

ریزپوشانی روغن نعناع (*Menthaspicata*) با استفاد از نشاسته اصلاح شدهستاره حسین زاده<sup>۱</sup>، محمدحسین حداد خداپرست<sup>۲</sup>، آرام بستان<sup>۳\*</sup>، محبت مجبی<sup>۴</sup>

تاریخ دریافت: ۱۳۹۴/۰۹/۱۶

تاریخ پذیرش: ۱۳۹۵/۰۱/۲۸

## چکیده

روغن برگ گیاه نعناع یکی از انواع طعم‌دهنده‌های طبیعی و غیر محلول در آب بوده که به علت دارا بودن ویژگی‌های آروماتیک خاص از اهمیت ویژه‌ای در صنایع غذایی برخوردار است. در این پژوهش ریزپوشانی روغن نعناع با هدف سهولت در مصرف، افزایش حلالیت و محافظت در برابر عوامل محیطی، به روش خشک کردن پاششی مورد بررسی قرار گرفت. به این منظور امولسیون شامل ۲/۵٪ روغن نعناع و نشاسته اصلاح شده به عنوان ماده دیواره به نسبت ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ آماده، سپس در خشک‌کن پاششی با دمای  $10 \pm 180$  درجه سانتی‌گراد خشک شد. ویژگی‌های امولسیون اولیه از جمله اندازه ذرات، ساختار، پایداری و ویژگی‌های ریزکپسول‌ها از جمله اندازه ذرات، توزیع اندازه ذره، رطوبت، حلالیت، ساختار، راندمان درون‌پوشانی و نیمه عمر مورد بررسی قرار گرفت. اندازه ذرات امولسیون بین ۱/۸ تا ۳/۳ میکرومتر بود و غلظت ماده دیواره تأثیر معنی‌داری بر اندازه ذرات داشت. تأثیر غلظت ماده دیواره بر پایداری امولسیون نیز معنی‌دار بود و با افزایش غلظت، پایداری در برابر خامه‌ای شدن افزایش یافت. اندازه کپسول‌های حاوی روغن نعناع بین ۱/۲ تا ۲/۵ میکرومتر بود. راندمان درون‌پوشانی با افزایش غلظت دیواره به شکل معنی‌داری افزایش پیدا کرد. افزایش غلظت ماده دیواره و کاهش دما به شکل معنی‌داری سبب افزایش نیمه عمر ریزکپسول‌ها شد. کلیه ریزکپسول‌ها در آب به خوبی حل شده، محلولی شفاف ایجاد نمودند.

واژه‌های کلیدی: خشک کردن پاششی، نشاسته اصلاح شده، روغن نعناع، ریزپوشانی

## مقدمه

روغن‌های معطر<sup>۵</sup> ترکیبات چربی‌دوست معطر و فرار استخراج شده از گیاهان هستند، که به عنوان طعم‌دهنده‌های خوراکی مورد استفاده قرار می‌گیرند. امروزه اکثر ترکیبات آروماتیک در صنایع غذایی از طریق سنتز شیمیایی به دست می‌آیند و بسیاری از مصرف‌کنندگان به علت شک ناشی از مضر بودن آنها از مصرف غذاهای فرآوری شده آروماتیک پرهیز می‌نمایند. امروزه در جهان مواد آروماتیک طبیعی طرفداران زیادی داشته‌و در نتیجه تولید و تجارت آن به یک ضرورت تبدیل شده است. به علت وجود ترکیبات فرار در روغن‌های گیاهی، نیاز است با یک فرمول مناسب پوشش داده شوند تا از تبخیر و

تخریب ترکیبات فرار محافظت نموده و آنها را در زمان مناسب آزاد گرداند (Badee *et al.*, 2012; Teixeira *et al.*, 2004) ریزپوشانی<sup>۶</sup> روغن‌های معطر یکی از روش‌های افزایش پایداری، سهولت در انبارش و حمل و نقل مطمئن آنها است. از بین روش‌های ریزپوشانی، خشک کردن پاششی در بسیاری از موارد برای ریزپوشانی مواد معطر در صنایع غذایی ترجیح داده شده است. چراکه به علت اقتصادی بودن، سرعت عمل بالا، اطمینان بالا و قابلیت انعطاف‌پذیری زیاد، در صنعت به سهولت قابل اجرا می‌باشد (Agnihotri *et al.*, 2012; KashappaGoud *et al.*, 2005; Taylor, 1983). 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<sup>۷</sup> است، که در اکثر نواحی ایران می‌روید. برگ‌ها بخش معطر و دارویی گیاه را تشکیل می‌دهد که دارای حداقل ۰/۷٪ (حجم/وزن) روغن معطر می‌باشد و دارای خاصیت ضد اسپاسم، ضدنفخ و ضد میکروبی بوده، در درمان ناراحتی‌های گوارشی و

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)

5Essential Oil

6 Microencapsulation

7Lamiaceae

یون‌زدایی شده دوبار تقطیر استفاده شد. سایر مواد شیمیایی مورد استفاده از درجه خلوص آزمایشگاهی برخوردار بودند.

### تهیه امولسیون روغن نعناع

نشاسته اصلاح شده به نسبت وزنی ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ در امولسیون به آب یون‌زدایی شده اضافه گردید. فاز آبی برای انجام هیدراتاسیون کامل به مدت یک شب<sup>۱</sup> در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد. فاز آبی را به دمای محیط رسانده، روغن نعناع را به کلیه نمونه‌ها با نسبت وزنی ۲/۵٪ افزوده شد. سپس امولسیون فوق توسط همگن‌ساز اولتراتراکس (مدل T50، شرکت IKA، آلمان) 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 درصد و فرکانس ۲۰ کیلوهرتز به مدت یک دقیقه در دمای ۴۵ درجه سانتی‌گراد همگن‌سازی نهایی انجام گردید. انتقال امواج فراصوت به امولسیون توسط سونوترود مدل TT13 به قطر ۱۳ میلی‌متر انجام شد (Badee *et al.*, 2012; نجفی و کدخدایی، ۱۳۹۰؛ قهرمانی فر و همکاران، ۱۳۸۹؛ Baranauskiene *et al.*, 2007).

### 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 شدند. که تا زمان انجام آزمون در ظروف پلاستیکی درب‌دار در دمای ۱۸- درجه سانتی‌گراد نگهداری شدند (صادقیان و همکاران، ۱۳۹۲).

### آزمون‌های امولسیون

#### اندازه‌گیری pH و بریکس

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

#### اندازه ذره امولسیون

اندازه ذرات امولسیون با دستگاه سنجش اندازه ذرات (مدل Analysette 22، شرکت Fritsch، آلمان) اندازه‌گیری شد (صادقیان و همکاران، ۱۳۹۲).

همچنین به‌عنوان آرام‌بخش استفاده می‌شود (کمیته تدوین فارماکوپه گیاهی ایران، ۱۳۸۱). روغن نعناع دارای مواد آروماتیک متنوعی است، که هر یک در ایجاد آرومای مطبوع روغن نعناع مؤثر می‌باشد. لیمونن، منتول، کارون و دی‌هیدروکارون به‌عنوان ترکیبات اصلی و مؤثر روغن نعناع شناخته می‌شوند (آدامیک و کالمبا، ۲۰۰۴؛ باد و همکاران، ۲۰۱۲).

