

بهبود یابی تأثیر غلظت نانورس هالوویت و عصاره بنه بر ویژگی‌های فیلم آنتی‌اکسیدانی نانوکامپوزیتی نشاسته برنج-نانورس هالوویت به روش سطح پاسخ

محمد رضا عبدالمهدی مقدم^۱، مصطفی شهیدی نوقابی^۱

۱- گروه شیمی مواد غذایی، مؤسسه پژوهشی علوم و صنایع غذایی، مشهد، ایران

* نویسنده مسئول (m.abdollahi@rifst.ac.ir)

چکیده

در این پژوهش فیلم آنتی‌اکسیدانی نانوکامپوزیتی نشاسته برنج-نانورس هالوویت حاوی عصاره بنه تهیه شد و خواص فیزیکی و مکانیکی و آنتی‌اکسیدانی آن مورد ارزیابی قرار گرفت. برای این منظور با انجام آزمایش‌هایی مطابق روش سطح پاسخ و در قالب طرح مرکب مرکزی، تأثیر دو متغیر مستقل شامل غلظت نانورس هالوویت در محدوده صفر تا ۱۰ درصد وزنی نشاسته و غلظت عصاره بنه در محدوده صفر تا ۳۰ درصد وزنی نشاسته بر متغیرهای وابسته شامل مقاومت کششی، افزایش طول تا نقطه پارگی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم بیونانوکامپوزیتی مورد بررسی واقع شد. نتایج به دست آمده نشان داد که اثرات خطی غلظت هالوویت و غلظت عصاره بنه در محدوده مورد مطالعه، بر متغیرهای وابسته معنی‌دار بود ($P < 0.05$) و با افزایش غلظت هالوویت مقاومت کششی افزایش یافت و افزایش طول تا نقطه پارگی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم با کاهش همراه بود. همچنین افزایش غلظت عصاره بنه موجب افزایش نفوذپذیری بخار آب، افزایش طول تا نقطه پارگی و فعالیت آنتی‌اکسیدانی و کاهش مقاومت کششی فیلم شد. مطابق نتایج به دست آمده از بهینه‌یابی اثرات غلظت هالوویت و غلظت عصاره بنه بر ویژگی‌های فیلم آنتی‌اکسیدانی، مقادیر بهینه برای غلظت هالوویت و غلظت عصاره بنه به ترتیب ۸/۵۴ و ۲۳/۴۲ درصد وزنی و برای مقاومت کششی، افزایش طول تا نقطه پارگی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی به ترتیب ۴/۳۹ مگاپاسکال، ۵۶/۲۱ درصد، $2/22 \times 10^{-9}$ گرم بر متر ثانیه پاسکال و ۳۳/۹۵ درصد بود.

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۰۹/۰۲
تاریخ بازنگری: ۱۴۰۱/۱۲/۲۷
تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۰۱/۱۳
تاریخ انتشار برخط: ۱۴۰۲/۰۱/۱۶

واژه‌های کلیدی

عصاره گیاهی
فیلم آنتی‌اکسیدانی
نانوبیونوکامپوزیت



مقدمه

عمومی درباره صدمه‌هایی که پلاستیک‌های سنتزی زیست‌تخریب‌ناپذیر^۱ با منشأ نفتی به محیط زیست وارد می‌کنند در سال‌های اخیر توجه بسیاری از محققان بر پلیمرهای زیست‌تخریب‌پذیر سنتزی و طبیعی به عنوان ماده اولیه برای تهیه بسته‌بندی‌های زیست‌تخریب‌پذیر متمرکز شده است. در میان انواع پلیمرهای زیست‌تخریب‌پذیر، پلیمرهایی که به‌طور مستقیم از منابع طبیعی تجدیدپذیر

تولید مواد بسته‌بندی با هدف جلوگیری از ضایعات و اتلاف مواد غذایی، ممانعت از تخریب توسط عوامل محیطی و عوامل فساد درونی و بیرونی، سهولت حمل‌ونقل، افزایش زمان ماندگاری و نیز نگهداری و عرضه آنها به صورت سالم به مصرف‌کننده همواره جزء اولویت‌ها و دغدغه‌های پژوهشگران صنایع غذایی بوده است. با افزایش آگاهی‌های

¹ Nonbiodegradable

کائولینیتی چنددیواره است که دارای فرمولاسیون واحد سلولی $Al_2Si_2O_5(OH)_4 \cdot nH_2O$ می‌باشد. نانولوله‌های هالوزیت دارای سطح منظر $184/9$ مترمربع بر گرم و حجم حفره $0/353$ سانتی‌مترمکعب بر گرم بوده و مناسب برای حمل و تحویل داروها می‌باشند. ابعاد نانولوله هالوزیت بسته به منشأ آن متفاوت بوده و به‌نوعی دارای طول 300 تا 1500 نانومتر، قطر خارجی 40 تا 120 نانومتر و قطر داخلی 15 تا 100 نانومتر می‌باشد (Liu et al., 2014). هالوزیت علاوه بر زیست‌سازگار بودن، قیمت پایین و سهولت دسترسی، از دو ویژگی نسبت منظر^۸ بالا و دانسیته کم گروه‌های هیدروکسیل سطحی برخوردار است که باعث استفاده از آن به‌عنوان یک فیلر تقویت‌کننده در مواد پلیمری شده است (Ahmad et al., 2015). بسته‌بندی‌های فعال از جمله سیستم‌های بسته‌بندی می‌باشند که در دهه‌های اخیر مطرح شده و به سرعت روبه‌توسعه می‌باشند. بسته‌بندی فعال شرایط جو بسته را به‌گونه مطلوبی تغییر می‌دهد به‌طوری‌که موجب افزایش عمر نگهداری ماده غذایی می‌شود. امروزه استفاده از روش‌های نوین نگهداری مواد غذایی نظیر استفاده از آنتی‌اکسیدان‌ها جایگاه ویژه‌ای در صنایع غذایی پیدا کرده‌اند. ویژگی اصلی یک آنتی‌اکسیدان، توانایی آن در به‌دام‌انداختن رادیکال‌های آزاد می‌باشد. آنتی‌اکسیدان‌هایی نظیر ترکیبات فنولی، که شامل فلاونوئید، اسید فنول‌ها، تانن‌ها و دی‌ترپن‌های فنولی می‌باشند با مهار کردن رادیکال‌های آزادی چون پراکسید، هیدروپراکسید یا پراکسید لیپید، مانع انجام واکنش‌های اکسیداتیو منجر به بروز بیماری‌های عفونی می‌شوند (Chung et al., 1998; Jovanovic et al., 1994).

عصاره‌ها و اسانس‌های روغنی به‌دست‌آمده از گیاهان مختلف دارای خواص آنتی‌اکسیدانی گسترده‌ای هستند که مربوط به وجود گروه‌های هیدروژن‌دار در ساختار شیمیایی آنها می‌باشد (Kulisic et al., 2004). کاربرد عصاره‌ها و اسانس‌های روغنی به‌صورت مستقیم در غذا اغلب با مشکلاتی مانند ایجاد مسمومیت، آرومای قوی و تغییر طعم و ویژگی‌های ظاهری غذا همراه بوده است که اینها به‌نوبه‌خود باعث کاهش استفاده از این ترکیبات طبیعی می‌شود. یکی از راهکارهای مورد استفاده برای کاهش این مشکلات، استفاده از مواد یادشده به‌صورت ترکیب با

به‌دست می‌آیند مانند پلی‌ساکاریدها و پروتئین‌ها به‌خاطر صرفه اقتصادی، در دسترس بودن و فرایند تولید کوتاه‌تر بیشتر مورد بررسی قرار گرفته‌اند که از میان آنها، نشاسته به‌دلیل سهولت تولید انبوه، ارزانی نسبی و فراوانی، بیش از سایر پلیمرهای زیستی طبیعی مورد توجه واقع شده است. فیلم‌های بر پایه نشاسته عموماً با دو روش قالب‌گیری محلولی^۱ یا اختلاط مذاب^۲ و طی فرایندهای ژلاتینه‌شدن^۳ یا گرم‌انرم‌شدن^۴ تهیه می‌شوند. طی فرایندهای مذکور با برهم‌کنش ماده نرم‌کننده و نشاسته در سطح مولکولی و شکسته‌شدن پیوندهای هیدروژنی مابین ماکرومولکول‌های نشاسته، نشاسته نیمه‌کریستالی به ماده‌ای یکنواخت‌تر و آمورف‌تر تبدیل می‌شود (Stepto, 2003).

فیلم‌های تهیه‌شده از انواع نشاسته گرم‌انرم به تنهایی، دارای مقاومت کششی (TS^۵) و مدول کششی کم، افزایش طول تا نقطه پارگی (EB^۶) متوسط و نفوذپذیری بخار آب (WVP^۷) زیاد و حساسیت بالا نسبت به رطوبت می‌باشند که موجب افت خواص مکانیکی و ممانعت‌کنندگی آنها در محیط‌های با رطوبت متوسط و بالا می‌شود در نتیجه چندان مناسب کاربرد بسته‌بندی نمی‌باشند (Arboleda et al., 2015; Lu et al., 2009; Teixeira et al., 2009; Yu et al., 2006). نتایج تحقیق‌های گوناگون تاکنون نشان داده است که افزودن فیلرها در ابعاد میکرونی و نانویی به ماتریس نشاسته‌ای، موجب افزایش مقاومت کششی و هم‌زمان کاهش انعطاف‌پذیری، نفوذپذیری بخار آب و حساسیت آن به رطوبت شده است (Ali et al., 2017; Fazeli et al., 2018; Iamareerat et al., 2018; Noushirvani et al., 2011). همچنین نتایج تحقیق‌های انجام‌شده روی نانو کامپوزیت‌های انواع نشاسته-نانورس هالوزیت در سال‌های اخیر بیانگر موفقیت‌آمیز بودن کاربرد هالوزیت توسط برخی پژوهشگران برای بهبود خواص ماتریس نشاسته‌ای نرم‌شده با گلیسرول بوده به‌طوری‌که نانو کامپوزیت‌های یادشده از خواص مکانیکی و ممانعت‌کنندگی مطلوبی برای کاربرد بسته‌بندی برخوردار می‌باشند (Ahmad et al., 2015; Ren et al., 2018; Sadegh-Hassani & Mohammadi Nafchi, 2014; Schmitt et al., 2012; Xie et al., 2011).

