

بهینه‌سازی فرایند الکتروریسی نانوحامل ترکیبی بر پایه پروتئین ماش (*Vigna radiata* L.) / پلی وینیل الکل

رسول اسدزاده^۱، غلامرضا عسکری^۲، زهرا امام جمعه^{۱،۲*}، محمد اکرامی^۲

۱ گروه علوم و صنایع غذایی، پردیس بین‌المللی ارس، دانشگاه تهران، تهران، ایران.

۲ گروه علوم و مهندسی صنایع غذایی، دانشکده مهندسی و فناوری کشاورزی، پردیس کشاورزی و منابع طبیعی، دانشگاه تهران، کرج، ایران.

تاریخ ارسال: ۱۴۰۳/۰۲/۲۳ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۰۵/۳۱

چکیده

در این تحقیق، از دستگاه الکتروریسی برای تولید نانوحامل ترکیبی بر پایه پروتئین ماش (V_{Pr})^۱ و کمک پلیمر پلی وینیل الکل (PVA)^۲ استفاده شد. برای مدل‌سازی و بهینه‌سازی فرایند از روش سطح پاسخ (RSM)^۳ بر طبق متغیرهای ورودی شامل نسبت کمک پلیمر PVA (۳۵ - ۶۵ درصد وزنی)، سرعت پمپ (۱/۵ - ۰/۵ میلی‌لیتر بر ساعت)، فاصله بین نوک سوزن تا جمع کننده (۲۰ - ۱۰ سانتی‌متر) و ولتاژ اعمال شده (۲۵ - ۱۲/۵ کیلوولت) استفاده گردید. طرح مرکب مرکزی (CCD)^۴ برای اجرا و تجزیه و تحلیل مدل استفاده شد و آنالیز ریخت‌شناسی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۵ نتایج بهینه‌سازی الکتروریسی را تأیید کرد. نتایج خواص محلول نانوحامل V_{Pr} -PVA از جمله ویسکوزیته (۲۰/۹۹ سانتی پواز)، هدایت الکتریکی (۲۵۴/۱۸ میکروزیمنس بر سانتی‌متر) و کشش سطحی (۳۸/۱۴ میلی نیوتن بر متر) تعیین گردید. بر این اساس، شرایط بهینه برای ساخت نانوحامل عملکردی V_{Pr} -PVA با قطر پیش‌بینی شده - صحت سنجی شده ۳۳۲/۹ - ۳۴۵/۷ نانومتر شامل غلظت ۵۲/۵ درصد وزنی نسبت کمک پلیمر PVA، ۱ میلی‌لیتر بر ساعت سرعت پمپ، فاصله ۱۳/۵ سانتی‌متری بین نوک سوزن تا جمع کننده و ۲۰ کیلوولت ولتاژ اعمالی ارزیابی شد. تجزیه و تحلیل SEM تأیید کرد که نانوحامل‌های V_{Pr} -PVA در نقطه بهینه بدون مهره، دارای سطوح همگن، صاف و با توزیع نرمال هستند. بر طبق نتایج این تحقیق، پروتئین ماش پتانسیل تولید نانوفیبرهای یکنواخت و متخلخل و استفاده به عنوان نانو حامل ترکیبات زیست فعال را از خود نشان داد.

واژه‌های کلیدی: الکتروریسی، پروتئین ماش، نانوحامل، روش سطح پاسخ، بهینه‌سازی

مقدمه

همپوشانی افزایش می‌یابد زیرا مولکول‌ها بیشتر به جای ساختار داخلی (ذرات اصلی) روی سطح قرار می‌گیرند. این امر این قابلیت را به آن‌ها می‌دهد که برای هدف‌های مختلف استفاده شوند (Pires et al., 2023). با توجه به اینکه نانوساختارهای آب‌دوست خواص مکانیکی و نفوذپذیری ضعیفی دارند و به آسانی در آب حل می‌شوند، فرایند بهبود

برابر نتایج تحقیقات جدید می‌توان با استفاده از روش‌های مختلف مانند روش‌های الکترویهیدرودینامیکی (الکتروریسی و الکترواسپری)، نانوساختارهای حامل را به‌منظور استفاده در مواد غذایی، دارورسانی، فیلتراسیون، مهندسی بافت و حسگرهای هوشمند تولید کرد (Ekrami, et al., 2022a; Farahmand, et al., 2023). با ایجاد نانوساختارها برای ریزپوشانی ترکیبات مختلف، سطح

¹ *Vigna radiata* L. protein (V_{Pr})

² Poly(vinyl alcohol) (PVA)

⁴ Central Composite Design (CCD)

⁵ Scanning Electron Microscope (SEM)

به پلیمر مورد استفاده و ترکیبات زیست فعال ریزپوشانی شده دارد. تاکنون طیف گسترده‌ای از ترکیبات پلیمری به-منظور الکتروروسی استفاده شده‌اند. از بین این ترکیبات، بیوپلیمرها به دلیل زیست سازگاری، تخریب پذیری و قابلیت خوراکی توجه ویژه‌ای به خود معطوف داشته‌اند (Ramos et al., 2020). بیوپلیمرهای غذایی مانند پروتئین‌ها و کربوهیدرات‌ها به طور عمومی ایمن شناخته شده‌اند و به طور گسترده‌ای در محصولات غذایی استفاده می‌شوند (Ekrami, et al., 2023b; Emam-Djomeh, et al., 2023). ژلاتین، آلژینات، کولاژن، زئین، گلیادین، کازئین، پروتئین‌های آب پنیر، پروتئین سویا، انواع صمغ‌ها و موسیلاژها، کیتوزان، نشاسته، استات نشاسته، هیدروکسی پروپیل نشاسته و مشتقات سلولز انواعی از بیوپلیمرهای غذایی هستند که پیش از این الکتروروسی شده‌اند (Akhoy et al., 2023; Ekrami, et al., 2022b; Ekrami et al., 2023). از منابع جدید بیوپلیمری برای استفاده به عنوان بسته‌بندی زیست تخریب پذیر پروتئین‌های گیاهی هستند (Wang et al., 2023).

ماش گیاهی یک‌ساله با نام علمی *Vigna radiata L* به عنوان منبع پروتئین گیاهی ارزان قیمت برای انسان، در دسترس برای تغذیه حیوانات و همچنین استفاده به صورت کود سبز از اهمیت خاصی برخوردار است. این گیاه بومی هندوستان است اما در چین، ایران، ژاپن، سریلانکا، ویتنام، آمریکا و بعضی کشورهای آفریقایی کشت می‌شود. دانه ماش حاوی ۲۵ تا ۳۰ درصد پروتئین می‌باشد (Nakhzari, Moghaddam, et al., 2020; Tadayon & Bahador, 2018). دو و همکاران (Du, et al., 2018) ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی، خواص عملکردی و ترکیب اسیدآمین پروتئین ماش را برای کشف پتانسیل آن در صنایع غذایی تعیین و تجزیه و تحلیل کردند که بالاترین راندمان (۷۳/۲۵ درصد) استخراج ایزوله پروتئین ماش با نسبت بافر به نمونه

خواص مکانیکی و جلوگیری از حل شدن آن‌ها در آب، با استفاده از پلیمرهای ترکیبی، توجه بسیاری را به خود جلب کرده است (Emam-Djomeh, Ekrami, & Ekrami, 2023a). الکتروروسی روشی است ساده اما این فرآیند با چندین پارامتر کنترل می‌شود که بر فرآیند شکل‌دهی و ویژگی‌های فیزیکی-شیمیایی نانوساختارها تأثیر زیادی دارند. پارامترهای الکتروروسی (ولتاژ، فاصله نوک سوزن تا جمع‌کننده، سرعت جریان، نوع جمع‌کننده) ویژگی‌های محلول (نوع پلیمر، غلظت پلیمر، گرانروی، حلال‌ها، ویسکوزیته سطحی)، و شرایط محیطی (دما و رطوبت) بر شرایط تولید و ویژگی‌های نانوساختارها تأثیرگذار هستند (Dehnad et al., 2023). در فرآیند الکتروروسی، با اعمال یک ولتاژ بالا بین دو الکتروود (نوک سوزن - جمع‌کننده) یک میدان الکتریکی ایجاد می‌شود. هنگام خروج یک قطره مایع پلیمری از نوک سوزن و عبور از میدان الکتریکی، پتانسیل الکترواستاتیک آن افزایش می‌یابد و این امر باعث افزایش بار سطحی آن می‌شود (Emam-Djomeh, et al., 2025). به‌طور معمول شکل یک قطره مایع در حال سقوط تحت تأثیر کشش سطحی قرار می‌گیرد، اما در این شرایط نیروی کشش سطحی به شکل مختلفی عمل می‌کند و باعث تغییر حالت قطره به یک ساختار مخروطی می‌شود (Feng, et al., 2018; Mirzakhani, et al., 2023). به عبارت دیگر، سیال مانند یک جت مخروطی به دلیل تنش‌های الکتریکی از نوک سوزن خارج می‌شود. افزایش پتانسیل الکترواستاتیک قطره مایع، حالت فیزیکی آن را تغییر می‌دهد و ساختار آن را به نانوساختار با قطر کنترل شده تبدیل می‌کند. به دلیل افزایش سطح در هر قطره سیال، حلال آن به سرعت تبخیر می‌شود و نانوساختار با ساختار جامد در پایان مسیر به دست می‌آید (Wang, et al., 2023). فرآیند الکتروروسی با هدف تولید نانوساختار با سطح صاف و بدون مهره، بستگی زیادی

مواد و روش‌ها

مواد

دانه ماش رقم پرتو از بازار محلی کرج تهیه شد. دانه‌ها شسته و در دمای 30 ± 5 درجه سلسیوس در سایه خشک شدند. PVA با وزن مولکولی ۷۲۰۰۰ گرم بر مول به همراه اتانول ۹۸ درصد از شرکت مرک^۱ آلمان بدون خالص‌سازی اضافی خریداری شد.

