

بهینه‌سازی تولید امولسیون روغن پوست پرتقال – موسیلاژ دانه به با استفاده از RSM و بررسی پایداری پودر ریزپوشانی شده حاصل

شیمای حسینی^{۱*}، علیرضا صادقی ماهونک^۲، سید مهدی جعفری^۳، محمد قربانی^۴،

آزاده سلیمی^۵

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد دانشکده علوم و صنایع غذایی دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان

۲- دانشیار دانشکده علوم و صنایع غذایی، دانشگاه علوم و کشاورزی و منابع طبیعی گرگان

۳- دانشیار دانشکده علوم و صنایع غذایی دانشگاه کشاورزی و منابع طبیعی گرگان

۴- دانشیار دانشکده علوم و صنایع غذایی دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان

۵- استادیار گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه سمنان

(تاریخ دریافت: ۹۳/۴/۲۵ تاریخ پذیرش: ۹۳/۷/۲)

چکیده

هدف این پژوهش استفاده از روش سطح پاسخ به منظور رسیدن به امولسیون بهینه روغن پوست پرتقال، موسیلاژ دانه به (QSM¹) و مالتودکسترین (MD²)، و استفاده از این امولسیون در فرایند ریزپوشانی این روغن بود. بدین منظور و به هدف رسیدن به یک امولسیون پایدار، اثر سه متغیر مستقل شامل مقدار روغن پوست پرتقال (۲۵-۱۵٪ وزنی/وزنی)، نسبت QSM/MD (۰/۰۲-۰/۱۵) و مقدار ماده جامد (MD + QSM) (۳۵-۲۵٪ وزنی/وزنی) بر سه متغیر وابسته شامل اندازه قطرات امولسیون، اندیس کرمی شدن و ویسکوزیته بررسی شد. امولسیون بهینه بدست آمده (شامل مقدار ماده جامد ۲۵٪، QSM/MD ۰/۰۲ و مقدار روغن پوست پرتقال ۲۵٪) به روش انجمادی خشک، و به منظور بررسی پایداری آن در طول دوره نگهداری به مدت ۶ هفته در سه دما ۴، ۲۵، ۴۲ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت. نتایج بدست آمده نشان داد که خصوصیات رئولوژیکی QSM به ویژه ویسکوزیته آن بیشترین تاثیر را بر پایداری و خصوصیات امولسیون‌ها داشته و این موسیلاژ حتی در مقادیر خیلی پایین نیز قادر به تولید امولسیون‌هایی کاملاً پایدار در طول زمان است. همچنین نتایج نشان دادند که نمونه‌های ریزپوشانی شده به طور معناداری نسبت به نمونه‌های شاهد نیمه عمر و سرعت رهایش پایین‌تری داشتند.

کلید واژگان: موسیلاژ به‌دانه، روغن پوست پرتقال، ریزپوشانی، RSM.

* مسئول مکاتبات: ShimaHosseini88@yahoo.com

1. Quince Seed Mucilage
2. Maltodextrin

۱- مقدمه

طعم محصولات غذایی نقش مهمی را در میزان رضایت مصرف‌کننده و نیز میزان مصرف آن ماده توسط مصرف‌کننده ایفا می‌کند. از طرفی بسیاری از ترکیبات مولد طعم و بو در حضور نور، رطوبت، اکسیژن و دماهای بالا، فرار و از نظر شیمیایی ناپایدار هستند. از این رو امروزه روش‌های جلوگیری از تجزیه و از بین رفتن این ترکیبات در حین فرآوری و نگهداری ماده غذایی به طور چشم‌گیری مورد توجه محققان قرار گرفته است (۱). ریزپوشانی یکی از مهمترین فرایندهایی است که به منظور بهبود پایداری شیمیایی ترکیبات معطر و فرار، رهاسازی هوشمند آن‌ها به درون محصول، جلوگیری از برهم‌کنش‌های نامطلوب آن‌ها با ترکیبات غذاها و ... در صنعت غذا انجام می‌گیرد (۲). در واقع در طی ریزپوشانی مواد هسته (مانند انواع روغن‌های فرار، مواد مولد طعم و رنگ، آنزیم‌ها و ...) توسط مواد دیواره که می‌توانند انواعی از پروتئین‌ها، کربوهیدرات‌ها و یا لیپیدها باشند احاطه، و در برابر عوامل خارجی محافظت می‌شوند (۳). روغن پوست پرتقال یکی از پرکاربردترین مواد طعم‌دهنده در صنعت غذا محسوب می‌شود. این طعم‌دهنده علاوه بر این که به طور عمده در صنایع آبمیوه و نوشابه‌سازی به کار می‌رود، یک عامل ضد میکروبی نیز است. ترکیب عمده روغن پوست پرتقال، دی-لیمونین، (بیش از ۸۰٪) ماده‌ای با حساسیت بالا نسبت به تخریب اکسیداتیو است و همین امر موجب اهمیت محافظت از آن در طول فرایند و شرایط نگهداری می‌شود (۴-۷).

تهیه یک امولسیون پایدار، با ویژگی‌های مناسب مهمترین مرحله پیش از فرایند ریزپوشانی است و خصوصیتی مانند اندازه قطرات، روش‌های تولید امولسیون، خصوصیات مربوط به پایداری امولسیون (مانند اندیس کرمی شدن) و ویسکوزیته از جمله مهم‌ترین و موثرین عوامل در تهیه این امولسیون محسوب می‌شود (۳). امولسیفایرها (مانند پروتئین‌ها) و پایدارکننده‌ها (مانند صمغ‌ها) دو گروه مهم از ترکیباتی هستند که به منظور پایداری امولسیون‌ها به کار برده می‌شوند (۸).

