

## ریزپوشانی روغن نعناع (*Menthaspicata*) به روش خشک کردن پاششی

ستاره حسین زاده<sup>۱</sup>، محمدحسین حداد خداپرست<sup>۲</sup>، آرام بستان<sup>۳\*</sup>، محبت مجبی<sup>۴</sup>

تاریخ دریافت: ۱۳۹۳/۰۹/۲۸

تاریخ پذیرش: ۱۳۹۴/۰۵/۰۱

### چکیده

روغن‌های معطر، ترکیبات چربی‌دوست و فرار استخراج شده از گیاهان هستند که به‌عنوان طعم‌دهنده‌های خوراکی مورد استفاده قرار می‌گیرند. در این تحقیق ریزپوشانی روغن نعناع به روش خشک کردن پاششی و با هدف سهولت در مصرف، قابلیت حل شدن در آب و محافظت در برابر عوامل محیطی انجام شد. به این منظور امولسیون شامل ۲/۵٪ روغن نعناع و ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ وزنی / وزنی ماده دیواره شامل مالتودکسترین: صمغ عربی (۱:۱) آماده، سپس توسط خشک‌کن پاششی با دمای ۱۸۰ درجه سانتی‌گراد خشک شد. ریزکپسول‌ها تا زمان انجام آزمون‌های کیفی در ۱۸- درجه سانتی‌گراد نگهداری شدند. پایداری امولسیون‌ها با اندازه‌گیری بریکس، اندازه ذرات، توزیع اندازه ذرات و روش‌شنی به مدت ۶ هفته و کیفیت ریزکپسول‌ها با سنجش اندازه ذرات، راندمان ریزپوشانی بر حسب منتول و دی‌لیمونن، روغن سطحی، روغن کپسول شده، رطوبت، رهايش، نیمه‌عمر در دو دمای مختلف و حلالیت در آب بررسی شد. نتایج نشان داد با افزایش غلظت ماده دیواره در امولسیون، بریکس افزایش، ذرات امولسیون کوچکتر، توزیع اندازه ذرات یکنواخت‌تر و پایداری در برابر روش‌شنی بیشتر گردید و در ریزکپسول‌ها اندازه ذرات، راندمان ریزپوشانی، روغن کپسول شده نیمه‌عمر افزایش، روغن سطحی، رطوبت و رهایش کاهش یافت. ریزکپسول‌های نگهداری شده در ۴ درجه سانتی‌گراد نسبت به نمونه‌های نگهداری شده در ۲۵ درجه سانتی‌گراد، در طول ۶ هفته نگهداری، زمان رهایش کوتاه‌تر و نیمه‌عمر بیشتری داشتند. کلیه ریزکپسول‌ها در آب به خوبی حل شده، محلولی شفاف ایجاد نمودند.

**واژه‌های کلیدی:** خشک کردن پاششی؛ روغن نعناع؛ ریزپوشانی؛ مالتودکسترین / صمغ عربی

### مقدمه

روغن‌های معطر از جمله طعم‌دهنده‌های طبیعی استخراج شده از گیاهان هستند که امروزه طرفداران زیادی دارند. روغن‌های گیاهی اکثراً دارای ترکیبات حساس به نور، اکسیژن، رطوبت و حرارت هستند و برای محافظت از آنها نیاز به یک روش مناسب است، تا آنها را از تخریب و تخریب محافظت نموده و در زمان مناسب آزاد گردند (Badee et al., 2012; Teixeira et al., 2004). همچنین مصرف، حمل و نقل و نگهداری آنها به شکل مایع به علت حجم بالاییکه اشغال می‌نمایند مقرون به صرفه نبوده و در صورت نشت و یا آسیب رسیدن به ظروف نگهداری با توجه به بالا بودن قیمت آنها خسارت اقتصادی چشم‌گیری به بار می‌آورد. ریزپوشانی روغن‌های معطر یکی از روش‌های افزایش پایداری،

سهولت در نگهداری و حمل و نقل مطمئن آنها است. از جمله روش‌های ریزپوشانی می‌توان به خشک کردن پاششی، خشک کردن انجمادی، بستر سیال، اکستروژن، هم تافتی، کریستالیزاسیون شدتی، به دام انداختن در لیپوزوم‌ها و کمپلکس ورودی اشاره کرد. از بین انواع روش‌های ریزپوشانی خشک کردن پاششی در بسیاری از موارد برای ریزپوشانی مواد معطر در صنایع غذایی ترجیح داده شده است، چراکه به لحاظ اقتصادی، سرعت عمل بالا، اطمینان بالا و قابلیت انعطاف‌پذیری زیاد، در صنعت به سهولت قابل اجرا می‌باشد (Taylor, 1983; Agnihotri et al., 2012; KashappaGoud et al., 2005)

روغن برگ گیاه نعناع یکی از انواع روغن‌های معطر گیاهی است که در صنایع غذایی به علت عطر و طعم خاص کاربرد فراوان دارد. گیاه نعناع گونه (*Menthaspicata*) از رده دولپه‌ای‌های پیوسته گلبرگ و سردسته تیره نعناعیان است که در اکثر نواحی ایران می‌روید. برگ‌ها بخش معطر و دارویی گیاه را تشکیل می‌دهد که دارای حداقل ۷۰٪ (حجم/وزن) روغن معطر می‌باشد و دارای خاصیت ضد اسپاسم، ضد نفخ و ضد میکروبی بوده و در درمان ناراحتی‌های گوارشی و همچنین به‌عنوان آرام‌بخش استفاده می‌شود (کمیته تدوین فارماکوپه

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد.

۲ و ۴- استادان گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه فردوسی مشهد.

۳- استادیار گروه نانوفناوری مواد غذایی، پژوهشکده علوم و صنایع غذایی، مشهد.

\* نویسنده مسئول: (Email: a.bostan@rifst.ac.ir)

### تهیه امولسیون روغن نعناع

مالتودکسترین: صمغ عربی (۱:۱) به نسبت وزنی ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ به آب یون‌زدایی شده اضافه گردید. سپس به کمک همزن مغناطیسی همگن شد. فاز آبی برای انجام هیدراتاسیون کامل، به مدت یک شب<sup>۱</sup> در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد (Badee et al., 2012; al., نجفی و کخدایی، ۱۳۹۰؛ قهرمانی فر و همکاران، ۱۳۸۹؛ Baranauskiene et al., 2007). فاز آبی را به دمای محیط رسانده و روغن نعناع را به کلیه نمونه‌ها با نسبت ۲/۵٪ وزنی/وزنی نسبت به وزن امولسیون افزوده شد. سپس سوسپانسیون فوق توسط همگن‌ساز اولتراتوراکس (مدل T50، شرکت IKA، آلمان) (Badee et al., 2012; Baranauskiene et al., 2007) با سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه و به مدت ۱۰ دقیقه همگن گردید. در این مرحله با استفاده از دستگاه مولد امواج فراصوت (مدل HD3200، شرکت BANDELIN، آلمان) با دامنه کنترل<sup>۲</sup> ۱۰۰٪ و فرکانس ۲۰ کیلوهرتز به مدت یک دقیقه در دمای ۴۵ درجه سانتی‌گراد همگن‌سازی نهایی انجام گردید. انتقال امواج فراصوت به امولسیون توسط سونوتروود مدل TT13 به قطر ۱۳ میلی‌متر انجام شد.

### تهیه ریزکپسول

امولسیون‌ها در خشک‌کن پاششی (مدل B190، شرکت BUCHI، کشور سوئیس) در دمای ورودی  $10 \pm 180$  و دمای خروجی  $10 \pm 60$  درجه سانتی‌گراد، سرعت پمپ ۱۰ میلی‌لیتر بر دقیقه و سرعت جریان هوا ۲۰-۱۵٪ معادل ۶۰۰ لیتر بر ساعت و فشار ۴ بار خشک گردید. تا زمان انجام آزمون در ظروف پلاستیکی درب دار در دمای ۱۸- درجه سانتی‌گراد نگهداری شدند (صادقیان و همکاران، ۱۳۹۲).

### آزمون‌های امولسیون

#### اندازه‌گیری pH و بریکس

pH امولسیون‌ها با pH متر و بریکس آنها با رفاکتومتر (مدل RX-5000α، شرکت ATAGO، ژاپن) تعیین گردید.