از نقطه‌نظر مینرالوژی، هالوزیت یک آلومینوسیلیکات طبیعی با ساختاری لوله‌مانند است. این نانوفیلر، یک نانولوله

⁶ Elongation at Break (EB)

⁷ Water vapor permeability (WVP)

⁸ Aspect ratio

¹ Solution casting

² Melt mixing

³ Gelatination

⁴ Thermoplasticization

⁵ Tensile strength (TS)

بررسی نتایج تحقیق‌های پیشین نشان می‌دهد که تاکنون تأثیر هم‌زمان نانورس هالویزیت و عصاره بنه و نیز تأثیر متقابل آنها بر خواص فیلم بر پایه نشاسته برنج مورد مطالعه واقع نشده است. هدف از مطالعه حاضر، استخراج عصاره بنه از کل میوه بنه، تهیه فیلم آنتی‌اکسیدانی نانوکامپوزیتی نشاسته برنج-نانورس هالویزیت حاوی غلظت‌های مختلف عصاره بنه و نانورس هالویزیت و همچنین بررسی تأثیر غلظت هالویزیت و غلظت عصاره بنه و نیز اثر متقابل آنها بر خواص مختلف فیلم بود.

مواد و روش‌ها

مواد اولیه

نشاسته برنج (سیگما آلدریج، ساخت آلمان)، نانورس هالویزیت (سیگما آلدریج، ساخت آلمان) و گلیسرول (شرکت مرک، ساخت آلمان) خریداری شدند. میوه تازه درخت بنه اوایل خردادماه از درختان بنه منطقه کوهسرخ شهرستان کاشمر جمع‌آوری شد. اتانول ۹۹ درصد (شرکت مجلی، ساخت ایران) جهت استخراج عصاره میوه بنه خریداری شد. سایر مواد شیمیایی، حلال‌ها و معرف‌ها از نمایندگی شرکت‌های مرک و سیگما تهیه شدند.

استخراج عصاره از میوه بنه با محلول الکلی-آبی

عصاره بنه از کل میوه بنه، توسط عمل استخراج با حلال به‌دست‌آمد. برای این منظور میوه بنه تازه جمع‌آوری شده با آب شست‌وشو داده شد و در دمای محیط در سایه خشک گردید. بنه خشک‌شده آسیاب و سپس درون ارلن مایر ریخته شد. محلول اتانول ۵۵ درصد به میزان ۵ برابر وزن بنه آسیاب‌شده به آن اضافه شد و سپس مخلوط به مدت ۵ دقیقه با همزن مکانیکی آزمایشگاهی (STIRRER LAB، M TOPO، مدل BL 620 D، ساخت کره جنوبی) هم‌زده شد. ارلن حاوی مخلوط اتانول، آب و بنه به مدت ۲۰ دقیقه در حمام فراصوت (Elma sonic 300h، ساخت آلمان) با توان ۵۰۰ وات و فرکانس ۸۰ کیلوهرتز در دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت. سپس مخلوط تحت فیلتراسیون خلأ قرار گرفت و آنگاه مایع به‌دست‌آمده در اواپراتور خلأ تغلیظ شد. محلول غلیظ مدت ۱۶ ساعت در فریزدرایر قرار گرفت و عصاره جامد به‌دست‌آمده آسیاب گردید و تا زمان مصرف در یخچال در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد نگهداری شد.

بسته‌بندی ماده غذایی می‌باشد. همچنین افزایش غلظت عصاره‌های گیاهی حاوی ترکیبات آنتی‌اکسیدانی در فرمولاسیون تهیه فیلم‌های فعال بر پایه نشاسته، در اغلب مواقع موجب کاهش مقاومت کششی و برعکس افزایش درصد افزایش طول تا نقطه پارگی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم شده است (Estevez-Areco et al., 2019; Ju et al., 2019; Kim et al., 2020).

میوه بنه^۱ یکی از گونه‌های وحشی پسته در ایران است که به‌علت ترکیب اسید چرب خاص و میزان بالای توکوفرول موجود در اسانس و نیز انواع ترکیبات فنولی موجود در عصاره، مورد توجه محققان واقع شده است (Pazhouhanmehr et al., 2015). مطالعه‌های گوناگون نشان داده است که ترکیبات زیست‌فعال موجود در پوست میوه بنه دارای فعالیت‌های بیولوژیکی مانند ضدالتهابی، ضد میکروبی، ضد سمیت و آنتی‌اکسیدانی می‌باشند (Gourine et al., 2010). همچنین مطالعه‌های گوناگون نشان داده است که بخش‌های مختلف درخت بنه شامل میوه و برگ‌ها دارای خواص آنتی‌اکسیدانی می‌باشند (Hatamnia et al., 2016; Malekzadeh et al., 2015; Rezaie et al., 2016). مطابق نتایج پژوهشی، عصاره متانولی پوست میوه بنه دارای ترکیبات آنتی‌اکسیدانی لوتئولین، کوئرستین، اسید گالیک و مشتقات آنها بود ضمن آنکه ۴۶/۵۳ درصد وزنی ترکیبات آنتی‌اکسیدانی استخراج‌شده را لوتئولین تشکیل می‌داد (Rezaie et al., 2016). لوتئولین یک فلاون طبیعی با اثرات بیولوژیکی چندگانه شامل آنتی‌اکسیدانی، ضد سرطانی، ضدالتهابی و ضد توموری می‌باشد. فعالیت آنتی‌اکسیدانی و پروفایل ترکیبات فنولی عصاره متانولی قسمت‌های مختلف بنه‌های گونه کردیکا^۲ در تحقیق Malekzadeh و همکاران (۲۰۱۵) اندازه‌گیری شد. مطابق نتایج به‌دست‌آمده، محتوای فلاونوئید و ترکیبات فنولی کل عصاره‌های پوسته نرم^۳ بنه‌ها به‌طور معنی‌داری بیشتر از محتوای فلاونوئید و ترکیبات فنولی کل عصاره‌های پوسته سخت^۴ و هسته^۵ آنها بودند. همچنین آنالیز ترکیبات فنولی با کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا نشان داد که سیناپیک اسید، وانیلیک اسید و پاراهیدروکسی بنزوئیک اسید در عصاره‌های متانولی پوسته نرم و سخت بنه‌ها وجود داشتند (Malekzadeh et al., 2015).

⁴ Shell

⁵ Kernel

¹ Pistacia atlantica

² Kurdica

³ Hull

جدول ۱- مقادیر متغیرهای مستقل غلظت هالویزیت (برحسب درصد وزنی نشاسته) و غلظت عصاره بنه (برحسب درصد وزنی نشاسته) و داده‌های آزمایشگاهی متغیرهای وابسته

شماره آزمایش	متغیرهای مستقل		متغیرهای وابسته			ترکیبات فنولی کل (میلی گرم اسید گالیک/۱ گرم نمونه)	شماره آزمایش
	CH	CBE	TS (مگا پاسکال)	EB (درصد)	RSA (درصد)		
۱	۵/۰۰	۱۵/۰۰	۳/۷۶	۵۷/۰۷	۲۴/۳۵	۲/۰۷	۳/۵۱
۲	۵/۰۰	۱۵/۰۰	۴/۰۴	۴۹/۰۳	۲۵/۵۸	۲/۲۶	۳/۹۱
۳	۱۰/۰۰	۱۵/۰۰	۵/۵۲	۴۵/۸۲	۲۱/۴۹	۱/۹۰	۳/۴۰
۴	۱/۴۶	۲۵/۶۱	۲/۰۴	۱۱۵/۲۱	۴۰/۵۱	۲/۶۱	۶/۶۴
۵	۱/۴۶	۴/۳۹	۳/۰۲	۶۸/۲۴	۸/۷۲	۲/۲۳	۱/۸۰
۶	۰/۰۰	۱۵/۰۰	۲/۲۰	۹۸/۷۵	۲۸/۶۱	۲/۴۷	۴/۴۹
۷	۸/۵۴	۴/۳۹	۶/۶۸	۲۴/۷۸	۶/۷۸	۱/۸۵	۰/۷۹
۸	۵/۰۰	۱۵/۰۰	۳/۵۲	۵۵/۴۷	۲۳/۶۱	۲/۲۲	۳/۱۷
۹	۵/۰۰	۰/۰۰	۴/۶۶	۳۷/۸۱	۱/۱۰	۱/۷۹	۰/۰۵
۱۰	۵/۰۰	۱۵/۰۰	۳/۶۰	۵۲/۹۸	۲۱/۴۴	۲/۱۵	۳/۰۸
۱۱	۸/۵۴	۲۵/۶۱	۴/۲۸	۶۳/۳۸	۳۸/۰۵	۲/۲۷	۶/۳۰
۱۲	۵/۰۰	۱۵/۰۰	۳/۸۸	۶۱/۳۰	۲۴/۷۵	۲/۱۲	۳/۶۴
۱۳	۵/۰۰	۳۰/۰۰	۳/۲۴	۷۴/۲۹	۴۲/۶۹	۲/۷۰	۷/۲۷

CBE: غلظت عصاره بنه، CH: غلظت هالویزیت، TS: مقاومت کششی، EB: افزایش طول تا نقطه پارگی، RSA: فعالیت آنتی‌اکسیدانی، WVP: نفوذپذیری بخار آب.

