



اثر سرعت اولتراسونیک بر خصوصیات اسانس پوست گریپ فروت ریزپوشانی شده با صمغ آلزینات

سمانه محمد خشت چین^۱، رضا فرهمندفر^{۲*}، جمشید فرمانی^۳

۱- کارشناسی ارشد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری، ایران

۲- دانشیار، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری، ایران

۳- استاد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری، ایران

اطلاعات مقاله

چکیده

تاریخ های مقاله :

تاریخ دریافت: ۱۴۰۳/۲/۱۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۹/۲۱

کلمات کلیدی:

هموژنیزاسیون،

ریز پوشانی،

صمغ آلزینات،

اسانس پوست گریپ فروت،

رئولوژی

در این پژوهش تاثیر سرعت های مختلف هموژنیزاسیون (۱۰۰۰۰، ۱۵۰۰۰ و ۲۰۰۰۰ دور بر دقیقه) بر ویژگی های ساختاری، رئولوژیکی و خاصیت آنتی اکسیدانی اسانس پوست گریپ فروت نانوریز پوشانی شده در دیواره صمغ آلزینات مورد بررسی قرار گرفت. افزایش سرعت هموژنیزاسیون منجر به کاهش اندازه ذرات (از ۲۶۴/۰ تا ۲۲۶/۹ نانومتر) و شاخص پراکندگی ذرات نانوامولسیون (از ۰/۳۲ تا ۰/۱۹) شد. تمام نانوامولسیون ها پتانسیل زتای منفی (۲۳/۶- تا ۲۱/۶۵- میلی ولت) داشتند. راندمان نانوریزپوشانی اسانس با افزایش سرعت هموژنیزاسیون از ۸۳/۹۲ تا ۷۸/۷۶ درصد کاهش یافت. نانوامولسیون اسانس در دمای ۴۵C به مدت ۵ روز پایداری کامل داشت. در دمای ۲۵C با گذشت زمان، پایداری نانوامولسیون کاهش یافت و بیشترین پایداری مربوط به نانوامولسیون های تهیه شده با سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه بود که پتانسیل زتای کوچتری داشت. نتایج مربوط به طیف بینی فروسرخ تبدیل فوریه و گرماسنجی روبشی تفاضلی نشان دهنده احاطه شدن اسانس توسط آلزینات بود. نانوامولسیون های تولید شده دارای فعالیت آنتی اکسیدانی بودند و با افزایش غلظت نانوامولسیون میزان مهار رادیکال آزاد DPPH افزایش یافت. بیشترین فعالیت آنتی اکسیدانی مربوط به نانوامولسیون تهیه شده در سرعت ۱۰۰۰۰ دور بر دقیقه بود. تمامی نانوامولسیون ها رفتار رقیق شونده با برش نشان دادند. مدل های هرشل بالکلی و پاورلا دارای R^2 بالاتری نسبت به سایر مدل های برازش شده بودند. هموژنیزاسیون بر روی مقدار k_p و k_h تقریباً بی اثر بوده است. نتایج این تحقیق استفاده از سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه را برای تولید نانوامولسیون اسانس پوست گریپ فروت در دیواره صمغ آلزینات مناسب معرفی می نماید.

DOI:10.22034/FSCT.22.162.156.

* مسئول مکاتبات:

r.farahmandfar@sanru.ac.ir

۱- مقدمه

افزایش آگاهی بشر نسبت به ایمنی مواد غذایی و سمیت نگهدارنده‌های شیمیایی منجر به افزایش تقاضا برای یافتن جایگزین‌های طبیعی برای آن‌ها شده است. اسانس‌های گیاهی از زمان‌های دور مورد توجه قرار می‌گرفته اند و در حال حاضر تمایل به استفاده از آن‌ها به دلیل ارتقای سلامت، خواص درمانی و پیشگیری از بیماری‌های مختلف افزایش یافته است [۱]. در چند دهه گذشته، اسانس‌های گیاهی به دلیل اثرات آنتی اکسیدانی و مهار رادیکال‌های آزاد توجه زیادی را به خود جلب نموده اند [۲].

اسانس مرکبات محصولات جانبی معطر اصلی صنعت آبمیوه گیری هستند و به طور گسترده در صنایع غذایی، آرایشی و بهداشتی و داروسازی استفاده می‌شوند. گریپ فروت (*Citrus paradisi*) دومین مرکبات تولید شده در جهان با تولید سالانه بیش از ۶۰ میلیون تن است. بازده آب گریپ فروت و پرتقال تقریباً نیمی از وزن میوه است و بدین ترتیب سالانه مقادیر بسیار زیادی ضایعات تولید می‌شود [۳]. پوست مرکبات به عنوان ضایعات (محصول جانبی آبیگری) از مرکبات مطرح بوده که در لایه بیرونی آن گروهی از سلول‌ها به شکل غده‌های فرورفته که حاوی اسانس هستند، قرار دارند [۴].

اسانس‌ها مایعات متمرکز در مولکول‌های حاصل از متابولیسم گیاه (ترپنوئید و مولکول‌های معطر) هستند. آن‌ها در عطرسازی و لوازم آرایشی و بهداشتی و همچنین صنایع غذایی و دارویی بسیار محبوب هستند. اجزای اصلی اسانس‌های استخراج شده از پوست برخی از مرکبات شامل α -پینن، ساینن، β -پینن، β -میرسن، D-لیمونن، لینالول، m-سایمن و ϵ -ترپینول هستند که D-لیمونن مهمترین ترکیب آن است [۵].

اسانس‌ها حاوی ترکیبات زیست فعال حساس به حرارت هستند که بایستی از اثرات محیطی نظیر حرارت، نور، اکسیژن و pH محافظت شوند که یکی از روش‌های

محافظت از آن‌ها ریزپوشانی است. ریزپوشانی تکنیکی است که در آن به کمک یک یا چند ماده که دیواره نامیده می‌شود، ترکیب مورد نظر به دام افتاده و پوشش داده می‌شود. در صنایع مختلف نظیر داروسازی، صنایع شیمیایی، غذایی و چاپ کاربردهای فراوانی پیدا کرده است. برای ریزپوشانی ترکیبات غذایی می‌توان از دیواره‌های با مواد مختلف استفاده نمود که از آن جمله می‌توان به پروتئین‌ها، کربوهیدرات‌ها، لیپیدها و ترکیب آن‌ها اشاره نمود [۶].

هیدروکلوئیدها کربوهیدرات‌های پیچیده‌ای هستند که برای بهبود قوام و خصوصیات بافتی (خواص رئولوژیکی) مواد غذایی مایع و نیمه مایع استفاده می‌شوند. فعالیت آن‌ها به نوع و غلظت هیدروکلوئیدها، دما و شرایط فرآیند و همچنین محتوای جامد و ترکیب شیمیایی مواد غذایی بستگی دارد. آلزینات یک پلیمر خطی است که شامل اتصالات D- β -مانورونات و L- α -گولورونات است و به دلیل زیست سازگاری، سمیت کم و ظرفیت بسیار عالی در تشکیل ژل، در بسیاری از مواد غذایی و کاربردهای پزشکی مورد بررسی قرار می‌گیرد [۷]. اگر چه مطالعات بسیاری در زمینه ریزپوشانی اسانس‌های خوراکی انجام شده است اما تا کنون مطالعه ای مبنی بر استفاده از اسانس گریپ فروت نانوریزپوشانی شده در دیواره از جنس آلزینات انجام نشده است. لذا در این مطالعه ویژگی‌های رئولوژیکی و فیزیکوشیمیایی اسانس پوست گریپ فروت نانوریزپوشانی شده با صمغ آلزینات مورد بررسی قرار گرفته است.

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- تهیه نمونه و آماده سازی

سدیم آلزینات و توین ۲۰ از شرکت سیگما تهیه شدند. گریپ فروت از بازارهای محلی استان مازندران تهیه شده و پس از شست و شو و پوست گیری، قسمت دارای اسانس از قسمت سفید رنگ جدا شد. پوست گریپ فروت

در آون معمولی در دمای ۳۸ درجه سانتی گراد تا رسیدن به وزن ثابت خشک شده و توسط خردکن کاملاً پودر شد. سپس پودرها در بسته‌های نایلونی تا زمان استخراج اسانس در فریزر در دمای ۱۸- درجه سانتی گراد نگه داری شدند.