### اندازه قطر ذره امولسیون

اندازه قطر ذرات امولسیون با دستگاه سنجش اندازه ذرات (مدل Analysette22، شرکت Fritsch، آلمان) اندازه‌گیری شد (صادقیان و همکاران، ۱۳۹۲). لازم به ذکر است دستگاه نامبرده Z-Average را گزارش نموده، اما منحنی توزیع اندازه ذرات را بر حسب قطر ذرات امولسیون ترسیم می‌نماید. البته Z-Average با قطر ذرات امولسیون

گیاهی ایران، (Badee et al., 2012) روغن نعناع فلفلی را توسط صمغ عربی و مالتودکسترین به نسبت ۱:۱ در دمای ۲۰۰°C به روش خشک‌کردن ریزپوشانی نمودند. نتایج آزمون‌های پودرهای حاصل نشان داد، تغییر قابل توجهی در ترکیبات شیمیایی روغن نعناع فلفلی پس از ریزپوشانی ایجاد نشد و مواد معطر در بالاترین سطح تا ۸۱٪ حفظ شده‌اند، Adamiec&Kalemba (۲۰۰۴) در ریزپوشانی روغن نعناع فلفلی به روش خشک‌کردن پاششی دریافتند، راندمان این فرآیند تحت تأثیر مقادیر مختلف مواد اولیه متفاوت بوده اما در کلیه نسبت‌های به کار رفته، روغن نعناع با راندمان بالایی حفظ گردیده است. Toure و همکاران (۲۰۱۱) روغن زنجبیل را با مالتودکسترین (DE=۱۸) و پروتئین آب‌پنیر ریزپوشانی نمودند. بهترین شرایط ریزپوشانی در نسبت ۱:۱ از مالتودکسترین: آب‌پنیر و فشار هموزنایز ۳۰ مگاپاسکال و دمای ورودی ۱۲۰°C و خروجی ۶۰°C بود. Frascareli و همکاران (۲۰۱۲) روغن قهوه را به روش خشک‌کردن پاششی توسط صمغ عربی ریزپوشانی نمودند. در این تحقیق ریزپوشانی با صمغ عربی در نسبت‌های ۳۰-۱۰٪ بررسی گردیده است که بهترین حالت ریزپوشانی در نسبت ۳۰٪ بوده است. نجفی و کخدایی (۱۳۹۰) تأثیر نوع و غلظت ماده دیواره بر ریزپوشانی لیمون را بررسی نمودند. به این منظور امولسیون روغن در آب حاوی ۱۰٪ لیمون بر حسب ماده خشک و ۲، ۵، و ۱۰٪ کازئینات سدیم و نشاسته اصلاح شده با کمک امواج فراصوت تهیه شد. نتایج نشان داد پودرهای حاوی ۱۰٪ نشاسته اصلاح‌شده از قابلیت بالاتری در نگهداری لیمون برخوردار بوده و در دمای ۲۵°C طی ۶ هفته نیمه عمر بیشتری داشتند. در این تحقیق ریزپوشانی روغن نعناع به میزان ۲/۵٪ وزنی/وزنی با روش خشک‌کردن پاششی با ماده دیواره‌های مالتودکسترین: صمغ عربی (۱:۱) به نسبت‌های ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ وزنی/وزنی انجام شد و تأثیر غلظت‌های مختلف ماده دیواره بر پوشش‌دهی روغن نعناع برای بدست آوردن مناسب‌ترین کیفیت از لحاظ کمترین میزان روغن سطحی، بیشترین درصد روغن ریزپوشانی شده، بیشترین راندمان ریزپوشانی، بالاترین نیمه عمر و قابلیت حل شدن ریزکپسول حاصل در آب طی زمان مناسب به کمک آزمون‌های مختلف بررسی شد.

### مواد و روش‌ها

#### مواد شیمیایی

روغن نعناع به روش تقطیر با آب توسط کلونجر تهیه شد (Mohal khan et al., 2012). مالتودکسترین با DE=۱۸-۲۰، از کمپانی Co. Ltd. Xiwang Starch چین تهیه شد. صمغ عربی از کمپانی Islandwide corporation فیلیپین تهیه شده است. برای تهیه محلول‌ها از آب یون‌زدایی شده دوبار تقطیر استفاده شد.

درجه سانتی‌گراد توسط روتاری تبخیر گردید. میزان روغن سطحی از طریق اختلاف وزن ارلن مایر قبل و پس از آزمون محاسبه شد (Trubiano&Lacourse, 1988).

$$(۵) \quad ۲۰ \times \text{وزن روغن (گرم)} = \text{درصد روغن سطحی}$$

#### درصد جرمی روغن ریزپوشانی شده

خارج قسمت روغن کل به روغن موجود در امولسیون است. روغن موجود در امولسیون بر حسب ماده خشک دیواره محاسبه شد (Frascareli *et al.*, 2012).

(۶) روغن موجود در امولسیون / روغن کل = درصد جرمی روغن ریزپوشانی شده

#### اندازه ذره

اندازه ذره میکروکپسول با دستگاه سنجش اندازه ذرات (مدل Analysette 22، شرکت Fritsch، آلمان) مورد سنجش قرار گرفت. لازم به ذکر است دستگاه نامبرده Z-Average را گزارش می نماید.

#### تعیین میزان منتول و دی - لیمون سطحی

تعیین میزان منتول و لیمون سطحی با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر (مدل UV-160A، شرکت SHIMADZU، ساخت ژاپن) انجام گردید. برای این منظور روغن موجود در سطح ریزکپسول‌ها با حلال هگزان به ترتیب زیر استخراج گردید. ۱ گرم از پودر با ۲۰ میلی‌گرم هگزان (مناسب برای گاز کروماتوگرافی) در داخل لوله آزمایش درب پیچ دار مخلوط گردید. سپس به مدت ۵ دقیقه با شیکر مخصوص لوله (مدل basic، شرکت IKA، آلمان) در دمای آزمایشگاه هم‌زده شد. سپس ذرات ریزکپسول‌ها با کمک کاغذ صافی واتمن ۱ از حلال جدا گردید. محلول باقی مانده توسط بالن ژوژه ۲۵ میلی‌لیتر و با هگزان به حجم رسانیده شد. مقدار دی - لیمون و منتول به ترتیب در طول موج‌های ۲۵۲ و ۲۰۷ نانومتر اندازه‌گیری شد. منحنی استاندارد با استفاده از محلول‌های دارای غلظت‌های مختلف از دی - لیمون و منتول در هگزان ترسیم گردید جهت تعیین لیمون و منتول سطحی از منحنی استاندارد آنها و معادله رگرسیونی مربوطه استفاده شد. از نمونه هگزان برای جلوگیری از خطای جذب در دستگاه استفاده شد (Sibanda *et al.*, 2003; Soottitantawat *et al.*, 2004).

#### تعیین میزان منتول و دی - لیمون داخلی

برای تعیین میزان منتول و دی‌لیمون باقی‌مانده در ریزکپسول‌ها، از ریزکپسول‌های حاصل از شستشو با هگزان که بر روی کاغذ صافی باقی‌مانده بود استفاده گردید. ۱ گرم از ریزکپسول به ۲۰ میلی‌لیتر آب دیونیزه داخل لوله در پیچ‌دار منتقل گردید و به مدت ۱ دقیقه با شیکر مخصوص لوله هم‌زده شد. سپس به نمونه هگزان اضافه گردید و به

کاملاً متناسب بوده، عبارت است از: قطر میانگین هارمونیک ذرات امولسیون، که از فرمول زیر محاسبه می‌گردد.

$$(۱) \quad D_z = \frac{\sum S_i}{\sum \frac{S_i}{D_i}}$$

در این فرمول  $D_i$  قطر ذرات و  $S_i$  شدت پراکنش ذرات است.

#### عکس‌برداری میکروسکوپی

امولسیون آماده به کمک میکروسکوپیوری (مدل LX400، ساخت شرکت LABOMED، آمریکا) با درشت‌نمایی ۴۰ روئیت گردید، که قطرات امولسیون تشکیل شده به خوبی قابل مشاهده بودند (صادقیان و همکاران ۱۳۹۲).

#### آزمون روئینی<sup>۱</sup>

۱۵ میلی‌لیتر از امولسیون داخل شیشه مک‌کارتی ریخته شد و به مدت ۶ هفته در دمای ۴ سانتی‌گراد نگهداری گردید. در پایان هر هفته، ارتفاع رویه تشکیل شده به ارتفاع کل امولسیون بر حسب میلی‌متر اندازه‌گیری و محاسبه شد (Chanamai&McClements, 2001).