روش‌ها

استخراج و آماده‌سازی پروتئین ماش

پروتئین ماش با استفاده از شرایط قلیایی و رسوب‌دهی اسیدی استخراج و تهیه شد. پودر ماش از الک با مش ۶۰ عبور داده شد و پس از آن با اتانول ۹۸ درصد به نسبت ۵:۱ (وزنی: حجمی) به مدت ۲ ساعت روی همزن مغناطیسی (ایکاورک^۲، آلمان) مخلوط شد. پس از رسوب‌دهی، با سانتریفیوژ (هتیچ^۳، آلمان) با سرعت $4000 \times g$ به مدت ۱۵ دقیقه در دمای ۲۵ درجه سلسیوس، بخش انحلال‌ناپذیر دو مرتبه با آب مقطر شسته شد. رسوب حاصل با محلول سود ۱ نرمال با pH بهینه ۱۲/۵ به نسبت ۱۵:۱ (وزنی: حجمی) به مدت ۱ ساعت در دمای ۵۰ درجه سلسیوس روی همزن مخلوط و با استفاده از سانتریفیوژ با سرعت $4000 \times g$ به مدت ۱۵ دقیقه سانتریفیوژ گردید. محلول شفاف رویی جدا و با استفاده از اسید کلریدریک ۱ نرمال به pH برابر ۴/۵ رسانده شد. این سوسپانسیون نیز به مدت ۱ ساعت روی همزن به طور کامل مخلوط و با استفاده از سانتریفیوژ با سرعت $4000 \times g$ به مدت ۱۵ دقیقه جداسازی شد. رسوب حاصل با استفاده از آب شسته و pH آن به حدود ۷ رسانده شد و کنسانتره مرطوب بلافاصله منجمد و با استفاده از خشک‌کن انجمادی (بنور^۴، چین) خشک شد. V_{Pr} با ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل شد و در دمای اتاق به مدت ۳۰ دقیقه با غلظت نهایی ۱۰ درصد وزنی/حجمی هم زده شد.

۱:۱۵، در pH برابر ۹ و دمای استخراج ۴۰ درجه سلسیوس به دست آمد.

پروتئین‌ها به دلیل ویسکوزیته پایین و داشتن ویژگی‌های شل شونده با برش (رفتار سودوپلاستیک) قابلیت الکتروریسی مناسب در محلول‌های آبی را ندارند، اما می‌توان از طریق مخلوط کردن با پلیمرهای کمکی آن‌ها را الکتروریسی کرد (Tahir, et al., 2023).

بین کمک پلیمرهایی که پیش‌تر مطالعه شده‌اند، پلی وینیل الکل (PVA) پلیمری با قابلیت تولید نانوساختارهایی با پایداری مکانیکی (استحکام کششی بالا و ازدیاد طول در هنگام شکست)، انعطاف‌پذیری و سینتیک‌های رهایش آهسته شناخته شده است. با اینکه مواد و روش‌های زیادی برای ریزپوشانی به کار گرفته شده‌اند، نانوساختارهای الکتروریسی شده مبتنی بر PVA همه الزام‌ها را برآورده می‌کنند، زیرا می‌توان آن‌ها را برای تناسب با تخلخل و ساختارهای خاص تنظیم کرد و در عین حال انعطاف‌پذیری و ویژگی‌های بیولوژیکی خود را حفظ کنند (Zahra, et al., 2023). ماهیت شفاف PVA نیز توجه را به تولید نانوساختارهای مهندسی زیستی جلب کرده است. تخریب بیولوژیکی این پلیمر با درجات مختلف هیدرولیز آن مرتبط است که باعث افزایش قابلیت PVA در سیستم‌های دارورسانی شده است (Emam-Djomeh, et al., 2023b).

با توجه به اینکه تولید نانوحامل‌های یکنواخت با مورفولوژی و قطر خاص بیشتر تحت تأثیر شرایط الکتروریسی است و در همین حال، کنترل متغیرهای مختلف درگیر با فرآیند الکتروریسی کار آسانی نیست، از این رو در تحقیق حاضر روش سطح پاسخ برای بهینه‌سازی اثر متغیرهای مستقل روش الکتروریسی به منظور تولید نانوحامل‌های V_{Pr} -PVA مطالعه شده است.

³ Hettich
⁴ Benovor

¹ Merck
² IKA WERK

pH محلول با سود ۱ نرمال روی ۱۲/۵ تنظیم و به مدت ۱ ساعت در دمای ۲۵ درجه سلسیوس ثابت نگه‌داشته شد تا امکان باز شدن زنجیره پروتئین فراهم شود. پس از آن، pH محلول با استفاده اسید کلریدریک ۱ نرمال در محدوده خنثی (حدود ۷) تنظیم شد (Zhao, et al., 2023).

بهینه‌سازی شرایط الکتروریسی نانوحامل پروتئین ماش - پلی وینیل الکل

برای تولید نانوحامل V_{Pr}-PVA چهار متغیر مستقل (نسبت PVA، سرعت پمپ، فاصله بین نوک سوزن و جمع کننده و ولتاژ اعمال شده) برای تعیین بهترین قطر نانوحامل از تحلیل RSM مبتنی بر رویکرد CCD استفاده شد. برای تعیین شرایط بهینه، یک تابع چند جمله‌ای مرتبه دوم برای بیان رابطه بین متغیرهای مستقل و وابسته و یافتن همبستگی آن‌ها برازش داده شد. جدول ۱ سطوح کدگذاری شده پارامترهای الکتروریسی نانوحامل پروتئین ماش - پلی وینیل الکل را نشان می‌دهد. سطوح پایین و بالای متغیرها با توجه به قابلیت تولید نانوالیاف حامل تعیین شد به طوری که در مقادیر بالاتر یا پایین‌تر هر یک از متغیرها ساختار نانوالیاف حامل به شکل نانوذرات یا الیاف بسیار قطور تغییر می‌کردند. میانگین قطر نانوحامل (برحسب نانومتر) به عنوان پاسخ انتخاب شد. پاسخ و آنالیز واریانس (ANOVA) و داده‌های آزمایشی با استفاده از نرم‌افزار آماری Design-Expert 11 تحلیل شدند.

تولید نانوحامل پروتئین ماش - پلی وینیل الکل
PVA با غلظت ۱۰ درصد وزنی/حجمی در آب مقطر ۸۰ درجه سلسیوس به مدت ۲ ساعت حل شد و به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۲۵ درجه سلسیوس به منظور تکمیل آب پوشانی تحت همزنی مداوم قرار داده شد (Zeinali, et al., 2021). V_{Pr} به محلول PVA اضافه و با استفاده از دستگاه اولتراسونیک (هیلشر^۱، آلمان) مجهز به پروب ۰/۱۲۵ اینچی به مدت ۵ دقیقه با توان ۷۵ درصد یکنواخت شد. از دستگاه الکتروریسی افقی دست‌ساز در دمای ۱ ± ۲۵ درجه سلسیوس و رطوبت نسبی ۳۰ تا ۳۵ درصد استفاده شد. این سیستم شامل یک پمپ (ترومو^۲، ژاپن) با سرعت تغذیه ۰/۱ تا ۱۰ میلی‌لیتر بر ساعت مجهز به یک سرنگ ۱ میلی‌لیتری با سر سوزن گیج ۲۰ و منبع ولتاژ بالا (ورودی ۲۲۰ ولت AC - خروجی ۳۰ کیلوولت DC) بود. الکتروود مثبت به نوک سوزن وصل گردید و یک فویل آلومینیمی متصل به جمع

جدول ۱- مقادیر واقعی و کدگذاری شده متغیرها بر اساس طراحی مرکب مرکزی برای قطر نانوحامل V_{Pr}-PVA

Table 1. Actual and coded values of variables based on central composite design of V_{Pr}-PVA nanocarrier diameter

متغیر/سطح Variable/Level	آلفا+ +α	+1	0	-1	آلفا- -α
نسبت PVA (درصد حجمی) PVA ratio (% v/v)	75.78	65	50	45	24.22
سرعت پمپ (میلی لیتر بر ساعت) Pump rate (mL/h)	1.86	1.5	1	0.5	0.14
فاصله بین سوزن تا جمع کننده (سانتی‌متر) Distance between needle tip and collector (cm)	23.59	20	15	10	6.41
ولتاژ اعمالی (کیلوولت) Applied voltage (kV)	29.49	25	18.75	12.5	8.01

² Terumo

¹ Hielscher

آزمون‌ها

ویسکوزیته

ویسکوزیتهٔ محلول با دستگاه ویسکومتر چرخشی (بروکفیلد^۱، آمریکا) مجهز به اسپیندل استوانه‌ای هم‌مرکز در دمای ۲۵ درجه سلسیوس بررسی شد. در این آزمون، حدود ۵ میلی‌لیتر از هر نمونه در ظرف اندازه‌گیری کنترل‌کنندهٔ دما ریخته شد و سرعت برشی در محدوده ۱ تا 1000 S^{-1} تنظیم گردید (Hwang *et al.*, 2019).