موسیلاژ دانه به از دانه درخت *Cydonia oblonga* به دست می‌آید. این درخت عمدتاً در آسیا مرکزی رشد می‌کند و ایران مهمترین تولیدکننده دانه به در دنیا محسوب می‌شود. موسیلاژ دانه به، به سادگی و با قرار گرفتن دانه‌ها در آب گرم و حتی آب سرد از دانه خارج می‌شوند. این موسیلاژ در واقع ترکیبی از میکرو فیبریل‌های سلولزی است که در زمینه‌ای از آرایینوز و زایلوز پراکنده شده‌اند. از جمله ویژگی‌های این موسیلاژ می‌توان به توانایی تولید ویسکوزیته بالا (حتی در غلظت‌های پایین) بدون تشکیل ژل، پایداری در غلظت‌های مختلف نمک،

pH (۱۰ - ۴) و دما (۵۰ - ۱۵ درجه سانتی‌گراد)، خصوصیات پایدارکنندگی مناسب، فرایند استخراج ساده و داشتن اثرات مثبت بر سلامت انسان اشاره کرد (۹-۱۱). رسیدن به بهترین تلفیق بین عوامل موثر بر پایداری امولسیون‌ها، همواره یکی از چالش‌های محققین بوده و یکی از روش‌های رسیدن به این هدف، استفاده از طرح و روش‌های بهینه‌سازی مانند روش سطح پاسخ^۱ است. این روش، مجموعه‌ای از روش‌های ریاضی و آماری است که برای مدل‌سازی و تجزیه و تحلیل مسائلی مورد استفاده قرار می‌گیرد که در آن‌ها پاسخ موردنظر (به هدف بهینه‌سازی آن پاسخ) تحت تاثیر چندین متغیر گوناگون قرار دارد. هدف از اعمال این روش، یافتن بهترین مجموعه از سطوح عامل برای رسیدن به برخی از ویژگی‌های خاص و مورد نظر است (۱۲؛ ۱۳).

هدف از این بررسی تولید امولسیون بهینه روغن پوست پرتقال به کمک QSM با استفاده از روش سطح پاسخ و استفاده از این امولسیون در فرایند ریزپوشانی به روش خشک کردن انجمادی بود. همچنین پایداری نمونه‌های ریزپوشانی شده در طول دوره نگهداری نیز مورد بررسی قرار گرفت.

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- مواد شیمیایی

دانه‌های به و روغن پوست پرتقال به ترتیب از بازار محلی مشهد و شرکت کنساتره مرکبات رامسر خریداری شدند. همچنین مالتودکسترین (دکستروزاکی‌والان ۲۰)، سدیم آزاید و سدیم دو دسیل سولفات (SDS) به ترتیب از شرکت‌های کینهانگدانولیهو چین، سیگما امریکا، مرک آلمان تهیه گردیدند. سایر مواد شیمیایی مورد نیاز با درجه خلوص بالا از شرکت مرک خریداری شدند. برای تهیه و آماده‌سازی کلیه محلول‌ها از آب دیونیزه استفاده گردید.

۲-۲- استخراج موسیلاژ

به منظور استخراج موسیلاژ از دانه‌های به، ابتدا حدود ۱۰ گرم از دانه‌های به تمیز شده و با نسبت ۱:۲۵ با آب دیونیزه مخلوط شدند و به مدت ۲/۵ ساعت در دمای محیط باقی ماندند تا موسیلاژ کاملاً از دانه‌ها خارج شد (در این بازه زمانی هر چند دقیقه یکبار دانه‌ها در آب همزده می‌شدند). سپس با عبور دادن مخلوط حاصل (دانه به و موسیلاژ) از یک فیلتر پارچه‌ای موسیلاژ از دانه‌ها جدا شد. به منظور جداسازی ناخالصی‌های همراه موسیلاژ حاصل، موسیلاژ به مدت ۱۰ دقیقه در دور ۶۰۰۰rpm سانتریفوژ گردید. سپس به مدت ۱۸ ساعت در

۰/۰۱٪ (وزنی-حجمی) رقیق شده و سپس یک قطره از آن روی لام ریخته شد و زیر میکروسکوپ با بزرگنمایی ۱۰۰ از آن‌ها عکس گرفته شد. عکس‌های گرفته شده توسط نرم افزار ایمیج جی^۳ (نسخه ۱/۴۴P) آنالیز و اندازه قطرات مشخص گردید (۱۲؛ ۱۵؛ ۱۶).

۲-۳-۳ اندازه‌گیری ویسکوزیته امولسیون‌ها

به منظور اندازه‌گیری ویسکوزیته نمونه‌ها، بلافاصله پس از تولید امولسیون‌ها، ۱۰۰ میلی‌لیتر از هر امولسیون برداشته شده و ویسکوزیته آن به کمک دستگاه ویسکومتر بروکفیلد، با اسپیندل LV-4، در دمای اتاق اندازه‌گیری شد.

۲-۴-۲ ریزپوشانی و خشک کردن امولسیون

جهت خشک کردن امولسیون بهینه از خشک کن انجمادی ۵۰- درجه سانتی‌گراد، با فشار تقلیل یافته ۱۰ تور به مدت ۱۵ ساعت استفاده گردید. ماده متخلخل به دست آمده در یک هاون چینی خرد و پودر حاصل از الک با مش ۴۰ گذرانده شد و بلافاصله در ظروف پلاستیکی قهوه‌ای درب‌دار ریخته و به منظور انجام آزمایشات فیزیکوشیمیایی، در ۳ دمای ۴، ۲۵ و ۴۲ درجه سانتی‌گراد به مدت ۶ هفته نگهداری شد.