(۲) (میلی‌متر) ارتفاع مولسیون کل / (میلی متر) ارتفاع رویه = رویه نشینی

#### آزمونهای ریزکپسول‌ها

##### درصد رطوبت

از طریق وزن سنجی تحت خلأ انجام شد. ۱ گرم از ریزکپسول‌های حاصل از فرآیند ریزپوشانی را در آون با دمای ۷۰+۱ سانتی‌گراد و خلأ ۱ بار به مدت ۶ ساعت به وزن ثابت رسید (AOAC, 1997).

(۳)  $۱۰۰ \times \text{وزن ریزپوشانی شده (گرم)} / \text{وزن رطوبت (گرم)} = \text{محتوی درصد رطوبت}$

##### درصد جرمی روغن تام

۱۰ گرم ریزکپسول را به مدت ۳ ساعت با استفاده از کلونجر تقطیر نموده، حاصل ضرب حجم روغن بدست آمده بر حسب میلی‌لیتر در دانسیته روغن نعناع که معادل ۰/۹۲۵۳ گرم / میلی‌لیتر می باشد محاسبه گردید، که معادل جرم روغن کل بر حسب گرم می‌باشد (AOAC, 1990).

$$(۴) \quad ۱۰ \times (\text{دانسیته روغن} \times \text{حجم روغن}) = \text{درصد جرمی روغن تام}$$

##### درصد جرمی روغن سطحی

۵ گرم ریزکپسول داخل ارلن مایری که به وزن ثابت رسیده است، توسط ۲۰ میلی‌لیتر دی اتیل اتر شستشو گردید. حلال در ۲۵

بدست آمد.

### بررسی حلالیت

برای حلالیت ریزکپسول‌ها یک محلول ۰/۴٪ وزنی / حجمی با آب مقطر تهیه شد. زمان انحلال کامل ریزکپسول‌ها از ۵ دقیقه نباید بیشتر باشد. سپس محلول‌ها از لحاظ تشکیل رسوب، رویه بستن، رنگ و شفافیت مورد بررسی قرار گرفت (Santos, 2003; Barbosa et al., 2005).

### تجزیه و تحلیل آماری داده‌ها

داده‌های بدست آمده در آزمایشات فوق در قالب طرح کاملاً تصادفی با استفاده از آزمایش فاکتوریل و با سه تکرار انجام شد. جهت تحلیل واریانس از نرم افزار Minitab 16 استفاده گردید. برای مقایسه میانگین‌ها در تیمارهای مورد بررسی از آزمون Bon fironi در سطح ۹۵٪ استفاده شد.

### نتایج و بحث

#### بررسی خصوصیات امولسیون

#### تأثیر غلظت ماده دیواره بر اندازه ذرات

جدول ۱ نشان می‌دهد با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ اندازه ذرات از ۳/۳ به ۱/۶ میکرومتر کاهش می‌یابد. یعنی افزایش غلظت دیواره سبب کاهش معنی‌دار ( $P < 0.05$ ) اندازه قطرات امولسیون شده است کوچکتر شدن اندازه ذرات با افزایش غلظت مواد دیواره و بریکس به علت تشکیل امولسیون پایدارتر بود، زیرا در این حالت با حداکثر توانایی، محافظت از قطرات در برابر تجمع و بهم چسبیدن را در طی فرآیند ریزپوشانی اعمال می‌نماید (Jafari et al., 2007). (نجفی و کدخدایی، ۱۳۹۰) به نتایج مشابهی دست یافتند. آنها در ریزپوشانی لیمون با کازئینات سدیم و نشاسته اصلاح شده به شکل جداگانه که هر کدام در سه سطح ۲٪، ۵٪ و ۱۰٪ برای ریزپوشانی لیمون بکار رفتند، در امولسیون‌های حاوی ۱۰٪ کازئینات سدیم و ۱۰٪ نشاسته اصلاح شده، اندازه قطرات کوچکتری را گزارش نموده اند.

#### توزیع اندازه ذرات

شکل ۱ منحنی توزیع اندازه ذرات امولسیون‌ها را نشان می‌دهد، که همگی تک قله‌ای هستند و نشان دهنده یکنواختی توزیع اندازه ذرات در تمامی نمونه هاست. اما کشیدگی آنها با یکدیگر تفاوت دارد. با افزایش غلظت مواد دیواره تمایل به کاهش اندازه ذرات افزایش یافته و دارای تغییرات کمتری هستند. به طوری که امولسیون تهیه شده از دیواره با غلظت ۳۰٪ دارای توزیع محدودتر، باریک‌تر و کشیده‌تر از جهت طولی است. هر چه پهنای منحنی کمتر باشد، دامنه

مدت ۲۰ دقیقه داخل حمام آبی با دمای ۴۵ سانتی‌گراد قرار داده شد. در طول این مدت همزدن به طور متناوب صورت گرفت. پس از طی شدن زمان فوق لوله‌ها در دمای آزمایشگاه سرد شده، سپس توسط سانتریفوژ (مدل Z36HK، شرکت HERMLE، آلمان) با سرعت ۴۰۰۰ دور بر دقیقه و به مدت ۲۰ دقیقه جهت جداسازی فاز آبی از حلال سانتریفوژ شدند. در پایان جذب آن اندازه‌گیری شد (Soottitantawat et al., 2003; Sibanda et al., 2004).

### راندمان ریزپوشانی<sup>۱</sup>

برای تعیین راندمان ریزپوشانی خارج قسمت مقدار دی-لیمون یا منتول موجود در ریزکپسول‌ها به مقدار آنها در امولسیون اولیه بدست آمد. (قهرمانی فر و همکاران، ۱۳۸۹؛ نجفی و کدخدایی، ۱۳۹۰)

(۷) لیمون یا منتول در امولسیون (ppm) / لیمون یا منتول در میکروکپسول (ppm) = راندمان ریزپوشانی

### بررسی رهایش منتول و دی لیمون و تعیین نیمه عمر

رهایش منتول و دی لیمون در دماهای ۲۵ و ۴ درجه سانتی‌گراد مورد بررسی قرار گرفت. برای ایجاد شرایط فوق نمونه‌ها در ۲۵ و انکوباتور ۴ درجه سانتی‌گراد نگهداری شد و به مدت ۶ هفته و هفته ای یک بار میزان منتول و لیمون سطحی و داخلی ریزکپسول‌ها اندازه گیری شد. سپس منحنی نیمه لگاریتمی درصد منتول و لیمون به شکل جداگانه در دمای ۲۵ و ۴ درجه سانتی‌گراد بر حسب زمان نگهداری ترسیم و با محاسبه شیب هر نمودار (k) زمان نیمه عمر (t<sub>1/2</sub>) هر یک از نمونه‌ها محاسبه شد. (محاسبه فوق بر اساس معادله مرتبه اول به صورت  $X=Ka+b$  انجام می‌شود). لازم به یادآوری است که زمان نیمه‌عمر عبارت از زمان لازم برای کاهش ماده ریزپوشانی شده به میزان ۵۰٪ اولیه می‌باشد که برای محاسبه آن از فرمول زیر استفاده شد (Krishnan et al., 2005)، قهرمانی فر و همکاران، ۱۳۸۹).

$$t_{1/2} = 0.693K \quad (8)$$

### عکس برداری SEM با میکروسکوپ الکترونی روبشی

به منظور مشاهده ساختار میکروسکوپی ریزکپسول‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی (مدل S360، شرکت OXFORD، انگلستان) استفاده شد. حدود ۱ گرم از ریزکپسول‌ها بر روی استاپ آلومینیومی پوشیده شده با لایه‌ای از کربن به قطر ۱۲ میلی‌متر پخش گردید. شعاعی از الکترون‌های پرشتاب با ولتاژ ۲۰ کیلوولت به نمونه‌ها تابیده شد و تصویر بر اساس شعاع الکترونی برگشتی از نمونه

امولسیون محسوب می‌شود (صادقیان و همکاران ۱۳۹۲).