کشش سطحی

کشش سطحی با استفاده از تنسیومتر (توس نانو، ایران) بر اساس روش حلقه در دمای ۲۵ درجه سلسیوس اندازه‌گیری شد. در این روش حلقه دستگاه ساخته شده از آلیاژ پلاتین در محلول غوطه‌ور و نیروی وار شده به حلقه روی صفر تنظیم می‌شود و پس از آن حلقه به آرامی از محلول بیرون کشیده می‌شود. حداکثر نیروی ثبت شده توسط دستگاه برای برداشتن حلقه از سطح محلول به عنوان کشش سطحی محلول در نظر گرفته می‌شود (Ebadi & Ghareh Koureh, 2023).

هدایت الکتریکی

هدایت الکتریکی در دمای ۲۵ درجه سلسیوس با استفاده از رسانایی‌سنج قابل حمل (جنوی^۲، انگلستان) تعیین شد (Ebadi & Ghareh Koureh *et al.*, 2023).

ریزساختار

به منظور مطالعهٔ ریزساختار (مورفولوژی)، تصاویر از نانوحامل‌های V_{Pr} -PVA با دستگاه میکروسکوپ الکترونی

روبشی (SEM) (تی اسکن^۳، جمهوری چک) تهیه شد. پیش از تصویربرداری، نمونه‌ها با لایه‌ای از طلا پوشانده شدند و پس از آن از سیستم تحلیل تصویری با شتاب ولتاژ ۱۵ تا ۳۰ کیلوولت استفاده و از نمونه‌ها در بزرگنمایی‌های مختلف تصویربرداری شد. به منظور تعیین قطر نانوحامل، تصاویر SEM نمونه‌ها با نرم‌افزار Image J تحلیل شدند. بدین منظور، قطر میانگین ۱۰ نانوحامل در هر تصویر به صورت تصادفی انتخاب و بررسی شد (Ekrami, *et al.*, 2022c).

نتایج و بحث

جدول ۲، طراحی آزمایش و پاسخ اندازه‌گیری شده در هر آزمایش را نمایش می‌دهد.

بر طبق نتایج نمودار پارتو (شکل ۱) مربع سرعت پمپ (B^2) و برهمکنش نسبت PVA - سرعت پمپ (AB)، به ترتیب بیشترین و کمترین اثر را در اندازهٔ قطر نانوحامل V_{Pr} -PVA نشان دادند. از آنجایی که نمودار پارتو قدر مطلق اثرها را نشان می‌دهد، تنها شدت اثر قابل بررسی خواهد بود و روند کاهشی و افزایشی آن‌ها از این نمودار مشخص نیست (Senthilkumar, *et al.*, 2017). بر طبق خط مرجع که fh - نرم‌افزار تعیین می‌شود، به جز اثر برهمکنش نسبت PVA - ولتاژ (AD) و برهمکنش سرعت پمپ - فاصله (BC) بقیه فاکتورها معنی‌دار ($p < 0.05$) بودند.

اثر مستقل پارامترهای فرآیند (نسبت PVA، ولتاژ اعمال شده، سرعت پمپ و فاصله بین نوک سوزن و جمع‌کننده) بر قطر نانوحامل V_{Pr} -PVA در شکل ۲ آورده شده است.

³ TESCAN

¹ Brookfield

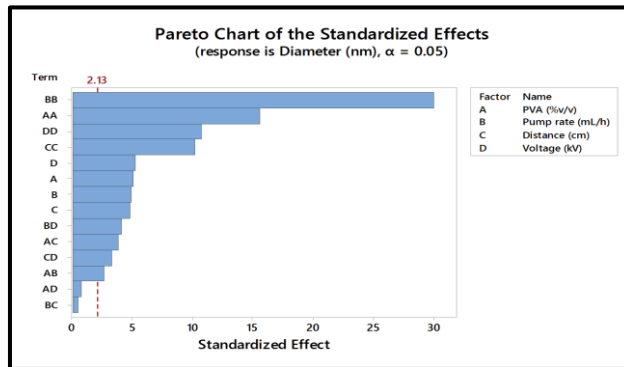
² JENWAY

جدول ۲- طراحی RSM عوامل واقعی/کد شده و پاسخ تجربی قطر نانوحامل VPr-PVA

Table 2. RSM design of actual/coded factors and experimental response of VPr-PVA nanocarrier diameter

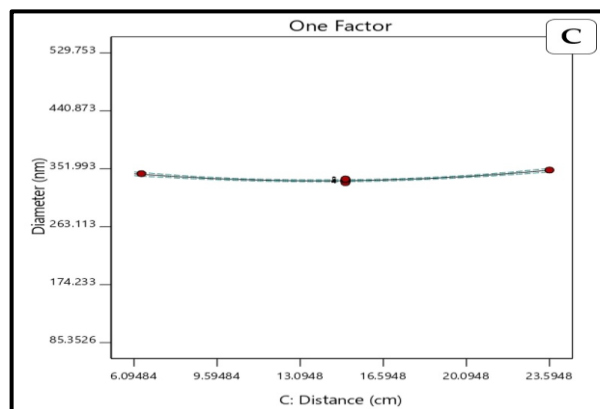
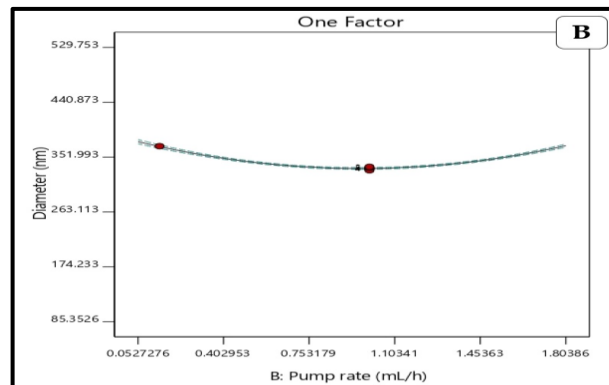
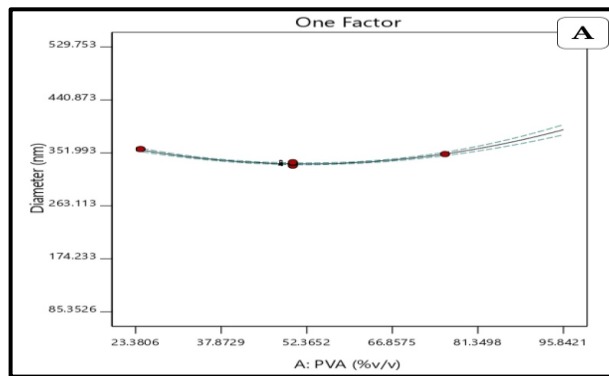
قطر (نانومتر) Diameter (nm)	ولتاژ اعمالی (کیلوولت) Applied voltage (kV)	فاصله (سانتی متر) Distance (cm)	سرعت پمپ (میلی لیتر بر ساعت) Pump rate (mL/h)	نسبت PVA (درصد حجمی) PVA ratio (%v/v)	D	C	B	A	آزمایش Run
350	18.75	23.5943	1	50	0	+2	0	0	1
353.2	25	10	0.5	65	+1	-1	-1	+1	2
344.8	29.4928	15	1	50	+2	0	0	0	3
332.9	18.75	15	1	50	0	0	0	0	4
351.1	8.00718	15	1	50	-2	0	0	0	5
371	12.5	20	1.5	35	-1	+1	+1	-1	6
359.5	12.5	10	0.5	65	-1	-1	-1	+1	7
333.3	18.75	15	1	50	0	0	0	0	8
350	18.75	15	1	75.7828	0	0	0	+2	9
368.4	12.5	20	1.5	65	-1	+1	+1	+1	10
362.5	25	10	1.5	35	+1	-1	+1	-1	11
363	25	20	1.5	35	+1	+1	+1	-1	12
372.8	12.5	10	1.5	35	-1	-1	+1	-1	13
334.9	18.75	15	1	50	0	0	0	0	14
336.3	18.75	15	1	50	0	0	0	0	15
362	25	20	1.5	65	+1	+1	+1	+1	16
333	18.75	15	1	50	0	0	0	0	17
360.7	12.5	20	0.5	65	-1	+1	-1	+1	18
360.9	12.5	10	1.5	65	-1	-1	+1	+1	19
369.7	18.75	15	0.140574	50	0	0	-2	0	20
354	25	10	1.5	65	+1	-1	+1	+1	21
360	12.5	20	0.5	35	-1	+1	-1	-1	22
357.7	25	10	0.5	35	+1	-1	-1	-1	23
362.8	12.5	10	0.5	35	-1	-1	-1	-1	24
358.4	18.75	15	1	24.2172	0	0	0	-2	25
330.6	18.75	15	1	50	0	0	0	0	26
344.5	18.75	6.40574	1	50	0	-2	0	0	27
363.8	25	20	0.5	35	+1	+1	-1	-1	28
366.2	25	20	0.5	65	+1	+1	-1	+1	29
376	18.75	15	1.85943	50	0	0	+2	0	30

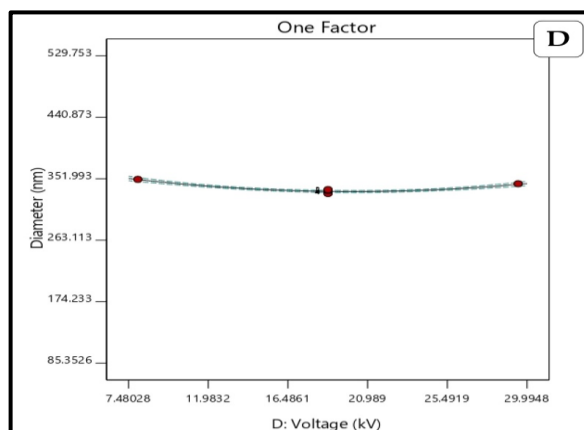
نمودار پارتو به منظور مقایسه میزان اثر متغیرهای مورد مطالعه و بررسی اثر هر فاکتور بر پاسخ در شکل ۱ رسم شده است.