Kalemba و Adamiec (۲۰۰۴) در ریزپوشانی روغن نعناع فلفل‌یه روش خشک‌کردن پاششی دریافتند، راندمان این فرآیند تحت تأثیر مقادیر مختلف مواد اولیه متفاوت بوده، اما در کلیه نسبت‌های به‌کار رفته، روغن نعناع با راندمان بالایی حفظ گردیده‌است. Baranauskiene و همکاران (۲۰۰۷) روغن نعناع فلفلی را به کمک نشاسته اصلاح‌شده در نسبت‌های مختلف به روش خشک‌کردن پاششی ریزپوشانی نمودند و نتایج نشان داد نشاسته اصلاح‌شده می‌تواند به‌تنهایی به‌عنوان یک ماده دیواره استفاده شده، تا بیش از ۵۰٪ مواد معطر را حفظ نماید. Frascareli و همکاران (۲۰۱۲) روغن قهوه را توسط صمغ عربی به روش خشک‌کردن پاششی ریزپوشانی نمودند. در این تحقیق ریزپوشانی روغن قهوه با استفاده از صمغ عربی با کل مواد جامد ۳۰-۱۰٪ بررسی گردیده‌است. بهترین حالت ریزپوشانی با ۳۰٪ مواد جامد کل است. (نجفی و کدخدایی، ۱۳۹۰) تأثیر نوع و غلظت ماده دیواره بر ریزپوشانی لیمونن را بررسی نمودند. به این منظور امولسیون روغن درآب حاوی ۱۰٪ لیمونن بر حسب ماده خشک در محلول‌های آبی حاوی ۲، ۵ و ۱۰٪ کازئینات سدیم و نشاسته اصلاح‌شده با کمک امواج فراصوت تهیه شد و اثر نوع و غلظت ماده دیواره بر خصوصیات ریزکپسول‌های حاصل مورد سنجش قرار گرفت. در این پژوهش با هدف سهولت در مصرف، افزایش حلالیت و محافظت در برابر عوامل محیطی ریزپوشانی روغن نعناع با روش خشک‌کردن پاششی با ماده دیواره نشاسته اصلاح‌شده انجام شد، ویژگی‌های امولسیون اولیه بررسی و تأثیر غلظت‌های مختلف ماده دیواره بر میزان روغن سطحی، درصد روغن کپسول شده، راندمان ریزپوشانی، نیمه‌عمر و قابلیت حل شدن پودر حاصل در آب بررسی شد.

### مواد و روش‌ها

#### مواد شیمیایی

روغن برگ نعناع به روش تقطیر با آب توسط کلونجر تهیه شد (Mohal khan *et al.*, 2012). نشاسته اصلاح شده مناسب برای فرآیند خشک‌کردن پاششی (HiCap100) از کمپانی National Starch & Chemical Limited انگلستان تهیه شد. استاندارد منتول و دی‌لیمونن با درصد خلوص به ترتیب ۹۸ و ۹۹ درصد از شرکت سیگما آلدریخ تهیه گردید. برای تهیه محلول‌ها از آب

1Over night

2Amplitude Control

$$\%OilRetention = \frac{TotalOil}{InitialOil} \quad (۵)$$

### اندازه ذره

اندازه ذره میکروکپسول با دستگاه سنجش اندازه ذرات (مدل 22 Analysette، شرکت Fritsch، آلمان) مورد سنجش قرار گرفت.

### تعیین میزان منتول و دی-لیمون سطحی

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

### تعیین میزان منتول و دی-لیمون داخلی

برای تعیین میزان منتول و دی-لیمون باقی مانده در ریزکپسول، از پودر حاصل از شستشو با هگزان که بر روی کاغذ صافی باقی مانده بود استفاده گردید. ۱ گرم از پودر به ۲۰ میلی لیتر آب دیونیزه داخل لوله درب پیچدار منتقل گردید و به مدت ۱ دقیقه با شیکر مخصوص لوله همزده شد. سپس به نمونه هگزان اضافه گردید و به مدت ۲۰ دقیقه داخل حمام آبی با دمای ۴۵ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد. در طول این مدت همزدن بطور 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 گردید (Sootitawat et al., 2003; Sibanda et al., 2004).

### راندمان ریزپوشانی

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

### عکس برداری میکروسکوپی

امولسیون آماده به کمک میکروسکوپ (مدل LX400 ساخت شرکت LABOMED آمریکا) مشاهده گردید، که ریزکپسول‌های تشکیل شده بخوبی قابل مشاهده بودند (صادقیان و همکاران، ۱۳۹۲).

### آزمون خامه‌ای شدن

۱۵ میلی لیتر از امولسیون داخل شیشه مک‌کارتی ریخته شد و به مدت ۶ هفته در دمای ۴ درجه 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).

$$Creaming = \frac{Lenghtofcream(mm)}{Totallenghtofemulsion(mm)} \quad (۱)$$

### آزمون‌های ریزکپسول

#### درصد رطوبت

از طریق وزن‌سنجی تحت خلأ انجام شد. ۱ گرم از پودر ریزپوشانی شده در آن با دمای ۱+۷۰ درجه سانتی‌گراد و خلأ ۱ بار به مدت ۶ ساعت به وزن ثابت رسید (AOAC, 1997).

$$\%Moisture\ Content = \frac{Wet(gr)}{Encapsuled\ Mass\ Powder(gr)} \times 100 \quad (۲)$$

#### 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 میلی لیتر در دانسیته روغن نعناع که معادل ۰/۹۲۵۳ گرم/میلی لیتر می‌باشد محاسبه گردید، که معادل جرم روغن کل بر حسب گرم می‌باشد (AOAC, 1990).

$$\%TotalOilContent = (OilVolume \times OilDensity) \times 10 \quad (۳)$$

#### درصد جرمی روغن سطحی

۵ گرم ریزکپسول توسط ۲۰ میلی لیتر دی‌اتیل اتر شستشو گردید. حلال در ۲۵ درجه سانتی‌گراد توسط روتاری تیخیر گردید. میزان روغن سطحی از طریق اختلاط وزن محاسبه شد (Trubiano & Lacourse, 1988).

$$\%SurfaceOil = OilMass(gr) \times 20 \quad (۴)$$

#### درصد جرمی روغن کپسول شده

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

## نتایج و بحث

$$EF = \frac{\text{MentholorLimoneneinMicrocapsul(ppm)}}{\text{MentholorLimoneneinEmulsion(ppm)}} \quad (۶)$$

## بررسی خصوصیات امولسیون

## تأثیر غلظت ماده دیواره بر اندازه ذره

تأثیر غلظت ماده دیواره بر اندازه ذرات امولسیون در جدول ۱ آمده است. نتایج نشان می‌دهد با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ اندازه ذرات در امولسیون نشاسته اصلاح شده (MS) از ۳/۳ به ۱/۸ میکرومتر کاهش یافت. به عبارت دیگر افزایش غلظت ماده دیواره سبب کاهش اندازه قطرات امولسیون شده است. نتایج تجزیه واریانس تغییرات غلظت دیواره بر قطر متوسط ذرات معنی‌دار بود ( $P < 0.05$ ). بطوریکه با افزایش غلظت مواد دیواره و بریکس در امولسیون اندازه ذرات کوچکتر می‌شود، که علت آن تشکیل امولسیون پایدارتر در غلظت‌های بالاتر مواد دیواره می‌باشد. افزایش مواد امولسیون کننده سبب می‌شود با حداکثر توانایی، محافظت از قطرات در برابر تجمع و بهم چسبیدن را در طی فرآیند ریزپوشانی اعمال نماید (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 درصد برای ریزپوشانی لیمون بکار رفتند در امولسیون ۱۰ درصد کازئینات سدیم و امولسیون ۱۰ درصد نشاسته اصلاح شده اندازه قطرات کوچکتری را گزارش نموده اند.