۲-۲- استخراج اسانس (کلونجر)

جهت استخراج اسانس در هر مرتبه اسانس گیری، ۱۵۰ گرم پوست میوه به همراه ۱۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر درون بالون ریخته شده و اسانس گیری به وسیله دستگاه کلونجر (در دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد و به مدت ۳ ساعت تازمانیکه کلیه اسانس از نمونه خارج شود) انجام شد. سپس اسانس حاصل در دمای ۱۸- درجه سانتی گراد نگه داری شد [۵].

۲-۳- نانوریزپوشانی اسانس

ریز پوشانی اسانس پوست گریپ فروت با پوشش صمغ آلزینات انجام شد. محلول آبی آلزینات سدیم (۰.۴٪) تحت هم زدن در دمای ۷۰ درجه سانتی گراد تهیه شد. سپس در حالیکه محلول در حال هم زدن بود، محلول کلرید کلسیم 100 M/m^3 (۰.۵٪) به آن اضافه شد و به مدت ۲۴ ساعت در ۴ درجه سانتی گراد نگهداری شد. پس از آن اسانس پوست گریپ فروت به میزان ۴ درصد وزنی- وزنی به صورت قطره قطره به امولسیفایر توپین ۲۰ به میزان ۲ درصد وزنی- وزنی افزوده شد و به خوبی باهم مخلوط شدند. مخلوط مذکور به آرامی و قطره قطره به محلول آلزینات اضافه شد و بلافاصله بعد از نیم ساعت هم زدن با همزن مغناطیسی، با استفاده از اولتراسونیکس با سرعت‌های ۱۰۰۰۰، ۱۵۰۰۰ و ۲۰۰۰۰ دور بر دقیقه و به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۱۰ درجه سانتی گراد هموژن شد. سپس برای کاهش بیشتر اندازه ذرات از دستگاه مولد فراصوت (Germany, BANDELIN, HD3200) با دامنه کنترل ۴۵٪ و فرکانس ۲۰ کیلوهرتز در دمای ۴۵ درجه سانتی گراد با تعداد ۶ سیکل (زمان هر سیکل ۳۰ ثانیه و زمان استراحت ۱۵ ثانیه بین سیکل‌ها) استفاده شد [۹۸].

امولسیون‌های تهیه شده در دمای ۲۰- درجه سانتی گراد به مدت ۲۴ ساعت منجمد شده و سپس با استفاده از خشک کن انجمادی، در دمای ۵۷- درجه سانتی گراد و فشار ۰/۰۱۷ میلی پاسکال به مدت ۴۸ ساعت خشک شدند. بعد از خشک کردن، نانوذرات حاصل در یک ظرف شیشه ای ریخته شد و در دمای ۱۸- درجه سانتی گراد نگه داری شدند.

۲-۴- اندازه ذرات، شاخص پراکندگی ذرات و پتانسیل

زتا نانوامولسیون‌ها

اندازه ذرات امولسیون با استفاده از دستگاه انکسار نور لیزر (UK, Malvern, Zetasizer Nano ZS-90) مورد بررسی قرار گرفت. همچنین شاخص پراکندگی ذرات (PDI) توسط نرم افزار دستگاه محاسبه و به عنوان توزیع اندازه قطرات گزارش گردید. پتانسیل زتا با استفاده از دستگاه زتاسایزر (UK, Malvern, Zetasizer Nano ZS-90) اندازه‌گیری شد. تجزیه و تحلیل داده‌ها با استفاده از نرم افزار Zetasizer Version 7.02 انجام شد [۱۰].

۲-۵- راندمان ریز پوشانی اسانس پوست گریپ فروت

(EE%)

برای استخراج روغن سطحی، ۱۵ میلی لیتر ان هگزان به ۱/۵ گرم از نمونه پودر اضافه شده و به مدت ۲ دقیقه در دمای اتاق با شیکر هم زده شد. سپس مخلوط در سانتریفیوژ به مدت ۲۰ دقیقه با سرعت ۸۰۰۰ دور در دقیقه قرار داده شد. سپس از صافی واتمن شماره ۱ عبور کرده و پودرهای جمع آوری شده سه بار با استفاده از ۲۰ میلی لیتر ان هگزان شسته شدند. حلال در دمای اتاق تبخیر شده و تا رسیدن به وزن ثابت خشک و میزان روغن سطحی محاسبه شد. برای اندازه گیری روغن کل، ۰/۵ گرم پودر حاصل به ۲۵ میلی لیتر ایزوپروپانول/ ان هگزان به نسبت ۱:۳ افزوده شده و ۵ دقیقه با شیکر هم زده شد. سپس مخلوط حاصل ۱۵ دقیقه با دور ۸۰۰۰ دور در دقیقه سانتریفیوژ شد. بعد از

متانولی اسانس مورد آزمایش، ۹۷۵ میکرولیتر از محلول متانولی DPPH اضافه شد [۱۴]. این مخلوط در دمای اتاق و در تاریکی به مدت ۳۰ دقیقه باقی مانده و جذب محلول در ۵۱۷ نانومتر توسط دستگاه اسپکتروفتومتر خوانده شد و با توجه به معادله زیر اندازه گیری زده شد:

$$Antiradical\ activity\ (\%) = (3) \\ [(A_{I0} - A_t)/A_0] \times 100$$

۲-۱۰- رفتار جریان برشی پایا

برای انجام آزمون آنالیز رفتار جریان از دستگاه رئومتر (Austria, Anton Paar, Physica MCR-301) مجهز به سیرکولاتور حرارتی برای کنترل دما و استفاده از پرورب صفحه موازی انجام گرفت. تنظیم دما با سیستم peltier plate با حساسیت ± 0.01 مجهز به سیرکولاتور آب (Viscotherm VT2) به کار گرفته شد. محلول‌های با غلظت ۵ درصد درست شده و به مدت ۵ دقیقه روی استیرر گذاشته شدند. آنالیز رفتار جریانی در محدوده سرعت برشی ۰/۱ تا ۱۰۰ بر ثانیه انجام شد. مدل‌های زیر برای بررسی ویژگی‌های رئولوژیکی مورد استفاده قرار گرفت [۱۵]:

۱- مدل پاورلا

$$\tau = k_p \dot{\gamma}^{n_p} \quad (4)$$

در این معادله K_p ضریب قوام ($Pa \cdot s^{n_p}$) و n_p شاخص رفتار جریان (بدون بعد) می‌باشد. K بزرگی ویسکوزیته سیال و n ویژگی رفتار سیال را نشان می‌دهد.

۲- مدل هرشل بالکلی

$$\tau = K_H (\dot{\gamma})^{n_H} \tau_{0H} \quad (5)$$

در این معادله K_H ، ضریب قوام ($Pa \cdot s^{n_H}$) و n_H شاخص رفتار جریان (بدون بعد) می‌باشد. K بزرگی ویسکوزیته سیال و n ویژگی رفتار سیال را نشان می‌دهد. τ_{0H} تنش تسلیم (Pa) برای مدل هرشل بالکلی است.

۳- مدل بینگهام

$$\tau = \eta_B \dot{\gamma} + \tau_{0B} \quad (6)$$

آن فاز آلی شفاف جدا و حلال در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد، تا رسیدن به وزن ثابت تبخیر گردید [۱۱].

$$EE\ (\%) = \frac{oil_{Total} - oil_{Surface}}{oil_{Total}} \times 100 \quad (1)$$

oil_{Total} و $oil_{Surface}$ به ترتیب مربوط به روغن کلی و روغن سطحی بر اساس ماده خشک امولسیون نهایی است.

۲-۶- پایداری امولسیون

جهت تعیین پایداری امولسیون، ۱۰ میلی لیتر از هر امولسیون وارد یک لوله آزمایش شده و به مدت ۶ روز در دمای ۴ و ۲۵ درجه سانتی‌گراد نگه داری شد. بعد از نگهداری، پایداری امولسیون با استفاده از معادله زیر محاسبه شد [۱۲].

$$Emulsion\ Stability\ Index(\%) = (2) \\ \frac{HE - HS}{HE} \times 100$$

HE و HS به ترتیب امولسیون کلی و ارتفاع لایه سرم هستند.