تغییرات قطر ذرات امولسیون کمتر و نزدیکی اندازه آنها به یکدیگر بیشتر است. این ویژگی از شاخص‌های حائز اهمیت در تعیین پایداری

جدول ۱- تأثیر غلظت دیواره بر اندازه متوسط قطرات امولسیون در سطح ۹۵٪

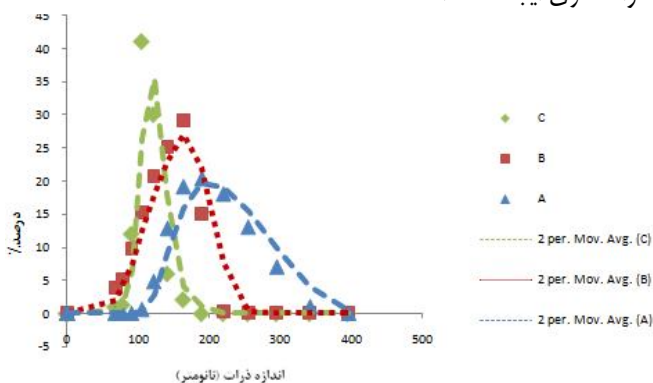
Z-Average(μm)	pH	بریکس امولسیون	غلظت ماده دیواره
۳/۳۷۳۰۰±۰/۲۲۷۶۸	a	۳/۹۴±۰/۰۰	a
۲/۴۵۸۳۳±۰/۱۷۶۷۸	b	۴/۰۲±۰/۰۱	b
۱/۶۲۵۳۳±۰/۲۳۹۰۴۴	c	۳/۹۶±۰/۰۰	a

نوع آزمون آماری: Bon froni در سطح ۹۵٪

امولسیون کاهش می‌یابد و امولسیون پایدارتری ایجاد می‌شود (Chanamai&McClements, 2001).

تصاویر میکروسکوپی امولسیون‌های تهیه شده که در شکل ۳ آمده است، تأییدی است بر نتایجی که تا کنون بدست آمده است. بطوری که مشاهده می‌گردد با افزایش غلظت ماده دیواره امولسیون یکنواخت‌تری ایجاد شده است.

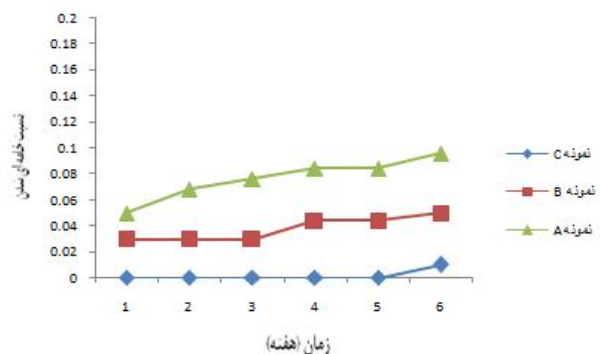
لذا امولسیون با غلظت ۳۰٪ ماده دیواره دارای پایداری بیشتری از سایر امولسیون‌های تهیه شده می‌باشند (کدخدایی و نجفی، ۱۳۹۰). در امولسیون‌های حاوی لیمونن تثبیت شده با کازئینات سدیم با افزایش غلظت ماده دیواره، به امولسیون‌هایی با اندازه ذرات کوچکتر و منحنی توزیع اندازه ذرات باریک‌تر و تیزتر نسبت به امولسیون‌های با درصد مواد دیواره کمتر دست یافتند. (قهرمانی فر و همکاران، ۱۳۸۹) در بررسی اثر هموژنیزاسیون بر ویژگی‌های امولسیون‌های تهیه شده با پروتئین آب پنیر، به این نتیجه دست یافتند که با کاهش اندازه ذرات امولسیون، ظرفیت اتصال آب به قسمت‌های هیدروفیل اسیدهای آمینه پروتئین‌های آب پنیر افزایش یافته و سبب افزایش یکنواختی کل سیستم می‌گردد. همچنین با توجه به شاخصی به نام بس‌پاشیدگی<sup>۱</sup> (PDI) که معیاری از یکنواختی ذرات امولسیون است، کاهش اندازه ذرات سبب بهبود ویژگی‌های امولسیون و کاهش شاخص بس‌پاشیدگی ذرات امولسیون گردید.



شکل ۱- منحنی توزیع اندازه قطرات امولسیون‌ها (A=۱۰٪، B=۲۰٪، C=۳۰٪ دیواره)

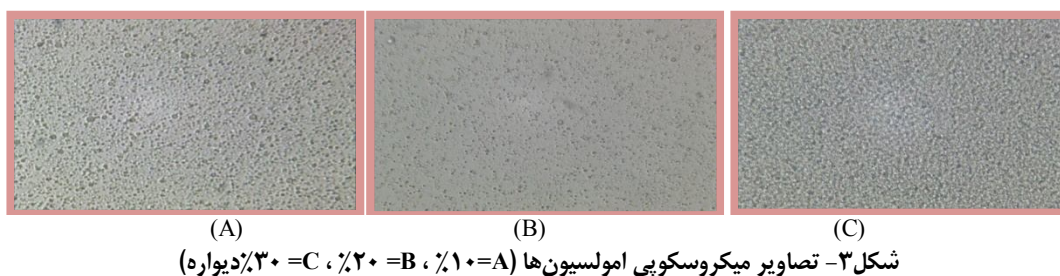
### تأثیر غلظت ماده دیواره بر میزان روشنایی

همان‌طور که در شکل ۲ نشان داده شده است، امولسیون تهیه شده با ۳۰٪ ماده دیواره تا ۵ هفته کاملاً یکنواخت باقی ماند و پس از آن شروع به دوفاز شدن و تشکیل لایه مرزی نمود. تجزیه واریانس روند خامه‌ای شدن امولسیون در طی ۶ هفته (با توجه به شکل ۲) نشان داد، تأثیر نوع و غلظت دیواره بر پایداری در برابر خامه‌ای شدن معنی‌دار است ( $P < 0.05$ ). با افزایش غلظت، افزایش اثر امولسیفیری و افزایش اثر استابلایزری (قوام) مشاهده شد. عدم پایداری امولسیون‌ها در غلظت‌های پایین تر مواد دیواره را می‌توان به اثر ناشی از ایجاد اتصال بین قطرات در غلظت‌های پایین امولسیفایر (صمغ عربی) نسبت داد. افزایش غلظت مواد دیواره سبب افزایش گرانیروی فاز آبی امولسیون گردیده، با توجه به قانون استوکس با افزایش گرانیروی، حرکت قطرات به سمت بالا کند شده، سرعت رویه بستن



شکل ۲- روند خامه‌ای شدن امولسیون‌ها (A=۱۰٪، B=۲۰٪، C=۳۰٪ دیواره)

<sup>۱</sup>Polydispersity Index (PDI)



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی امولسیون‌ها (A=۱۰٪، B=۲۰٪، C=۳۰٪ دیواره)

### بررسی خصوصیات ریزکپسول

#### تأثیر غلظت ماده دیواره بر اندازه ذرات

با توجه به جدول ۲ می‌توان مشاهده نمود با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ تا ۳۰٪ اندازه ریزکپسول‌ها افزایش یافت. بنابراین هر چه غلظت دیواره بیشتر شود امولسیون حاصل دارای اندازه ذرات کوچکتر و ریزکپسول حاصل اندازه ذره بزرگتری دارد. آنالیز واریانس اندازه ذرات ریزکپسول نشان می‌دهد، بین افزایش غلظت دیواره با افزایش اندازه ذرات ریزکپسول‌ها ارتباط معنی‌داری وجود دارد ( $P < 0.05$ ). تحلیل‌های آماری نشان می‌دهد، افزایش غلظت ماده دیواره تا ۲۰٪ بر افزایش اندازه ریزکپسول از لحاظ آماری تأثیر گذار نبوده است، اما از ۲۰٪ تا ۳۰٪ این افزایش متفاوت است. هر چه غلظت دیواره افزایش

می‌یابد اتمایزر ذرات را در اندازه بزرگتری خارج نموده، اندازه ریزکپسول‌های نهایی بزرگتر می‌شود (Frascareli *et al.*, 2012) مشاهده نمودند با افزایش غلظت ماده دیواره اندازه ذره ریزکپسول‌ها بزرگتر می‌شود و با افزایش درصد روغن اندازه ذره ریزکپسول‌ها کوچک تر می‌گردد. این نتیجه توسط (Hogan *et al.*, 2001) در ریزپوشانی روغن سویا با کازئینات سدیم و مالتودکسترین نیز مشاهده گردید. بطوری که با افزایش غلظت ماده جامد از ۱۰٪ به ۴۰٪ اندازه ذرات ریزکپسول‌ها افزایش یافت. این تحقیق توسط اتمایزهایی که قطر خروجی آنها با هم متفاوت بود تکرار گردید و در تمام موارد نتیجه فوق بدست آمد.