## توزیع اندازه ذرات

تصویر ۱ منحنی توزیع اندازه ذرات امولسیون‌ها را نشان می‌دهد، که همگی تک قله‌ای هستند و نشان‌دهنده یکنواختی توزیع اندازه ذرات در تمامی نمونه‌هاست. اما کشیدگی آنها با یکدیگر تفاوت دارد. با افزایش غلظت مواد دیواره تمایل به کاهش اندازه ذرات افزایش یافته، دارای تغییرات کمتری هستند. بطوریکه امولسیون تهیه شده از دیواره با غلظت ۳۰ درصد دارای توزیع محدودتر، باریک‌تر و کشیده‌تر از جهت طولی است. هرچه پهنای منحنی کمتر باشد، دامنه تغییرات قطر ذرات امولسیون کمتر و نزدیکی اندازه آنها به یکدیگر بیشتر است. این ویژگی از شاخص‌های حائز اهمیت در تعیین پایداری امولسیون محسوب می‌شود (صادقیان و همکاران ۱۳۹۲). لذا امولسیون با غلظت ۳۰ درصد ماده دیواره دارای پایداری بیشتری از سایر امولسیون‌های تهیه شده می‌باشند. کدخدایی و نجفی (۱۳۹۰) در امولسیون لیمون تثبیت شده با کازئینات سدیم با افزایش ماده دیواره به ذرات امولسیون با اندازه قطر کوچکتر و منحنی توزیع اندازه ذرات باریک‌تر و تیزتر نسبت به امولسیون‌های با درصد مواد دیواره کمتر دست یافتند.

## بررسی رهایش منتول و دی‌لیمون و تعیین نیمه عمر

رهایش منتول و دی‌لیمون در دماهای ۲۵ و ۴ درجه سانتی‌گراد مورد بررسی قرار گرفت. برای ایجاد شرایط فوق نمونه‌ها در آن ۲۵ و انکوباتور ۴ درجه سانتی‌گراد نگهداری گردیدند. سپس به مدت ۶ هفته و هفته‌ای یک بار میزان منتول و دی‌لیمون سطحی و داخلی ریزکپسول‌ها اندازه‌گیری شد. سپس منحنی نیمه لگاریتمی درصد منتول و لیمون به شکل جداگانه در دمای ۲۵ و ۴ درجه سانتی‌گراد بر حسب زمان نگهداری ترسیم گردید و با محاسبه شیب هر نمودار (k) زمان نیمه عمر ( $t_{1/2}$ ) هر یک از نمونه‌ها محاسبه شد. لازم به یادآوری است که زمان نیمه‌عمر عبارت از زمان لازم برای کاهش ماده ریزپوشانی شده به میزان ۵۰ درصد اولیه می‌باشد که برای محاسبه آن از فرمول ذیل استفاده شد (Krishnan *et al.*, 2005) (قه‌رمانی فر و همکاران، ۱۳۸۹).

$$t_{1/2} = 0.693/K \quad (۷)$$

## عکس برداری SEM با میکروسکوپ الکترونی روبشی

بمنظور مشاهده ساختار میکروسکوپی ریزکپسول‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی (مدل S360، شرکت OXFORD، انگلستان) استفاده شد.

## بررسی حلالیت

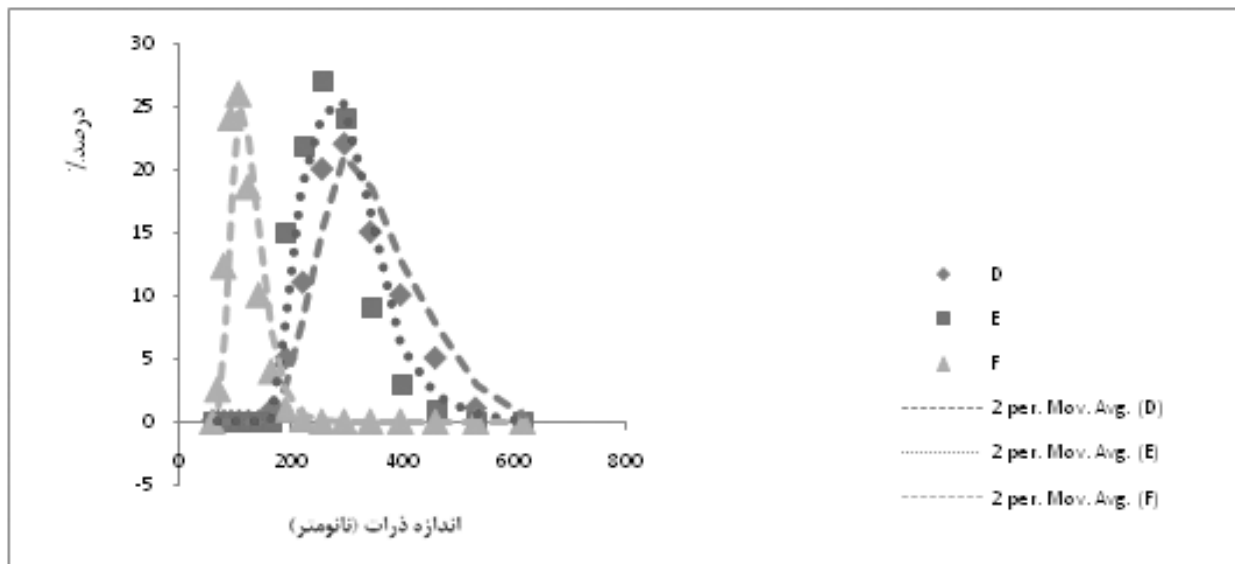
برای حلالیت ریزکپسول‌ها یک محلول ۰/۴ درصد وزنی / حجمی با آب مقطر تهیه شد. زمان انحلال کامل پودر از ۵ دقیقه نباید بیشتر باشد. سپس محلول‌ها از لحاظ تشکیل رسوب، رویه بستن، رنگ و شفافیت مورد بررسی قرار گرفت (Santos, 2003; Barbosa *et al.*, 2005).

## تجزیه و تحلیل آماری داده‌ها

داده‌های بدست آمده از 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 froni در سطح ۹۵ درصد استفاده شد.