۲-۴-۱ تعیین مقدار روغن پوست پرتقال

سطحی

اندازه‌گیری میزان روغن پوست پرتقال براساس ماده غالب در آن، دی-لیمونین، انجام گرفت. دی-لیمونین موجود در سطح پودرها توسط حلال هگزان براساس روش ارائه شده توسط سوئیتانوات و همکاران (۲۰۰۳) استخراج گردید (۱۷). به این ترتیب که ۰/۵ گرم پودر با ۲۰ میلی‌لیتر هگزان در یک لوله آزمایش مخلوط و به مدت ۵ دقیقه با شیکر لوله همزده شدند. ذرات پودر به کمک کاغذ صافی واتمن شماره ۱ از حلال جدا شدند و جذب محلول باقیمانده در طول موج ۲۵۲ نانومتر اندازه‌گیری شد (۱۸). منحنی استاندارد با استفاده از غلظت‌های مختلف دی-لیمونین خالص در هگزان رسم گردید. به منظور جلوگیری از خطای جذب هگزان در دستگاه، از نمونه هگزان خالص نیز به عنوان شاهد استفاده شد.

۲-۴-۲ تعیین مقدار روغن پوست پرتقال

داخل کپسول‌ها

پودرهای حاصل از شستشو با هگزان (در مرحله قبل) با ۲۰ میلی‌لیتر آب دیونیزه به داخل لوله آزمایش درب پیچ‌دار منتقل و ۲۰ دقیقه با شیکر لوله همزده شد. سپس ۱۰ میلی‌لیتر هگزان به نمونه‌ها اضافه گردید و به مدت ۲۰ دقیقه در انکوباتور شیکردار ۴۵ درجه سانتی‌گراد با سرعت ۲۵۰ دور در دقیقه باقی

آون با دمای ۴۵ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت تا کاملاً خشک شود. در نهایت موسیلاژ خشک شده آسیاب و پودر بدست آمده به منظور آنالیزهای بعدی در ظروف پلاستیکی در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد نگهداری شد.

۲-۳-۲ تهیه امولسیون‌ها

به منظور تولید محلول‌هایی با سه غلظت ماده جامد ۲۵٪، ۳۰٪ و ۳۵٪، QSM و MD در سه نسبت ۱:۵۰، ۱:۵۵ و ۱:۶۶ با یکدیگر مخلوط شدند (این نسبت‌ها براساس پیش‌تیمارهای انجام گرفته انتخاب گردید) و سپس به مدت ۵ دقیقه روی همزن مغناطیسی قرار گرفتند. تولید امولسیون طی دو مرحله انجام گرفت، به این ترتیب که به منظور تولید امولسیون اولیه به هر کدام از مخلوط‌ها MD-QSM سه درصد مختلف (۱۵، ۲۰ و ۲۵ درصد وزنی/وزنی) روغن پوست پرتقال به صورت تدریجی اضافه، و به مدت ۵ دقیقه عمل مخلوط کردن با دور بالا انجام گرفت. سپس به منظور تولید امولسیون‌های نهایی، امولسیون‌های اولیه توسط یک هموژنایزر دور بالا به مدت ۱۰ دقیقه در ۱۸۰۰۰ دور در دقیقه هموژنیزه شدند. در پایان به منظور جلوگیری از فساد امولسیون‌ها در طول دوره نگهداری ۰/۰۱ سدیم آزاید به هر کدام از آن‌ها اضافه شد (زمان و دور هموژنایزر براساس پیش‌تیمارهای انجام شده انتخاب شد).

۲-۳-۱ بررسی پایداری امولسیون‌ها

به منظور بررسی پایداری امولسیون‌ها از شاخص اندیس کرمی شدن^۱ استفاده گردید. بدین ترتیب که ۱۵ میلی‌لیتر از هر کدام از امولسیون‌ها در لوله‌های آزمایش (با ارتفاع ۱۶ و قطر ۱/۵ سانتی‌متر) ریخته شده و درب آن‌ها با فویل آلومینیومی کاملاً بسته شد. سپس نمونه‌ها در شرایط تشدید شده^۲ در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳ هفته در حمام آب گرم قرار داده شدند. در طول دوره نگهداری فاز روغنی جدا شده در سطح به عنوان اندیس کرمی شدن شناخته شد، که با استفاده از معادله ۱ محاسبه گردید (۱۲؛ ۱۴).

$$100 \times \frac{\text{ارتفاع فاز روغنی جدا شده}}{\text{ارتفاع کل امولسیون اولیه}} = \text{کرمی اندیس شدن}$$

ارتفاع کل امولسیون اولیه

۲-۳-۲ بررسی اندازه قطرات

به منظور بررسی اندازه قطرات امولسیون، از میکروسکوپ دیجیتال متصل به کامپیوتر استفاده شد. بدین منظور یک قطره از امولسیون در ۲۰ میلی‌لیتر محلول سدیم دودسیل سولفات

1. Creaming Index
2. Accelerate condition

3. Image J

طرح مرکب مرکزی^۲ با نقاط مرکزی در هر وجه^۳ و ۴ نقطه مرکزی برای بررسی تاثیر سه متغیر مستقل شامل مقدار ماده جامد (۳۵-۲۵٪ وزنی/وزنی)، QSM/MD (۱/۵۰، ۱/۵۵ و ۱/۶۶) و مقدار روغن پوست پرتقال (۱۰-۲۰٪ وزنی/وزنی) بر سه متغیر وابسته شامل اندازه قطرات امولسیون، اندیس گرمی شدن و ویسکوزیته به عنوان پاسخها مورد استفاده قرار گرفت (جدول ۱). معنی‌دار بودن یا نبودن هر یک از ضرایب مدل‌های ارائه شده توسط نرم‌افزار، از طریق بررسی p-value مشخص شد ($p < 0.05$). همچنین کیفیت مدل‌های مناسب از طریق بررسی ضریب همبستگی^۴ و ضریب همبستگی تنظیم شده^۵ مورد بررسی قرار گرفت. در نهایت به منظور بررسی تصویری و گرافیکی تاثیرات متغیرهای مستقل از طرح‌های سه بعدی^۶ استفاده شد. برای آنالیز میانگین‌ها نیز، از طرح کاملاً

مانند. در نهایت به منظور جداسازی فاز آبی از حلال، مخلوط حاصل در دستگاه سانتریفوژ با سرعت ۴۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۲۰ دقیقه سانتریفوژ شده و جذب فاز حلال مطابق با روش گفته شده در بالا اندازه‌گیری شد (۱۷).