طراحی آزمایش‌ها

در تحقیق حاضر با انجام آزمایش‌هایی مطابق روش سطح پاسخ و در قالب طرح مرکب مرکزی، تأثیر دو متغیر مستقل شامل غلظت هالویزیت (CH^1) در محدوده صفر تا ۱۰ درصد وزنی نشاسته و غلظت عصاره بنه (CBE^2) در محدوده صفر تا ۳۰ درصد وزنی نشاسته بر متغیرهای وابسته شامل مقاومت کششی، افزایش طول تا نقطه پارگی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم بیونانوکامپوزیتی نشاسته برنج-نانورس هالویزیت حاوی عصاره بنه مورد بررسی واقع شد. دامنه متغیرهای مستقل براساس نتایج آزمایش‌های اولیه و نیز با در نظر گرفتن پژوهش‌های پیشین انتخاب شدند. همان‌طور که در **جدول (۱)** قابل مشاهده است روند آزمایش‌ها شامل ۱۳ تیمار با ۵ تکرار در نقطه مرکزی می‌باشد.

تهیه فیلم بیونانوکامپوزیتی نشاسته برنج-نانورس هالویزیت حاوی عصاره بنه

به بالون شیشه‌ای حاوی ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر که در حمام روغن سیلیکون قرار داشت، مقدار ۱/۷ گرم نرم‌کننده گلیسرول (برابر با حدود ۳۰ درصد وزنی مخلوط نشاسته و

گلیسرول) ضمن هم‌زدن اضافه شد و پس از انحلال کامل گلیسرول در آب، مقدار ۴ گرم نشاسته برنج به مرور به محتویات بالون اضافه شد و ضمن ادامه هم‌زدن، دمای آن تا ۸۵ درجه سانتی‌گراد بالا برده شد و به مدت ۳۰ دقیقه هم‌زدن در دمای مذکور به منظور ژلاتینه‌شدن کامل نشاسته ادامه یافت. در ادامه دمای محتوای بالون به ۵۰ درجه سانتی‌گراد رسید و سپس مقدار لازم از عصاره بنه (مطابق آزمایش مربوطه) ضمن هم‌زدن به آنها اضافه شد. برای تهیه پراکنش هالویزیت در آب، مقدار لازم از هالویزیت (مطابق آزمایش مربوطه) به بشر حاوی ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر افزوده شد و پس از هم‌زدن محتوای آن در دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه با استفاده از مگنت‌هیتر، به منظور توزیع بهتر و یکنواخت‌تر نانوذرات در آب، ظرف به مدت ۳۰ دقیقه در حمام فراصوت با دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد. محتوای بشر حاوی هالویزیت به ظرف حاوی نشاسته ژلاتینه‌شده و عصاره بنه اضافه شد و پس از هم‌زدن مخلوط به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد، به منظور اختلاط کامل تر و یکنواخت‌تر اجزای مخلوط و خارج شدن حباب‌های هوا، ظرف به مدت ۳۰ دقیقه در حمام فراصوت با دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد.

¹ Concentration of halloysite (CH)

² Concentration of bene extract (CBE)

مشخص سل توزین شد و نمودار تغییرات وزن با زمان ترسیم گردید. شیب نمودار را در حالت پایدار محاسبه (G) و WVP نمونه با استفاده از رابطه (۱) محاسبه شد.

رابطه (۱)

$$WVP = (G \times W)/(A \times \Delta P)$$

در رابطه (۱)، W: ضخامت فیلم پس از مشروط شدن آن و برابر با میانگین ضخامت اندازه‌گیری شده در ۵ نقطه از فیلم بود. آزمون در ۳ تکرار انجام و میانگین مقادیر به‌دست‌آمده به‌عنوان نفوذپذیری بخار آب فیلم گزارش شد.

ترکیبات فنولی کل فیلم‌ها و عصاره بنه

ترکیبات فنولی کل فیلم‌ها و عصاره بنه براساس روش فولین سیوکالچو اندازه‌گیری شد (Rodoni et al., 2014). ابتدا مقداری از فیلم در آون با دمای ۱۰۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت خشک شد. سپس مقدار ۲۵ میلی‌گرم از فیلم خشک‌شده با ۵ میلی‌لیتر آب مقطر مخلوط و ضمن هم‌زدن مخلوط در دمای محیط طی مدت زمان ۲۴ ساعت، ترکیبات فنولی آن استخراج شد. عصاره به‌دست‌آمده در ۳۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۱۰ دقیقه سانتریفیوژ (Orto alresa، مدل digisen 21 ساخت اسپانیا) شد و فاز آبی شفاف یا عصاره حاوی ترکیبات فنولی جداسازی شد. ۲۰۰ میکرولیتر از محلول ۱:۱ رقیق‌شده فولین سیوکالچو به ۱/۵ میلی‌لیتر از فاز آبی شفاف افزوده شد. پس از ۳ دقیقه، ۵۰ میکرولیتر از محلول حاوی ۲۰ درصد کربنات سدیم به آن افزوده و مخلوط به مدت ۲ ساعت در دمای اتاق جهت تکمیل واکنش استراحت داده شد. سپس جذب آن در ۷۶۰ نانومتر با استفاده از دستگاه طیف‌سنج مرئی-فرابنفش (DR 5000، HACH، ساخت انگلستان) خوانده شد. میزان ترکیبات فنولی موجود در نمونه از روی منحنی استاندارد تعیین شد. نتایج براساس میلی‌گرم اسید گالیک در ۱ گرم نمونه گزارش شد.

قدرت مهارکنندگی رادیکال آزاد DPPH

فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم‌ها برحسب قدرت مهارکنندگی رادیکال آزاد ۲،۲-دی‌فنیل-۱-پیکریل‌هیدرازیل (DPPH[•]) آنها مطابق روش Mohamadi و همکاران (۲۰۱۲) اندازه‌گیری شد. ۲ میلی‌گرم DPPH در ۵۰ میلی‌لیتر متانول حل شد، به‌گونه‌ای که جذب محلول بین ۰/۹ تا ۱ باشد. ۰/۱ میلی‌لیتر از عصاره بنه با ۳/۹ میلی‌لیتر از محلول DPPH مخلوط و پس از ۳۰ دقیقه ماندن در تاریکی، جذب آن در

مقدار لازم از مخلوط یکنواخت به‌دست‌آمده درون پتری‌دیش تفلونی ریخته شد و ظرف تفلونی ابتدا به مدت ۹۰ دقیقه در آون با دمای ۵۵ درجه سانتی‌گراد و سپس به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد نگهداری شد. فیلم تشکیل‌شده به آرامی از پتری‌دیش جدا شد و به‌منظور شرایطدهی، به درون دسیکاتور حاوی محلول اشباع نیترات منیزیم (رطوبت نسبی حدود ۵۳ درصد در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد) منتقل شد و دسیکاتور به مدت ۷۲ ساعت در محیط با دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت.

خواص کششی فیلم‌ها

خواص کششی فیلم‌ها با استفاده از دستگاه سنجش و اندازه‌گیری بافت (Stable Microsystem Texture Analyzer، مدل TA-XT Plus، ساخت انگلستان) و مطابق با استاندارد شماره ASTM D882-02 اندازه‌گیری شد (ASTM, 2002). از فیلم مشروط‌شده، نمونه به ابعاد ۱×۶ سانتی‌متر مربع جدا شد و خواص کششی آن در دمای محیط اندازه‌گیری و پس از رسم منحنی تنش-کرنش، مقادیر مقاومت کششی و افزایش طول تا نقطه پارگی آن تعیین و میانگین مقادیر کششی به‌دست‌آمده گزارش شد. از لودسل ۲۰۰ نیوتن برای دستگاه استفاده شد و فاصله دو فک ۴۰ میلی‌متر و سرعت حرکت فک بالایی در ۴۰ میلی‌متر بر دقیقه تنظیم شد. تمام آزمون‌ها با ۳ تکرار انجام شد.

نفوذپذیری بخار آب (WVP^۱)

نفوذپذیری بخار آب فیلم‌ها مطابق با استاندارد ASTM E96-95 اندازه‌گیری شد (ASTM, 1995). از فیلم مشروط‌شده، نمونه فیلم به شکل دیسک جدا و روی دهانه سل استوانه‌ای شیشه‌ای با قطر دهانه ۶/۲ سانتی‌متر و عمق ۲/۵ سانتی‌متر به‌گونه‌ای که سطح در معرض بخار آب آن (A) ۳۰ سانتی‌متر مربع بود، قرار داده شد و آب‌بندی گردید. سل حاوی ۷ گرم کلرید کلسیم خشک، موجب برقراری شرایط رطوبت نسبی صفر درصد درون آن شد. سپس سل درون دسیکاتور حاوی محلول اشباع کلرید سدیم (رطوبت نسبی ۷۵ درصد در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد) قرار گرفت و دسیکاتور در محیط با دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد نگهداری شد. بدین ترتیب اختلاف فشار جزئی بخار آب (ΔP) حدود ۱۷۵۳/۵ پاسکال بین داخل و خارج سل برقرار شد (Xie et al., 2011). طی مدت زمان ۱ هفته، در فواصل زمانی

² 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl

¹ Water vapor permeability

با روش توکی^۳ و در سطح احتمال ۵ درصد ($P < 0.05$) مقایسه شدند. برازش داده‌های افزایش طول تا نقطه پارگی، مقاومت کششی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی توسط مدل رگرسیونی چندجمله‌ای درجه دوم^۴، مدل برهم‌کنش دو فاکتوری^۵ و مدل خطی^۶ انجام شد.