جدول ۱- تأثیر غلظت دیواره بر اندازه متوسط قطرات امولسیون

Z-Average( $\mu\text{m}$ )	pH	بریکس امولسیون	غلظت ماده دیواره	ماده دیواره
<sup>a</sup> ۳/۳۱۲۰۰ ± ۰/۲۱۴۱۱۲	<sup>a</sup> ۴/۳۵ ± ۰/۱۵۹۴۷۸	۱۴/۵۹ ± ۰/۸۱۰۹۵	%۱۰	
<sup>b</sup> ۲/۱۰۰۶۷ ± ۰/۴۲۱۹۱	<sup>a</sup> ۴/۲۶ ± ۰/۰۳۰۴۲۶۶	۲۲/۷۷ ± ۰/۰۶۰۸۳	%۲۰	MS
<sup>c</sup> ۱/۸۱۲۳۳ ± ۰/۰۷۰۴۸۰	<sup>a</sup> ۴/۲۲ ± ۰/۰۳۴۳۳۳۳	۳۵/۸۹ ± ۱/۷۷۵۲۰	%۳۰	



شکل ۱- منحنی توزیع اندازه قطرات امولسیون (D=۱%، E=۲%، F=۳% دیواره)

می‌توان به اثر ناشی از ایجاد اتصال بین قطرات در غلظت‌های پایین امولسیفایر نسبت داد. افزایش پایداری در اثر اضافه شدن مواد دیواره سبب افزایش گرانشی فاز آبی امولسیون گردیده، با توجه به قانون استوکس با افزایش گرانشی، حرکت قطرات به سمت بالا کند شده، سرعت رویه بستن امولسیون کاهش می‌یابد (Chanamai & McClements, 2001).

#### بررسی خصوصیات ریزکپسول اندازه ذرات ریزکپسول‌ها

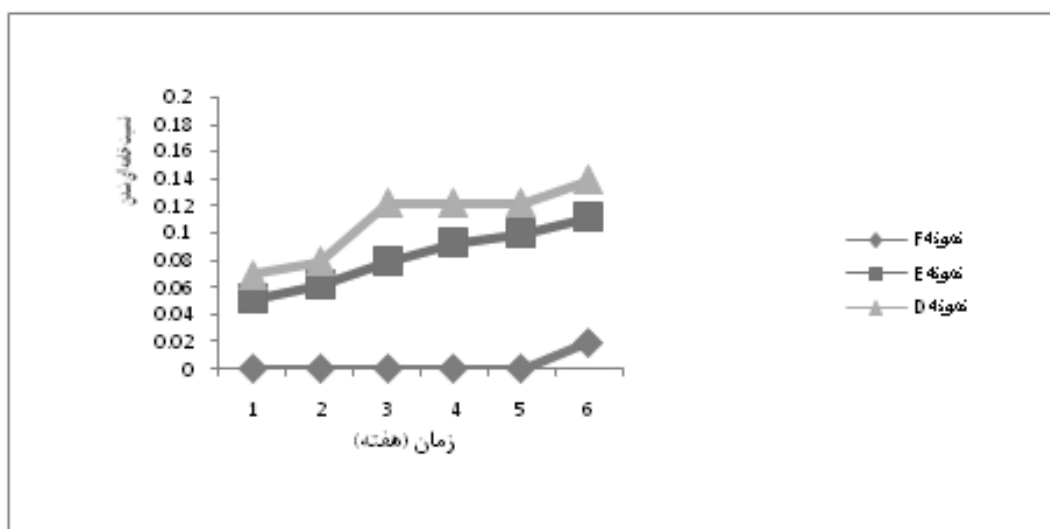
با ریزیوشانی روغن نعناع با غلظت‌های مختلف نشاسته اصلاح شده، ذرات کروی با سطح ناصاف حاصل شد (شکل ۶). توجه به جدول ۲ که در آن مقادیر اندازه ذرات ریزکپسول بر حسب درصد ماده دیواره قید شده است، می‌توان مشاهده نمود با افزایش غلظت دیواره از ۱۰ تا ۳۰ درصد اندازه ریزکپسول‌ها افزایش یافته است. با توجه به نتایج بدست آمده تاکنون می‌توان نتیجه گرفت، هرچه 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 ریزکپسول ارتباط معنی‌داری وجود دارد ( $P < 0.05$ ).

قهرمانی‌فر و همکاران (۱۳۸۹ب) در بررسی اثر هموژنیزاسیون بر ویژگی‌های امولسیون تهیه شده با پروتئین آب پنیر، به این نتیجه رسیدند که با کاهش اندازه ذرات امولسیون ظرفیت اتصال آب به قسمت‌های هیدروفیل اسیدهای آمینه پروتئین‌های آب پنیر افزایش یافته، 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 گردیده است.

#### تأثیر غلظت ماده دیواره بر میزان خامه‌ای شدن

همان‌طور که در شکل ۲ نشان داده شده است، امولسیون تهیه شده با ۳۰ درصد ماده دیواره تا ۵ هفته کاملاً یکنواخت باقی‌ماند و پس از آن شروع به دوفاز شدن و تشکیل لایه مرزی نمود. تجزیه واریانس روند خامه‌ای شدن امولسیون در طی ۶ هفته نشان داد، تأثیر غلظت دیواره بر پایداری در برابر خامه‌ای شدن معنی‌دار است ( $P < 0.05$ ). با افزایش غلظت، پایداری در برابر خامه‌ای شدن افزایش یافت. عدم پایداری امولسیون‌ها در غلظت‌های پایین‌تر مواد دیواره را

<sup>1</sup>Polydispersity Index (PDI)



شکل ۲- روند خامه‌ای شدن امولسیون‌ها (D=۱۰٪ دیواره، E=۲۰٪ دیواره، F=۳۰٪ دیواره)



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی امولسیون‌ها (D=۱۰٪ دیواره، E=۲۰٪ دیواره، F=۳۰٪ دیواره)

روغن سویا با کازئینات سدیم و مالتودکسترین نیز مشاهده گردید. به طوری که با افزایش غلظت ماده جامد از ۱۰ به ۴۰ درصد اندازه ذره پودر افزایش یافت. این تحقیق توسط اتمایزرهایی که قطر خروجی آنها با هم متفاوت بود تکرار گردید و در تمام موارد نتیجه فوق بدست آمد. Baranauskiene و همکاران (۲۰۰۷) در تولید میکروکپسول‌های نعنای فلفلی به ذراتی با دامنه اندازه ذرات ۱۱/۴ تا ۱۳۷/۶ میکرومتر دست یافتند و مشاهده کردند که نوع دیواره تأثیر معنی‌داری بر اندازه ذرات خواهد داشت.