شکل ۱- ارزیابی اثر متغیرهای فرآیند بر میانگین قطر (نانومتر) نانوحامل V_{Pr} -PVA در نمودار پارتو

Fig 1. Pareto chart evaluating the effects of process variables on the diameter (nm) of V_{Pr} -PVA nanocarriers





شکل ۲- اثر (A) نسبت PVA (درصد وزنی) (B) سرعت پمپ (میلی لیتر بر ساعت) (C) فاصله (سانتی متر) و (D) ولتاژ اعمالی (کیلوولت) بر قطر (نانومتر) نانوحامل VPr-PVA

Fig 2. Independent effect of (A) PVA ratio (%v/v), (B) pump speed (mL/h), (C) distance (cm) and (D) applied voltage (kV) on the diameter (nm) of the VPr-PVA nanocarrier

تأثیر کشش سطحی و گرانیروی بر مورفولوژی نانوساختارها قابل توجه است. کشش سطحی منجر به کاهش مساحت سطح بر واحد جرم می شود و در نتیجه به تشکیل قطره ها و ذرات کمک می کند، در حالی که نیروی ویسکوالاستیک باعث ایجاد نانوساختار می شود (Chinnappan, *et al.*, 2022). در مواد با گرانیروی کم، کشش سطحی ممکن است بر نیروی ویسکوالاستیک غالب باشد. همچنین، گرانیروی بالا ممکن است باعث اختلال در فرآیند جت الکترورسی شود و البته منجر به تشکیل نانوساختارهای با ضخامت بالا شود. PVA با کاهش کشش سطحی V_{Pr} ، از حالت اسپری به حالت الیافی تغییر می یابد. تغییر در گرانیروی، کشش سطحی و رسانایی محلول منجر به کاهش قطر نانوحامل ها می شود (Ibrahim & Klingner, 2020).

با افزودن PVA به محلول پلیمری V_{Pr} قطر نانوحامل تولید شده ابتدا کاهش و سپس افزایش یافت که این افزایش را می توان به هدایت الکتریکی و ویسکوزیته محلول ها نسبت داد. با افزایش PVA، در ابتدا ویسکوزیته محلول نهایی افزایش و فرایند الکترورسی بهبود می یابد اما با افزایش بیشتر نسبت PVA، هدایت الکتریکی محلول پلیمری V_{Pr} کاهش می یابد و افزایش قطر نانوساختارها به دلیل کاهش هدایت الکتریکی است. به طور کلی، با کاهش هدایت الکتریکی محلول، چگالی بار جت کاهش می یابد (Ziyadi, *et al.*, 2021). بنابراین، کاهش بارهای حاصل از محلول موجب افت کشش سطحی محلول و در نهایت منجر به تولید نانوساختارهایی با سایز بزرگ تر می شود (Kailasa *et al.*, 2021).

با افزایش سرعت پمپ، حجم پلیمر خروجی افزایش می یابد و نانوساختار تولید شده از شکل رشته ای به صورت کروی یا بیضی به صورت مخروطی تغییر می کند. با کاهش سرعت پمپ، حجم مولکول های آزاد حلال بالاتر است و در نتیجه درهم آمیختگی زنجیره ها کاهش می یابد و به جای نانوساختار، مهره های ریز ذرات تشکیل می شوند. با افزایش سرعت پمپ، قطر نانوالیاف حامل نسبت به فاصله افزایش می یابد که علت آن مقاومت بالاتر محلول در برابر کشش

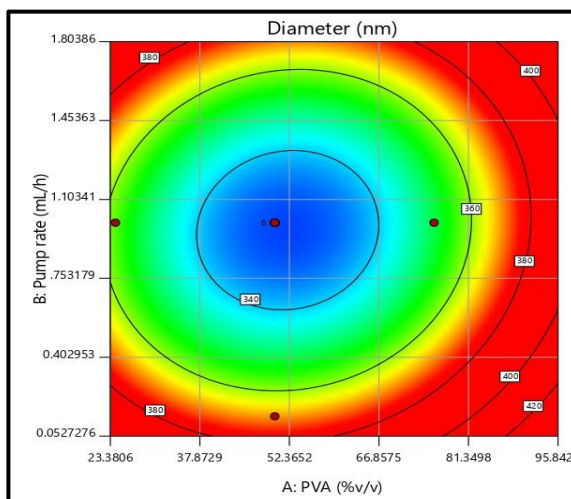
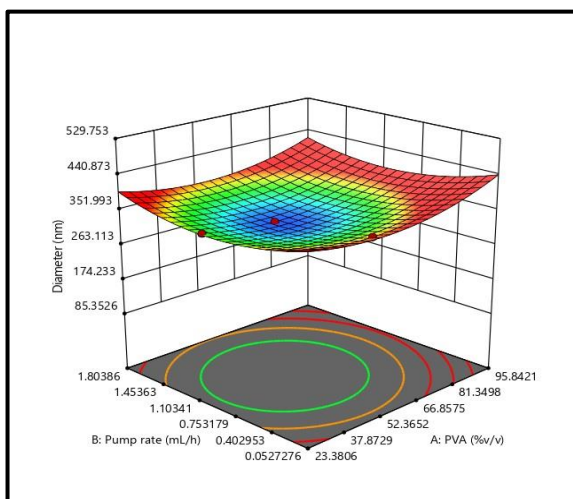
نتایج مطالعات نشان می دهد که گرانیروی محلول نیز تأثیر زیادی بر فرآیند الکترورسی و قطر الیاف دارد (Nazemi, *et al.*, 2022). به نظر می رسد افزایش فاصله بین زنجیره های پلیمری در PVA، به دلیل وجود ساختار حلقوی V_{Pr} ، ایجاد شده است. ویسکوزیته G محلول با حضور V_{Pr} کاهش و در نتیجه قطر نانوحامل هم کاهش می یابد. در محلول های با PVA کم، در هم تنیدگی زنجیره های V_{Pr} برای تثبیت جت کافی نیست و در نتیجه الیاف به همراه مهره ایجاد می شود.

می‌کند، به طوری که با افزایش و کاهش زیاد تمامی متغیرها، قطر نانوحامل افزایش می‌یابد.

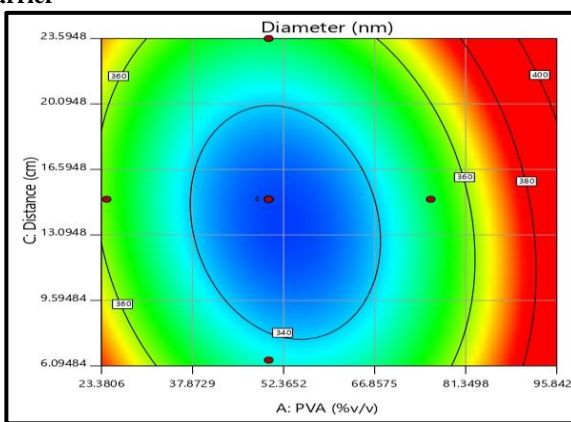
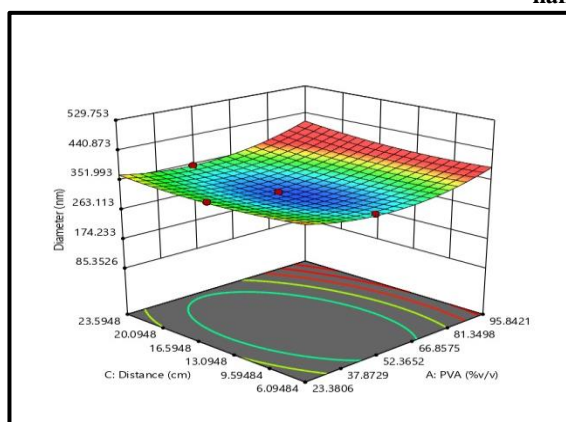
در بررسی اثر متقابل نسبت PVA - سرعت پمپ (شکل ۳) مشاهده می‌گردد که در نسبت‌های پایین، بالا و نقاط مرکزی PVA، افزایش یا کاهش سرعت پمپ باعث تغییرات زیاد قطر نانوحامل می‌شود. در تمامی سرعت‌های پمپ با تغییر نسبت PVA، قطر نانوحامل تغییر می‌یابد. در مجموع، در نسبت‌های مرکزی PVA و سرعت‌های نقاط مرکزی پمپ تأثیر برهمکنش این دو متغیر بر قطر نانوحامل V_{Pr} -PVA مشهود و کاهشی است.