۲-۴-۳- تغییرات دی- لیمونین در طول نگهداری

پودرهای ریزپوشانی شده

به منظور بررسی پایداری پودرهای ریزپوشانی شده، میکروکپسول‌ها در بطری‌های پلاستیکی تیره با درب بسته، به مدت ۶ هفته در سه دمای ۴، ۲۵ و ۴۲ درجه سانتی‌گراد نگهداری شدند. هر هفته ۰/۵ گرم از پودرها برداشته شده و مقدار دی- لیمونین آن بر اساس روشی که برای محاسبه مقدار دی- لیمونین درون کپسول‌ها گفته شد اندازه‌گیری شد. به منظور مقایسه تغییرات، دی- لیمونین ریزپوشانی نشده به عنوان شاهد استفاده شد. به این ترتیب که ۱ گرم روغن پوست پرتقال در شرایط مشابه نمونه‌های ریزپوشانی شده نگهداری شد؛ و در مدت ۶ هفته و هم زمان با نمونه‌های تیمار شده، ۰/۰۲ میلی‌لیتر از آن با ۱۰ میلی‌لیتر هگزان مخلوط و جذب آن در ۲۵۲ نانومتر خوانده شد. درصد دی- لیمونین باقی‌مانده در پودرها با استفاده از رابطه (۲) محاسبه شد (۱۹). همچنین باقی‌مانده دی- لیمونین هر یک از نمونه‌ها در طول دوره نگهداری در مقیاس نیمه لگاریتمی نسبت به زمان رسم گردید و شیب منحنی (K) به عنوان سرعت رهایش محاسبه شد. به منظور تعیین نیمه عمر ($t_{1/2}$) باقی‌مانده دی- لیمونین در ریزکپسول‌ها از رابطه (۳) استفاده شد.

$100 \times \text{مقلردی- لیمونین پس از یک زمان مشخص} = \text{درصد دی- لیمونین باقیمانده}$

مقلردی- لیمونین در زمان صفر نگهداری

$$t_{1/2} = \frac{0.693}{K}$$

۲-۵- روش‌های آماری و طرح آزمایشات

به منظور بهینه‌سازی فرایند، از روش سطح پاسخ و نرم‌افزار دیزاین اکسپرت^۱ نسخه ۲.۰.۶ استفاده شد. بدین منظور از

1. Design Expert

نماد	متغیرهای مستقل	سطوح کد شده		
		۳	۲	۱
X_1	درصد روغن پوست پرتقال (وزنی/وزنی)	۱۵	۲۰	۲۵
X_2	درصد ماده جامد (وزنی/وزنی)	۲۵	۳۰	۳۵
X_3	نسبت موسیلاژ به دانه به مالتودکسترین	۰/۰۱۵	۰/۰۱۸	۰/۰۲

تصادفی در قالب فاکتوریل استفاده شد و میانگین‌های به دست آمده، به کمک نرم افزار SPSS (نسخه ۱۶/۰) و آزمون دانکن در سطح ۵٪ مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفتند. نمودارهای ارائه شده توسط نرم افزارهای دیزاین اکسپرت و اکسل ترسیم شدند.