نتایج و بحث

بررسی اثر متغیرهای مستقل بر پاسخ‌ها

مقادیر تعیین‌شده توسط روش سطح پاسخ برای متغیرهای مستقل شامل CH و CBE و نیز داده‌های آزمایشگاهی ۴ متغیر وابسته (پاسخ‌ها) شامل مقاومت کششی، افزایش طول تا نقطه پارگی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم بیونانو کامپوزیتی در **جدول (۱)** نشان داده شده است. به‌منظور انتخاب مدل رگرسیونی مناسب از میان مدل‌های ریاضی مختلف برای پیش‌بینی رفتار هر یک از متغیرهای وابسته در اثر تغییرات متغیرهای مستقل، برازش داده‌های آزمایشگاهی آنها توسط مدل‌ها، با نرم‌افزار دیزاین اکسپرت انجام شد. توانایی مدل ریاضی برای توصیف تغییرات پاسخ به‌عنوان تابعی از متغیرهای مستقل با آماره‌های معنی‌داری (p -value) مدل، ضریب تعیین^۷ (R^2)، ضریب تعیین تطبیق یافته^۸ ($R^2_{Adjusted}$)، ضریب تعیین پیش‌بینی شده^۹ ($R^2_{Predicted}$) و معنی‌داری عدم برازش^{۱۰} ارزیابی شد. ملاک انتخاب مدل مناسب، بیشتر بودن هر یک از ۴ آماره اخیر و نیز داشتن اختلاف کمتر میان دو آماره ضریب تعیین تطبیق یافته و ضریب تعیین پیش‌بینی شده بود. براین اساس، برای مقاومت کششی مدل برهم‌کنش دو فاکتوری، برای افزایش طول تا نقطه پارگی مدل درجه دوم و برای نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی مدل خطی انتخاب شد. مقادیر آماره‌ها در **جدول (۲)** بیانگر مناسب بودن مدل‌های رگرسیونی منتخب برای پیش‌بینی اثر متغیرهای مستقل بر متغیرهای وابسته بود. تجزیه واریانس مدل‌های منتخب برای متغیرهای وابسته در **جدول (۲)** و ضرایب رگرسیون ترم‌های مدل‌های انتخابی و معنی‌داری ضرایب برای متغیرهای وابسته در **جدول (۳)** نشان داده شده است.

طول موج ۵۱۷ نانومتر خوانده شد. متانول برای تنظیم صفر دستگاه و محلول DPPH-متانول به‌عنوان کنترل استفاده شد. قدرت مهارکنندگی رادیکال آزاد با استفاده از رابطه (۲) محاسبه گردید:

رابطه (۲)

$$RSA(\%) = \left(\frac{A_{Control} - A_{Sample}}{A_{Control}} \right) \times 100$$

در رابطه (۲)، $A_{Control}$: مقدار جذب کنترل و A_{Sample} : مقدار جذب عصاره نمونه می‌باشد.

بهینه‌یابی اثر غلظت نانورس هالووزیت و غلظت عصاره بنه

بر ویژگی‌های فیلم آنتی‌اکسیدانی

مقادیر بهینه برای متغیرهای مستقل CH و CBE با توجه به مقادیر مطلوب متغیرهای وابسته با استفاده از نرم‌افزار Design Expert نسخه ۱۳ تعیین شدند. بنابراین با توجه به اینکه هدف تهیه فیلم آنتی‌اکسیدانی با کاربرد عمومی برای بسته‌بندی مواد غذایی می‌باشد برای بهینه‌یابی، بیشترین مقدار برای مقاومت کششی، افزایش طول تا نقطه پارگی و فعالیت آنتی‌اکسیدانی و کمترین مقدار برای نفوذپذیری بخار آب فیلم در نظر گرفته شد. همچنین فیلم آنتی‌اکسیدانی با مقادیر بهینه غلظت نانورس هالووزیت و غلظت عصاره بنه تهیه شد و خواص کششی، فعالیت آنتی‌اکسیدانی و نفوذپذیری بخار آب آن اندازه‌گیری و تعیین گردید. انحراف نسبی^۱ داده‌های آزمایشگاهی و مقادیر پیش‌بینی شده توسط مدل‌ها برای متغیرهای وابسته با استفاده از رابطه (۳) محاسبه شد.

رابطه (۳)

$$RD = \left| \frac{(E - P)}{E} \right| \times 100$$

در رابطه (۳)، E: داده آزمایشگاهی و P: مقدار پیش‌بینی شده توسط مدل ریاضی برای متغیر وابسته می‌باشند.

تجزیه و تحلیل آماری

تحلیل آماری داده‌ها و آنالیز واریانس ($ANOVA^2$) با استفاده از نرم‌افزار Design Expert نسخه ۱۳ استفاده شد. میانگین‌ها

⁷ Coefficient of determination (R^2)

⁸ Adjusted coefficient of determination ($R^2_{Adjusted}$)

⁹ Predicted coefficient of determination ($R^2_{Predicted}$)

¹⁰ Lack of fit

¹ Relative deviation (RD)

² Analysis of variance (ANOVA)

³ Tukey method

⁴ Quadratic

⁵ Two-factor interaction (2FI)

⁶ Linear

جدول ۲- تجزیهٔ واریانس مدل‌های منتخب برای متغیرهای وابسته

Lack of fit	R ² Adjusted	R ² Predicted	R ²	p-value	مدل	متغیر وابسته
۰/۱۹۲۳	۰/۹۴۸۰	۰/۸۷۹۰	۰/۹۶۱۰	<۰/۰۰۰۱	برهم‌کنش دو فاکتوری	مقاومت کششی
۰/۱۲۵۳	۰/۹۲۳۷	۰/۷۵۰۶	۰/۹۵۵۵	۰/۰۰۰۱	درجهٔ دوم	افزایش طول تا نقطهٔ پارگی
۰/۳۹۴۳	۰/۹۰۵۴	۰/۸۶۱۲	۰/۹۲۱۱	<۰/۰۰۰۱	خطی	نفوذپذیری بخار آب
۰/۴۶۹۷	۰/۹۸۳۲	۰/۹۷۴۶	۰/۹۸۶۰	<۰/۰۰۰۱	خطی	فعالیت آنتی‌اکسیدانی

جدول ۳- ضرایب رگرسیون ترم‌های مدل‌های انتخابی و معنی‌داری ضرایب برای متغیرهای وابسته

ویژگی	مقاومت کششی	افزایش طول تا نقطهٔ پارگی	نفوذپذیری بخار آب	فعالیت آنتی‌اکسیدانی
نماد	ضریب رگرسیون	ضریب رگرسیون	ضریب رگرسیون	ضریب رگرسیون
ضرایب	p-value	p-value	p-value	p-value
β_0	۲/۲۴۹۵	۷۸/۵۴۵۸	۲/۱۰۳۹	۴/۶۸۰۵
β_1	۰/۵۱۶۶	-۱۲/۷۷۱۵	-۰/۰۵۴۰	-۰/۵۱۱۶
β_2	-۰/۰۱۶۲	۱/۵۲۹۱	۰/۰۲۴۶	۱/۴۳۶۳
β_{11}	-	۰/۷۵۹۳	-	-
β_{22}	-	۰/۰۱۲۲	-	-
β_{12}	-۰/۰۰۹۵	۰/۰۳۵۰	۰/۵۴۸۳	-

بررسی اثر غلظت نانورس هالوزیت و غلظت عصارهٔ بنه بر مقاومت کششی

بر اساس نتایج جدول (۳)، اثرات خطی CH و CBE و اثر خطی متقابل آنها بر مقاومت کششی فیلم‌ها در سطح احتمال ۵ درصد معنی‌دار بودند ($P < 0/05$). علاوه بر این، مقادیر ضریب رگرسیون اثر خطی CH (۰/۵۱۶۶) و CBE (-۰/۰۱۶۲) بر مقاومت کششی نشان می‌دهد که اثر فاکتور CH بر مقاومت کششی نسبت به اثر CBE بر آن بسیار شدیدتر بود. نمودار سطح پاسخ اثر ترکیبی CH و CBE بر مقاومت کششی در شکل (۱) نشان داده شده است. باتوجه به شکل (۱)، در هر مقدار CBE، با افزایش CH مقاومت کششی فیلم افزایش یافت و تأثیر افزایش CH بر مقاومت کششی، در مقادیر کمتر CBE مشهودتر بود. به‌عنوان نمونه، فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با ۱/۴۶ و ۴/۳۹ درصد وزنی نشاسته، دارای مقاومت کششی ۳/۰۲ مگاپاسکال و فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با ۸/۵۴ و ۴/۳۹ درصد وزنی نشاسته، دارای بیشترین مقدار مقاومت کششی و برابر با ۶/۶۸ مگاپاسکال بود. بالا بودن هم‌زمان مقاومت کششی و انعطاف‌پذیری فیلم بسته‌بندی مواد غذایی از اهمیت قابل توجهی برخوردار است، زیرا موجب حفظ مادهٔ غذایی و ممانعت از وارد شدن آسیب‌های مکانیکی به آن طی حمل‌ونقل و انبارداری می‌شود. نانورس هالوزیت از سفتی بسیار بالایی برخوردار بود، به‌طوری‌که دارای مدول الاستیک حدود ۱۴۰ گیگاپاسکال می‌باشد (Liu et al., 2014). همچنین در این

نانوفیلر برعکس سایر سیلیکات‌ها مانند کائولینیت و مونت موریلونیت، اکثریت گروه‌های هیدروکسیل در قسمت درونی لولهٔ هالوزیت واقع شده‌اند درحالی‌که گروه‌های سیلوکسان روی سطح خارجی آن قرار گرفته‌اند. این ویژگی منحصربه‌فرد باعث می‌شود که هالوزیت دارای انرژی سطحی کمی بود که این به‌نوبه خود از تجمع نانوفیلر در ماتریس پلیمری در مقایسه با سایر نانوفیلرها می‌کاهد و باعث پراکندگی مناسب آن در ماتریس می‌شود (Berahman et al., 2016). بنابراین انتقال تنش از ماتریس به نانورس در فرایند کشش فیلم با سهولت انجام شد و در نتیجه افزایش مقاومت کششی فیلم و همچنین کاهش انعطاف‌پذیری آن را به‌همراه داشت (Sadegh-Hassani & Mohammadi Nafchi, 2014; Xie et al., 2011). مطابق نتایج تحقیق‌های انجام‌شده، با افزایش محتوای نانورس هالوزیت (۰ تا ۹ درصد وزنی نشاسته) در نانوکامپوزیت بر پایهٔ نشاستهٔ استخراج‌شده از نوعی داروی چینی^۱ (با نرم‌کنندهٔ گلیسرول به میزان ۳۰ درصد وزنی نشاسته)، مقاومت کششی فیلم از ۳/۹ به ۹/۷ مگاپاسکال افزایش یافت (Xie et al., 2011). نتایج مشابهی در مورد اثر تقویت‌کنندگی هالوزیت و سایر نانوذرات بر فیلم نشاسته‌ای و نیز افزایش مقاومت کششی فیلم نانوکامپوزیتی بر پایهٔ نشاسته با افزایش محتوای نانوذرات آن گزارش شده است (He et al., 2012; Iamareerat et al., 2018; Ren et al., 2018; Sadegh-Hassani & Mohammadi Nafchi, 2014). بر اساس شکل (۱)، در هر مقدار CH، با افزایش CBE