تحلیل‌های آماری حاکی از آن است که افزایش غلظت ماده دیواره تا ۲۰ درصد بر افزایش اندازه ریزکپسول به یک میزان تأثیرگذار است، اما از ۲۰ تا ۳۰ درصد این افزایش متفاوت است. هرچه غلظت دیواره افزایش می‌یابد، اتمایزر ذرات را در اندازه بزرگتری خارج نموده، اندازه ریزکپسول نهایی بزرگتر می‌شود. (Frascareli *et al.*, 2012) مشاهده نمودند با افزایش غلظت ماده دیواره اندازه ذره پودر بزرگتر می‌شود و هرچه درصد روغن افزایش یابد اندازه ذره پودر کوچکتر می‌گردد. این نتیجه توسط Hogan و همکاران (۲۰۰۱) در ریزپوشانی

جدول ۲- تأثیر نوع و غلظت دیواره بر اندازه ذره ریزکپسول و راندمان ریزپوشانی

ماده دیواره	غلظت	Z-Average ( $\mu\text{m}$ )	راندمان ریزپوشانی بر حسب منتول %	راندمان ریزپوشانی بر حسب لیمونن %	میانگین راندمان ریزپوشانی %
۱۰٪		$^{b}1122667 \pm 0.1393224$	$^{c}52/60$	$^{c}50/70$	$^{c}51/65$
MS	۲۰٪	$^{b}1167667 \pm 0.066916$	$^{b}74/5$	$^{b}73/80$	$^{b}74/15$
	۳۰٪	$^{a}2/55000 \pm 0.3614322$	$^{a}91/7$	$^{c}90/60$	$^{a}91/15$

می‌دهد با افزایش درصد دیواره از ۱۰ به ۳۰ درصد راندمان ریزپوشانی افزایش یافت. آنالیز واریانس راندمان ریزپوشانی برحسب منتول و لیمونن نشان می‌دهد، با افزایش غلظت دیواره این راندمان به شکل

### راندمان ریزپوشانی

بررسی جدول ۲ که در آن راندمان ریزپوشانی بر حسب دو ماده از روغن نعنای شامل منتول و دی-لیمونن گزارش شده است، نشان

گزارش شده است. بطوریکه ملاحظه می‌گردد، کمترین رطوبت مربوط به پودر با ۳۰ درصد ماده دیواره و بیشترین رطوبت مربوط به پودر با ۱۰ درصد ماده دیواره است. با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰ به ۳۰ درصد رطوبت در ریزکپسول تهیه شده از ۱/۷۳ به ۰/۸۹ کاهش یافت. به بیان دیگر بین درصد ماده دیواره و رطوبت ریزکپسول حاصل رابطه معکوس مشاهده می‌شود. آنالیز واریانس میزان رطوبت ریزکپسول‌ها نشان می‌دهد، بین افزایش غلظت ماده دیواره با کاهش میزان رطوبت ریزکپسول‌ها ارتباط معنی‌داری وجود دارد ( $P < 0.05$ ). افزایش غلظت دیواره سبب کاهش آب در دسترس جهت تبخیرگردیده، در نتیجه رطوبت در ریزکپسول کاهش می‌یابد. Frascareli و همکاران (۲۰۱۲) در ریزپوشانی روغن قهوه با صمغ عربی مشاهده نمودند، با افزایش ماده دیواره از ۲۰ درصد به بالا میزان رطوبت ریزکپسول کاهش می‌یابد همچنین Fernandes و همکاران (۲۰۰۸) در ریزپوشانی روغن گونه‌ای از گیاه به لیمو به نتیجه مشابهی دست یافتند.

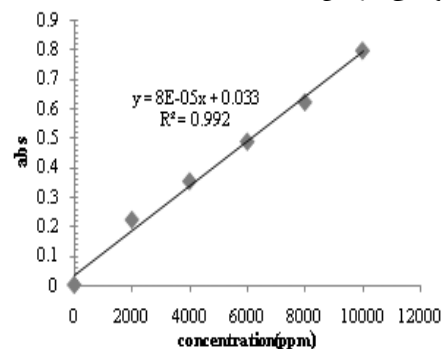
#### درصد جرمی روغن سطحی

روغن سطحی که پس از ریزپوشانی در سطح ریزکپسول باقی می‌ماند به راحتی اکسید شده، منجر به تولید ترکیبات نامطلوبی می‌گردد و مقدار آن در افزایش ماندگاری ریزکپسول اهمیت زیادی دارد. بطوری‌که هر چه مقدار روغن سطحی کمتر باشد ریزکپسول حاصل از کیفیت بالاتری برخوردار است. همان‌طور که نتایج مربوط به اندازه‌گیری روغن سطحی در جدول ۳ نشان می‌دهد با افزایش درصد ماده دیواره از ۱۰ به ۳۰ درصد مقدار روغن سطحی در ریزکپسول از ۰/۲۴ به ۰/۰۱ کاهش می‌یابد. پس با افزایش ماده دیواره، روغن سطحی روند کاهشی دارد. آنالیز واریانس روغن سطحی نشان می‌دهد، با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰ به ۳۰ درصد میزان روغن سطحی به شکل معنی‌داری ( $P < 0.05$ ) کاهش یافت.

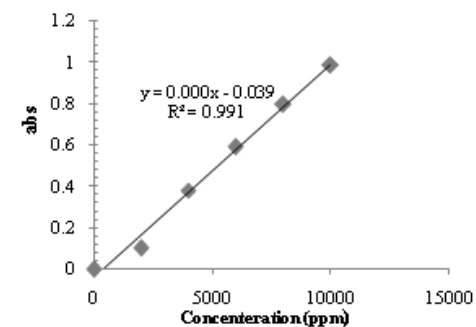
Sootitawat و همکاران (۲۰۰۵) در ریزپوشانی لیمون با مواد دیواره مختلف شامل صمغ عربی، مالتودکسترین، صمغ عربی و نشاسته اصلاح شده با خشک‌کن پاششی به نتایج مشابهی رسیدند. آنها بیان نمودند با کاهش اندازه ذرات امولسیون، روغن سطحی در ریزکپسول‌ها کاهش می‌یابد. در حالی که هر چه اندازه ذرات امولسیون بزرگتر شود به علت تخریب و شکسته شدن آسان‌تر آنها در اتمایزر روغن سطحی در ریزکپسول‌ها افزایش می‌یابد. قهرمانی فر و همکاران (۱۳۸۹) در ریزپوشانی لیمون با پروتئین آب‌پنیر به این نتیجه رسیدند که با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰ به ۳۰ درصد روغن سطحی از ۳/۸۵ به ۱/۶۱ درصد کاهش یافت، که علت این امر را ناشی از افزایش پایداری امولسیون و جلوگیری از خرد شدن ذرات و آزاد شدن ترکیبات فرار هسته در طول اتمیزاسیون توسط خشک‌کن پاششی عنوان نموده‌اند. Baranauskiene و همکاران (۲۰۰۷) درصد

معنی‌داری افزایش می‌یابد ( $P < 0.05$ ). جهت تعیین راندمان ریزپوشانی برحسب متول و لیمون سطحی از منحنی استاندارد آن‌ها (منحنی ۴ و ۵) و معادله رگرسیونی مربوطه استفاده شد. با افزایش غلظت ماده دیواره انتشار روغن به سطح خشک دشوارتر انجام شده، راندمان ریزپوشانی افزایش می‌یابد. همچنین در امولسیون با ذرات بزرگتر، هنگام اسپری شدن توسط اتمایزر، ذرات خرد شده، مقداری از مواد هسته آزاد می‌گردد که سبب کاهش راندمان می‌شود، در حالیکه 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 (Sootitawat *et al.*, 2003).