جدول ۱ سطوح واقعی و کد شده متغیرهای مستقل

2. Central Composite Design (CCD)
3. Face Center
4. R^2
5. Adjusted R^2
6. 3D Plots

۳- نتایج و بحث

۳-۱- تعیین مدل‌های رگرسیونی مناسب

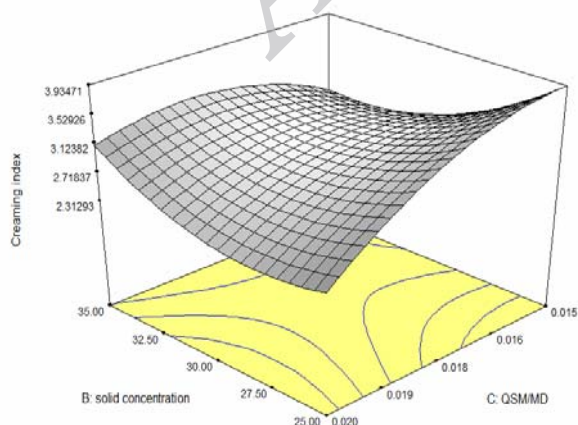
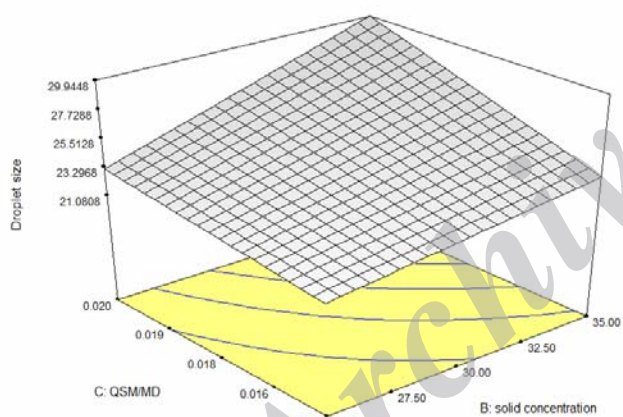
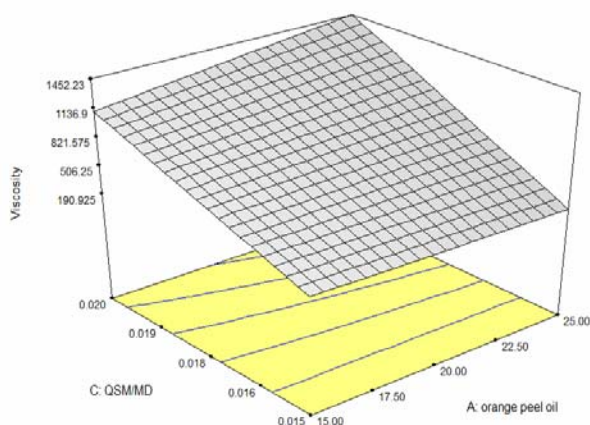
همانطور که در جدول ۲ نشان داده شده است بهترین مدل رگرسیونی برای اندازه قطرات مدل دوفاکتوره با ضریب همبستگی ۰/۹۵۰۲ بود در حالی که مناسبترین مدل برای توضیح رفتار دو پاسخ ویسکوزیته و اندیس کرمی، مدل درجه دو با ضرایب همبستگی ۰/۹۹۲۶ و ۰/۹۱۴۲ بود. بررسی مقادیر P برای ضرایب رگرسیونی، در هر کدام از مدل‌ها انتخاب شده، نشان داد که پارامترهای خطی مقدار ماده جامد، QSM/MD و مقدار روغن پوست پرتقال، همچنین اثر متقابل مقدار ماده جامد و QSM/MD به ترتیب بیشترین اثر را بر اندازه قطرات داشتند. همچنین پارامترهایی که بیشترین اثر را بر ویسکوزیته امولسیون‌ها داشتند به ترتیب، پارامترهای خطی مقدار ماده جامد، QSM/MD، مقدار روغن پوست پرتقال، پارامتر درجه دو QSM/MD و اثر متقابل بین مقدار ماده جامد با QSM/MD، و مقدار روغن پوست پرتقال با QSM/MD بودند. در نهایت، اثر متقابل مقدار ماده جامد و QSM/MD، پارامترهای خطی QSM/MD، مقدار ماده جامد، مقدار روغن پوست پرتقال، و پارامتر درجه دو مقدار ماده جامد و QSM/MD بیشترین اثر را بر تغییرات اندیس کرمی شدن امولسیون‌ها در طول دوره نگهداری آن‌ها داشتند.

۳-۲- اثر موسیلاژ دانه‌به بر متغیرهای وابسته

بررسی مدل‌ها و نیز شکل ۱ نشان می‌دهد که حضور و تغییرات مقدار QSM (هم در ماده جامد و هم در QSM/MD) بیشترین تاثیر را بر ویسکوزیته، اندازه قطرات و اندیس کرمی داشته است. به گونه‌ای که با افزایش درصد QSM، حتی در مقادیر کم، ویسکوزیته به صورت معناداری تغییر کرده است که این امر را می‌توان به خواص رئولوژیکی و ساختمانی QSM نسبت داد.

در مقادیر بالای ماده جامد با افزایش QSM اندازه قطرات و اندیس کرمی شدن نیز افزایش یافت که این امر می‌تواند ناشی از عدم توانایی هموژنایزر (دور هموژنایزر در همه‌ی آزمایشات

ثابت در نظر گرفته شده بود) در اختلاط امولسیون‌ها با ویسکوزیته بالا و عدم شکسته شدن قطرات روغن به قطرات کوچکتر باشد (۱۲).



آن‌ها به یکدیگر، موجب کاهش پدیده کووالسنس و افزایش پایداری امولسیون می‌شود (۲۰). (۲) اتصال پلی‌ساکاریدهای موجود در این موسیلاژ به پروتئین‌هایی که به همراه موسیلاژ از دانه خارج شده‌اند و در نتیجه اتصال QSM از طریق این پروتئین‌ها به سطح قطرات روغن و ایجاد یک مانع استریک در برابر فولوکوله شدن قطرات روغن (۲۱)؛ (۲۲).

۳-۳- تعیین امولسیون بهینه

به منظور داشتن امولسیونی با حداقل اندیس کرمی شدن و اندازه قطرات (حداکثر پایداری) و بیشترین مقدار روغن پوست پرتقال (مقرون به صرفه بودن از نظر اقتصادی)، امولسیون با مقدار ماده جامد ۲۵ درصد، QSM/MD ۰/۰۲ و مقدار روغن پوست پرتقال ۲۵ درصد به عنوان امولسیون بهینه انتخاب گردید.

شکل ۱ الف) تاثیر QSM/MD و مقدار ماده جامد بر اندازه قطرات امولسیون‌ها در مقدار ثابت روغن پوست پرتقال (۲۰٪). ب) تاثیر QSM/MD و مقدار روغن پوست پرتقال بر ویسکوزیته امولسیون‌ها در مقدار ماده جامد ثابت (۳۰٪). ج) تاثیر QSM/MD و مقدار ماده جامد بر اندیس کرمی شدن امولسیون‌ها در مقدار ثابت روغن پوست پرتقال (۲۰٪).