¹ Dioscorea opposita thunb. starch

احتمال ۵ درصد معنی‌دار بودند ($P < 0.05$). علاوه بر این، مقادیر ضریب رگرسیون اثرات خطی CH ($-12/7715$) و CBE ($1/5291$) بر درصد افزایش طول تا نقطه پارگی نشان می‌دهد که اثر فاکتور CH بر درصد افزایش طول تا نقطه پارگی نسبت به اثر CBE بر آن بسیار شدیدتر بود.

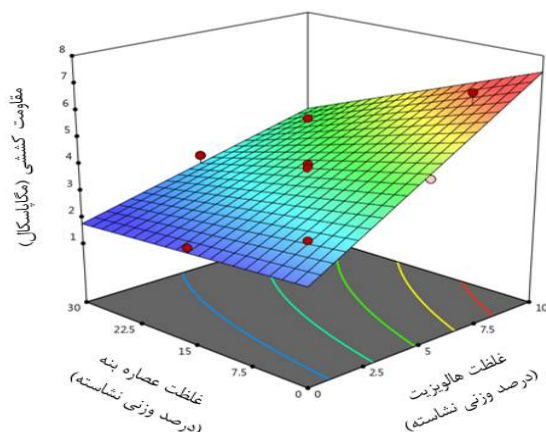
نمودار سطح پاسخ اثر ترکیبی CH و CBE بر افزایش طول تا نقطه پارگی در شکل (۲) نشان داده شده است. باتوجه به شکل (۲) در هر مقدار CBE، با افزایش CH افزایش طول تا نقطه پارگی فیلم کاهش یافت و به‌عنوان نمونه، فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با $1/46$ و $4/39$ درصد وزنی نشاسته، دارای افزایش طول تا نقطه پارگی $68/24$ درصد و فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با $8/54$ و $4/39$ درصد وزنی نشاسته، دارای افزایش طول تا نقطه پارگی $24/78$ درصد بود.

He و همکاران (۲۰۱۲) بیان نمودند با افزایش غلظت نانورس هالویزیت (۱ تا ۹ درصد وزنی نشاسته) در فرمولاسیون فیلم نشاسته سیب‌زمینی (با نرم‌کننده گلیسرول به میزان ۲۰ درصد وزنی نشاسته) افزایش طول تا نقطه پارگی فیلم از $29/5$ به ۶ درصد کاهش یافت (He et al., 2012). نتایج مشابهی در مورد کاهش انعطاف‌پذیری فیلم نانوکامپوزیتی بر پایه نشاسته با افزایش محتوای نانورس هالویزیت و یا سایر نانوذرات آن گزارش شده است (Iamareerat et al., 2018; Sadegh-Hassani & Mohammadi Nafchi, 2014; Xie et al., 2011).

براساس شکل (۲)، در هر مقدار CH، با افزایش CBE افزایش طول تا نقطه پارگی فیلم افزایش یافت. به‌عنوان نمونه، فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با $1/46$ و $4/39$ درصد وزنی نشاسته، دارای افزایش طول تا نقطه پارگی $68/24$ درصد و فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با $1/46$ و $25/61$ درصد وزنی نشاسته، دارای افزایش طول تا نقطه پارگی $115/21$ درصد بود.

نتایج تحقیق Kim و همکاران (۲۰۲۰) نشان داد با افزایش محتوای عصاره گجی‌بری^۳ (۰/۳ تا ۳۳ درصد وزنی نشاسته) در فرمولاسیون فیلم بر پایه نشاسته دانه سرد^۴ (با نرم‌کننده سوربیتول به میزان ۴۰ درصد وزنی نشاسته) افزایش طول تا نقطه پارگی فیلم از $7/39$ به $12/36$ درصد افزایش یافت. (Kim et al., 2020) افزایش انعطاف‌پذیری فیلم را به ضعیف‌شدن برهم‌کنش‌های بین‌مولکولی در

مقاومت کششی فیلم کاهش یافت. به‌عنوان نمونه، فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با ۵ و صفر درصد وزنی نشاسته، دارای مقاومت کششی $4/66$ مگاپاسکال و فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با ۵ و ۳۰ درصد وزنی نشاسته، دارای مقاومت کششی $3/24$ مگاپاسکال بود. عصاره بنه غنی از ترکیبات پلی‌فنولی و کمپلکس‌های پلی‌ساکاریدی می‌باشد که طبق نظر برخی از پژوهشگران ایجاد برهم‌کنش‌های بین‌مولکولی میان ترکیبات فوق و نشاسته، باعث ضعیف‌شدن برهم‌کنش‌های بین‌مولکولی نشاسته می‌شود و علاوه بر این ترکیبات یادشده اثر نرم‌کنندگی دارند و منجر به کاهش مقاومت کششی و نیز افزایش انعطاف‌پذیری فیلم نشاسته‌ای می‌شود (Ju et al., 2019; Kim et al., 2020). نتایج تحقیقی نشان داد که با افزایش محتوای عصاره برگ مورینگا^۱ (۰/۶ تا ۲۸ درصد وزنی نشاسته) در فرمولاسیون فیلم بر پایه نشاسته گندم خراسان^۲ (با نرم‌کننده سوربیتول به میزان ۴۰ درصد وزنی نشاسته) مقاومت کششی فیلم از $28/05$ به $13/1$ مگاپاسکال کاهش یافت (Ju et al., 2019). نتایج مشابهی در خصوص کاهش مقاومت کششی فیلم‌های نشاسته‌ای با افزایش محتوای عصاره‌های استخراج‌شده از منابع حاوی ترکیبات زیست‌فعال در فرمولاسیون آنها گزارش شده است (Estevez-Areco et al., 2019; Kim et al., 2020; Medina & Jaramillo et al., 2015).



شکل ۱- نمودار سطح پاسخ اثر ترکیبی CH و CBE بر مقاومت کششی

بررسی اثر غلظت نانورس هالویزیت و غلظت عصاره بنه بر افزایش طول تا نقطه پارگی

نتایج جدول (۳) نشان داد اثرات خطی CH و CBE و اثر درجه دوم CH بر افزایش طول تا نقطه پارگی فیلم‌ها در سطح

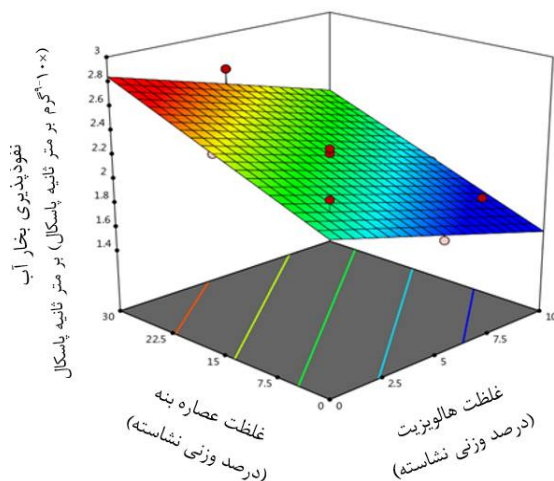
³ Goji berry extract

⁴ Sword bean starch

¹ Moringa leaf extract

² Khorasan wheat starch

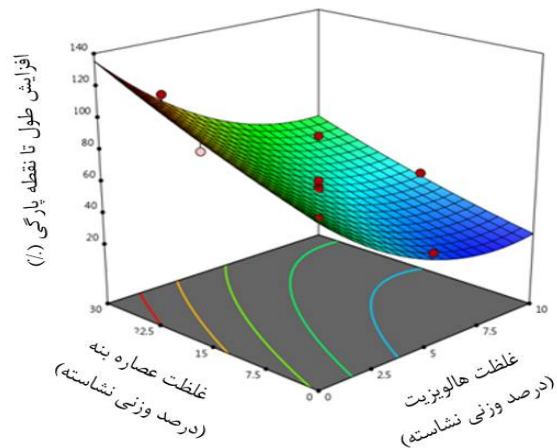
محیط اطراف بسته‌بندی مطلوب باشد، موضوع کاهش WVP ماده بسته‌بندی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. به‌طور کلی، عبور بخار آب از فیلم پلیمر آبدوست بستگی به ضریب انحلال‌پذیری و ضریب نفوذ مولکول‌های آب در ماتریس پلیمر دارد. افزودن نانوذرات به ماتریس نشاسته‌ای، از یک سو با افزایش پیوستگی بین زنجیرها و کاهش خلل و فرج، ضریب نفوذ مولکول‌های بخار آب را کاهش می‌دهد و مسیر پرپیچ‌وخمی را برای عبور مولکول‌های آب فراهم می‌کند و از طرفی سرعت نفوذ آن را نیز کندتر می‌سازد و در نتیجه WVP فیلم را کاهش می‌دهد. همچنین نانورس هالوزیت از مقاومت به رطوبت بیشتری نسبت به نشاسته ژلاتینه برخوردار بود و هنگامی که به ماتریس نشاسته‌ای افزوده می‌شود، با توجه به ریزبودن در ابعاد نانویی و نیز سازگاری با ماتریس نشاسته‌ای، به خوبی در ماتریس پراکنده می‌گردد و باعث پُرشدن خلل و فرج و فضاهای خالی در شبکه نشاسته ژلاتینه می‌شود و در نتیجه جذب و عبور بخار آب از فیلم نشاسته‌ای با کندی بیشتری صورت می‌گیرد که این امر می‌تواند موجب کاهش WVP فیلم نشاسته‌ای با افزایش غلظت نانورس هالوزیت در فرمولاسیون فیلم شود (Sadegh-
(Hassani & Mohammadi Nafchi, 2014).