۲-۷- طیف بینی فروسرخ تبدیل فوریه^۳ (FTIR)

اندازه گیری FT-IR با استفاده از دستگاه اسپکترومتر FT-IR رومیزی (USA, Agilent, CARY 630) در محدوده طول موج ۴۰۰ تا $4000\ cm^{-1}$ انجام شد.

۲-۸- تجزیه و تحلیل گرماسنج پوششی تفاضلی (DSC^۴)

ویژگی حرارتی اسانس پوست گریپ فروت نانوریزپوشانی شده با صمغ آلژینات با استفاده از گرماسنج پوششی افتراقی (DSC 822، متلر تولدو، سوئیس) که با یک برنامه اتوماتیک آنالیز حرارتی مجهز شده است، مورد بررسی قرار گرفت. دمای شروع (T_o)، پیک (T_p) و انتها (T_E) با استفاده از دماسنج DSC تعیین شدند [۱۳].

۲-۹- فعالیت آنتی اکسیدانی اسانس پوست گریپ

فروت ریز پوشانی شده

به منظور اندازه گیری فعالیت آنتی اکسیدانی نانوامولسیون-ها، ابتدا ۲/۴ میلی گرم DPPH در ۱۰۰ میلی لیتر متانول حل شد. سپس به ۲۵ میکرولیتر از هر یک از محلول‌های

4 - Differential scanning calorimetry (DSC)

3 - Fourier-transform infrared

در این معادله η_B ویسکوزیته بینگهام (Pa s) و τ_{0B} تنش تسلیم (Pa) مدل بینگهام است.

۴- مدل کاسون

$$\tau^{0.5} = K_{0c}^{0.5} + k_c (\dot{\gamma})^{0.5} \quad (V)$$

در این معادله $\tau_{0c} = (k_{0c})^2$ نشان دهنده تنش تسلیم (Pa) و $\eta_c = (k_c)^2$ ویسکوزیته کاسون (Pa.s) نامیده می شود.

۲-۱۱- تجزیه و تحلیل آماری

تجزیه و تحلیل آماری داده های به دست آمده از این پژوهش به کمک روش آنووا بر پایه طرح آماری کاملاً تصادفی با استفاده از آزمون دانکن در سطح اطمینان ۹۵ درصد انجام شد. بدین منظور از نرم افزار SPSS نسخه ۲۰ استفاده شد و رسم نمودارها با نرم افزار اکسل نسخه ۲۰۱۶ انجام شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- اندازه ذرات، شاخص پراکندگی ذرات و پتانسیل

زتا نانوامولسیون

نتایج مربوط به اندازه ذرات نانوامولسیون اسانس پوست گریپ فروت ریز پوشانی شده با صمغ آلزینات در جدول

Table 1- Particle size, zeta potential and encapsulation efficiency encapsulated grapefruit peel essential oil

Ultraturrax Speed (rpm)	Particle size (nm)	PDI	Zeta potential	Encapsulation efficiency (%)
10000	264.0±2.8 ^a	0.32±0.04 ^a	-22.6±7.1 ^b	83.92±0.37 ^a
15000	258.6±1.5 ^b	0.29±0.03 ^b	-23.6±2.9 ^c	81.25±0.25 ^b
20000	226.9±2.4 ^c	0.19±0.01 ^c	-21.65±5.7 ^a	78.76±0.48 ^c

* Different lower case letters in the same column indicate significantly different (p < 0.05)

سرعت های ۶۰۰۰، ۸۰۰۰، ۱۰۰۰۰، ۱۲۰۰۰، ۱۴۰۰۰،

۱۶۰۰۰ و ۱۸۰۰۰ دور بر دقیقه استفاده نمودند. نتایج آن ها نشان داد که بین سرعت تهیه امولسیون و شاخص پراکندگی ذرات رابطه معکوس وجود دارد [۱۶]. هموژنیزاسیون با کاهش شاخص پراکندگی ذرات منجر به همگن شدن فاز پراکنده در امولسیون می شود. به طور کلی زمانیکه تشکیل امولسیون در سرعت های بالا انجام می شود، جریان توربولانت شکل می گیرد و این گرداب ها نوعی فشار برشی به قطرات امولسیون وارد می کند که منجر به کاهش اندازه ذرات و شاخص پراکندگی ذرات می شوند [۱۲].

شاخص پراکندگی ذرات نانوامولسیون در جدول ۱ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می شود این شاخص در تمام نمونه ها کمتر از ۰/۳۳ است. سرعت های بالا منجر به شاخص پراکندگی ذرات کمتر از ۰/۵ می شود که مطلوب می باشد. شاخص پراکندگی ذرات نانوامولسیون با افزایش سرعت هموژنیزاسیون کاهش یافت و اختلاف معنی دار آماری ایجاد شد. به نظر می رسد در سرعت های بالای هموژنیزاسیون نیروی برشی افزایش می یابد که منجر به کاهش اندازه ذرات و همگون بودن می شود که هر دو در این پژوهش اتفاق افتاده است. محققین برای ریزپوشانی اسانس آویشن در دیواره از جنس آلزینات شدیم از

محققین نشان دادند که زمانیکه از سرعت‌های کمتر از ۸۰۰۰ دور بر دقیقه برای تولید امولسیون استفاده می‌شود میزان ناهمگونی ذرات افزایش می‌یابد. در حالیکه استفاده از سرعت‌های بالاتر از ۸۰۰۰ دور بر دقیقه منجر به شکل گیری امولسیون‌های پایدار می‌شود و با افزایش سرعت به طور معنی‌داری شاخص پراکندگی ذرات کاهش می‌یابد [۱۹]. این نتایج با نتایج پژوهش حاضر مطابقت دارد. برخی محققین دیگر نشان دادند با افزایش اندازه ذرات اسانس آویشن شیرازی میکروریزپوشانی شده در آلژینات، شاخص پراکندگی ذرات کاهش می‌یابد که با نتایج پژوهش حاضر همراستا است [۴].

پتانسیل زتا یک شاخص بسیار خوب برای تعیین برهمکنش‌های الکترواستاتیکی بین سطح ذرات است به طوریکه تجمع بار در لایه سکون و شدت یون‌های مخالف بر روی سطوح را نشان می‌دهد [۱۸]. نتایج مربوط به پتانسیل زتا ذرات نانوامولسیون در جدول ۱ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود پتانسیل زتا در تمام نمونه‌های مورد بررسی منفی است و اختلاف معنی‌دار آماری بین نمونه‌ها دیده نمی‌شود. به عبارت دیگر می‌توان گفت تاثیر هموژنیزاسیون بر پتانسیل زتا معنی‌دار نبوده است. به طور کلی امولسیون‌های با پتانسیل زتا در محدوده ۳۰- تا ۳۰+ میلی ولت ناپایدار هستند. لذا با توجه به مقادیر به دست آمده می‌توان گفت تمامی نانوامولسیون‌ها پایدار هستند. در این حالت بار الکتریکی قطرات به اندازه ای قوی است که فرض بر این است که نیروهای دافعه بین قطرات در سیستم نانوامولسیون غالب هستند. محققین پتانسیل زتا اسانس علف لیمو ریزپوشانی شده در صمغ آلژینات را در محدوده ۱۸- تا ۵۰- میلی ولت گزارش نمودند که با نتایج پژوهش حاضر مطابقت دارد [۲۰].