اما در حداقل مقدار ماده جامد (۲۵٪) با افزایش درصد QSM اندیس کرمی شدن کاهش یافت؛ که می‌تواند نشان‌دهنده خصوصیت پایدارکنندگی مناسب QSM در غلظت‌های بسیار پایین (کمتر از ۱ درصد) باشد. همچنین در دمای اتاق و نیز در دماهای ۴۲ درجه سانتی‌گراد هیچگونه حالت دو فاز شدگی در امولسیون‌ها مشاهده نشد. این خصوصیت پایدارکنندگی QSM می‌تواند به دو دلیل باشد: (۱) هنگامیکه QSM آگیری می‌کند یک شبکه سه بعدی تشکیل می‌دهد، و فاز پیوسته و قطرات فاز روغن در این شبکه به دام می‌افتند؛ به این ترتیب کاهش تحرک قطرات روغن و برخورد

جدول ۲ آنالیز واریانس ضرایب رگرسیونی مدل‌های به دست آمده برای امولسیون‌های تولید شده با صمغ به دانه

	متغیرها	اندازه قطرات		ویسکوزیته		اندیس کرمی شدن	
		ضرایب رگرسیون	p-value	ضرایب رگرسیون	p-value	ضرایب رگرسیون	p-value
خطی ^۱	X_1	+۱/۰۳	۰/۰۰۱۳	+۷۱/۷۰	۰/۰۲۰۴	-۰/۲۳	۰/۰۱۰۰
	X_2	+۲/۳۶	<۰/۰۰۰۱	+۵۵۳/۵۰	<۰/۰۰۰۱	-۰/۱۲	۰/۱۱۳۶
	X_3	+۲/۰۷	<۰/۰۰۰۱	+۵۲۹/۴۰	<۰/۰۰۰۱	-۰/۳۰	۰/۰۰۲۲
دوفاکتوره ^۲	$X_1 X_2$	+۰/۴۶	۰/۱۱۹۳	-۴۱/۲۵	۰/۱۷۶۲	-۰/۰۹۵	۰/۲۴۰۴
	$X_1 X_3$	+۰/۵۴	۰/۰۷۲۵	+۱۰۱/۲۵	۰/۰۰۶۶	-۰/۰۳۵	۰/۶۵۲۸
	$X_2 X_3$	+۱/۰۳	۰/۰۰۲۸	+۲۰۱/۲۵	<۰/۰۰۰۱	+۰/۴۵	۰/۰۰۰۳
درجه دو ^۳	X_1^2	-	-	-۹/۳۸	۰/۸۴۹۲	-۰/۱۰	۰/۴۴۰۷
	X_2^2	-	-	+۲۶۱/۶۲	۰/۰۰۰۶	+۰/۴۳	۰/۰۱۰۸
	X_3^2	-	-	+۲۲/۱۲	۰/۶۵۵۷	-۰/۳۲	۰/۰۳۵۸
	R^2	۰/۹۵۰۲	-	۰/۹۹۲۶	-	۰/۹۱۴۲	-
	$Adj - R^2$	۰/۹۲۳۰	-	۰/۹۸۴۳	-	۰/۸۱۷۷	-

جدول ۳ تاثیر دماهای مختلف بر سرعت رهاش و نیمه عمر دی- لیمونین در طول ۶ هفته

	۴	۲۵	۴۲
--	---	----	----

¹ Linear

² Interaction

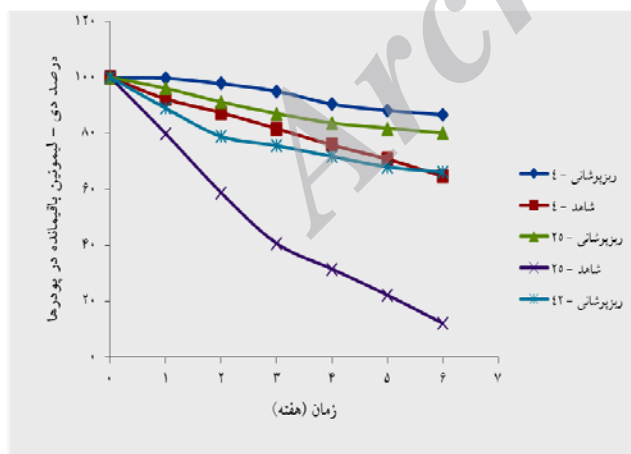
³ Quadratic

	نمونه	شاهد	نمونه	شاهد	نمونه	شاهد
سرعت رهایش	$\frac{0}{027}$	$\frac{0}{0705}$	$\frac{0}{0384}$	$\frac{14}{496}$	$\frac{0}{0667}$	-
نیمه عمر (هفته)	۲۵/۶	۹/۸۳	۱۸/۰۵	۰/۰۴۸	۱۰/۳۹	-

انتقال شیشه‌ای پودرها گردد. در نتیجه دیواره قادر است تا در دماهای نگهداری بالاتری حالت شیشه‌ای^۶ خود را حفظ کند بنابراین امکان نفوذ اکسیژن و واکنش آن با دی‌لیمونین و نیز امکان خروج دی‌لیمونین از دیواره کاهش می‌یابد (۲۴-۲۶). این امر در شکل ۲ کاملاً مشخص است.

۴- نتیجه گیری

نتایج به‌دست آمده نشان داد که خواص رئولوژیکی موسیلاژ دانه‌به‌بیشترین اثر را در پایداری امولسیون دارد. این موسیلاژ قادر است که در غلظت‌های بسیار پایین ویسکوزیته قابل توجهی ایجاد کرده و با کاهش تحرک فازهای پیوسته و روغنی موجب پایداری امولسیون شود. همچنین نتایج نشان دادند که موسیلاژ دانه‌به، به خوبی می‌تواند روغن پوست پرتقال را ریزپوشانی کرده و از تخریب و از دست رفتن آن در اثر دما و رطوبت‌های بالا در طول دوره نگهداری محافظت کند. به گونه‌ای که نیمه عمر دی-لیمونین ریزپوشانی شده نسبت به نمونه شاهد در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد حدود ۳۷۶ برابر بیشتر است. همچنین به منظور تعیین اثر این موسیلاژ در غلظت‌های بالا لازم است تا در پژوهش‌های آینده از هموزنایزهای با قدرت بیشتر استفاده شود.