Frascareli و همکاران (۲۰۱۲) مشاهده نمودند هر چه غلظت صمغ عربی افزایش یافت راندمان ریزپوشانی روغن قهوه زیادتر گردید. همچنین نتیجه گرفتند دو عامل اصلی در تعیین راندمان ریزپوشانی اندازه قطرات امولسیون و غلظت مواد دیواره‌است. نتایج مشابهی توسط Ahn و همکاران (۲۰۰۸) 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.



شکل ۴- منحنی استاندارد جذب بر حسب غلظت متول



شکل ۵. منحنی استاندارد جذب بر حسب غلظت لیمون

#### رطوبت

در جدول ۳ نتایج مربوط به اندازه‌گیری رطوبت ریزکپسول‌ها

روغن سطحی در ریزپوشانی روغن نعناع فلفلی را بین ۰/۱ تا ۰/۳ درصد گزارش کردند.

جدول ۳- تأثیر نوع و غلظت دیواره بر رطوبت، روغن سطحی و روغن کپسول شده

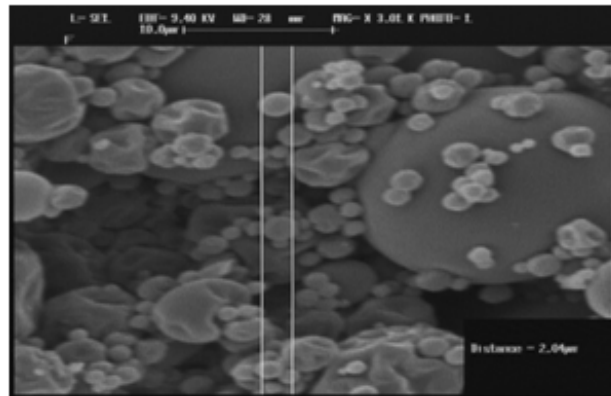
ماده دیواره	غلظت	رطوبت %	روغن تام %	روغن سطحی %	روغن کپسول شده %
	%۱۰	$1/73000 \pm 0/069282$	$14/7133 \pm 1/18429$	$0/24000 \pm 0/020000$	$58/8534 \pm 4/37694$
MS	%۲۰	$1/29667 \pm 0/088380$	$9/8877 \pm 0/12127$	$0/106667 \pm 0/066667$	$79/1000 \pm 0/97015$
	%۳۰	$0/89000 \pm 0/080208$	$7/8900 \pm 0/22855$	$0/10000 \pm 0/000000$	$94/7100 \pm 2/74255$

### درصد جرمی روغن کپسول شده

همکاران (۲۰۱۲) 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 درصد) است و کمترین روغن کپسول شده مربوط به کمترین غلظت از مواد دیواره (۱۰ درصد) می‌باشد. Bhandari و همکاران (۱۹۹۲) در ریز پوشانی روغن سویا با صمغ عربی به همین نتایج دست یافتند. آنها مشاهده نمودند که با افزایش مواد دیواره از ۱۰ به ۳۰ درصد میزان روغن کپسول شده افزایش یافت.

از سوی دیگر تصور می‌شود ابعاد مولکولی بیوپلیمرهای مورد استفاده به‌عنوان ماده دیواره نقش مهمی در از دست رفتن روغن نعناع داشته باشند. زیرا بطور مستقیم بر انتشار مولکولی ترکیبات به داخل پوسته اطراف ریزکپسول‌ها و جابجایی آنها به سطح تأثیر می‌گذارند (Soottitawat et al., 2003).

نتایج اندازه‌گیری درصد جرمی روغن کپسول شده که در جدول ۳ بیان گردیده، نشان می‌دهد با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰ به ۳۰ درصد، میزان روغن کپسول شده افزایش یافت و این افزایش از ۵۸/۸۵ تا ۹۴/۷۱ درصد بود. نتایج فوق را می‌توان به خواص امولسیون نسبت داد. هرچه در امولسیون غلظت مواد دیواره بالاتر باشد، به زمان کوتاه‌تری 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 می‌دهد، که بین میزان روغن کپسول شده، با غلظت و نوع دیواره رابطه معنی‌داری برقرار است ( $P < 0/05$ ). هرچه غلظت دیواره کمتر باشد، تولید امولسیون با ذرات بزرگتر نموده، در زمان خشک شدن مقدار روغن سطحی افزایش می‌یابد. در این شرایط میزان تبخیر روغن از سطح افزایش یافته، از مقدار روغن کل کسر می‌گردد و میزان روغن کپسول شده کاهش می‌یابد. Frascireli و



شکل ۶- تصاویر بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی.

### رهایش و نیمه عمر

بین ۰ و ۱ می‌باشد. اما برای آنکه مدلی از اعتبار و دقت لازم برخوردار باشد، لازم است ضریب تبیین آن از ۰/۸ بزرگتر باشد (نجفی و کدخدایی، ۱۳۹۰). لذا با توجه به ضرایب بدست آمده برای خطوط برازش شده بر داده‌های آزمایش می‌توان چنین نتیجه‌گیری کرد که مدل خطی استفاده شده برای نشان دادن روند کاهش منتول و دی-لیمونن از ریزکپسول‌ها مناسب است. بر اساس مکانیزم واکنش درجه اول، نیمه عمر منتول و دی-لیمونن با توجه به ثابت (شیب) معادلات رگرسیونی بدست آمده از هر منحنی محاسبه

رهایش منتول و دی-لیمونن که از مواد مؤثره روغن نعناع می‌باشند، در دماهای ۴ و ۲۵ درجه سانتی‌گراد طی ۶ هفته (۴۲ روز) بررسی شد. روند کاهش هر یک از این ترکیبات در دماهای مذکور بر حسب زمان در شکل‌های ۷ تا ۱۰ آمده است. چنانچه ملاحظه می‌شود کلیه منحنی‌ها خطی و نزولی هستند، که بیانگر پیروی میزان افت منتول و دی‌لیمونن از مکانیزم واکنش درجه اول با ضریب تبیین از ۰/۹۴ می‌باشد. همواره مقدار عددی ضریب تبیین



(۲۰۰۵) به نتایج مشابهی دست یافتند. آنها در ریزپوشانی لیمون با نشاسته اصلاح شده و مالتودکسترین: صمغ عربی ملاحظه نمودند که میزان رهایش در ریزکپسول‌های کوچکتر که حاوی درصد کمتری از مواد دیواره هستند، بیش از ریزکپسول‌های بزرگتر بوده که حاوی مواد دیواره بیشتری هستند که با نتایج به دست آمده از این تحقیق نیز هماهنگی دارد.