جدول ۲ - تأثیر نوع و غلظت دیواره بر اندازه ریزکپسول‌ها و راندمان ریزپوشانی در سطح ۹۵٪

غلظت	Z-Average (μm)	راندمان ریزپوشانی بر حسب متول %	راندمان ریزپوشانی بر حسب لیمون %
۱۰٪	۱/۰۹۲۶۷±۰/۰۴۲۴۶۳	c	۳۱
۲۰٪	۱/۳۴۰۶۷±۰/۰۳۷۶۸۰	b	۵۶
۳۰٪	۲/۴۲۹۰۰±۰/۳۰۶۳۲۸	a	۸۷/۴۵

نوع آزمون آماری: Bon froni در سطح ۹۵٪

### راندمان ریزپوشانی

بررسی جدول ۲ که در آن راندمان ریزپوشانی بر حسب دو ماده از روغن نعنای شامل منتول و دی - لیمون گزارش شده است نشان می‌دهد با افزایش درصد دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ در ماده دیواره راندمان ریزپوشانی افزایش یافت. راندمان ریزپوشانی بر حسب منتول و لیمون نشان می‌دهد، با افزایش غلظت دیواره این راندمان به شکل معنی‌داری افزایش یافت ( $P < 0.05$ ). با افزایش غلظت ماده دیواره انتشار روغن به سطح خشک دشوارتر انجام شده و راندمان ریزپوشانی افزایش یافت. همچنین در امولسیون با ذرات بزرگتر، در زمان اسپری شدن توسط اتمایزر ذرات خرد شده و مقداری از مواد هسته آزاد می‌گردد که سبب کاهش راندمان می‌شود در حالی که هر چه ذرات امولسیون کوچکتر باشد در هنگام اتمیزه شدن بدون خرد شدن خشک شده و میزان انتقال به سطح کاهش می‌یابد که سبب افزایش راندمان ریزپوشانی می‌گردد (Soottitantawat *et al.*, 2003). (Frascareli و

همکاران (۲۰۱۲) مشاهده نمودند هر چه غلظت صمغ عربی افزایش یافت راندمان ریزپوشانی روغن قهوه افزایش یافت. همچنین نتیجه گرفتند دو عامل اصلی در تعیین راندمان ریزپوشانی اندازه قطرات امولسیون و غلظت مواد دیواره‌هاست. نتایج مشابهی توسط Ahn *et al.*, 2008) بدست آمد. آنها در ریزپوشانی روغن آفتابگردان با پروتئین ایزوله شده شیر و دکسترین دریافتند افزایش غلظت مواد دیواره سبب افزایش ویسکوزیته گردیده راندمان ریزپوشانی افزایش یافت.

### رطوبت

در جدول ۳ نتایج مربوط به اندازه گیری رطوبت ریزکپسول‌ها گزارش شده است. بطوری که ملاحظه می‌گردد، کمترین رطوبت مربوط به ریزکپسول‌های با ۳۰٪ ماده دیواره و بیشترین رطوبت مربوط به ریزکپسول‌های با ۱۰٪ ماده دیواره است. مقایسه

افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ روغن سطحی از ۳/۸۵٪ به ۱/۶۱٪ کاهش یافت، که علت این امر را ناشی از افزایش پایداری امولسیون و جلوگیری از خردشدن ذرات و آزاد شدن ترکیبات فرار هسته در طول اتمیزاسیون توسط خشک کن پاششی عنوان نموده‌اند.

### درصد جرمی روغن کپسول شده

نتایج اندازه‌گیری درصد جرمی روغن کپسول شده که در جدول ۳ بیان گردیده نشان می‌دهد با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ میزان روغن کپسول شده افزایش یافت و این افزایش از ۴۸/۱٪ تا ۹۲/۵٪ بود. نتایج فوق را می‌توان به خواص امولسیون نسبت داد. هر چه در امولسیون غلظت مواد دیواره بالاتر باشد به زمان کوتاه تری برای تشکیل پوسته نیاز دارد، در نتیجه حرکات چرخشی قطرات کاهش یافته و به حفظ بیشتر آنها کمک می‌کند (Jafari *et al.*, 2008). آنالیز واریانس روغن کپسول شده در ریز کپسول‌ها نشان داد که بین میزان روغن کپسول شده با غلظت و نوع دیواره، رابطه معنی‌داری برقرار است ( $P < 0.05$ ). هر چه غلظت دیواره کمتر باشد اندازه ذرات امولسیون‌ها بزرگتر شده‌ودر زمان خشک شدن مقدار روغن سطحی افزایش می‌یابد. در این شرایط میزان تبخیر روغن از سطح افزایش یافته و میزان روغن کپسول شده کاهش می‌یابد. (Frascreli *et al.*, 2012). در ریزپوشانی روغن قهوه با صمغ عربی به نتایج مشابهی رسیدند. آنها دریافتند که بیشترین مقدار روغن کپسول شده مربوط به بیشترین غلظت ماده دیواره (۳۰٪) بوده و کمترین روغن ریزپوشانی شده مربوط به کمترین غلظت از مواد دیواره (۱۰٪) می‌باشد.

به منظور اطلاع از چگونگی ساختار ریز کپسول‌ها، تصویری از آنچه توسط میکروسکوپ الکترونی در غلظت ۳۰٪ ماده دیواره روئیت شد در شکل ۴ آمده است.

میانگین‌های میزان رطوبت ریز کپسول‌ها نشان می‌دهد بین افزایش غلظت ماده دیواره با کاهش میزان رطوبت ریز کپسول‌ها ارتباط معنی‌داری وجود دارد ( $P < 0.05$ ). افزایش غلظت دیواره سبب کاهش آب در دسترس جهت تبخیر گردیده و در نتیجه رطوبت در ریز کپسول کاهش می‌یابد. Frascareli و همکاران (۲۰۱۲) در ریزپوشانی روغن قهوه با صمغ عربی مشاهده نمودند با افزایش ماده دیواره از ۲۰٪ به بالا میزان رطوبت ریز کپسول کاهش یافت همچنین Fernandes *et al.* (2008) در ریزپوشانی روغن گونه‌ای از گیاه به لیمو به نتیجه مشابهی دست یافتند.

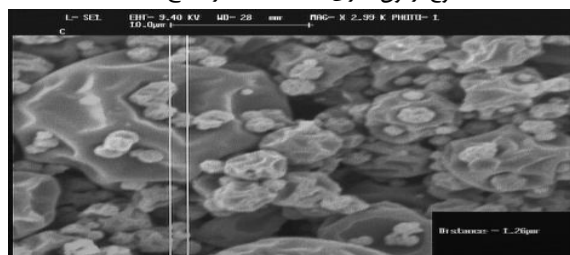
### درصد جرمی روغن سطحی

روغن سطحی که پس از ریزپوشانی در سطح ریز کپسول باقی می‌ماند به راحتی اکسید شده و منجر به تولید ترکیبات نامطلوبی می‌گردد از طرفی هر چه مقدار روغن سطحی کمتر باشد، ریز کپسول حاصل از کیفیت بالاتری برخوردار است. مشاهده جدول ۳ نشان می‌دهد با افزایش درصد ماده دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪، مقدار روغن سطحی در ریز کپسول از ۰/۱۴ به ۰/۰۱ کاهش یافت. مقایسه میانگین‌های روغن سطحی نشان می‌دهد، با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ میزان روغن سطحی به شکل معنی‌داری ( $P < 0.05$ ) کاهش یافت. (Sootitawat *et al.*, 2003, 2005) در ریزپوشانی لیمون با مواد دیواره مختلف شامل صمغ عربی، مالتودکسترین، صمغ عربی و نشاسته اصلاح شده با استفاده از خشک کن پاششی به نتایج مشابهی رسیدند. آنها بیان نمودند با کاهش اندازه ذرات امولسیون، روغن سطحی در ریز کپسول‌ها کاهش یافت. در حالی که هر چه اندازه ذرات امولسیون بزرگتر شود به علت تخریب و شکسته شدن آسان تر آنها در اتمایزر، روغن سطحی در ریز کپسول‌ها افزایش یافت. (قهرمانی فر و همکاران در سال ۱۳۸۹) در ریزپوشانی لیمون با پروتئین آب‌پنیر به این نتیجه رسیدند که با