شکل ۲ درصد دی-لیمونین باقیمانده در نمونه‌های ریزپوشانی شده و نمونه‌های شاهد در طول دوره نگهداری در سه دمای ۴، ۲۵ و ۴۲ درجه سانتی‌گراد

۳-۴- تاثیر دما بر از دست رفتن دی-لیمونین در مدت نگهداری

نتایج بدست آمده برای نمونه‌های ریزپوشانی شده و نمونه‌های شاهد (جدول ۳ و شکل ۲) نشان داد که تاثیر دما روی از دست رفتن دی-لیمونین برای همه نمونه‌ها کاملاً معنادار بود. به گونه‌ای که بیشترین سرعت رهایش به ترتیب مربوط به نمونه شاهد نگهداری شده در دماهای ۴۲، ۲۵ و ۴ درجه سانتی‌گراد، نمونه ریزپوشانی شده، نگهداری شده در دماهای ۴۲، ۲۵ و ۴ درجه سانتی‌گراد بود. نمونه شاهد در دمای ۴۲ درجه سانتی‌گراد در هفته اول به طور کامل دی-لیمونین خود را از دست داد. این امر می‌تواند به این دلیل باشد که، به طور کلی در از دست رفتن دی‌لیمونین در طول دوره نگهداری دو مکانیسم اصلی دخالت دارد: مکانیسم اول ناشی از انتشار^۱ دی‌لیمونین بوده و عامل اصلی از دست این ماده فرار است.

پدیده انتشار به ویژه زمانی که رطوبت پودرها پایین بوده و دیواره به صورت شیشه‌ای است (دما بالاتر از دمای انتقال^۲ شیشه‌ای باشد) از اهمیت بیشتری برخوردار است. مکانیسم دیگر در از دست رفتن دی‌لیمونین مربوط به اکسیداسیون آن به ترکیبات اکسید شده ثانویه به ویژه لیمونین اکسید^۳، کارون^۴ و کاروئول^۵ است (۲۳). از طرفی افزایش دما می‌تواند این واکنش اکسیداسیونی را مانند سایر واکنش‌ها تسریع کند. از این رو فرارگرفتن نمونه شاهد در دمای ۴۲ سبب شده که واکنش‌های از دست رفتن دی‌لیمونین و به ویژه پدیده انتشار و واکنش‌های اکسیداسیونی با سرعت بالا، منجر به از دست رفتن آن در همان هفته اول گردد. از طرفی مالتودکسترین به دلیل داشتن دمای انتقال شیشه‌ای بالا قادر است تا دمای انتقال شیشه‌ای سیستمی که در آن قرار می‌گیرد را به صورت قابل توجهی افزایش دهد. بنابراین حضور مقادیر بالایی از مالتودکسترین در ساختمان دیواره پودرهای ریزپوشانی شده می‌تواند سبب افزایش دمای

1. Diffusion
2. Glass transition temperature (Tg)
3. Limonene oxide
4. Carvone
5. Carveol

⁶ Glassy state

and Food Processing, © Springer Science+ Business Media. LLC

- [9] Ramsden L. ۲۰۰۴. Plant and algal gums and mucilages. Chemical and functional properties of food saccharides: ۵۴-۲۳۱
- [10] BeMiller JN, Whistler R, Barkalow DG, Chen C-C. ۱۹۹۳. Aloe, chia, flaxseed, okra, psyllium seed, quince seed, and tamarind gums. Industrial Gums, Whistler RL, BeMiller JN (eds.), Academic Press, New York: ۵۶-۲۲۷
- [11] Jouki M, Yazdi FT, Mortazavi SA, Koocheki A. ۲۰۱۴. Quince seed mucilage films incorporated with oregano essential oil: Physical, thermal, barrier, antioxidant and antibacterial properties. Food Hydrocolloids ۱۹-۳۶:۹
- [12] Salimi A, Maghsoudlou Y, Jafari S, Sadeghi Mahounak A, Kashaninejad M, Ziaifar A. ۲۰۱۵. Preparation of Lycopene Emulsions by Whey Protein Concentrate and Maltodextrin and Optimization by Response Surface Methodology. Journal of Dispersion Science and Technology ۲۷۴-۲۸۳:۳۶
- [13] salimi A. ۲۰۱۴. Optimization of Microencapsulation of Lycopene and Investigation on Release Conditions in Aquatic Solutions. PHD. Gorgan University of Agricultural Sciences and natural Resources
- [14] Li C, Fu X, Luo F, Huang Q. ۲۰۱۳. Effects of maltose on stability and rheological properties of orange oil-in-water emulsion formed by OSA modified starch. Food Hydrocolloids ۸۶-۳۲:۷۹
- [15] Tcholakova S, Denkov ND, Danner T. ۲۰۰۴. Role of surfactant type and concentration for the mean drop size during emulsification in turbulent flow. Langmuir ۵۸-۲۰:۷۴۴۴
- [16] Ushikubo F, Cunha R. ۲۰۱۴. Stability mechanisms of liquid water-in-oil emulsions. Food Hydrocolloids ۵۳-۳۴:۱۴۵
- [17] Sootitawat A, Yoshii H, Furuta T, Ohkawara M, Linko P. ۲۰۰۳. Microencapsulation by spray drying: influence of emulsion size on the retention of

تشکر و قدردانی

محققین بدین وسیله کمال تشکر و قدردانی خود را از دانشکده علوم و صنایع غذایی گرگان جهت پشتیبانی و فراهم کردن امکانات لازم و نیز از کارخانه کنسانتره مرکبات رامسر جهت فراهم نمودن روغن پوست پرتقال اعلام می‌دارند.