۳-۲- راندمان ریزپوشانی اسانس پوست گریپ فروت

نتایج راندمان ریزپوشانی اسانس پوست گریپ فروت ریز پوشانی شده با صمغ آلژینات در جدول ۱ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود راندمان ریزپوشانی بیش از ۷۸ درصد می‌باشد که راندمان بسیار مطلوبی (≥ 50)

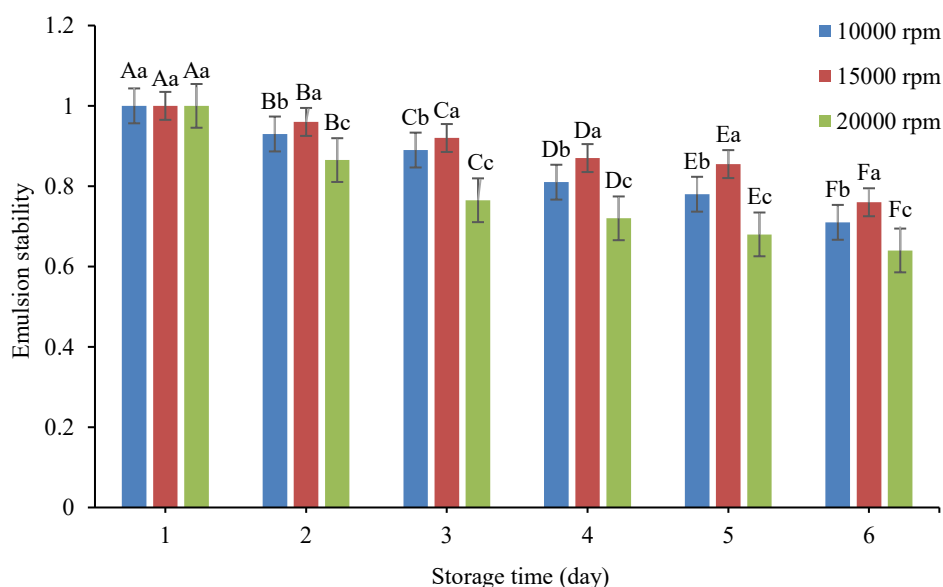
می‌باشد. همچنین با افزایش سرعت هموژنیزاسیون، راندمان ریزپوشانی اسانس کاهش یافته است و اختلاف از نظر آماری معنی‌دار است. اندازه قطرات امولسیون و ویسکوزیته از عوامل تاثیر گذار بر روی راندمان ریزپوشانی هستند. محققین راندمان ریزپوشانی اسانس‌های آویشن، میخک و دارچین را در پوشش آلژینات را در محدوده ۷۰ تا ۹۰ درصد اعلام نمودند که مطابق با نتایج پژوهش حاضر است [۲۱]. در پژوهش دیگر، راندمان اسانس نعنا فلفلی ریزپوشانی شده در آلژینات و موم کارنوبا را در محدوده ۷۲/۹ تا ۹۶/۵ درصد گزارش نمودند که در محدوده اعداد گزارش شده از پژوهش حاضر است [۲۲]. نتایج مشابهی برای اوژنول ریزپوشانی شده در دیواره آلژینات/ژلاتین [۲۳] و پلی فنول‌های کنجد در دیواره صمغ دانه شنبلیله و خرفه گزارش شده است [۲۴].

۳-۳- پایداری امولسیون

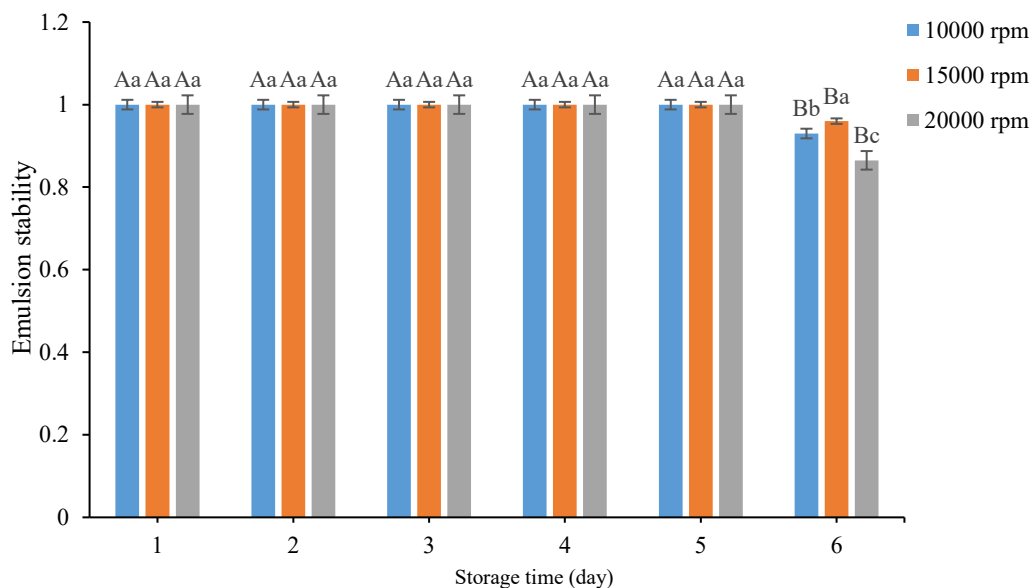
پایداری یک پارامتر بسیار مهم برای ارزیابی خصوصیات یک امولسیون است. تولید یک امولسیون پایدار اسانس ریزپوشانی شده بسیار دشوار است چراکه قطرات کوچک اسانس تمایل به بی ثباتی دارند و در نتیجه فازهای امولسیون از هم جدا می‌شوند [۲۲]. در امولسیون‌های روغن در آب، مکانیسم‌های مختلف بی ثباتی نظیر کرمی شدن گرانشی، ترسیب، فلوکه و کوآگوله شدن منجر به کاهش پایداری می‌شود. شکل ۱ نتایج مربوط به پایداری امولسیون اسانس پوست گریپ فروت ریزپوشانی شده با صمغ آلژینات در دمای ۴ و ۲۵ درجه سانتی گراد را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود در دمای ۴ درجه سانتی گراد امولسیون تا روز ۵ دوره نگهداری پایدار است و پس از آن از روز ۶ پایداری کاهش و اختلاف معنی‌دار آماری ایجاد می‌شود. روند پایداری امولسیون در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد کاهش بود و بین روزهای مختلف اختلاف معنی‌دار آماری مشاهده شد. در روز اول نمونه‌ها از پایداری خوبی برخوردار بودند اما در روزهای بعدی پایداری کاهش یافت. همانطور که گفته شد افزایش سرعت هموژنیزاسیون منجر به کاهش اندازه ذرات شد اما

تحت فشارهای هموژنیزاسیون بالاتر، از ثبات کمتری برخوردار بودند، و این نشان دهنده سطح کواگوله شدن بالاتر است [۲۵]. محققین دیگر نشان دادند سرعت هموژنیزاسیون بر پایداری امولسیون موثر است. آن‌ها روند کاهش پایداری برای تمام امولسیون‌های اسانس میخک در سدیم آلزینات طی دوره نگهداری را اعلام نمودند. همچنین پایداری امولسیون با افزایش سرعت هموژنیزاسیون کاهش یافت [۲۶]. پایداری امولسیون با نتایج به دست آمده از پتانسیل زتا مطابقت دارد و امولسیون تهیه شده در سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه به علت پتانسیل زتا کمتر، دارای پایداری بیشتری است.

امولسیون تهیه شده با سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه دارای بالاترین پایداری در هر دو دما بودند. مطالعه ای توسط گارسیا و همکاران (۲۰۱۲) اگرچه در هیچ یک از امولسیون‌ها جدایی فازی مشاهده نشد، اما قطرات ممکن است در طول دوره نگهداری به هم کواگوله شوند، که می‌تواند شاخص پایداری امولسیون را کاهش دهد [۲۵]. پس از هموژنیزاسیون، زمانی که امولسیون برای مدت زمان مشخصی در حالت استراحت باقی می‌ماند، انرژی اتلاف می‌شود و منجر به تشکیل قطرات بزرگتر می‌شود که نشان دهنده کواگوله شدن قطرات است. طبق نتایج گارسیا و همکاران (۲۰۱۲) افزایش فشار هموژنیزاسیون باعث کاهش اندازه قطرات می‌شود، اما امولسیون‌های تولید شده



(A)



(B)

Figure 1- Stability of emulsions in different storage conditions: A) At room temperature (25 °C) B) At refrigerator temperature (4 °C) (Uppercase and lowercase letters show a statistically significant difference between different storage times in the same sample and different samples at the same time, respectively.)