شکل ۳- نمودار سطح پاسخ اثر ترکیبی CH و CBE بر نفوذپذیری بخار آب

Xie و همکاران (۲۰۱۱) نشان دادند با افزایش محتوای نانورس هالوزیت (۰ تا ۹ درصد وزنی نشاسته) در نانوکامپوزیت بر پایه نشاسته استخراج‌شده از نوعی داروی چینی، WVP فیلم نشاسته‌ای اندازه‌گیری‌شده در رطوبت نسبی ۷۵ درصد از $۸/۴۸ \times 10^{-10}$ به $۶/۶۱ \times 10^{-10}$ گرم بر متر

نشاسته در اثر ورود ترکیبات فعال در فرمولاسیون فیلم و نیز اثر نرم‌کنندگی عصاره دانه گجی به‌علت دارا بودن ترکیبات پلی‌فنولی نسبت دادند. نتایج مشابهی در مورد افزایش انعطاف‌پذیری فیلم‌های نشاسته‌ای با افزایش غلظت عصاره‌های استخراج‌شده از منابع حاوی ترکیبات زیست‌فعال در فرمولاسیون آنها گزارش شده است (Estevez-Areco et al., 2019; Ju et al., 2019; Medina Jaramillo et al., 2015).



شکل ۲- نمودار سطح پاسخ اثر ترکیبی CH و CBE بر افزایش طول تا نقطه پارگی

بررسی اثر غلظت نانورس هالوزیت و غلظت عصاره بانه بر نفوذپذیری بخار آب

مطابق نتایج جدول (۳)، اثرات خطی CH و CBE بر نفوذپذیری بخار آب فیلم‌ها در سطح احتمال ۵ درصد معنی‌دار بودند ($P < 0.05$). علاوه بر این، مقادیر ضریب رگرسیون اثرات خطی CH (-0.0540) و CBE (0.0246) بر WVP نشان می‌دهد که اثر فاکتور CH بر WVP نسبت به اثر CBE بر آن بیشتر بود. نتایج حاصل از سطح پاسخ اثر ترکیبی CH و CBE بر WVP در شکل (۳) نشان داده شده است. همان‌طور که شکل (۳) مشاهده می‌شود در هر مقدار CBE، با افزایش CH نفوذپذیری بخار آب فیلم کاهش یافت و به‌عنوان نمونه، فیلم با CH و CBE به‌ترتیب برابر با صفر و ۱۵ درصد وزنی نشاسته، دارای WVP برابر با $۲/۴۷ \times 10^{-9}$ گرم بر متر ثانیه پاسکال و فیلم با CH و CBE به‌ترتیب برابر با ۱۰ و ۱۵ درصد وزنی نشاسته، دارای WVP برابر با $۱/۹۰ \times 10^{-9}$ گرم بر متر ثانیه پاسکال بود. هر زمان برای بسته‌بندی ماده غذایی ممانعت حداکثری در برابر نفوذ رطوبت به‌منظور کاهش تبادل رطوبت میان ماده غذایی و

نشاسته‌ای با افزایش غلظت عصاره‌های استخراج‌شده از منابع حاوی ترکیبات زیست‌فعال در فرمولاسیون آنها گزارش شده است (Kim *et al.*, 2020; Kumar *et al.*, 2021; Piñeros-*et al.*, 2021; Hernandez *et al.*, 2017; Tanwar *et al.*, 2021).

بررسی تأثیر غلظت نانورس هالوبیزیت و غلظت عصارهٔ بنه بر فعالیت آنتی‌اکسیدانی

همان‌طور که از نتایج جدول (۳) قابل مشاهده است اثرات خطی CH و CBE بر فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم‌ها در سطح احتمال ۵ درصد معنی‌دار بودند ($P < 0.05$). علاوه بر این، مقادیر ضریب رگرسیون اثرات خطی CH (۰/۵۱۱۶-) و CBE (۱/۴۳۶۳) بر RSA نشان می‌دهد که اثر فاکتور CBE بر RSA به‌طور قابل توجهی بیشتر از اثر CH بر آن بود.

نتایج اثر ترکیبی CH و CBE بر RSA در شکل (۴) نشان داده شده است. با توجه به شکل (۴) در هر مقدار CBE، با افزایش CH مقداری کاهش در RSA مشاهده شد و به‌عنوان نمونه، فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با ۱/۴۶ و ۲۵/۶۱ درصد وزنی نشاسته، دارای RSA برابر با ۴۰/۵۱ درصد و فیلم پژوهش Beigzadeh Ghelejlou و همکاران (۲۰۱۶)، کاهش در RSA را با افزایش CH می‌توان به برهم‌کنش هالوبیزیت با برخی ترکیبات فنولی عصارهٔ بنه و یا به‌دام‌افتادن و تشبیت برخی ترکیبات یادشده در نانولولهٔ هالوبیزیت نسبت داد.

نتایج تحقیق‌های پیشین نشان داده است در نانوکامپوزیت بر پایهٔ کیتوزان و حاوی عصارهٔ خارخسک شیری^۱ با افزایش محتوای نانورس سدیم مونت موریلونیت (۱ تا ۵ درصد وزنی کیتوزان) RSA فیلم کاهش یافت به طوری که فیلم حاوی ۱ درصد وزنی نانورس دارای RSA برابر با ۳۲/۸۰ درصد و فیلم حاوی ۵ درصد وزنی نانورس دارای RSA برابر با ۲۷/۶۰ درصد بود (Beigzadeh *et al.*, 2016).

ثانیه پاسکال و در رطوبت نسبی ۱۰۰ درصد از $10^{-10} \times 14/54$ گرم بر متر ثانیه پاسکال کاهش یافت (Xie *et al.*, 2011). سایر محققین نتایج مشابهی را در خصوص کاهش WVP فیلم‌های نشاسته‌ای با افزایش غلظت هالوبیزیت یا سایر نانوذرات در فرمولاسیون آنها گزارش کرده‌اند (Chang *et al.*, 2010; Iamareerat *et al.*, 2018; Noushirvani *et al.*, 2011; Sadegh-Hassani & Mohammadi Nafchi, 2014).

بر اساس شکل (۳)، در هر مقدار CH، با افزایش CBE نفوذپذیری بخار آب فیلم افزایش یافت. به‌عنوان نمونه، فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با ۵ و صفر درصد وزنی نشاسته، دارای WVP برابر با $10^{-9} \times 1/79$ گرم بر متر ثانیه پاسکال و فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با ۵ و ۳۰ درصد وزنی نشاسته، دارای WVP برابر با $10^{-9} \times 2/70$ گرم بر متر ثانیه پاسکال بود. Pelissari و همکاران (۲۰۰۹) بیان کردند نسبت میان گروه‌های آب‌دوست به گروه‌های آب‌گریز در ترکیبات تشکیل‌دهندهٔ فیلم بسته‌بندی نقش بسزایی در میزان WVP فیلم دارد. افزودن عصارهٔ بنه با درصد بالایی از ترکیبات پلی‌فنولی و کمپلکس‌های پلی‌ساکارییدی آب‌دوست به فرمولاسیون فیلم نشاسته‌ای باعث افزایش میزان گروه‌های هیدروکسیل آزاد آن شده است و این امر می‌تواند به جذب بیشتر بخار آب توسط فیلم انجام شود و باعث افزایش WVP آن گردد. همچنین عصارهٔ بنه به‌علت داشتن ترکیبات مختلفی که همچون نرم‌کننده عمل می‌کنند برهم‌کنش‌های بین‌مولکولی را در نشاسته کاهش داد و باعث تغییر ساختار نشاسته و نفوذ بیشتر مولکول‌های آب از درون فیلم نشاسته‌ای و در نتیجه موجب افزایش WVP آن گردید. نتایج پژوهش Ju و همکاران (۲۰۱۹) نشان داد با افزایش محتوای عصارهٔ برگ مورینگا (۰ تا ۲۸/۶ درصد وزنی نشاسته) در فرمولاسیون فیلم نشاستهٔ گندم خراسان، WVP فیلم از $10^{-9} \times 2/82$ به $10^{-9} \times 3/53$ گرم بر متر ثانیه پاسکال افزایش یافت. نتایج مشابهی در مورد افزایش WVP فیلم‌های

جدول ۴- داده‌های آزمایشگاهی و مقادیر بهینهٔ پیش‌بینی‌شده برای متغیرهای وابسته و انحراف نسبی آنها

متغیر وابسته	TS (مگا پاسکال)	EB (درصد)	WVP (10^{-9} گرم بر متر ثانیه پاسکال)	RSA (درصد)
پیش‌بینی‌شده	۴/۳۹ ^a	۵۶/۲۱ ^a	۲/۲۲ ^a	۳۳/۹۵ ^a
آزمایشگاهی	۴/۳۰ ± ۰/۱۸ ^a	۵۹/۹۴ ± ۴/۳۱ ^a	۲/۱۳ ± ۰/۱۷ ^a	۳۴/۹۶ ± ۳/۲۴ ^a
انحراف نسبی (درصد)	۲/۱۰	۶/۲۰	۴/۲۰	۲/۹۰

داده‌ها با سه تکرار به‌صورت میانگین ± انحراف معیار بیان شده است. حروف متفاوت در هر ستون نشان‌دهندهٔ اختلاف معنی‌داری نیا داده‌ها می‌باشد ($P < 0.05$).