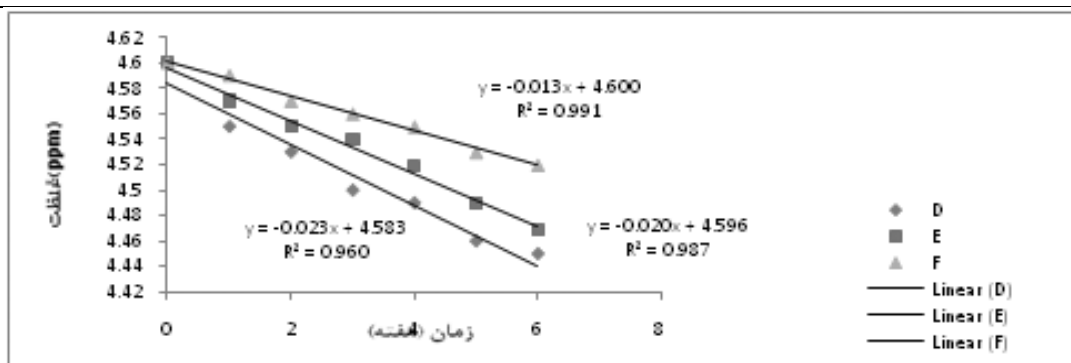
#### بررسی حالیت

روغن نعناع در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد آزمایشگاه در آب به‌عنوان حلال حل نشد، در حالیکه کلیه نمونه‌های مربوط به روغن نعناع ریزپوشانی شده در مدت ۱/۵ دقیقه بطور کامل در آب حل گردیده، کاملاً شفاف و فاقد هرگونه رسوبی بود.

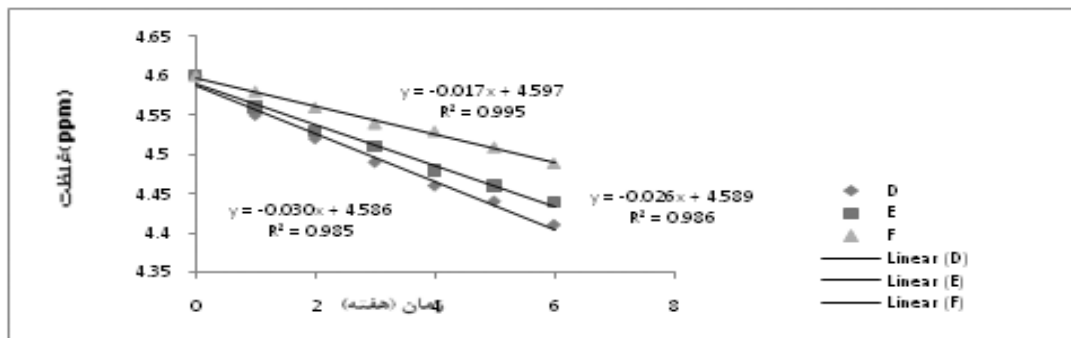
می‌گردد (جدول ۴). داده‌ها نشان می‌دهد میزان از دست رفتن منتول و دی-لیمون به‌صورت قابل ملاحظه‌ای به غلظت مواد دیواره بستگی دارد. همچنین استفاده از غلظت‌های بالاتر مواد دیواره، موجب ابقای بیشتر مواد موثره و کاهش روند خروج آنها از ریزکپسول شده است. به‌طوری‌که میانگین نیمه‌عمر ریزکپسول با ۳۰٪ ماده دیواره در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد به اندازه ۴۲ روز بیش از ریزکپسول نگهداری شده در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد بود. بنابراین کاهش دما از ۲۵ به ۴ درجه سانتی‌گراد ۴۲ روز بر ماندگاری ریزکپسول می‌افزاید. افزایش زمان نیمه‌عمر ریزکپسول با افزایش غلظت ماده دیواره بدین سبب است که، همزمان با افزایش غلظت دیواره اندازه ریزکپسول‌ها افزایش یافته، میزان سطح به حجم در آنها کاهش می‌یابد. بنابراین میزان آزادسازی ترکیبات هسته با بزرگتر شدن اندازه ذرات پودر کاهش می‌یابد. Sootitawat و همکاران

جدول ۴- تأثیر غلظت ماده دیواره بر ماندگاری ریزکپسول‌ها در ۴ و ۲۵ درجه سانتی‌گراد

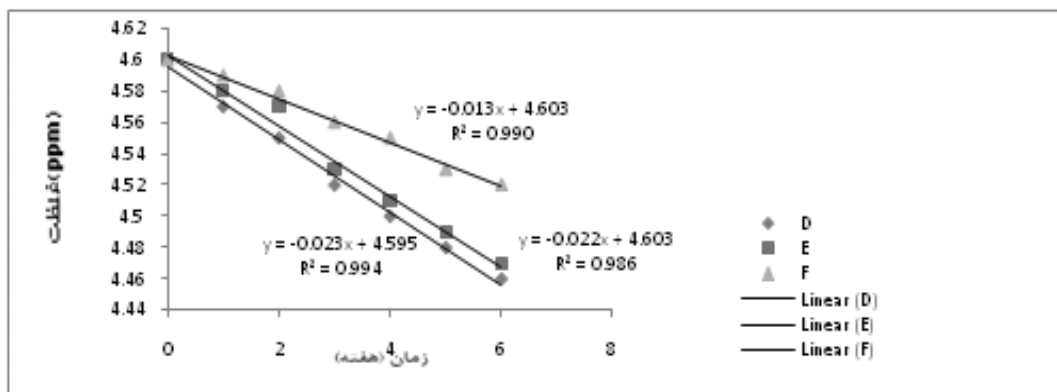
نیمه عمر بر حسب لیمون در دمای ۲۵°C (روز)	نیمه عمر بر حسب لیمون در دمای ۴°C (روز)	نیمه عمر بر حسب منتول در دمای ۲۵°C (روز)	نیمه عمر بر حسب منتول در دمای ۴°C (روز)	غلظت	ماده دیواره
۷۹/۵	۱۰۰/۵	۸۱	۱۰۳/۵	٪۱۰	
۹۱/۵	۱۱۷	۹۳	۱۰۷/۷	٪۲۰	MS
۱۳۵	۱۷۷	۱۳۲	۱۷۴	٪۳۰	



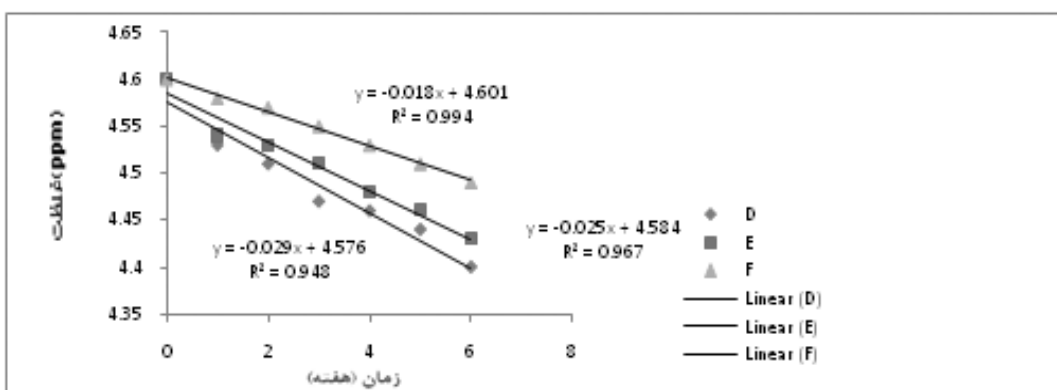
شکل ۷- منحنی رهایش دی-لیمون در ۴ درجه سانتی‌گراد (D=۱٪، E=۲۰٪، F=۳۰٪ دیواره)