و نشان دادند همگی اسانس‌ها در محدوده ۳۲۵۰ تا ۳۶۰۰ و همچنین در ۳۰۰۰ تا ۳۲۵۰ دارای پیک هستند [۲۷] و با نتایج طیف پژوهش حاضر مطابقت دارد. محدوده cm^{-1} ۲۹۲۷ حضور اسیدهای کربوکسیلیک در اسانس ریز پوشانی شده با صمغ آلزینات را نشان می‌دهد. پیک‌های cm^{-1} ۳۴۴۳، cm^{-1} ۲۹۲۸، cm^{-1} ۱۶۱۵، cm^{-1} ۱۰۹۶، cm^{-1} ۱۰۲۹ به ترتیب مربوط به گروه کربوکسیلیک، کشش نامتقارن نمک کربوکسیلات و کشش C-O اثر است اسانس ریزپوشانی شده با آلزینات سدیم دارای گروه کربوکسیل آزاد است که دارای بار منفی است [۱۳]. محققین دیگر نیز نتایج مشابهی برای اسانس نعنا ریزپوشانی شده در آلزینات گزارش دادند [۲۲].

۳-۴- طیف بینی فروسرخ تبدیل فوری

طیف بینی فروسرخ تبدیل فوری اسانس نانوریزپوشانی شده در دیواره صمغ آلزینات که با سرعت‌های مختلف هموژنیزاسیون تهیه شده بود و همچنین صمغ آلزینات به تنهایی در شکل ۲ نشان داده شده است. محدوده cm^{-1} ۳۶۰۰-۳۰۰۰ مربوط به پیوندهای کششی O-H است. همانطور که مشاهده میشود تمامی اسانس‌های نانوریزپوشانی شده در این محدوده دارای پیک هستند که مربوط به پیوند بین اسانس و آلزینات می‌باشد. محققین طیف FTIR برای اسانس پوست مرکبات لیمو، پرتقال، گریپ فروت قرمز و سفید و دارابی را اندازه گیری نمودند

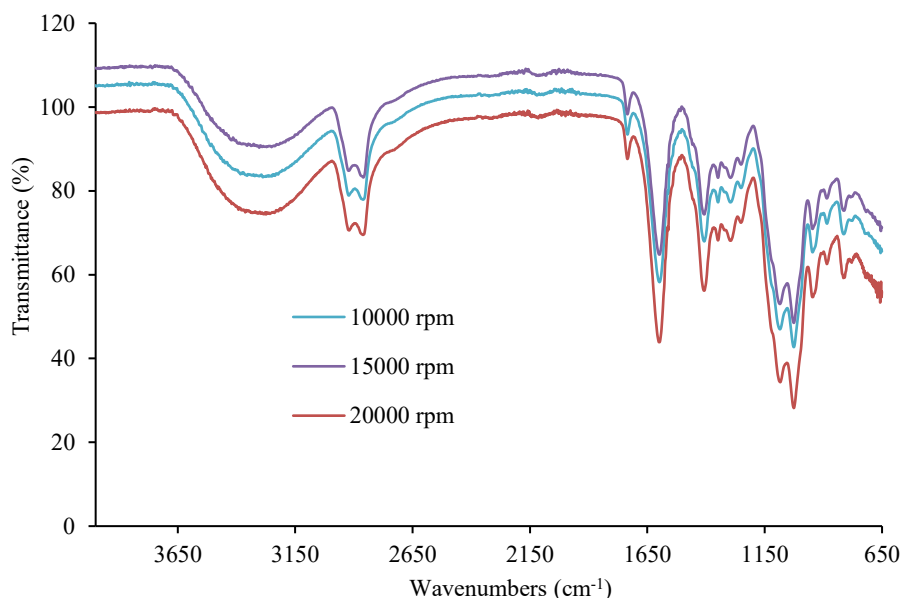


Figure 2. FTIR spectrum of encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate.

[۲۹]. محققین در مطالعه ای راندمان نانوریزپوشانی عصاره پوست پرتقال و لیمو را مورد بررسی قرار دادند، گزارش کردند که بعد از نانوریزپوشانی نقطه ذوب نمونه‌ها از ۷۳/۶ به ۲۳۱/۸ درجه سانتی‌گراد افزایش می‌یابد [۳۰]. بنابراین، نانوریزپوشانی می‌تواند پایداری عصاره پوست پرتقال را در برابر انتقال حرارتی بالا در هنگام فرآوری مواد غذایی بهبود بخشد. محققین پیک‌های کاهش و افزایش اسانس نعنا ریزپوشانی شده در صمغ آلژینات و موم کارنوبا را به ترتیب در محدوده دمایی ۹۰ الی ۲۰۰ و ۲۰۰ الی ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد گزارش نمودند [۲۲]. همانطور که مشاهده می‌شود اسانس ریزپوشانی شده در سرعت ۱۰۰۰ دور بر دقیقه از نظر خصوصیات DSC به آلژینات خالص نزدیک تر است. لذا می‌توان نتیجه گرفت که در سرعت‌های بالاتر هموژنیزاسیون برخی از ترکیبات اسانس تجزیه و به ترکیبات جدیدتری تبدیل شده‌اند. محققین دیگر، دو پیک در نمودار اسانس ریزپوشانی شده با آلژینات گزارش نمودند که پیک اول مربوط به تبخیر آب از آلژینات و پیک دوم مربوط به اسانس می‌باشد [۳۱].

۳-۵- تجزیه و تحلیل گرماسنجی روبشی تفاضلی DSC

تجزیه و تحلیل گرماسنجی روبشی تفاضلی DSC می‌تواند برای تشخیص رفتار حرارتی بیومولکول‌ها که مربوط به ساختار، خواص آب دوست و حالت تعاملی آن‌ها است، استفاده شود. نمودار DSC آلژینات خالص و اسانس پوست گریپ فروت نانوریزپوشانی شده در صمغ آلژینات در شکل ۳ نشان داده شده است. طبق شکل ۳ دو محدوده اسانس نانوریز پوشانی شده در صمغ آلژینات به ترتیب مربوط به پیک‌های گرماگیر (تبخیر آب) و گرمازا است. با توجه به یافته‌های محققین پیک‌های گرمازا در دمای بالا مربوط به تجزیه حرارتی پلی ساکاریدها و شروع تقسیم تصادفی پیوندهای گلیکوزیدیک و پروتئین‌ها می‌باشند [۲۸]. طبق نتایج رزمخواه و همکاران (۲۰۱۶) دو ناحیه گرمازا در دمای ۲۶۲/۵۶ و ۳۰۴/۴۴ درجه سانتی‌گراد مشاهده شد که احتمال زیاد مربوط به تخریب نمونه است

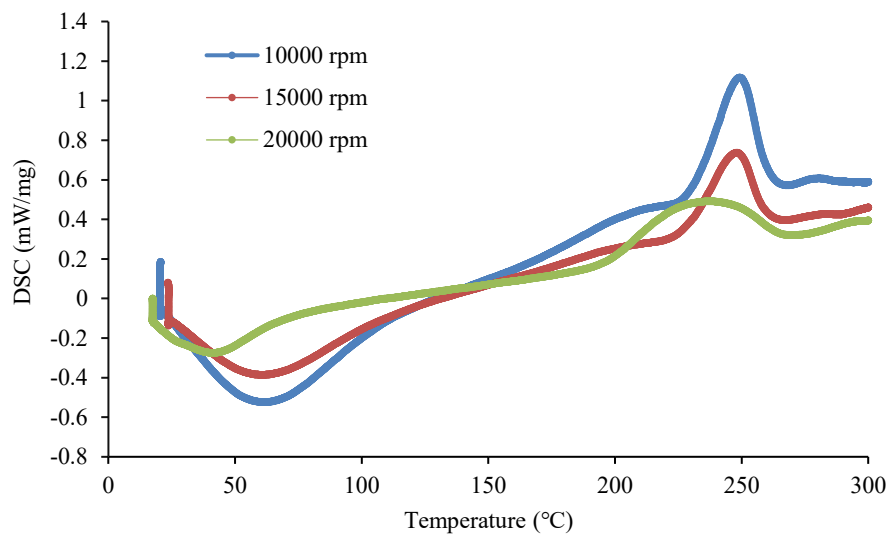


Figure 3- DSC diagram of encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate gum.

لیپیدها جلوگیری کند [۳۲]. از آنجایی که فعالیت آنتی اکسیدانی اسانس به ساختار شیمیایی خاص آن‌ها مرتبط است، به نظر می‌رسد فعالیت آنتی اکسیدانی نانومولسیون‌های تولید شده می‌تواند شاخص خوبی برای حفظ ترکیبات فعال آن‌ها باشد. بنابراین، اثرات نانومولسیون اسانس پوست گریپ فروت بر فعالیت رادیکال DPPH برای ارزیابی فعالیت آنتی اکسیدانی نانومولسیون‌های تهیه شده تعیین شد.