توسط بارهای قرار گرفته روی جت سیال است. با افزایش ولتاژ، قطر نانوحامل در ابتدا کاهش و سپس به تدریج افزایش می‌یابد که به دلیل افزایش شتاب جت سیال است. کاهش فاصله هم‌زمان با افزایش ولتاژ، افزایش شدت میدان الکتریکی را به دنبال دارد و در نتیجه، افزایش ناپایداری جت و تشکیل مهره را تسریع می‌کند.

شکل ۳ تا ۶ بیانگر سطح پاسخ میانگین قطر نانوحامل V_{Pr} -PVA به عنوان تابعی از تعاملات متغیرهاست. تصویر سه‌بعدی/کانتور سطح پاسخ برهمکنش متغیرها نشان می‌دهد که قطر نانوحامل نسبت به تمامی متغیرها تغییر

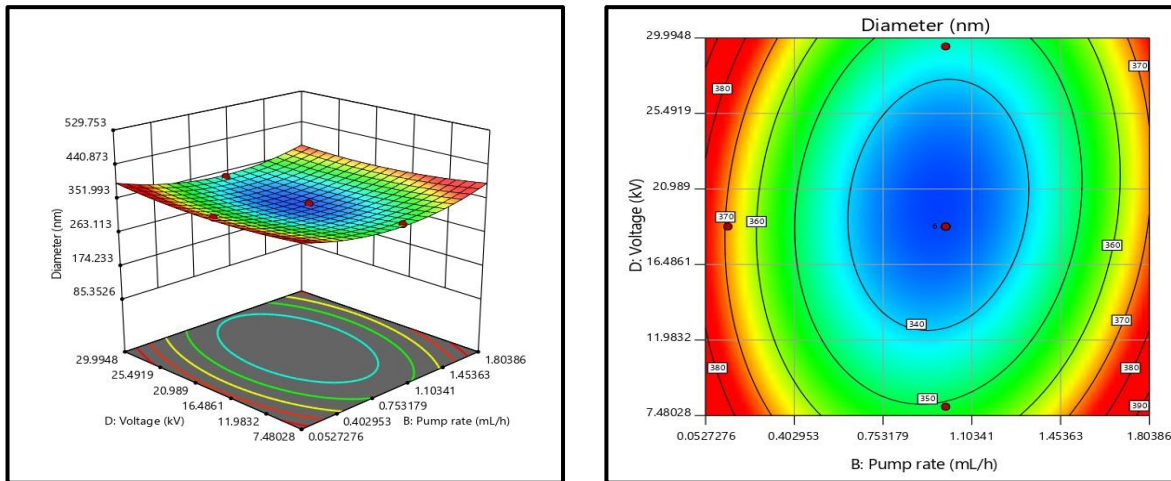


شکل ۳- نمودارهای سه‌بعدی/کانتور اثر برهمکنش‌های چندگانه نسبت PVA - سرعت پمپ بر قطر (نانومتر) نانوحامل V_{Pr} -PVA
 Fig 3. 3D/contour plots of the multiple interaction effect of PVA ratio- pump rate on the diameter of the V_{Pr} -PVA nanocarrier



شکل ۴- نمودارهای سه‌بعدی/کانتور اثر برهمکنش‌های چندگانه نسبت PVA - فاصله بر قطر (نانومتر) نانوحامل V_{Pr} -PVA
 Fig 4. 3D/contour plots of the multiple interaction effect of PVA ratio - distance on the diameter of the V_{Pr} -PVA nanocarrier

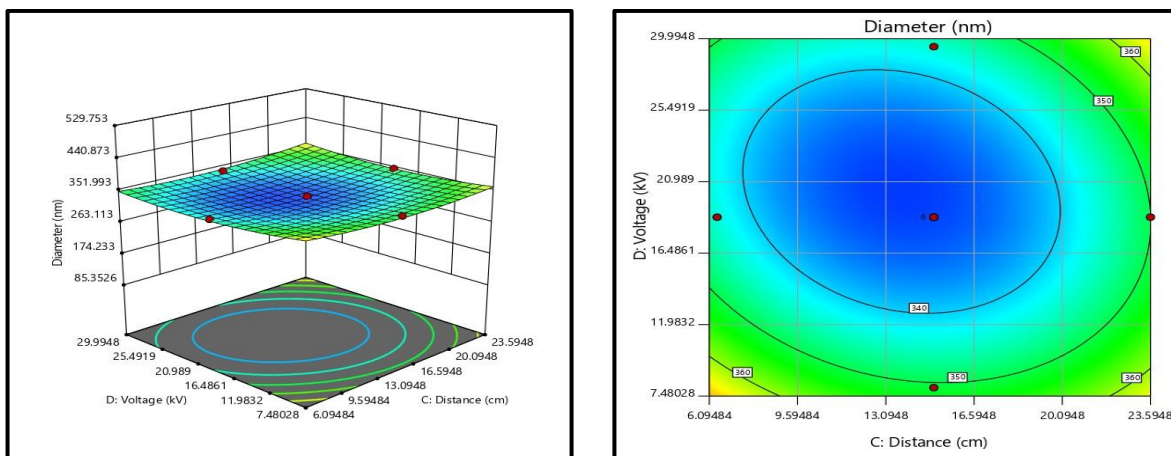
در بررسی اثر متقابل نسبت PVA - فاصله (شکل ۴) مشاهده می‌گردد که در نسبت‌های مرکزی PVA، افزایش یا کاهش فاصله باعث تغییرات قطر نانوحامل می‌شود گرچه شدت این تغییرات در نسبت‌های بالا و پایین PVA کمتر است. در تمامی فاصله‌ها با تغییر نسبت PVA، قطر نانوحامل تغییر می‌یابد اما این تغییرات در نقاط مرکزی بیشتر است. در مجموع، در نسبت‌های مرکزی PVA و فاصله‌های نقاط مرکزی تأثیر برهمکنش این دو متغیر بر قطر نانوحامل V_{Pr} PVA مشهود و کاهشی است.



شکل ۵- نمودارهای سه‌بعدی/کانتور اثر برهمکنش‌های چندگانه ولتاژ - سرعت پمپ بر قطر (نانومتر) نانوحامل V_{Pr} -PVA
 Fig 5. 3D/contour plots of the multiple interaction effect of applied voltage - pump rate on the diameter of the V_{Pr} -PVA nanocarrier

در بررسی اثر متقابل سرعت پمپ - ولتاژ (شکل ۵) مشاهده می‌گردد که در سرعت‌های مرکزی پمپ، افزایش یا کاهش فاصله باعث تغییر قطر نانوحامل می‌شود گرچه شدت این تغییرات در سرعت‌های بالا و پایین پمپ کمتر است. در تمامی فاصله‌ها با تغییر سرعت پمپ، قطر نانوحامل تغییر می‌یابد اما این تغییرات در نقاط مرکزی بیشتر است. در مجموع، در سرعت‌های مرکزی پمپ و فاصله‌های نقاط مرکزی تأثیر برهمکنش این دو متغیر بر قطر نانوحامل V_{Pr} PVA مشهود و کاهشی است.

در بررسی اثر متقابل نسبت PVA - فاصله (شکل ۴) مشاهده می‌گردد که در نسبت‌های مرکزی PVA، افزایش یا کاهش فاصله باعث تغییرات قطر نانوحامل می‌شود گرچه شدت این تغییرات در نسبت‌های بالا و پایین PVA کمتر است. در تمامی فاصله‌ها با تغییر نسبت PVA، قطر نانوحامل تغییر می‌یابد اما این تغییرات در نقاط مرکزی بیشتر است. در مجموع، در نسبت‌های مرکزی PVA و فاصله‌های نقاط مرکزی تأثیر برهمکنش این دو متغیر بر قطر نانوحامل V_{Pr} PVA مشهود و کاهشی است.



