, A., Basti, A. A., Esmaili, H., Cherghi, N., Partovi, R. and Choobkar, N. 2013. Effects of *Zataria multiflora* Boiss. Essential Oil, Nisin, pH and Temperature on *Vibrio parahaemolyticus* ATCC 43996 and Its Thermostable Direct Hemolysin Production. Journal of Food Safety. 33(3): 340-347.
- Kročko, M., Bobko, M., Bučko, O., Čanigová, M. and Ducková, V. 2014. Sensory quality, color and oxidative stability of cured cooked ham with propolis extract. Potravinárstvo Slovak Journal of Food Sciences. 8(1): 102-106.
- Latou, E., Mexis, S.F., Badeka, A.V., Kontakos, S. and Kontominas, M.G. 2014. Combined effect of chitosan and modified atmosphere packaging for shelf life extension of chicken breast fillet. LWT-Food Science and Technology. 55(1): 263-268.
- Moradi, M., Tajik, H., Razavi Rohani, S.M., Oromiehie, A.R., Malekinejad, H., Aliakbarlu, J. and Hadian, M. 2012. Characterization of antioxidant chitosan film incorporated with *Zataria multiflora* Boiss essential oil and grape seed extract. LWT-Food Science and Technology. 46(2): 477-484.

- Ojagh, S.M., Rezaei, M., Razavi, S.H. and Hashemi, M.H. 2010. Development and evaluation of a novel biodegradable film made from chitosan and cinnamon essential oil with low affinity toward water. *Food Chemistry*. 122(1): 161-166.
- Ozturk, S. and Ercisli, S. 2007. Antibacterial activity and chemical constitutions of *Ziziphora clinopodioides*. *Food Control*. 18(5): 535-540.
- Rezaeigolestani, M., Misaghi, A., Khanjari, A., Basti, A. A., Abdulkhani, A. and Fayazfar, S. 2017. Antimicrobial evaluation of novel poly-lactic acid based nanocomposites incorporated with bioactive compounds in-vitro and in refrigerated vacuum-packed cooked sausages. *International Journal of Food Microbiology*. 260, 1-10.
- Salmieri, S., Islam, F., Khan, R.A., Hossain, F.M., Ibrahim, H.M., Miao, C. and Lacroix, M. 2014. Antimicrobial nanocomposite films made of poly (lactic acid)-cellulose nanocrystals (PLA-CNC) in food applications-Part B: Effect of oregano essential oil release on the inactivation of *Listeria monocytogenes* in mixed vegetables. *Cellulose*. 21(6): 4271-4285.
- Sivarooan, T., Hettiarachchy, N.S. and Johnson, M.G. 2008. Physical and antimicrobial properties of grape seed extract, nisin, and EDTA incorporate soy protein edible films. *Food Research International*. 41(8): 781-785.
- Shavisi, N., Khanjari, A., Basti, A.A., Misaghi, A. and Shahbazi, Y. 2017. Effect of PLA films containing propolis ethanolic extract, cellulose nanoparticle and *Ziziphora clinopodioides* essential oil on chemical, microbial and sensory properties of minced beef. *Meat Science*. 124, 95-104.
- Tajkarimi, M.M., Ibrahim, S.S. and Cliver, D.O. 2010. Antimicrobial herb and spice compounds in food. *Food Control*. 21(9): 1199-1218.
- Taliadourou, D., Papadopoulos, V., Domvridou, E., Savvaidis, I.N. and Kontominas, M.G. 2003. Microbiological, chemical and sensory changes of whole and filleted Mediterranean aquacultured sea bass (*Dicentrarchus labrax*) stored in ice. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 83(13): 1373-1379.



Study on Physicomechanical Properties of Polylactic Acid Film Incorporated with *Ziziphora Clinopodioides* Essential Oil, Propolis Ethanolic Extract and Cellulose Nanoparticle

N. Shavisi, A. Khanjari, A. Akhondzadeh Basti*, Y. Shahbazi and R. Teimouri Fard

*Corresponding Author: Professor, Department of Food Hygiene, Faculty of Veterinary Medicine, University of Tehran, Tehran, Iran.

Email: aakhond@ut.ac.ir

Received: 7 May 2018, Accepted: 16 September 2018

In the recent years, numerous studies have been focused on the production and application of biodegradable polymers due to increasing concerns about environmental pollution of plastic packaging materials, and also increasing consumer's interest for improvement of quality and appearance of food products. The aims of the present study were to evaluate the physicomechanical properties of polylactic acid film (PLA) incorporated with propolis ethanolic extract collected from Kermanshah province (PE; 1 and 2%), cellulose nanoparticle (1%) and *Ziziphora clinopodioides* essential oil. The chemical compositions of the *Ziziphora clinopodioides* essential oil were identified by gas chromatography coupled with mass spectrometer detector (GC-MS). The physicomechanical properties of designated films were evaluated using ASTM method. Carvacrol (65.22%), thymol (19.51%), γ -terpinene (4.63%) and *p*-cymene (4.86%) were the most representative components of the essential oil. Based on the results of the present study, incorporation of PE, ZEO and cellulose nanoparticle improved the water vapour permeability coefficient (WVPC) and tensile stress of investigated films. The lower lightness (L^*) and higher redness (a^*) and consequently a darker color was found in the film incorporated with PPE. The PLA film incorporated with ZEO, PPE and cellulose nanoparticle have shown good physical and mechanical properties which can be used in food products.

Keywords: Biodegradable polymers, Edible film, Essential oil, Packaging