۳-۶- فعالیت آنتی اکسیدانی اسانس پوست گریپ فروت ریز پوشانی شده (DPPH)

اسانس پوست گریپ فروت مانند سایر اسانس‌های گیاهی دارای فعالیت آنتی اکسیدانی است، زیرا ترکیبات فنولی و فلاونوئیدی این ترکیبات می‌توانند با خاموش کردن رادیکال‌های پراکسی و چلات کردن آهن از پراکسیداسیون

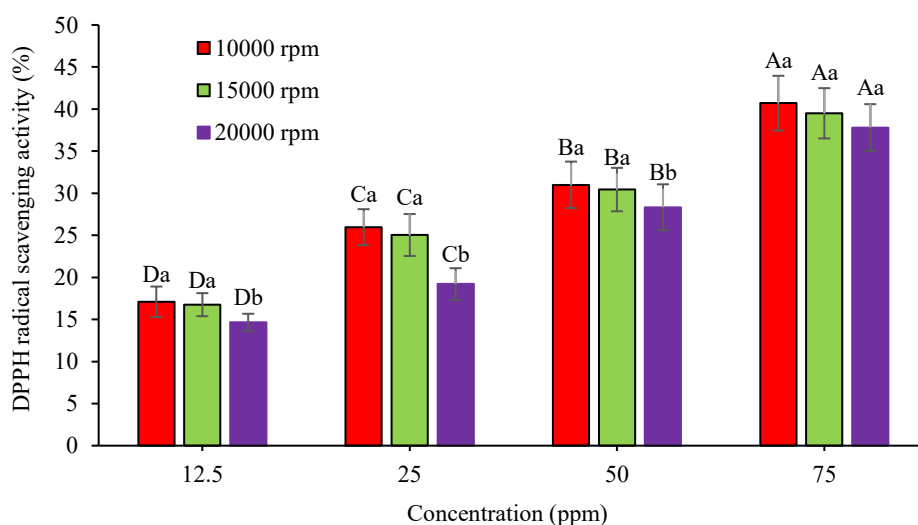


Figure 4 - The effect of Ultra-Turrax speed on the antioxidant properties of encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate gum. (*Different lower case letters in the same concentration and upper case letters in the same rpm indicate significantly different ($p < 0.05$))

همانطور که در شکل ۴ نشان داده شده است، با افزایش غلظت نانوامولسیون فعالیت آنتی اکسیدانی افزایش یافته است و اختلاف از نظر آماری معنی دار است. در تمام غلظت‌های مورد بررسی، بیشترین فعالیت آنتی اکسیدانی مربوط به آلزینات ۱۰ می‌باشد. دلیل این امر می‌تواند مرتبط با راندمان ریزپوشانی بالاتر اسانس در سرعت ۱۰۰۰۰ دور بر دقیقه باشد. پژوهش قبلی ما نشان داد، اسانس پوست گریپ فروت ریزپوشانی شده در صمغ دانه ریحان دارای فعالیت آنتی اکسیدانی است [۳۳]. کاربوفیلین و α -پنین ترکیبات شیمیایی اسانس پوست گریپ فروت به ترتیب فعالیت مهار DPPH ضعیف و متوسطی را نشان می‌دهند. محققین دیگر، فعالیت آنتی اکسیدانی قابل توجهی را در اسانس‌های غنی از مونو ترپن (دی لیمونن و α -پنین) مشاهده کردند. به طور کلی اسانس‌های غنی از ترکیبات اکسیژن دار، فعالیت ضد رادیکالی بسیار مهمی از خود نشان می‌دهند. ارتباط مستقیم بین فعالیت آنتی اکسیدانی و مقدار α -پنین وجود دارد [۳۴]. به همین ترتیب میمیکا-دوکچ و همکاران (۲۰۰۴) گزارش دادند که مونوترپن‌ها (لیمونن) و سزکوئی ترپن‌ها (کاربوفیلین) مسئول خنثی‌سازی رادیکال DPPH هستند [۳۵]. علاوه بر این، کلن و تپه (۲۰۰۸) تشخیص داده اند که مونوترپن‌ها (لیمونن و α -پنین) به تنهایی در مقایسه با ترکیبات مشابه، فعالیت آنتی اکسیدانی قابل توجهی ندارند [۳۶].

۳-۷- آنالیز رفتار جریان‌ی برشی پایا

با توجه به شکل ۵ نمونه اسانس‌های ریزپوشانی شده با صمغ آلزینات در سرعت‌های هموژنیزاسیون ۱۰۰۰۰،

۱۵۰۰۰ و ۲۰۰۰۰ دارای رفتار رقیق شونده با برش هستند. با توجه به مدل‌های برازش شده (مدل پاورلا، هرشل بالکلی، کاسون و بینگهام) مدل پاورلا و هرشل بالکلی دارای R^2 بالاتری هستند. همچنین مقدار اندیس جریان مدل پاورلا (n_p) و هرشل بالکلی (n_H) $0.66 - 0.68$ به دست آمده است که رفتار رقیق شونده با برش نمونه‌ها را تایید می‌کند. اما سرعت‌های هموژنیزاسیون بر روی مقدار k_p و k_H معنی دار نبوده است ($p > 0.05$). محققین در تحقیقی اثر فشار هموژنیزاسیون روی ویژگی‌های امولسیون و ماندگاری روغن اسانس ریحان ریزپوشانی شده را بررسی کردند و به این نتیجه رسیدند که هموژنیزاسیون روی ویسکوزیته امولسیون بی تاثیر بوده است [۲۵]. طبق گفته فلوری و همکاران (۲۰۰۰) اگرچه هموژنایزر در یک فشار بسیار زیاد، ویسکوزیته امولسیون را تا مقدار محدود کننده کاهش می‌دهد. این بدان معنی است که در امولسیون‌هایی با ویسکوزیته کم، مانند امولسیون‌های بر پایه صمغ عربی، اثر هموژنیزاسیون با فشار بالا بر روی ویسکوزیته احتمالاً قابل توجه نخواهد بود [۳۷]. کوفلیس و همکاران (۲۰۲۱) رفتار رقیق شونده با برش برای نانوامولسیون‌های اسانس بادرنجبویه در دیواره صمغ آلزینات گزارش نمودند [۳۸]. در پژوهش دیگر داسیلوا کامپلو و همکاران (۲۰۲۱) رفتار غیر نیوتونی رقیق شونده با برش برای نانوامولسیون‌های اسانس میخک در صمغ آلزینات و کربوکسی متیل سلولز گزارش نمودند که مطابق با نتایج پژوهش حاضر است [۳۹].

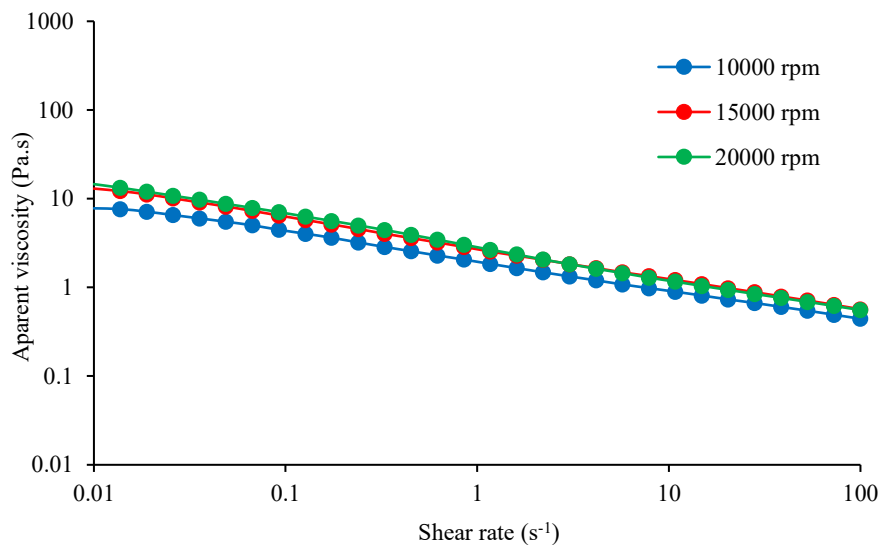


Figure 5- Flow behavior diagram encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate gum.