شکل ۶- نمودارهای سه‌بعدی/کانتور اثر برهمکنش‌های چندگانه ولتاژ - فاصله بر قطر (نانومتر) نانوحامل V_{Pr} -PVA
 Fig 6. 3D/contour plots of the multiple interaction effect of applied voltage - distance on the diameter of the V_{Pr} -PVA nanocarrier

در بررسی اثر متقابل فاصله - ولتاژ (شکل ۶) مشاهده می‌شود که در ولتاژهای مرکزی اعمال شده، افزایش یا کاهش فاصله باعث تغییر قطر نانوحامل می‌گردد گرچه شدت این تغییرات در ولتاژهای بالا و پایین اعمال شده کمتر است. در تمامی فاصله‌ها با تغییر ولتاژ، قطر نانوحامل تغییر می‌یابد اما این تغییرات در نقاط مرکزی بیشتر است. در مجموع در ولتاژهای مرکزی اعمال شده و فاصله‌های نقاط مرکزی، تأثیر برهمکنش این دو متغیر بر قطر نانوحامل V_{Pr} -PVA مشهود و کاهشی است. برای آنالیز رگرسیون همه ۳۰ آزمایش ارزیابی شدند. طبق نتایج به دست آمده از نتایج آنالیز واریانس (جدول ۳)، سرعت پمپ بیشترین تأثیر و فاصله حرکتی نانوحامل کمترین تأثیر را بر تغییرات میانگین قطر آن‌ها دارد

جدول ۳- نتایج آزمون آنالیز واریانس برای قطر نانوحامل V_{Pr} -PVA

Table 3. Analysis of variance test results of V_{Pr} -PVA nanocarrier diameter

منشأ تغییرات Source	مجموع مربعات Sum of Squares	درجه آزادی df	میانگین مربعات Mean Square	آماره F F-value	آماره p p-value	معنی دار significant
مدل Model	4999.20	14	357.09	108.07	< 0.0001	
A: نسبت PVA (درصد حجمی) A: PVA ratio (% v/v)	84.94	1	84.94	25.71	0.0001	
B: سرعت پمپ (میلی لیتر بر ساعت) B: Pump rate (mL/h)	78.72	1	78.72	23.82	0.0002	
C: فاصله (سانتی‌متر) C: Distanse (cm)	77.30	1	77.30	23.40	0.0002	
D: ولتاژ اعمالی (کیلوولت) D: Applied voltage (kV)	90.50	1	90.50	27.39	0.0001	
AB	23.28	1	23.28	7.05	0.0180	
AC	47.96	1	47.96	14.51	0.0017	
AD	1.89	1	1.89	0.5722	0.4611	
BC	0.6806	1	0.6806	0.2060	0.6564	
BD	54.39	1	54.39	16.46	0.0010	
CD	34.52	1	34.52	10.45	0.0056	
A ²	799.68	1	799.68	242.03	< 0.0001	
B ²	2987.04	1	2987.04	904.05	< 0.0001	
C ²	340.40	1	340.40	103.02	< 0.0001	
D ²	377.91	1	377.91	114.38	< 0.0001	
باقی مانده Residual	49.56	15	3.30			
عدم برازش Lack of Fit	30.70	10	3.07	0.8139	0.6357	بی معنی not significant
خطا Pure Error	18.86	5	3.77			
ضریب Cor Total	5048.76	29				

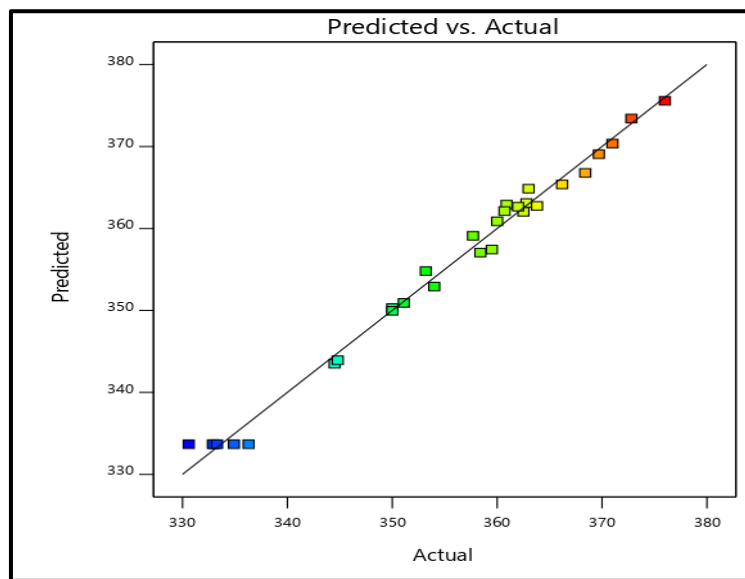
مقدار F-value نشان می‌دهد که مدل معنی‌دار (p<۰/۰۵) است و تنها ۰/۰۰۰۱ درصد احتمال دارد که یک مقدار F به این بزرگی به دلیل عوامل پیش‌بینی نشده ایجاد شود. فاکتورهای A, B, C, D, AB, AC, BD, CD, A², B², C², D² در مدل معنی‌دار (p<۰/۰۵) هستند. دو مدل را می‌توان برای این ۴ متغیر بر اساس روش پاسخ سطح پیشنهاد داد.

$$\text{Final Equation of Diameter (nm) in Terms of Coded Factors} = +333.68 - 1.97 A + 1.90 B + 2.82 C - 2.03 D - 1.21 AB + 2.60 AC - 1.84 BD + 2.20 CD + 6.77 A^2 + 13.08 B^2 + 9.94 C^2 + 4.65 D^2$$

از معادله بر حسب عوامل واقعی می‌توان برای پیش‌بینی پاسخ سطوح معین هر عامل استفاده کرد. در اینجا سطوح باید در واحدهای اصلی برای هر عامل مشخص شود. بندی شده‌اند (Baş & Boyacı, 2007).

$$\text{Final Equation of Diameter (nm) in Terms of Actual Factors} = +559.68250 - 3.39348 \text{ PVA} - 80.51227 \text{ Pump rate} - 6.87609 \text{ Distance} - 5.09008 \text{ Voltage} - 0.160833 \text{ PVA} * \text{Pump rate} + 0.023083 \text{ PVA} * \text{Distance} - 0.590000 \text{ Pump rate} * \text{Voltage} + 0.047000 \text{ Distance} * \text{Voltage} + 0.030081 \text{ PVA}^2 + 52.32249 \text{ Pump rate}^2 + 0.176628 \text{ Distance}^2 + 0.119108 \text{ Voltage}^2$$

علاوه بر ضریب‌های مدل رگرسیون، صحت مدل را می‌توان با آنالیز پلات باقیمانده^۱ تعیین کرد. باقیمانده‌ها عناصری از متغیر هستند که نمی‌توان با مدل توضیح داد و معمولاً دارای توزیع نرمال هستند. پلات احتمال نرمال بودن^۲ روش گرافیکی مناسب را برای تعیین نرمال بودن باقیمانده‌ها است.



شکل ۷- پلات احتمال نرمال بودن برای باقیمانده‌ها

Fig 7. Normality plot of residuals

² Normal probability plot

¹ Residual plot

قطر نانوحامل V_{Pr} -PVA پارامتر مهمی است که از آن برای بهینه‌سازی فرایند استفاده شد. بهینه‌سازی متغیرهای ویسکوزیته، هدایت الکتریکی و کشش سطحی در نقطه بهینه مستقل و اعتبارسنجی پیش‌بینی‌ها مطابق با اطلاعات جدول ۴ آورده شده است. به شرح جدول ۵ است.

جدول ۴- شرایط و پاسخ‌های بهینه پیش‌بینی شده برای قطر نانوحامل V_{Pr} -PVA
Table 3. Predicted optimal response conditions for V_{Pr} -PVA nanocarrier diameter

متغیر/سطح	هدف	حد پایین	حد بالا	پیش‌بینی شده	صحت‌سنجی شده
Variable/Level	Target	Lower limit	Upper limit	Predicted	Validated
نسبت PVA (درصد حجمی)	در محدوده	35	65	52.580	52.5
PVA ratio (% v/v)	In range				
سرعت پمپ (میلی لیتر بر ساعت)	در محدوده	0.5	1.5	0.975	1
Pump rate (mL/h)	In range				
فاصله بین سوزن تا جمع‌کننده (سانتی‌متر)	در محدوده	7.5	22.5	13.588	13.5
Distance between needle tip and collector (cm)	In range				
ولتاژ اعمالی (کیلوولت)	در محدوده	12.5	25	20.303	20
Applied voltage (kV)	In range				
قطر (نانومتر)	حداقل	330.6	376	332.943	345.7
Diameter (nm)	Min				

جدول ۵- ویژگی‌های محلول بهینه الکترورسی برای تولید نانوالیاف حامل V_{Pr} -PVA
Table 4. Characteristics of optimal electrospinning solution for producing V_{Pr} -PVA carrier nanofibers

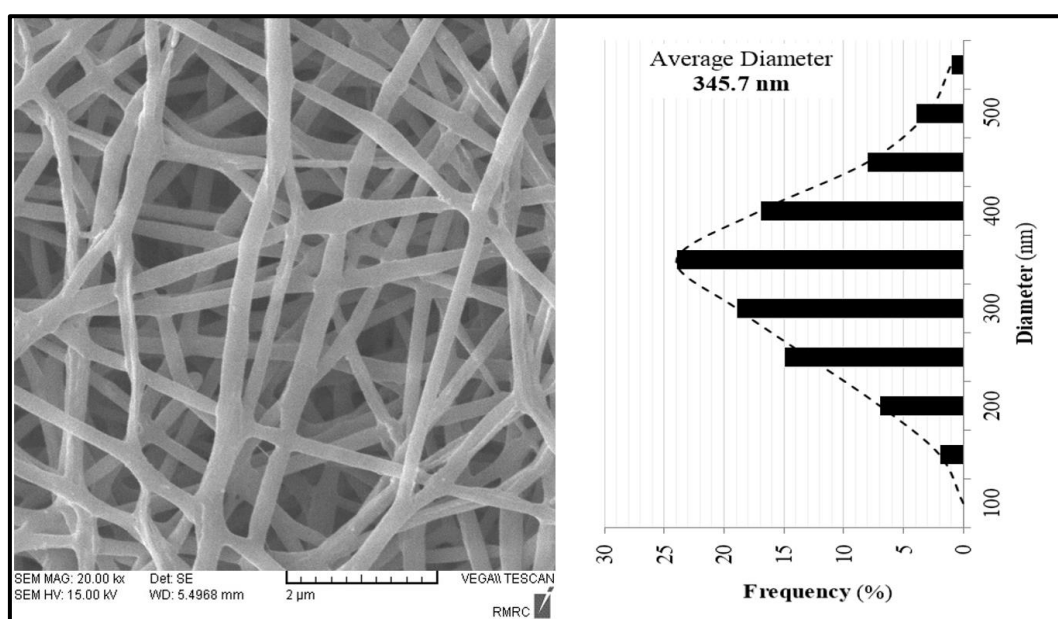
کشش سطحی	هدایت الکتریکی	ویسکوزیته (سانتی پواز)	نسبت پروتئین ماش - پلی وینیل الکل
Surface tension (mN/m)	Electrical conductivity (μ S/cm)	Viscosity (cp)	V_{Pr} :PVA ratio
22.30±4.08 ^c	195.44±8.36 ^c	12.84±0.67 ^c	0 : 10 (پروتئین ماش خالص)
38.14±2.71 ^b	254.18±12.53 ^b	20.99±1.02 ^b	5.25 : 4.75
56.89±2.25 ^a	375.61±11.25 ^a	32.84±0.81 ^a	10 : 0 (پروتئین PVA)

* میانگین‌ها در هر ستون با حروف انگلیسی بزرگ متفاوت دارای اختلاف معنی‌دار با هم هستند ($P < 0.05$).