¹ Milk thistle extract

فرمولاسیون آنها گزارش شده است (Beigzadeh Ghelejlou et al., 2016; Ju et al., 2019; Kumar et al., 2021; Tanwar et al., 2021).

آنالیز بهینه‌یابی و اعتبارسنجی مدل‌های ریاضی

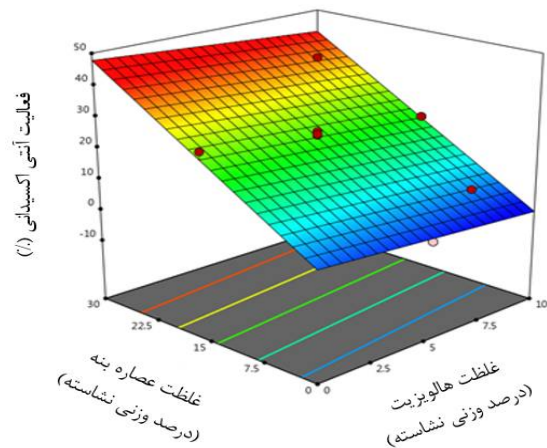
مقادیر بهینه پیش‌بینی‌شده برای متغیرهای مستقل شامل CH و CBE به ترتیب ۸/۵۴ و ۲۳/۴۲ درصد وزنی و برای متغیرهای وابسته در جدول (۴) نشان داده شده است. به منظور اعتبارسنجی مدل‌های ریاضی، فیلم آنتی‌اکسیدانی با مقادیر CH و CBE به ترتیب برابر با ۸/۵۴ و ۲۳/۴۲ درصد وزنی تهیه شد و مقاومت کششی، افزایش طول تا نقطه پارگی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی آن با ۳ تکرار تعیین شدند و انحراف نسبی داده‌های آزمایشگاهی و مقادیر پیش‌بینی‌شده متغیرهای وابسته با استفاده از رابطه (۳) محاسبه شد. مقادیر داده‌های آزمایشگاهی و پیش‌بینی‌شده متغیرهای وابسته و انحراف نسبی آنها در جدول (۴) آورده شده است. باتوجه به نتایج جدول (۴) عدم وجود اختلاف معنی‌دار میان داده‌های آزمایشگاهی و مقادیر پیش‌بینی‌شده برای متغیرهای وابسته، مؤید مناسب بودن مدل‌های ریاضی و نیز قابل قبول بودن نتایج بهینه‌یابی می‌باشد.

نتیجه‌گیری

در مطالعه حاضر، عصاره بنه از کل میوه بنه استخراج شد و سپس فیلم آنتی‌اکسیدانی نشاسته برنج-نانورس هالوزیت حاوی غلظت‌های مختلف عصاره بنه و نانورس هالوزیت تهیه شد. مطابق نتایج به دست آمده، در دامنه غلظت‌های هالوزیت و عصاره بنه مورد مطالعه، اثر دو متغیر یادشده بر خواص اندازه‌گیری‌شده فیلم‌ها عکس یکدیگر بود به طوری که نتایج به دست آمده نشان داد با افزایش غلظت هالوزیت، مقاومت کششی افزایش و درصد افزایش طول تا نقطه پارگی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم کاهش یافت. همچنین افزایش غلظت عصاره بنه موجب افزایش درصد افزایش طول تا نقطه پارگی، نفوذپذیری بخار آب و فعالیت آنتی‌اکسیدانی و کاهش مقاومت کششی فیلم شد. باتوجه به خواص فیزیکومکانیکی و فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم تهیه‌شده با شرایط بهینه، به نظر می‌رسد فیلم مزبور برای بسته‌بندی مواد غذایی که مستعد فساد اکسیداسیونی هستند، مناسب باشد.

تشکر و قدردانی

نویسندگان مراتب تشکر و قدردانی خود را از مؤسسه پژوهشی علوم و صنایع غذایی برای حمایت مالی از پروژه تحقیقاتی ابراز



شکل ۴- نمودار سطح پاسخ اثر ترکیبی CH و CBE بر فعالیت آنتی‌اکسیدانی

همچنین براساس شکل (۴)، در هر مقدار CH، با افزایش CBE فعالیت آنتی‌اکسیدانی فیلم افزایش یافت. به عنوان نمونه، فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با ۱/۴۶ و ۴/۳۹ درصد وزنی نشاسته، دارای RSA برابر با ۸/۷۲ درصد و فیلم با CH و CBE به ترتیب برابر با ۱/۴۶ و ۲۵/۶۱ درصد وزنی نشاسته، دارای RSA برابر با ۴۰/۵۱ درصد بود. همان‌طور که نتایج جدول (۱) نشان داده است فیلم‌های با محتوای عصاره بنه بیشتر دارای میزان ترکیبات فنولی کل بیشتر نیز می‌باشند، باتوجه به اینکه ترکیبات یادشده دارای فعالیت آنتی‌اکسیدانی می‌باشند بنابراین افزایش غلظت عصاره بنه در فیلم با افزایش RSA آن همراه بود (قابل ذکر است که ترکیبات فنولی کل و فعالیت آنتی‌اکسیدانی برای عصاره بنه به ترتیب برابر با، ۵۱/۴۵ میلی گرم اسید گالیک/۱ گرم نمونه و ۸۳/۶۵ درصد بودند). در تحقیق‌های پیشین پوسته و هسته گونه‌ها و زیرگونه‌های مختلف بنه، انواع ترکیبات فنولی مانند لوتئولین، کوئرستین، اسید گالیک، اسید سیناپیک، اسید وانیلیک، پراهایدروکسی بنزوئیک اسید، اسید کلروژنیک، اسید کافئیک و اپی کاتچین شناسایی شده‌اند (Delfanian et al., 2018; Hatamnia et al., 2016; Rezaie et al., 2016). با افزایش محتوای عصاره گجی‌بری (۰ تا ۳۳/۳ درصد وزنی نشاسته) در فرمولاسیون فیلم نشاسته دانه سرد، RSA فیلم افزایش یافت به طوری که فیلم با ۱۶/۷ درصد وزنی عصاره دارای RSA برابر با ۲۸/۶۶ درصد و فیلم با ۳۳/۳ درصد وزنی عصاره دارای RSA برابر با ۴۸/۵۸ درصد بود (Kim et al., 2020). نتایج مشابهی در مورد افزایش فعالیت آنتی‌اکسیدانی برحسب قدرت مهارکنندگی رادیکال آزاد DPPH فیلم‌های نشاسته‌ای و یا فیلم‌های بر پایه سایر هیدروکلوئیدها با افزایش غلظت عصاره‌های استخراج‌شده از منابع حاوی ترکیبات زیست‌فعال در

می‌دارند.

مصطفی شهیدی نوقابی: آنالیز داده‌ها، نظارت بر مطالعه، تأیید نسخه نهایی.

مشارکت نویسندگان

محمد رضا عبدالمهی مقدم: جمع‌آوری داده، نوشتن پیش‌نویس مقاله، تجزیه و تحلیل و تفسیر داده‌ها، آنالیز داده‌ها؛

تعارض منافع

بنابر اظهار نویسندگان، هیچ‌گونه تعارض منافی وجود ندارد.

منابع

- Ahmad, Z., Hermain, H. Y., & Abdul Razak, N. H. (2015). Mechanical and Physical Properties of Sago Starch/Halloysite Nanocomposite Film. *Advanced Materials Research*, 1115, 394-397. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1115.394>
- Ali, A., Yu, L., Liu, H., Khalid, S., Meng, L., & Chen, L. (2017). Preparation and characterization of starch-based composite films reinforced by corn and wheat hulls. *Journal of Applied Polymer Science*, 134(32), 45159.
- Arboleda, G. A., Montilla, C. E., Villada, H. S & Varona, G. A. (2015). Obtaining a Flexible Film Elaborated from Cassava Thermoplastic Starch and Polylactic Acid. *International Journal of Polymer Science*, 2015, 627268. <https://doi.org/10.1155/2015/627268>
- ASTM. (1995). Standard test methods for water vapor transmission of material (ASTM E96-95). In: Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials.
- ASTM. (2002). Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting (ASTM D882-02). In: American Society for Testing and Materials.
- Beigzadeh Ghelejlu, S., Esmaili, M., & Almasi, H. (2016). Characterization of chitosan-nanoclay bionanocomposite active films containing milk thistle extract. *Int J Biol Macromol*, 86, 613-621. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.02.012>
- Berahman, R., Raiati, M., Mehrabi Mazidi, M., & Paran, S. M. R. (2016). Preparation and characterization of vulcanized silicone rubber/halloysite nanotube nanocomposites: Effect of matrix hardness and HNT content. *Materials & Design*, 104, 333-345. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.04.099>
- Chang, P. R., Jian, R., Yu, J., & Ma, X. (2010). Fabrication and characterisation of chitosan nanoparticles/plasticised-starch composites. *Food Chemistry*, 120(3), 736-740. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.11.002>
- Chung, K.-T., Wong, T. Y., Wei, C.-I., Huang, Y.-W., & Lin, Y. (1998). Tannins and Human Health: A Review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 38(6), 421-464. <https://doi.org/10.1080/10408699891274273>
- Delfanian, M., Khodaparast, M. H. H., Razavi, M. A., & Kenari, R. E. (2018). Influence of ultrasound-assisted extraction on bioavailability of Bene hull (Pistacia atlantica subsp. Mutica) extract: testing optimal conditions and antioxidant activity. *Iranian Food Science & Technology Research Journal*, 14(3), 17-28.
- Estevez-Areco, S., Guz, L., Famá, L., Candal, R., & Goyanes, S. (2019). Bioactive starch nanocomposite films with antioxidant activity and enhanced mechanical properties obtained by extrusion followed by thermo-compression. *Food Hydrocolloids*, 96, 518-528. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.05.054>
- Fazeli, M., Keley, M., & Biazar, E. (2018). Preparation and characterization of starch-based composite films reinforced by cellulose nanofibers. *International Journal of Biological Macromolecules*, 116, 272-280. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.04.186>
- Gourine, N., Yousfi, M., Bombarda, I., Nadjemi, B., Stocker, P., & Gaydou, E. M. (2010). Antioxidant activities and chemical composition of essential oil of Pistacia atlantica from Algeria. *Industrial Crops and Products*, 31(2), 203-208. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2009.10.003>
- Hatamnia, A. A., Rostamzad, A., Hosseini, M., Abbaspour, N., Darvishzadeh, R., Malekzadeh, P., & Aminzadeh, B. M. (2016). Antioxidant capacity and phenolic composition of leaves from 10 Bene (Pistacia atlantica subsp. kurdica) genotypes. *Natural Product Research*, 30(5), 600-604. <https://doi.org/10.1080/14786419.2015.1028060>
- He, Y., Kong, W., Wang, W., Liu, T., Liu, Y., Gong, Q., & Gao, J. (2012). Modified natural halloysite/potato starch composite films. *Carbohydrate Polymers*, 87(4), 2706-2711. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.11.057>
- Iamareerat, B., Singh, M., Sadiq, M. B., & Anal, A. K. (2018). Reinforced cassava starch based edible film incorporated with essential oil and sodium bentonite nanoclay as food packaging material. *Journal of food science and technology*, 55, 1953-1959
- Jovanovic, S. V., Steenken, S., Tosic, M., Marjanovic, B., & Simic, M. G. (1994). Flavonoids as antioxidants. *Journal of the American Chemical Society*, 116(11), 4846-4851.
- Ju, A., Baek, S. K., Kim, S., & Song, K. B. (2019). Development of an antioxidative packaging film based on khorasan wheat starch containing moringa leaf extract. 28(4), 1057-1063. <https://doi.org/10.1007/s10068-018-00546-9>
- Kim, S., Kang, J.-H., & Song, K. B. (2020). Development of a Sword Bean (Canavalia gladiata) Starch Film Containing Goji Berry Extract. *Food and Bioprocess Technology*, 13(5), 911-921. <https://doi.org/10.1007/s11947-020-02447-4>