جدول ۳- تأثیر نوع و غلظت دیواره بر رطوبت، روغن سطحی و روغن کپسول شده در سطح ۹۵٪

غلظت	رطوبت %	روغن تام	روغن سطحی %	روغن کپسول شده %
۱۰٪	a ۲/۰۹۶۶±۰/۰۵۶۹	a ۱۲/۰۲۶۷±۰/۰۱۲۰	a ۰/۱۴۶۶۷±۰/۰۰۳۳۳	c ۴۸/۱۰۶۷±۰/۰۴۸۰
۲۰٪	b ۱/۵۳۳۳±۰/۱۵۰۷	b ۹/۲۵۰۰±۰/۰۰۰۰	b ۰/۱۳۰۰۰±۰/۰۰۰۰۰	b ۷۴/۰۰۰۰±۰/۰۰۰۰
۳۰٪	c ۰/۸۱۳۳±۰/۱۵۶۷	c ۷/۷۱۱۰±۰/۱۹۸۵	c ۰/۰۱۳۳۳±۰/۰۰۳۳۳	a ۹۲/۵۶۳۳±۲/۳۸۳۹

نوع آزمون آماری: Bon fronti در سطح ۹۵٪



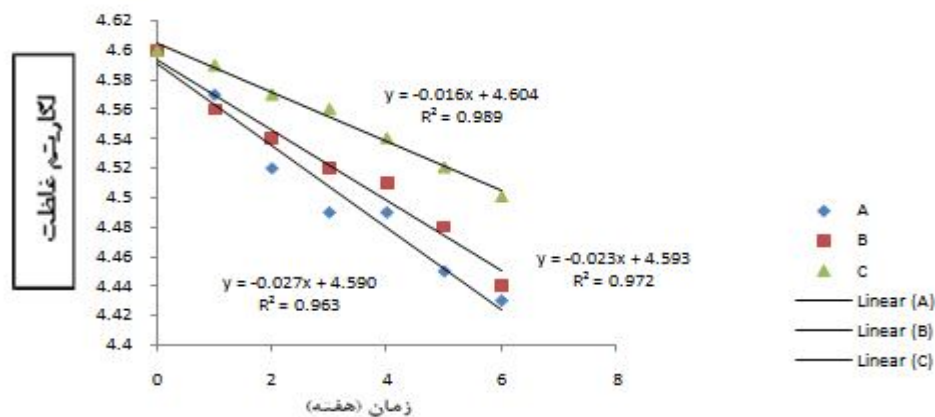
شکل ۴- تصویر بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی مربوط به غلظت ۳۰٪ ماده دیواره



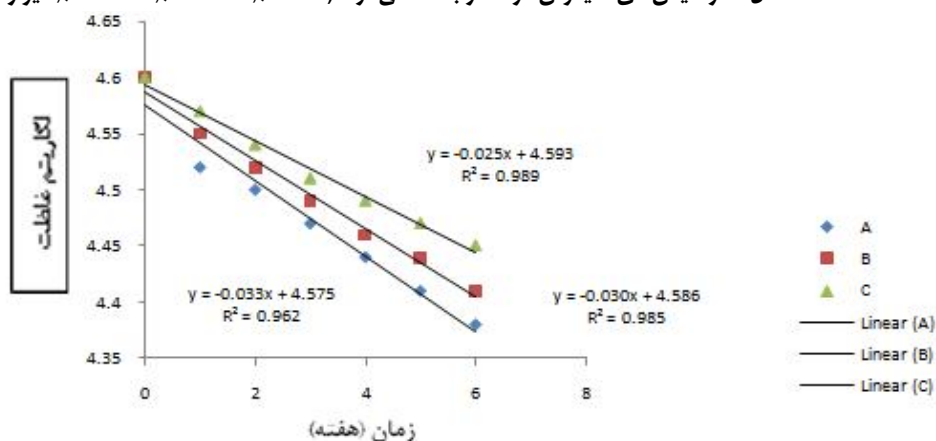
رهایش و نیمه عمر

لگاریتم غلظت بر حسب زمان) خطی و نزولی هستند که بیانگر پیروی میزان افت منتول و دی‌لیمونن از مکانیزم واکنش درجه اول با ضریب تبیین از ۰/۹۶ می‌باشد.

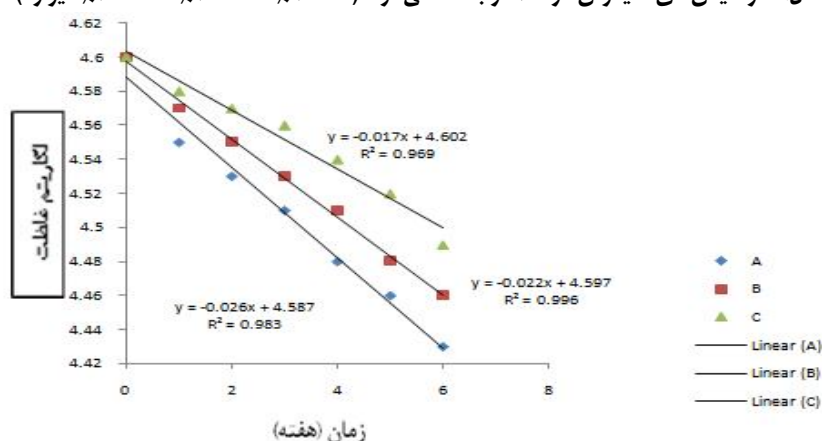
نتایج حاصل از رهایش منتول و دی‌لیمونن که از مواد موثره روغن نعناع می‌باشند نشان‌دهنده روند کاهش هریک از این ترکیبات در ماه‌های مذکور بر حسب زمان در منحنی‌های چهارگانه الف و ب آمده است. چنانچه ملاحظه می‌شود کلیه منحنی‌ها (منحنی تغییرات



شکل ۵- رهایش دی-لیمونن در ۴ درجه سانتی‌گراد (A=۱٪، B=۲۰٪، C=۳۰٪ دیواره)

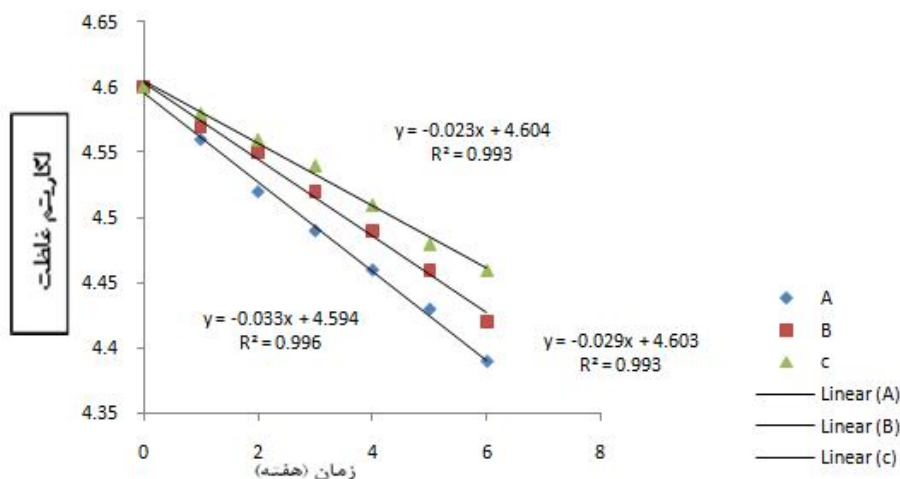


شکل ۶- رهایش دی-لیمونن در ۲۵ درجه سانتی‌گراد (A=۱٪، B=۲۰٪، C=۳۰٪ دیواره)



شکل ۷- رهایش منتول در ۴ درجه سانتی‌گراد (A=۱٪، B=۲۰٪، C=۳۰٪ دیواره)





شکل ۸- رهایش منتول در ۲۵ درجه سانتی گراد (A) = ۱٪، (B) = ۲۰٪، (C) = ۳۰٪ دیواره)

سانتی گراد بود. بنابراین کاهش دما از ۲۵ به ۴ درجه سانتی گراد، ۸۷ روز بر ماندگاری ریزکپسول افزود. افزایش زمان نیمه عمر ریزکپسول با افزایش غلظت ماده دیواره بدین سبب است که، همزمان با افزایش غلظت دیواره اندازه ریزکپسول ها افزایش یافته و میزان سطح به حجم در آنها کاهش می یابد. بنابراین میزان آزادسازی ترکیبات هسته با بزرگتر شدن اندازه ذرات ریزکپسول ها کاهش می یابد. Sootitawant و همکاران (۲۰۰۵) به نتایج مشابهی دست یافتند. آنها در ریزپوشانی لیمون با نشاسته اصلاح شده و مالتودکسترین: صمغ عربی ملاحظه نمودند که میزان رهایش در ریزکپسول های کوچکتر که حاوی درصد کمتری از مواد دیواره هستند بیش از ریزکپسول های بزرگتر بوده که حاوی مواد دیواره بیشتری هستند. که با نتایج به دست آمده از این تحقیق نیز هماهنگی دارد.