ون و همکاران (wen *et al.*, 2020) ضمن تهیه و شناسایی نانوالیاف الکترورسی شده پروتئین نخودفرنگی و پولولان گزارش کردند که ویسکوزیته از فاکتورهای مهم محلول پلیمری در الکترورسی محسوب می‌شود. عبادی و همکاران (Ebadi Ghareh Koureh *et al.*, 2023) گزارش کردند برای هر محلول پلیمری یک ویسکوزیته بحرانی وجود دارد که در کمتر از آن درگیری زنجیره‌ها برای غلبه بر دافعه کولونی کافی نیست و باعث تشکیل قطره‌های جدا از هم، به جای تشکیل یک رشته پیوسته، می‌شود. در این حالت به جای الکترورسی، پدیده الکترواسپری را خواهیم داشت. یائو و همکاران (Yao, *et al.*, 2022) با بررسی نانوالیاف ایزوله پروتئین بادام زمینی الکترورسی شده و پلی-ال-اسید لاکتیک دریافتند که کروی بودن قطره در ابتدای فرایند به دلیل نیروهای کشش سطحی است که محلول را به سمت شکلی با کمترین نسبت حجم به سطح (شکل کروی) متمایل می‌کند. مخروطی شدن قطره نیز به دلیل نیروهای دافع G

کولنی و نیروهای الکتروستاتیک است که در نهایت زمانی که این نیروها بر نیروهای کشش سطحی غلبه کنند، جت تشکیل می‌شود. این حال، هدایت الکتریکی بالا ترجیح داده می‌شود، زیرا دفع بار در بین پلی آنیون‌ها باعث درهم تنیدگی زنجیره‌ای بسیار کمی می‌شود.

مصبی و همکاران (Mosayebi, et al., 2022) گزارش دادند ویسکوزیته کم و کشش سطحی بالای محلول پروتئین اسپیرولینا از تشکیل مخروط‌های تیلور در نوک سوزن جلوگیری می‌کند و در نتیجه هیچ الیافی تولید نمی‌شود با به منظور بررسی ریزساختار نانوحامل V_{Pr}-PVA، شکل ۸ تصویر SEM نمونه الکترورسی شده در شرایط بهینه را نشان می‌دهد.



شکل ۸- تصویر SEM از نانوحامل V_{Pr}-PVA با بزرگنمایی ۲۰۰۰۰× در شرایط بهینه الکترورسی و هیستوگرام توزیع قطر نانوحامل
Fig 8. SEM image of V_{Pr}-PVA nanocarrier with 20000× magnification in optimal electrospinning conditions and nanocarrier diameter distribution histogram

با توجه به نتایج SEM می‌توان نتیجه گرفت که نانوحامل V_{Pr}-PVA حاصل شده با قطری در محدوده ۳۴۵ نانومتر از نظر یکنواختی قابل قبول است. نرمال بودن پراکنش نانوحامل تشکیل شده یکی از عوامل مهم تأیید این فرایند است. با توجه به نتایج تصویر SEM، نانوحامل یکنواخت و بدون مهره تشکیل شده‌اند. تجمع خاصی در تصویر مشاهده نمی‌شود که بهینه بودن شرایط متغیرهای الکترورسی را تأیید می‌کند. پراکندگی قطر نانوحامل به صورت نرمال است. سایز حدود ۵۵ درصد نانوحامل، در محدوده ۳۰۰ تا ۴۰۰ نانومتر قرار دارد که مطلوب است. در تحقیقی مشابه، کید و همکاران (Kebede, et al., 2018) به تولید فیلم الکترورسی شده حاصل از پروتئین استخراجی از بذر *Moringa stenopetala* پرداختند که بدین منظور با کمک پلیمر پلی وینیل الکل به الیافی با قطر میانگین ۲۳۲/۸۷ نانومتر دست یافتند. مفتون‌آزاد و همکاران (Maftoonazad, et al., 2019) به توسعه و ارزیابی نانوکامپوزیت الکترورسی شده ضدباکتریایی پلی وینیل الکل - پروتئین نخود ترکیب شده با سینامالدید پرداختند و به الیافی با قطر میانگین ۴۸۵ نانومتر دست یافتند.

نتیجه‌گیری

به‌کار روند. با توجه به شرایط مناسب ماش به عنوان منبع پروتئین گیاهی ارزان قیمت، این تحقیق به منظور بهینه‌سازی شرایط الکترورسی نانوحامل V_{Pr} -PVA به‌اجرا در آمد. نتایج نشان داد که پلیمر PVA سازگاری بالایی با شرایط الکترورسی V_{Pr} به‌منظور تولید نانوحامل دارد که می‌تواند انتخاب مناسبی برای ریزپوشانی اسانس‌ها و عصاره‌های گیاهی باشد.

تهیه نانوحامل‌ها از پلیمرهای زیستی از جمله پروتئین‌ها با استفاده از تکنولوژی الکترورسی به علت تشکیل الیاف یا ذرات در مقیاس نانومتر، سطح و تخلخل بالا، رفتار آگیری قابل تنظیم، رفتار مکانیکی خاص مورد توجه محققان قرار گرفته است که می‌تواند در ریزپوشانی ترکیبات زیست فعال، تثبیت آنزیم‌ها و نیز بسته‌بندی‌های هوشمند

منابع

- Akhoy, G., Aziz, K., Gebrati, L., El Achaby, M., Akgul, Y., Yap, P.-S., . . . Aziz, F. (2023). Recent applications on biopolymers electrospinning: Strategies, challenges and way forwards. *Polymer-Plastics Technology and Materials*, 62(13), 1754-1775 .
- Baş ,D., & Boyacı, İ. H. (2007). Modeling and optimization I: Usability of response surface methodology. *Journal of Food Engineering*, 78(3), 836-845 .
- Chinnappan, B. A., Krishnaswamy, M., Xu, H., & Hoque, M. E. (2022). Electrospinning of biomedical nanofibers/nanomembranes: effects of process parameters. *Polymers*, 14(18), 3719 .
- Dehnad, D., Emadzadeh, B., Ghorani, B., Rajabzadeh, G., Tucker, N., & Jafari, S. M. (2023). Bioactive-loaded nanovesicles embedded within electrospun plant protein nanofibers; a double encapsulation technique. *Food Hydrocolloids*, 108683 .
- Du, M., Xie, J., Gong, B., Xu, X., Tang, W., Li, X., . . . Xie, M. (2018). Extraction, physicochemical characteristics and functional properties of Mung bean protein. *Food Hydrocolloids*, 76, 131-140 .
- Ebadi Ghareh Koureh, L., Ganjloo, A., Hamishehkar, H., & Bimakr, M. (2023). Fabrication and characterization of costmary essential oil loaded salep-polyvinyl alcohol fast-dissolving electrospun nanofibrous mats. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 17(3), 3076-3093 .
- Ekrami, M., Ekrami, A., Esmaeily, R., & Emam-Djomeh, Z. (2022a). Nanotechnology-based formulation for alternative medicines and natural products: an introduction with clinical studies .
- Ekrami, M., Ekrami, A., Moghadam, R. H., Joolaei-Ahranjani, P., & Emam-Djomeh, Z. (2022b). Food-based polymers for encapsulation and delivery of bioactive compounds .
- Ekrami, M., Roshani-Dehlaghi, N., Ekrami, A., Shakouri, M., & Emam-Djomeh, Z. (2022c). pH-Responsive Color Indicator of Saffron (*Crocus sativus L.*) Anthocyanin-Activated Salep Mucilage Edible Film for Real-Time Monitoring of Fish Fillet Freshness. *Chemistry*, 4(4), 1360-1381 .
- Ekrami, M., Shakouri, M., Nikkhou, S., & Emam-Djomeh, Z. (2023). Extraction and physicochemical characterization of gum. In *Handbook of Natural Polymers, Volume 1* (pp. 597-630): Elsevier.
- Emam-Djomeh, Z., Ekrami, M., Mobahi, N., & Roshani-Dehlaghi, N. (2025). Surface characterization of bionanocomposites. In *Characterization Techniques in Bionanocomposites* (pp. 107-126). Elsevier.
- Emam-Djomeh, Z., Ekrami, M., Ekrami, & Ali. (2023a). Overview of Types of Materials Used for Food Component Encapsulation. *Materials Science and Engineering in Food Product Development*, 73-92 .
- Emam-Djomeh, Z., Ekrami, M., & Ekrami, A. (2023b). Design and Use of Hydrogels for Food Component Encapsulation. *Materials Science and Engineering in Food Product Development*, 211-226 .
- Farahmand, E., Emam-Djomeh, Z., Ekrami, M., & Razavi, S. H. (2023). Polymethacrylate coated electrospun chitosan/PEO nanofibers loaded with thyme essential oil: a newfound potential for antimicrobial food packaging. *Journal of Food and Bioprocess Engineering*, 6(2), 8-16 .