- Kulisic, T., Radonic, A., Katalinic, V., & Milos, M. (2004). Use of different methods for testing antioxidative activity of oregano essential oil. *Food Chemistry*, 85(4), 633-640. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.07.024>
- Kumar, P., Tanwar, R., Gupta, V., Upadhyay, A., Kumar, A., & Gaikwad, K. K. (2021). Pineapple peel extract incorporated poly(vinyl alcohol)-corn starch film for active food packaging: Preparation, characterization and antioxidant activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, 187, 223-231. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.07.136>
- Liu, M., Jia, Z., Jia, D., & Zhou, C. (2014). Recent advance in research on halloysite nanotubes-polymer nanocomposite. *Progress in Polymer Science*, 39(8), 1498-1525. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2014.04.004>
- Lu, D., Xiao, C., & Xu, S. J. (2009). Starch-based completely biodegradable polymer materials. *Express Polymer Letters*, 3, 366-375.
- Malekzadeh, P., Hatamnia, A. A. H., & Nourollahi, K. (2015). Total phenolic content and antioxidant activity of fruit and leaf of Bene (*Pistacia atlantica* subsp. *Kurdica*) in Ilam province. *Iranian Journal of Plant Physiology*, 6(1), 1543-1549. <https://doi.org/10.30495/ijpp.2015.539646>
- Medina Jaramillo, C., González Seligra, P., Goyanes, S., Bernal, C., & Famá, L. (2015). Biofilms based on cassava starch containing extract of yerba mate as antioxidant and plasticizer. *Starch - Stärke*, 67(9-10), 780-789. <https://doi.org/10.1002/star.201500033>
- Mohamadi, M., Maskooki, A., & Mortazavi, S. (2012). Evaluation of antioxidant properties of barberry fruits extracts using maceration and subcritical water extraction (SWE). *International Journal of Nutrition and Food Engineering*, 6(9), 699-703.
- Noushivani, N., Ghanbarzadeh, B., & Entezami, A. A. (2011). Comparison of tensile, permeability and color properties of starch-based bionanocomposites containing two types of fillers: sodium montmorillonite and cellulose nanocrystal. *Science and Technology*, 24(5), 391-402. <https://doi.org/10.22063/jipst.2013.602> (in Persian)
- Pazhouhanmehr, S., Farhoosh, R., Esmaeilzadeh Kenari, R., & Sharif, A. (2015). Oxidative stability of purified common Kilka (*Clupeonella cultiventris caspia*) oil as a function of the bene kernel and hull oils. *International Journal of Food Science & Technology*, 50(2), 396-403 <https://doi.org/10.1111/ijfs.12609>
- Pelissari, F. M., Grossmann, M. V. E., Yamashita, F., & Pineda, E. A. G. (2009). Antimicrobial, Mechanical, and Barrier Properties of Cassava Starch-Chitosan Films Incorporated with Oregano Essential Oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(16), 7499-7504. <https://doi.org/10.1021/jf9002363>
- Piñeros-Hernandez, D., Medina-Jaramillo, C., López-Córdoba, A., & Goyanes, S. (2017). Edible cassava starch films carrying rosemary antioxidant extracts for potential use as active food packaging. *Food Hydrocolloids*, 63, 488-495. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.09.034>
- Ren, J., Dang, K. M., Pollet, E., & Avérous, L. (2018). Preparation and Characterization of Thermoplastic Potato Starch/Halloysite Nano-Biocomposites: Effect of Plasticizer Nature and Nanoclay Content. *Polymers*, 10(8)
- Rezaie, M., Farhoosh, R., Pham, N., Quinn, R. J., & Iranshahi, M. (2016). Dereplication of antioxidant compounds in Bene (*Pistacia atlantica* subsp. *mutica*) hull using a multiplex approach of HPLC-DAD, LC-MS and 1H NMR techniques. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 117, 352-362. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2015.09.005>
- Rodoni, L. M., Feuring, V., Zaro, M. J., Sozzi, G. O., Vicente, A. R., & Arena, M. E. (2014). Ethylene responses and quality of antioxidant-rich stored barberry fruit (*Berberis microphylla*). *Scientia Horticulturae*, 179, 233-238. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2014.09.023>
- Sadegh-Hassani, F., & Mohammadi Nafchi, A. (2014). Preparation and characterization of bionanocomposite films based on potato starch/halloysite nanoclay. *International Journal of Biological Macromolecules*, 67, 458-462. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.04.009>
- Schmitt, H., Prashantha, K., Soulestin, J., Lacrampe, M. F., & Krawczak, P. (2012). Preparation and properties of novel melt-blended halloysite nanotubes/wheat starch nanocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 89(3), 920-927. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.04.037>
- Stepito, R. F. T. (2003). The Processing of Starch as a Thermoplastic. *Macromolecular Symposia*, 201, 203-212. <https://doi.org/10.1002/masy.200351123>
- Tanwar, R., Gupta, V., Kumar, P., Kumar, A., Singh, S., & Gaikwad, K. K. (2021). Development and characterization of PVA-starch incorporated with coconut shell extract and sepiolite clay as an antioxidant film for active food packaging applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 185, 451-461. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.06.179>
- Teixeira, E. d. M., Pasquini, D., Curvelo, A. A. S., Corradini, E., Belgacem, M. N., & Dufresne, A. (2009). Cassava bagasse cellulose nanofibrils reinforced thermoplastic cassava starch. *Carbohydrate Polymers*, 78(3), 422-431. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.04.034>
- Xie, Y., Chang, P. R., Wang, S., Yu, J., & Ma, X. (2011). Preparation and properties of halloysite nanotubes/plasticized *Dioscorea opposita* Thunb. starch composites. *Carbohydrate Polymers*, 83(1), 186-191. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.07.039>
- Yu, L., Dean, K., & Li, L. (2006). Polymer blends and composites from renewable resources. *Progress in Polymer Science*, 31(6), 576-602. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2006.03.002>

Optimization of the Effect of Halloysite Nanoclay and Bene Extract Concentration on Properties of Rice Starch- Halloysite Nanoclay Nanocomposite Antioxidant Film by Response Surface Methodology

Mohammad Reza Abdollahi Moghaddam^{1*}, Mostafa Shahidi Noghabi¹

1- Department of Food Chemistry, Research Institute of Food Science & Technology, Mashhad, Iran

* Corresponding author (m.abdollahi@rifst.ac.ir)

Abstract

In this research the nanocomposite antioxidant film of rice starch-halloysite nanoclay incorporated with Bene extract prepared and its physicomechanical and antioxidant properties were evaluated. For this purpose, the experiments were done according to central composite design based response surface methodology to assess the effects of halloysite concentration in the range of 0-10% w/w starch and Bene extract concentration in the range of 0-30% w/w starch on dependent variables containing tensile strength, elongation at break, water vapour permeability and antioxidant activity for bionanocomposite film. The obtained results revealed that in the studied range of halloysite concentration and Bene extract concentration, their linear effects on the dependent variables were significant ($P < 0.05$) and tensile strength increased and elongation at break, water vapour permeability and antioxidant activity decreased with increasing halloysite concentration. Also increasing Bene extract concentration caused increasing in elongation at break, water vapour permeability and antioxidant activity and decreasing in tensile strength of the film. According to the results obtained from optimization of the effects of halloysite and Bene extract concentration on properties of antioxidant film, the optimal values for halloysite and Bene extract concentration were 8.54 and 23.42 wt% respectively and for tensile strength, elongation at break, water vapour permeability and antioxidant activity were 4.39Mpa, 56.21%, 2.22×10^9 g/msPa and 33.95% respectively.

Keywords: Antioxidant film, Herbal extract, Nanobiocomposite