شکل ۸- منحنی رهایش دی-لیمون در ۲۵ درجه سانتی‌گراد (D=۱٪، E=۲۰٪، F=۳۰٪ دیواره)



شکل ۹- منحنی رهايش منتول در ۴ درجه سانتی‌گراد (D=۱۰٪، E=۲۰٪، F=۳۰٪ دیواره)



شکل ۱۰- منحنی رهايش منتول در ۲۵ درجه سانتی‌گراد (D=۱۰٪، E=۲۰٪، F=۳۰٪ دیواره)

## نتیجه‌گیری

پایداری و ریزکپسول با روغن سطحی کمتر، راندمان ریزپوشانی بالاتر و نیمه‌عمر بیشتر بدست آمد. همچنین دما نیز نقش مهمی در محافظت از ترکیبات فرار داشت، به‌طوری‌که ریزکپسول‌های نگهداری شده در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد میانگین نیمه‌عمرشان ۴۲ روز بیش از نمونه‌های نگهداری شده در ۲۵ درجه سانتی‌گراد بود.

نتایج بدست آمده از این تحقیق نشان داد، در ریزپوشانی روغن نعناع به میزان ثابت ۲/۵ درصد، غلظت ماده دیواره بر پایداری امولسیون، راندمان ریزپوشانی و باقی ماندن منتول و دی-لیمون در ریزکپسول در زمان خشک‌کردن و در دوره نگهداری مؤثر بودند. به‌طوری‌که با افزایش غلظت ماده دیواره از ۱۰ تا ۳۰ درصد، امولسیون

## 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.، محمدی‌مقدم، ت. ۱۳۸۹. بررسی تأثیر پارامترهای زمان هموژنیزاسیون 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., Kalemba, 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. 3<sup>rd</sup> 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.
- Baranauskiene, 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.
- Bhandari, B., Dumoulin, E., Richard, H., Noleau, I., Lebert, A. 1992. Flavor encapsulation by spray drying – application to citral and linalyl acetate. *Journal of Food Science*, 57 (1): 217–221.
- 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 *Lippiasidoide*s 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., 2008. 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: stabilization 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 ilispheres developed for in vitro site-specific release of menthapiperita 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 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 d-limonene by spray drying. *Innovative Food Science of Emerging Technolog*, 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.
- Trubiano, P., & Lacourse, N. 1988. Emulsion-stabilizing starches. *flavour encapsulation*, 370: 45-54.



## Microencapsulation of Spearmint (*Mentha Spicata*) Oil By Modified Starch

S. Hosseinzadeh<sup>1</sup>, A.Bostan<sup>2\*</sup>, M. H. Hddad Khodaparast<sup>3</sup>, M. Mohebbi<sup>4</sup>

Received: 2015.12.07

Accepted: 2016.04.16

**Introduction:** Flavors play an important role in consumer satisfaction and influence further consumption of foods. Most available aroma compounds are produced via chemical synthesis or extraction. Foodstuffs containing synthetic flavor in many cases are avoided, because the consumers suspect that these compounds are toxic or harmful to their health. Recently, the market of flavors is focused in using aromatic materials arriving from natural sources to replace the use of synthetic flavors gradually (Badee, *et al.*, 2012).

Flavors are indispensable ingredients of food preparations, and usually they are in liquid form that makes their handling and incorporating into food more difficult. Furthermore, many flavor components exhibit considerable sensitivity to oxygen, light, and heat. In response to these difficulties, dried flavors have been developed.

The objective of this work was to study the influence of different wall material concentration on the emulsion and spray dried flavor powder characteristics.

**Materials&methods:** Spearmint oil was obtained by clevenger distillation method and modified starch was obtained from National Starch&Chemical Limited company (England).

Different concentration of modified starch solutions (10, 20 & 30% w/w) were prepared by dispersing the solids in deionized water and heating at 40 °C over a steam bath to facilitate solubilization. These solutions were allowed to cool to room temperature before storing at 4°C overnight. The spearmint oil (2.5 % w/w) was added to the solution and was homogenized vigorously (15000 rpm for 10 min.) with an Ultra Turrax homogenizer (T25, IKA, Germany) at ambient temperature. The emulsions were then further emulsified using Ultrasounds (20kHz, 1 min) (Jafari, *et al.*, 2007).

The obtained emulsion was spray dried in a BUCHI 190 Spray Dryer (Swiss) with an evaporation rate of 600 lit/1 hour, equipped with a pressurized nozzle operating at 4bar pressure. Feed is metered into the dryer by a peristaltic pump. Powder was collected at the bottom of dryer cyclone and kept in air tight containers at -18°C until analyzed.

The particle size of emulsion droplets and spray dried powder were determined using dynamic laser light scattering (Analysette22, Fritsch company, Germany).

Encapsulation Efficiency was defined as the percentage of Menthol and d-limonene that were entrapped inside the microcapsules to the total loaded to the emulsion. The equations were as follows:

$$\text{Encapsulation Efficiency} = \frac{\text{Menthol or Limonene in Microcapsul (ppm)}}{\text{Menthol or Limonene in Emulsion (ppm)}} \times 100\%$$

The powders were attached to SEM stubs using double adhesive tape, coated with 3-5 mA gold/palladium under vacuum, and examined with a scanning electron microscope (S360 model, Oxford, England).

**Results&discussion:** Emulsion particle size were found to be in the range of 1.8 to 3.3 μm and wall material concentration had significant effect on it (p<0.05). Increasing the wall material concentration caused decrease in emulsion droplet size. Microparticles size was between 1.2 to 2.5 μm. Increasing the wall material concentration caused increase in powder particle size. Frascareli *et al.*, 2012 & Hogan *et al.*, 2001 observed the same results in their studies. Encapsulation efficiency was significantly increased by increasing wall material concentration.

The formation of spearmint oil microcapsules was confirmed by SEM observation. The outer topography of the microcapsules was presented in Fig. 1.

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

2 and 4- Professors, Department of Food Science and Technology, 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)

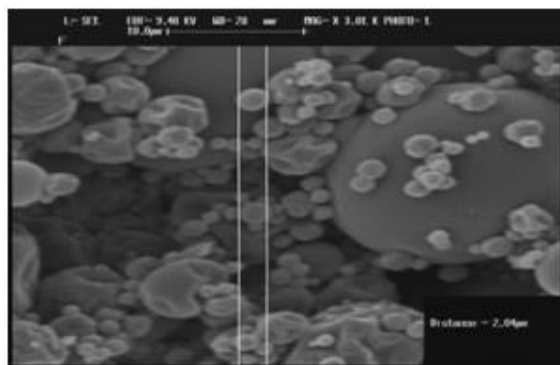


Fig1-SEM micrograph of microencapsulated spearmint oil

**Key Words:** Microencapsulation, Spearmint oil, Modified Starch, Spray Dring.