- Feng, K., Huangfu, L., Liu, C., Bonfili, L., Xiang, Q., Wu, H., & Bai, Y. (2023). Electrospinning and Electro spraying: Emerging Techniques for Probiotic Stabilization and Application. *Polymers*, 15(10), 2402 .
- Hwang, T. I., Kim, I. G., Lee, J. H., Hwang, J. H., Kim, J. I., Park, C. H., & Kim, C. S. (2019). QCN-Based Analysis for Predicting the Quality of Resulting Electrospun Nanofiber: Effect of Real-Time Transient Rheological Properties of Precursor Solution on Electrospinning. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 19(4), 2399-2403 .
- Ibrahim, H. M., & Klingner, A. (2020). A review on electrospun polymeric nanofibers: Production parameters and potential applications. *Polymer Testing*, 90, 106647 .
- Kailasa, S., Reddy, M. S. B., Maurya, M. R., Rani, B. G., Rao, K. V., & Sadasivuni, K. K. (2021). Electrospun nanofibers: materials, synthesis parameters, and their role in sensing applications. *Macromolecular Materials and Engineering*, 306(11), 2100410 .
- Kebede, T. G., Dube, S., & Nindi, M. M. (2018). Fabrication and characterization of electrospun nanofibers from Moringa stenopetala seed protein. *Materials Research Express*, 5(12), 125015 .
- Khuri, A. I., & Mukhopadhyay, S. (2010). Response surface methodology. *Wiley Interdisciplinary Reviews: Computational Statistics*, 2(2), 128-149 .
- Lenth, R. V. (2010). Response-surface methods in R, using rsm. *Journal of Statistical Software*, 32, 1-17 .
- Maftoonazad, N., Shahamirian, M., John, D., & Ramaswamy, H. (2019). Development and evaluation of antibacterial electrospun pea protein isolate-polyvinyl alcohol nanocomposite mats incorporated with cinnamaldehyde. *Materials Science and Engineering: C*, 94, 393-402 .
- Mirzakhani, M., Ekrami, M., & Moini, S. (2018). Chemical composition, total phenolic content and antimicrobial activities of Zhumeria majdae. *Journal of Food and Bioprocess Engineering*, 1(1), 47-52 .
- Mosayebi, V., Fathi, M., Shahedi, M., Soltanizadeh, N., & Emam-Djomeh, Z. (2022). Fast-dissolving antioxidant nanofibers based on Spirulina protein concentrate and gelatin developed using needleless electrospinning. *Food Bioscience*, 47, 101759 .
- Nakhzari Moghaddam, A., Ghelichi Yanghagh, H., Biabani, A., & Taliey, F. (2020). The effect of nitrogen and irrigation interval on quantity traits and protein of mung bean (*Vigna radiata* L.) genotypes under non fixation of nitrogen. *Journal of Crops Improvement*, 22(2), ۲۱۵-۲۰۵ .
- Nazemi, M. M., Khodabandeh, A., & Hadjizadeh, A. (2022). Near-field electrospinning: crucial parameters, challenges, and applications. *ACS Applied Bio Materials*, 5(2), 394-412 .
- Pires, J. B., Dos Santos, F. N., de Lima Costa, I. H., Kringel, D. H., da Rosa Zavareze, E., & Dias, A. R. G. (2023). Essential oil encapsulation by electrospinning and electro spraying using food proteins: A review. *Food Research International*, 170, 112970 .
- Ramos, S. d. P., Giaconia, M. A., Do Marco, J. T., Paiva, R. d. S., De Rosso, V. V., Lemes, A. C., . . . Longo, E. (2020). Development and Characterization of Electrospun Nanostructures Using Polyethylene Oxide: Potential Means for Incorporation of Bioactive Compounds. *Colloids and Interfaces*, 4(2), 14 .
- Senthilkumar, T., Chattopadhyay, S., & Miranda, L. R. (2017). Optimization of activated carbon preparation from pomegranate peel (*Punica granatum* peel) using RSM. *Chemical engineering communications*, 204(2), 238-248 .
- Tadayon, M., & Bahador, M. (2018). Effect of Deficit Irrigation on Yield, Yield Components and Protein Content of Some Mung Bean (*Vigna radiata* L.) Genotypes. *Isfahan University of Technology- Journal of Crop Production and Processing*, 8(2), 97-107 .
- Tahir, M., Vicini, S., & Sionkowska, A. (2023). Electrospun materials based on polymer and biopolymer blends—a review. *Polymers*, 15(7), 1654 .
- Wang, Y., Khan, M. A., Chen, K., Zhang, L., & Chen, X. (2023). Electrospinning of natural biopolymers for innovative food applications: A review. *Food and Bioprocess Technology*, 16(4), 704-725 .

- wen Jia, X., yu Qin, Z., xin Xu, J., hua Kong, B., Liu, Q., & Wang, H. (2020). Preparation and characterization of pea protein isolate-pullulan blend electrospun nanofiber films. *International journal of biological macromolecules*, 157, 641-647 .
- Yao, F., Gao, Y., Chen, F., & Du, Y. (2022). Preparation and properties of electrospun peanut protein isolate/poly-l-lactic acid nanofibers. *LWT*, 153, 112418 .
- Zahra, F. T., Quick, Q., & Mu, R. (2023). Electrospun PVA fibers for drug delivery: A review. *Polymers*, 15(18), 3837 .
- Zeinali, T., Alemzadeh, E., Zarban, A., Khorashadizadeh, M., & Ansarifard, E. (2021). Fabrication and characterization of jujube extract-loaded electrospun polyvinyl alcohol nanofiber for strawberry preservation. *Food science & nutrition*, 9(11), 6353-6361 .
- Zhao, Y.-M., Li, Y., Ma, H., & He, R. (2023). Effects of ultrasonic-assisted pH shift treatment on physicochemical properties of electrospinning nanofibers made from rapeseed protein isolates. *Ultrasonics Sonochemistry*, 94, 106336 .
- Ziyadi, H., Baghali, M., Bagherianfar, M., Mehrali, F., & Faridi-Majidi, R. (2021). An investigation of factors affecting the electrospinning of poly (vinyl alcohol)/kefiran composite nanofibers. *Advanced Composites and Hybrid Materials*, 4, 768-779 .



Original Research

Optimization of the electrospinning process of hybrid nanocarrier based on mung bean (*Vigna radiata L.*) protein / poly (vinyl alcohol)

Rasoul Asadzadeh, Zahra Emamjomeh*, Gholamreza Askari, Mohammad Ekrami

*Corresponding Author: Department of Food Science and Industry, Ares International Campus, University of Tehran, Tehran, Iran & Department of Food Science and Engineering, Faculty of Agricultural Engineering and Technology, Campus of Agriculture and Natural Resources, University of Tehran, Karaj, Iran

Email: emamj@ut.ac.ir

Received: 12 May 2024 Accepted: 21 August 2024

[http://doi: 10.22092/fooder.2025.365755.1392](http://doi.org/10.22092/fooder.2025.365755.1392)

Abstract

In this research, an electrospinning apparatus was used to fabricate a composite nanocarriers based on *Vigna radiata L.* protein (V_{Pr}) and polyvinyl alcohol (PVA) polymer. For modeling and optimization using the response surface method (RSM) with input variables including PVA polymer ratio (35-65% w/w), pump rate (0.5-1.5 mL/h), distance between needle tip and collector (10-20 cm) and applied voltage (12.5-25 kV) were used. Central composite design (CCD) was used to implement and analyze the model, and morphological analysis by scanning electron microscope (SEM) confirmed the electrospinning optimization results. The results of the properties of the V_{Pr} -PVA nanocarrier's solution including viscosity (20.99 cp), electrical conductivity (254.18 μ S/cm) and surface tension (38.14 mN/m) were determined. The optimal conditions for the production of V_{Pr} -PVA functional nanocarriers with the predicted diameter - verified 332.9 - 345.7 nm, including the concentration of 52.5% w/w PVA ratio, 1 mL/h, pump rate, 13.5 cm distance between the tip of the needle and the collector, 20 kV applied voltage was evaluated. SEM analysis confirmed that the V_{Pr} -PVA nanocarriers at the optimum point without beads have homogeneous, smooth and normally distributed surfaces. According to the results of this research, *Vigna radiata L.* protein showed the potential to produce uniform and porous nanofibers and use as a nanocarriers of bioactive compounds.

Keywords: Electrospinning, *Vigna radiata L.*, Encapsulation, RSM, Optimization