Table 2 - Rheological parameters of Herschel–Bulkley and Power law model for encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate gum

Ultraturrax Speed (rpm)	Power Law model			Herschel–Bulkley model			
	$K_p(\text{Pa s}^n)$	n_p	R^2	$k_H (\text{Pa} \times \text{s}^n)$	n_H	$\tau_{0H} (\text{Pa})$	R^2
10000	1.91 ± 0.05^b	0.68 ± 0.01^a	1	1.90 ± 0.04^c	0.68 ± 0.01^a	0.02 ± 0.01^a	1
15000	2.73 ± 0.03^a	0.66 ± 0.01^b	1	2.74 ± 0.04^a	0.66 ± 0.01^a	0.02 ± 0.01^a	1
20000	2.60 ± 0.17^a	0.66 ± 0.00^a	1	2.51 ± 0.13^b	0.67 ± 0.00^{ab}	0.03 ± 0.00^a	1

* Different lower case letters in the same column indicate significantly different ($p < 0.05$)

Table 3- Rheological parameters of Bingham and Casson model for encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate gum

Ultraturrax Speed (rpm)	Bingham model			Casson model		
	$\tau_{0\beta} (\text{Pa})$	η_β	R^2	$\tau_{0c} (\text{Pa})$	η_c	R^2
10000	1.79 ± 0.06^c	0.47 ± 0.00^b	0.97	3.58 ± 0.11^c	0.21 ± 0.01^a	0.97
15000	2.56 ± 0.00^a	0.61 ± 0.05^a	0.97	5.11 ± 0.00^a	0.20 ± 0.01^a	0.98
20000	2.42 ± 0.03^b	0.58 ± 0.00^a	0.98	4.84 ± 0.07^b	0.20 ± 0.00^a	0.97

* Different lower case letters in the same column indicate significantly different ($p < 0.05$)

استفاده از سرعت‌های مختلف هموژنیزاسیون (۱۰۰۰،

۱۵۰۰ و ۲۰۰۰ دور بر دقیقه) در صمغ آلژینات

نانوریزپوشانی شد. نتایج نشان داد نانوامولسیون‌های

تشکیل شده دارای اندازه نانومتری (کمتر از ۳۰۰ نانومتر)

و از PDI مناسبی برخوردار بودند. همچنین تمامی

نانوامولسیون پتانسیل زتا منفی و راندمان نانوریزپوشانی

۴- نتیجه گیری

امروزه استفاده از ترکیبات طبیعی به عنوان نگهدارنده‌های

مواد غذایی به طور فزاینده ای در میان مصرف کنندگان

محبوب شده است چراکه آن‌ها را ایمن و سالم قلمداد می-

کنند. در این پژوهش اسانس پوست گریپ فروت با

نمونه‌ها معنی دار نبود. در نهایت با توجه به پایداری بالاتر نانوامولسیون‌های تهیه شده در سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه و همچنین با در نظر گرفتن سایر پارامترهایی که در این مطالعه بررسی گردید، نانوریزپوشانی اسانس در سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه می‌تواند برای نانوریزپوشانی اسانس پوست گریپ فروت در دیواره صمغ آلزینات مناسب باشد.

۵- منابع

- [1] Deng, W., Liu, K., Cao, S., Sun, J., Zhong, B., & Chun, J. (2020). Chemical composition, antimicrobial, antioxidant, and antiproliferative properties of grapefruit essential oil prepared by molecular distillation. *Molecules*, 25(1), 217.
- [2] Sahay, S. (2015). A review on pharmacological uses of essential oil. *Int. J. Curr. Pharm. Rev. Res*, 6, 71-79.
- [3] Okunowo, W. O., Oyediji, O., Afolabi, L. O., & Matanmi, E. (2013). Essential oil of grape fruit (*Citrus paradisi*) peels and its antimicrobial activities.
- [4] Kavosi, G., Derakhshan, M., Salehi, M., & Rahmati, L. (2018). Microencapsulation of zataria essential oil in agar, alginate and carrageenan. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 45, 418-425.
- [5] Bozkurt, T., Gülnaz, O., & Kaçar, Y. A. (2017). Chemical composition of the essential oils from some citrus species and evaluation of the antimicrobial activity. *Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology*, 11(10), 29-33.
- [6] Đorđević, V., Balanč, B., Belščak-Cvitanović, A., Lević, S., Trifković, K., Kalušević, A. Nedović, V. (2015). Trends in encapsulation technologies for delivery of food bioactive compounds. *Food Engineering Reviews*, 7(4), 452-490.
- [7] Choukaife, H., Doolaanea, A. A., & Alfatama, M. (2020). Alginate nanoformulation: Influence of process and selected variables. *Pharmaceuticals*, 13(11), 335.
- [8] Dehghan, B., Esmaeilzadeh Kenari, R., & Raftani Amiri, Z. (2020). Nano-encapsulation of orange peel essential oil in native gums (*Lepidium sativum* and *Lepidium perfoliatum*): Improving oxidative stability of soybean oil. *Journal of Food Processing and Preservation*, 44(11), e14889.
- [9] Radünz, M., da Trindade, M. L. M., Camargo, T. M., Radünz, A. L., Borges, C. D., Gandra, E. A., & Helbig, E. (2019). Antimicrobial and antioxidant activity of unencapsulated and encapsulated clove (*Syzygium aromaticum*, L.) essential oil. *Food Chemistry*, 276, 180-186.
- [10] Granata, G., Stracquandano, S., Leonardi, M., Napoli, E., Consoli, G. M. L., Cafiso, V., . . . Geraci,

بالاتر از ۷۵ درصد داشتند که ایده آل می‌باشد. نانوامولسیون اسانس پوست گریپ فروت به دلیل دارا بودن ترکیبات زیست فعال موجود در اسانس خاصیت آنتی اکسیدانی به صورت مهار رادیکال آزاد نشان داد. تجزیه و تحلیل ساختاری نانوامولسیون‌ها نشان دهنده به دام افتادن ذرات اسانس در داخل صمغ آلزینات بود. از نظر پارامترهای رئولوژیکی، اسانس‌های پوست گریپ فروت نانوریزپوشانی شده دارای رفتار رقیق شونده با برش بودند. اما سرعت‌های مختلف هموژنیزاسیون بر روی ویسکوزیته

- C. (2018). Essential oils encapsulated in polymer-based nanocapsules as potential candidates for application in food preservation. *Food Chemistry*, 269, 286-292.
- [11] Raeisi, S., Ojagh, S. M., Quek, S. Y., Pourashouri, P., & Salaün, F. (2019). Nano-encapsulation of fish oil and garlic essential oil by a novel composition of wall material: Persian gum-chitosan. *LWT*, 116, 108494.
- [12] Razavi, R., Kenari, R. E., Farmani, J., & Jahanshahi, M. (2020). Fabrication of zein/alginate delivery system for nanofood model based on pumpkin. *International journal of biological macromolecules*, 165, 3123-3134.
- [13] Naji-Tabasi, S., Razavi, S. M. A., & Mehdiabari, H. (2017). Fabrication of basil seed gum nanoparticles as a novel oral delivery system of glutathione. *Carbohydrate Polymers*, 157, 1703-1713.
- [14] Himed, L., Merniz, S., Monteagudo-Olivan, R., Barkat, M., & Coronas, J. (2019). Antioxidant activity of the essential oil of citrus limon before and after its encapsulation in amorphous SiO₂. *Scientific African*, 6, e00181.
- [15] Li, W., Wang, Y., Li, J., Jiao, Y., & Chen, J. (2019). Synergistic and competitive effects of monoglycerides on the encapsulation and interfacial shear rheological behavior of soy proteins. *Food Hydrocolloids*, 89, 631-636.
- [16] Benavides, S., Cortés, P., Parada, J., & Franco, W. (2016). Development of alginate microspheres containing thyme essential oil using ionic gelation. *Food Chemistry*, 204, 77-83.
- [17] Carmona, P. A., Tonon, R. V., da Cunha, R. L., & Hubinger, M. D. (2013). Influence of emulsion properties on the microencapsulation of orange essential oil by spray drying. *Journal of Colloid Science and Biotechnology*, 2(2), 130-139.
- [18] Firoozi, M., Rezapour-Jahani, S., Shahvegharasl, Z., & Anarjan, N. (2020). Ginger essential oil nanoemulsions: Preparation and physicochemical characterization and antibacterial activities evaluation. *Journal of Food Process Engineering*, 43(8), e13434.