منابع

- [1] Jun-xia X, Hai-yan Y, Jian Y. ۲۰۱۱. Microencapsulation of sweet orange oil by complex coacervation with soybean protein isolate/gum Arabic. Food Chemistry ۷۲-۱۲۵:۱۲۶۷
- [2] Tari TA, Singhal RS. ۲۰۰۲. Starch-based spherical aggregates: stability of a model flavouring compound, vanillin entrapped therein. Carbohydrate polymers ۲۱-۵۰:۴۱۷
- [3] Jafari SM, Assadpoor E, He Y, Bhandari B. ۲۰۰۸. Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. Drying Technology ۳۵-۲۶:۸۱۶
- [4] Yang J, Xiao J-x, Ding L-z. ۲۰۰۹. An investigation into the application of konjac glucomannan as a flavor encapsulant. European Food Research and Technology ۷۴-۲۲۹:۴۶۷
- [5] Thanissery R, Kathariou S, Smith D. ۲۰۱۴. Rosemary oil, clove oil, and a mix of thyme-orange essential oils inhibit Salmonella and Campylobacter in vitro. The Journal of Applied Poultry Research 221-227:23.
- [6] Sootitawat A, Bigeard F, Yoshii H, Furuta T, Ohkawara M, Linko P. ۲۰۰۵. Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated D-limonene by spray drying. Innovative Food Science & Emerging Technologies ۱۴-۶:۱۰۷
- [7] Li P-H, Chiang B-H. ۲۰۱۲. Process optimization and stability of D-limonene-in-water nanoemulsions prepared by ultrasonic emulsification using response surface methodology. Ultrasonics sonochemistry ۷-۱۹:۱۹۲
- [8] Zuidam N, Nedovic V. ۲۰۱۰. Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients

- [23] Whorton C, Reineccius GA. ۱۹۹۵. Evaluation of the mechanisms associated with the release of encapsulated flavor materials from maltodextrin matrices. Paper presented at the ACS symposium series (USA), 225-252.
- [24] Soottitawat A, Yoshii H, Furuta T, Ohgawara M, Forssell P, et al. ۲۰۰۴. Effect of water activity on the release characteristics and oxidative stability of D-limonene encapsulated by spray drying. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* ۵۲:۱۲۶۹
- [25] Bae EK, Lee SJ. 2008. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. *Journal of Microencapsulation* 549-560:25.
- [26] Sosa N, Zamora MC, Van Baren C, Schebor C. 2014. New Insights in the Use of Trehalose and Modified Starches for the Encapsulation of Orange Essential Oil. *Food and bioprocess technology* 1745-1755:7.
- volatile compounds. *Journal of Food Science* 62-68;2256
- [18] Kaushik V, Roos YH. ۲۰۰۷. Limonene encapsulation in freeze-drying of gum Arabic-sucrose-gelatin systems. *LWT-Food Science and Technology* 40-91;1391
- [19] Shu B, Yu W, Zhao Y, Liu X. 2006. Study on microencapsulation of lycopene by spray-drying. *Journal of Food Engineering* 9-76;664
- [20] Dickinson E. ۲۰۰۳. Hydrocolloids at interfaces and the influence on the properties of dispersed systems. *Food hydrocolloids* ۳۹-۱۷:۲۵
- [21] Huang X, Kakuda Y, Cui W. ۲۰۰۱. Hydrocolloids in emulsions: particle size distribution and interfacial activity. *Food Hydrocolloids* ۱۵:۵۳۳
- [22] Ritzoulis C, Marini E, Aslanidou A, Georgiadis N, Karayannakidis PD, et al. ۲۰۱۴. Hydrocolloids from quince seed: Extraction, characterization, and study of their emulsifying/stabilizing capacity. *Food Hydrocolloids* ۳۶-۴۲:۱۷۸

Archive

Production optimization of orange peel oil – quince seed mucilage emulsion by RSM and investigating on the stability of its microencapsulated powder

Hosseini, Sh. ¹, Sadeghi Mahonak, A. R. ², Jafari, S. M. ³, Ghorbani, M. ⁴, Salimi, A. ⁵

1. M.Sc. student, Dep. of Food Science and Technology, Gorgan University of Agricultural science and Natural Resources, Gorgan, Iran.
2. Associate Professor, Faculty of Food Science, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran.
3. Associate Professor, Faculty of Food Science, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran.
4. Associate Professor, Faculty of Food Science, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran.
5. Assistant Professor, Department of Veterinary Science, Semnan University, Semnan, Iran

Received: 93/4/25 Accepted: 93/7/2)

In the present research work, response surface methodology was used to achieve optimum condition to prepare orange peel oil – quince seed mucilage (QSM) and maltodextrin (MD) emulsion and using this emulsion in microencapsulation. For this purpose and in order to access stable emulsion, effect of three independent variables including orange peel oil concentration (15-25% w/w), QSM/MD (0.015-0.02) and solid concentration (QSM+MD)(25-35% w/w) on the three dependent variables including droplet size, creaming index and viscosity were investigated. Optimized emulsion (25% solid concentration, 0.02 QSM/MD and 0.025 orange peel oil concentration) were dried by freeze dryer, and were kept in three temperature (4, 25 and 42 °C) in order to investigation its stability during 6 week storage. The results showed that rheological properties of QSM, in particular its viscosity, had the highest effect on the stability and properties of emulsions and QSM could make quite stable emulsion over time. Also, our results revealed that half-life and release rate of encapsulated samples were significantly lower than control samples.

Keywords: Quince Seed mucilage, Orange peel oil, Microencapsulation, RSM.