لذا با توجه به ضرایب بدست آمده برای خطوط برازش شده بر داده های آزمایش می توان چنین نتیجه گیری کرد که مدل مرتبه اول استفاده شده برای نشان دادن روند کاهش منتول و دی- لیمون از ریزکپسول ها مناسب است. بر اساس مکانیزم واکنش درجه اول، نیمه عمر منتول و دی- لیمون با توجه به ثابت سرعت (شیب) معادلات رگرسیونی بدست آمده از هر منحنی محاسبه گردید (جدول ۴). داده ها نشان داد میزان از دست رفتن منتول و لیمون به صورت قابل ملاحظه ای به غلظت مواد دیواره بستگی دارد. همچنین استفاده از غلظت های بالاتر مواد دیواره، موجب ابقای بیشتر مواد موثره و کاهش روند خروج آنها از ریزکپسول ها گردید. به طوری که میانگین نیمه عمر ریزکپسول با غلظت ۳۰٪ ماده دیواره در دمای ۴ درجه سانتی گراد به میزان ۸۷ روز بیش از ریزکپسول نگهداری شده در دمای ۲۵ درجه

جدول ۴- تأثیر غلظت ماده دیواره بر ماندگاری ریزکپسول ها در ۴ و ۲۵ درجه سانتی گراد در سطح ۹۵٪

غلظت	نیمه عمر بر حسب منتول در دمای ۴°C (روز)	نیمه عمر بر حسب منتول در دمای ۲۵°C (روز)	نیمه عمر بر حسب لیمون در دمای ۴°C (روز)	نیمه عمر بر حسب لیمون در دمای ۲۵°C (روز)
۱۰٪	۱۸۳/۷	۱۴۳	۱۷۳/۸	۱۴۴/۳
۲۰٪	۲۱۱/۸	۱۶۵/۵	۲۰۲/۹	۱۵۹/۵
۳۰٪	۲۸۳/۶	۲۰۲/۹	۲۸۸/۷	۱۹۴

#### بررسی حلالیت

روغن نعناع در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد آزمایشگاه در آب به عنوان حلال حل نگردید در حالی که کلیه نمونه های مربوط به روغن نعناع ریزپوشانی شده، در مدت ۱/۵ دقیقه به طور کامل در آب حل گردیده و کاملاً شفاف و فاقد هر گونه رسوبی بودند.

#### نتیجه گیری

نتایج بدست آمده از این تحقیق نشان داد، در ریزپوشانی روغن

نعناع به میزان ثابت ۲/۵٪ غلظت ماده دیواره بر پایداری امولسیون، راندمان ریزپوشانی و باقی ماندن منتول و دی لیمون در ریزکپسول در زمان خشک کردن و در دوره نگهداری مؤثر بودند. به طوریکه با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰٪ تا ۳۰٪، امولسیون پایدارتر و ریزکپسول های با روغن سطحی کمتر، راندمان ریزپوشانی بالاتر و نیمه عمر بیشتر بدست آمد. همچنین دمای نگهداری نیز نقش مهمی در محافظت از ترکیبات فرار داشت به طوریکه ریزکپسول های نگهداری شده در دمای ۴°C میانگین نیمه عمرشان بیش از نمونه های

نگهداری شده در ۲۵°C بود. با توجه به اینکه مالتودکسترین ترکیبی هیدروفیل و غیریونی است و صمغ عربی دارای ساختار دوگانه هیدروفیل و هیدروفوب است، از نتایج بدست آمده از این ریزپوشانی

بوئزه نیمه عمر بدست آمده برای ریزکپسول‌ها می‌توان دریافت ترکیب این دو ماده دیواره توانسته است پوشش مناسبی برای روغن نعناع ایجاد نماید.

## منابع

- صادقیان، ع. ۱۳۹۲. بررسی تأثیر برهم کنش‌های بین مولکولی بر ویژگی‌های امولسیون و ریزکپسول روغن هل. پایان نامه دوره دکتری، دانشگاه فردوسی مشهد.
- قهرمانی‌فر، ا.، محمدی‌ثانی، ع.، نجفی، م.، قهرمانی‌فر، م. ۱۳۸۹. تأثیر ویژگی‌های امولسیون بر خصوصیات پودرهای حاصل از فرآیند ریزپوشانی. مجله علمی و پژوهشی علوم و فناوری غذایی، ۲ (۲): ۴۵-۵۴.
- قهرمانی‌فر، ا.، محمدی‌ثانی، ع.، نجفی، م.، محمدی مقدم، ت. ۱۳۸۹. بررسی تأثیر پارامترهای زمان هم‌نویزاسیون و غلظت بر ویژگی‌های امولسیون‌کنندگی پروتئین آب پنیر تغلیظ شده. مجله علمی و پژوهشی علوم و فناوری غذایی، ۲ (۲): ۳۵-۴۳.
- نجفی، م.، کدخدایی، ر. ۱۳۹۰. ریزپوشانی لیمون به روش خشک‌کردن انجمادی. نشریه پژوهش‌های علوم و صنایع غذایی ایران، ۷ (۳): ۲۱۰-۲۱۷. کمیته تدوین فارماکوپه گیاهی ایران. ۱۳۸۱. فارماکوپه گیاهی ایران. چاپ اول. تهران. وزارت بهداشت درمان و آموزش پزشکی.
- Adamiec, J., Kalembe, D. 2004. Microencapsulation of peppermint oil during spray-drying. *International Drying Symposium*, B (4): 1510-1517.
- Agnihotri, N., Ravinesh, M., Chirag, G., Manu, A. 2012. Microencapsulation – A Novel Approach in Drug Delivery. *Indo Global Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2 (1): 1-20.
- Ahn, J., Kim, Y., Lee, Y., Seo, E., Lee, K., Kim, H. 2008. Optimization of microencapsulation of seed oil by responsesurface methodology. *Food chemistry*, 107 (1): 98-105.
- AOAC, 1997. Official Methods of Analysis, 16th ed. 3rd rev. *Association of Official Analytical*
- AOAC, 1990. Volatile oil in spices. In Official Methods of Analysis, 15th ed. Helrich, K., Ed.,: Arlington, VA, 1001.
- Badee, A., Amal, E., El- Kader, A., and Hanan, M. Aly. 2012. Microencapsulation Of Peppermint Oil By Spray Drying. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 6(12): 499-504.
- Baranauskienė, R., Bylaite, E., Zukauskaitė, J., and Venskutonis, P. 2007. Flavour Retention of Peppermint Essential Oil Spray-Dried in Modified Starches during Encapsulation and Storage. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55 (8): 3027-3036.
- Barbosa, M., Borsarelli, C., & Mercadante, A. 2005. Light Stability of Spray-Dried Bixin Encapsulated with Different Edible Polysaccharide Preparations. *Food Research International*, 38: 989-994.
- Chanamai, R., & McClements, D. 2001. Comparison of Gum Arabic, Modified Starch, and Whey Protein Isolate as Emulsifiers: Influence of pH, CaCl<sub>2</sub> and Temperature. *Journal of Food Science*, 67 (1): 120-125.
- Chanamai, R., & McClements, D. 2001. Depletion Flocculation of Beverage Emulsions by Gum Arabic and Modified Starch. *Journal of Food Science*, 66 (3): 457-463.
- Fernandes, L., Turatti, I., Lopes, N., Ferreira, J., Candido, R., Oliveira, W., 2008. Volatile retention and antifungal properties of spray-dried microparticles of Lippiasidoides essential oil. *Drying Technology*. 26 (12): 1534-1542.
- Frascareli, E., Silvaa, V., Tonona, R., Hubingera, M. 2012. Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. *Food and Bioproducts Processing*, 90: 413-424.
- Hogan, S., McNamee, B., O'Riordan, E., O'Sullivan, M. 2001. Emulsification and microencapsulation properties of sodium caseinate/carbohydrate blends. *International Dairy Journal*, 11 (3): 137-144.
- Jafari, S.M., He, T., Bhandari, B. 2007. Encapsulation of nanoparticles of D-limonene by spray drying: Role of emulsifiers and emulsifying techniques. *Drying Technology*, 25: 1079-1089.
- Jafari, S.M., Assadpoor, E., He, Y., Bhandari, B., 2008b. Encapsulation efficiency of food flavors and oils during spray drying. *Drying Technology*, 26 (7): 816-835.
- Kashappa Goud, H., Desai and Hyun, J. 2005. Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 23 (1): 1361-1394.
- Krishnan, S. Kshirsagar, A. Singhal, R. 2005. The use of gum arabic and modified starch in the microencapsulation of a food flavoring agent. Food and Fermentation Technology Department, Institute of chemical Technology, University of Mumbai. *Carbohydrate Polymers*, 62 (4): 309-315.
- Mohal Khan, A., Khatun, S., Hossain, M., and Rahman, M. 2012. Characterization Of The Eucalyptus (E. Globulus) Leaves Oil. *Journal of Bangladesh Chemical Society*, 25 (2): 97-100.
- Santos, A. 2003. Encapsulation of oleoresin of paprika by gum arabic and agglomeration processes with amino/gelatin:

- stabilisation and application Ph.D. *Thesis*, 1–171.
- Sibanda, W., Pillay, V., Danckwerts, M., Viljoen, A., van Vuuren, S. & Khan, R. 2004. Experimental design for the formulation and optimization of novel Cross-linked liposomes developed for in vitro site-specific release of mentha piperita oil. *AAPS Pharm Science Technology*, 5 (1): 1-14.
- Soottitantawat, A., Yoshii, H., Furuta, T., Ohgawara, M., & Linko, P. 2003. Microencapsulation by spray drying: Influence of emulsion size on the retention of volatile Compounds. *Journal of Food Science*, 68: 2256– 2262.
- Soottitantawat, A., Bigeard, F., Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M., Linko, P. 2005. Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated  $\alpha$ -limonene by spray drying. *Innovative Food Science of Emerging Technol*, 6 (1): 107–114.
- Taylor, A. 1983. Encapsulation systems and their applications in the flavor industry. *Food Flavor Ingredients Packaging and Processing*. 5 (9), 48–51.
- Teixeira, M., Andrade, L., Farina, M., & Rocha-Leao, M. 2004. Characterization of short Chain fatty acid microcapsules produced by spray drying. *Materials Science and Engineering*, 24: 653-658.
- Toure, A., Bo Lu, H., Zhang, X., Xueming, X. 2011. Microencapsulation of Ginger Oil in 18DE Maltodextrin/Whey Protein Isolate. *China Journal of Herbs, Spices & Medicinal Plants*, 17 (2): 183-195.
- Trubiano, P., & Lacourse, N. 1988. Emulsion-stabilizing starches. *flavour encapsulation*, 370: 45-54.

## Microencapsulation of Spearmint (*MenthaSpicata*) Oil using spray drying Method

S. Hosseinzadeh<sup>1</sup>, M. H. Hddad Khodaparast<sup>2</sup>, A. Bostan<sup>3\*</sup>, M. Mohebbi

Received: 2014.12.19

Accepted: 2015.07.23

**Introduction:** Flavor plays a pivotal role in consumer satisfaction and further consumption of foods. Most available aroma compounds are synthetic and most of consumers tend to avoid them as they are of the idea that the chemical flavors are toxic or detrimental to their health. Recently, the market of flavors from natural sources is shifting its focus on application rather than synthetic flavors (Badee et al, 2012). Essential oils consist of sensitive compounds against environmental effects. Microencapsulation is one of the methods which increases the stability of essential oils and flavors during storage and transportation. Different methods which may be used for microencapsulation include spray drying, spray-cooling, spray-chilling, coaservation, extrusion, fluidized bed method (KashappaGoud et al, 2003). However, spray drying method is preferred due to its high speed, high reliability, high flexibility and its being economical and the fact that it can be easily implemented in industry (KashappaGoud et al, 2003). Spray drying of essential oils requires homogenizer, spray dryer and chemical materials used for walls such as some types of emulsifiers and ingredients including maltodextrin, dried corn syrup, gum Arabic, gelatin and milk protein (Adamic&Kalemba, 2004; Badee et al, 2012). Arabic gum (acacia gum) is a biopolymer which is derived from internal sap of acacia tree. It consists of a heteropolysaccharide complex with highly ramified structure (Phisut, 2012). It is an effective emulsifier for flavor emulsions thanks to its high water solubility, low solution viscosity, good surface activity, and ability to form a protective film around emulsion droplets (Chanamai&McClements, 2001). Maltodextrins are products of starch hydrolysis, consisting of D-glucose units linked mainly by  $\alpha(1\rightarrow4)$  glycosidic bonds. They are described by their dextrose equivalence (DE) which is inversely related to their average molecular weight. The greater the DE is, the shorter the glucose chains are and the more water they absorb (Phisut, 2012).

**Materials and method:** Spearmint oil was produced by clevenger distillation from spearmint leaves (Mohal Khan et al, 2012). Malthodextrin with DE=18-20 from Xiwang Starch Co. Ltd., China, has a sweet taste and it is used in combination with emulsifiers, creates the walls and covers and causes thermal resistance and resistance to browning. Solubility in water=min 98%, moisture=4.5-6%, pH=4.5-6.5 and ash=max 0.1%. Arabic gum was prepared from Slandwide Corporation Co., Philippines, which is used as an emulsifier, stabilizer and the cover (moisture = max 10%, ash=max4% and pH =4-5). In making an emulsion, deionized double distilled water was used.

A Solution of maltodextrin/arabic gum (1:1) in ratios of 10%, 20% and 30% in deionized water were prepared at 45°C and 1200 rpm for 1h (by Stirrer IKA). The solution was kept in cool room temperature at 4°C overnight (Badee et al, 2012; Baranauskiene et al, 2007). Then, 2.5% spearmint oil was added to an aqueous and homogenized (15000 rpm for 10 min) solution with an Ultra Turrax (model T25 digital, IKA Co, Germany) (Badee et al, 2012; Baranauskiene et al, 2007; Baranauskiene&Venskutonis, 2009; Frascareli et al, 2012). Then sonification (model ,HD3200, BANDELIN Co, Germany) for 1 minute by amplitude control 100%, frequency 20 kHz at 45 °C. The emulsion was spray dried in a BUCHI B-190 spray dryer (Badee et al, 2012; Baranauskiene et al, 2007; Baranauskiene&Venskutonis, 2009) where the inlet temperature was 180 °C, outlet temperature 60°C, pump speed 10 ml/min, air flow 600 l/h and pressure 4 bar. The powder was stored at -18°C until tested.

**Results and Discussion:** The results of this research showed that during microencapsulation of spearmint oil at the fixed rate of 2.5%, wall concentration were effective in the stability of emulsions and in keeping menthol and d-limonene in microcapsule during drying and storage. By increasing wall material from 10% to 30% the most stability in emulsion was obtained and more half life and less release in microcapsules was

1 MSc. Student, Department of Food Science and Thechnology, Ferdowsi University. Mashhad. Iran.

2 and 4- Professors, Department of Food Science and Thechnology, Ferdowsi University. Mashhad. Iran.

3- Assistant Professor, Food Nanotechnology Department, Research Institute of Food Science and Technology (RIFST), Mashhad, Iran.

(\*Corresponding Author Email: a.bostan@rifst.ac.ir)

achieved. Also, temperature plays an important role in protecting the volatile components, so that the microcapsules stored at 4°C had about half life which was 80 days more than the the samples stored at 25°C.

**Key Words:** Microencapsulation, Spearmint Oil, Maltodextrin /Arabic Gum, Spray Drying.