- [19] Ruiz Márquez, D., Partal López, P., Franco Gómez, J. M., & Gallegos Montes, C. (2010). Emulsiones alimentarias aceite-en-agua estabilizadas con proteínas de atún.
- [20] Salvia-Trujillo, L., Rojas-Graü, M. A., Soliva-Fortuny, R., & Martín-Belloso, O. (2013). Effect of processing parameters on physicochemical characteristics of microfluidized lemongrass essential oil-alginate nanoemulsions. *Food Hydrocolloids*, 30(1), 401-407.
- [21] Soliman, E. A., El-Moghazy, A. Y., El-Din, M. M., & Massoud, M. A. (2013). Microencapsulation of essential oils within alginate: formulation and in vitro evaluation of antifungal activity.
- [22] Yilmaztekin, M., Lević, S., Kalušević, A., Cam, M., Bugarski, B., Rakić, V. Nedović, V. (2019). Characterisation of peppermint (*Mentha piperita* L.) essential oil encapsulates. *Journal of microencapsulation*, 36(2), 109-119.
- [23] Shinde, U., & Nagarsenker, M. (2011). Microencapsulation of eugenol by gelatin-sodium alginate complex coacervation. *Indian journal of pharmaceutical sciences*, 73(3), 311.
- [24] Esmaeilzadeh Kenari, R., & Razavi, R. (2022). Phenolic profile and antioxidant activity of free/bound phenolic compounds of sesame and properties of encapsulated nanoparticles in different wall materials. *Food science & nutrition*, 10(2), 525-535.
- [25] Garcia, L. C., Tonon, R. V., & Hubinger, M. D. (2012). Effect of homogenization pressure and oil load on the emulsion properties and the oil retention of microencapsulated basil essential oil (*Ocimum basilicum* L.). *Drying Technology*, 30(13), 1413-1421.
- [26] Purwanti, N., Zehn, A. S., Pusfitasari, E. D., Khalid, N., Febrianto, E. Y., Mardjan, S. S. Kobayashi, I. (2018). Emulsion stability of clove oil in chitosan and sodium alginate matrix. *International Journal of Food Properties*, 21(1), 566-581.
- [27] Manaila, E., Berechet, M. D., Stelescu, M. D., Craciun, G., Mihaiescu, D. E., Purcareanu, B. Radu, M. (2016). Comparison between chemical compositions of some essential oils obtained by hydrodistillation from citrus peels. *Revista de Chimie*, 67, 106.
- [28] Krekora, M., Markiewicz, K. H., Wilczewska, A. Z., & Nawrocka, A. (2023). Raman and thermal (TGA and DSC) studies of gluten proteins supplemented with flavonoids and their glycosides. *Journal of Cereal Science*, 103672.
- [29] Razmkhah, S., Mohammadifar, M. A., Razavi, S. M. A., & Ale, M. T. (2016). Purification of cress seed (*Lepidium sativum*) gum: Physicochemical characterization and functional properties. *Carbohydrate Polymers*, 141, 166-174.
- [30] Mahmoud, K. F., Ibrahim, M. A., Mervat, E. D., Shaaban, H. A., Kamil, M. M., & Hegazy, N. A. (2016). Nano-encapsulation efficiency of lemon and orange peels extracts on cake shelf life. *American Journal of Food Technology*, 11(3), 63-75.
- [31] Laurienzo, P., Malinconico, M., Motta, A., & Vicinanza, A. (2005). Synthesis and characterization of a novel alginate-poly (ethylene glycol) graft copolymer. *Carbohydrate Polymers*, 62(3), 274-282.
- [32] Ahmed, S., Rattanpal, H., Gul, K., Dar, R. A., & Sharma, A. (2019). Chemical composition, antioxidant activity and GC-MS analysis of juice and peel oil of grapefruit varieties cultivated in India. *Journal of Integrative Agriculture*, 18(7), 1634-1642.
- [33] Mohammad Kheshtchin, S., Farahmandfar, R., & Farmani, J. (2022). Effect of homogenization on encapsulation of grapefruit (*Citrus paradisi*) peel essential oil with basil seed gum. *Innovative Food Technologies*, 9(3), 223-238 [In Persian].
- [34] Wei, A., & Shibamoto, T. (2007). Antioxidant activities and volatile constituents of various essential oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(5), 1737-1742.
- [35] Mimica-Dukic, N., Bozin, B., Sokovic, M., & Simin, N. (2004). Antimicrobial and antioxidant activities of *Melissa officinalis* L. (*Lamiaceae*) essential oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(9), 2485-2489.
- [36] Kelen, M., & Tepe, B. (2008). Chemical composition, antioxidant and antimicrobial properties of the essential oils of three *Salvia* species from Turkish flora. *Bioresource technology*, 99(10), 4096-4104.
- [37] Flourey, J., Desrumaux, A., & Lardières, J. (2000). Effect of high-pressure homogenization on droplet size distributions and rheological properties of model oil-in-water emulsions. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 1(2), 127-134.
- [38] Cofelice, M., Cinelli, G., Lopez, F., Di Renzo, T., Coppola, R., & Reale, A. (2021). Alginate-assisted lemongrass (*Cymbopogon nardus*) essential oil dispersions for antifungal activity. *Foods*, 10(7), 1528.
- [39] Da Silva Campelo, M., Melo, E. O., Arrais, S. P., do Nascimento, F. B. S. A., Gramosa, N. V., de Aguiar Soares, S. Ricardo, N. M. P. S. (2021). Clove essential oil encapsulated on nanocarrier based on polysaccharide: A strategy for the treatment of vaginal candidiasis. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 610, 125732.



Journal of Food Science and Technology (Iran)

Homepage: www.fsct.modares.ir

Scientific Research

Effect of ultraturrax speed on properties of grapefruit peel essential oil microencapsulated with alginate gum

Samaneh Mohammad Kheshtchin¹, Reza Farahmandfar^{2*}, Jamshid Farmani³

1- MSc, Department of Food Science and Technology, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University, Iran

2- Associate Professor, Department of Food Science and Technology, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University, Iran

3- Professor, Department of Food Science and Technology, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University, Iran

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Article History: Received: 2024/5/7 Accepted: 2024/12/11 Keywords: Homogenization, Microencapsulation, Alginate gum, Grapefruit peel essential oil, Rheology DOI: 10.22034/FSCT.22.162.156. *Corresponding Author E- r.farahmandfar@sanru.ac.ir	In this study, the effect of different homogenization speed (10,000, 15,000 and 20,000 rpm) on the structural, rheological and antioxidant properties of nanoencapsulated grapefruit peel essential oil coated in alginate gum wall was investigated. Increasing the homogenization speed led to a decrease in particle size (from 264.0 to 226.9 nm) and PDI index (from 0.32 to 0.19) of nanoemulsion. All nanoemulsions had negative zeta potential (-23.6 to -21.65 mV). The nanoencapsulation efficiency of the essential oil decreased from 83.92 to 78.76% with increasing the speed of homogenization. Nanoemulsion of essential oil at 4 ° C had full stability (100%) for 5 days, while at 25 ° C over time, the stability of the nanoemulsion decreased and the highest stability was related to the prepared nanoemulsions at 15000 rpm because of a smaller zeta potential. The results of Fourier transform infrared spectroscopy and differential scanning calorimetry showed that the essential oil was encapsulated by alginate. The produced nanoemulsions had antioxidant activity and with increasing the concentration of nanoemulsions, the speed of DPPH free radical scavenging increased. The highest antioxidant activity was related to the prepared nanoemulsion at 10,000 rpm. All nanoemulsions showed pseudoplastic (shear thinning) behavior. Herschel–Bulkley and Power law models had higher R^2 than other fitted models. Homogenization had almost no effect on k_p and k_H. The results of this study introduce the use of 15,000 rpm to produce a nanoemulsion of grapefruit peel essential oil in the alginate gum wall.