



## اثر سرعت اولتراتوراکس بر خصوصیات اسانس پوست گریپ فروت ریزپوشانی شده با صمع آژینات

سمانه محمد خشت چین<sup>۱</sup>، رضا فرهمندفر<sup>۲\*</sup>، جمشید فرمانی<sup>۳</sup>

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

### چکیده

### اطلاعات مقاله

در این پژوهش تاثیر سرعت‌های مختلف هموژنیزاسیون (۱۰۰۰، ۱۵۰۰ و ۲۰۰۰ دور بر دقیقه) بر ویژگی‌های ساختاری، رئولوژیکی و خاصیت آنتی اکسیدانی اسانس پوست گریپ فروت نانوریز پوشانی شده در دیواره صمع آژینات مورد بررسی قرار گرفت. افزایش سرعت هموژنیزاسیون منجر به کاهش اندازه ذرات (از ۲۶۴/۰ تا ۲۲۷/۹ نانومتر) و شاخک پراکنده‌گی ذرات نانومولسیون (از ۳۲/۰ تا ۱۹/۰ میلی ولت) داشتند. تمام نانومولسیون‌ها پتانسیل زتای منفی (۲۳/۶-۲۱/۶ میلی ولت) داشتند. راندمان نانوریز پوشانی اسانس با افزایش سرعت هموژنیزاسیون از ۸۳/۹۲ تا ۷۸/۷۶ درصد کاهش یافت. نانومولسیون اسانس در دمای C<sup>۹</sup> به مدت ۵ روز پایداری کامل داشت. در دمای C<sup>۹</sup> با گذشت زمان، پایداری نانومولسیون کاهش یافت و بیشترین پایداری مربوط به نانومولسیون‌های تهیه شده با سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه بود که پتانسیل زتای کوچکتری داشت. نتایج مربوط به طیف بینی فروسرخ تبدیل فوریه و گرماسنجی رویشی تفاضلی نشان دهنده احاطه شدن اسانس توسط آژینات بود. نانومولسیون‌های تولید شده دارای فعالیت آنتی اکسیدانی بودند و با افزایش غلظت نانومولسیون میزان مهار رادیکال آزاد DPPH افزایش یافت. بیشترین فعالیت آنتی اکسیدانی مربوط به نانومولسیون تهیه شده در سرعت ۱۰۰۰۰ دور بر دقیقه بود. تمامی نانومولسیون‌ها رفتار رقیق شونده با برش نشان دادند. مدل‌های هر Shelley بالکلی و پاورلا دارای R<sup>۲</sup> بالاتری نسبت به سایر مدل‌های برازش شده بودند. هموژنیزاسیون بر روی مقدار k<sub>H</sub> و k<sub>D</sub> تقریباً بی اثر بوده است. نتایج این تحقیق استفاده از سرعت ۱۵۰۰۰ دور بر دقیقه را برای تولید نانومولسیون اسانس پوست گریپ فروت در دیواره صمع آژینات مناسب معرفی می‌نماید.

تاریخ های مقاله :

تاریخ دریافت: ۱۴۰۳/۲/۱۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۹/۲۱

کلمات کلیدی:

هموژنیزاسیون،

ریز پوشانی،

صمغ آژینات،

اسانس پوست گریپ فروت،

رئولوژی

DOI:10.22034/FSCT.22.162.156.

\* مسئول مکاتبات:

r.farahmandfar@sanru.ac.ir

## ۱- مقدمه

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 افتداده 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].

هیدروکلوفنیدها 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 هیدروکلوفنیدها، دما و شرایط فرآیند و همچنین محتوای جامد و ترکیب شیمیایی مواد غذایی بستگی دارد. آژینات یک پلیمر خطی است که شامل اتصالات D-مانورونات و L-α-گلورونات است و به دلیل زیست سازگاری، سمیت کم و ظرفیت بسیار عالی در تشکیل ژل، در بسیاری از مواد غذایی و کاربردهای پژوهشی مورد بررسی قرار می‌گیرد [۷]. اگر چه مطالعات بسیاری در زمینه ریزپوشانی انسان‌های خوراکی انجام شده است اما تا کنون مطالعه‌ای مبنی بر استفاده از انسان گریپ فروت نانوریزپوشانی شده در دیواره از جنس آژینات انجام نشده است. لذا در این مطالعه ویژگی‌های رئولوژیکی و فیزیکوشیمیایی انسان پوست گریپ فروت نانوریزپوشانی شده با صمغ آژینات مورد بررسی قرار گرفته است.

## ۲- مواد و روش‌ها

### ۱-۱- تهیه نمونه و آماده سازی

سdim آژینات و تویین 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 انسان از قسمت سفید رنگ جدا شد. پوست گریپ فروت

افزایش آگاهی بشر نسبت به اینمی مواد غذایی و سمیت نگهدارنده‌های شیمیایی منجر به افزایش تقاضا برای یافتن جایگزین‌های طبیعی برای آن‌ها شده است. انسان‌های 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، انسان‌های گیاهی به دلیل اثرات آنتی اکسیدانی و مهار رادیکال‌های آزاد توجه زیادی را به خود جلب نموده اند [۲]. انسان‌مرکبات 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 آبگیری) از مرکبات مطرح بوده که در لایه بیرونی آن گروهی از سلول‌ها به شکل غده‌های فرورفته که حاوی انسان هستند، قرار دارند [۴].

انسان‌ها مایعات متتمرکز در مولکول‌های حاصل از متابولیسم گیاه (ترپنoid و مولکول‌های معطر) هستند. آن‌ها در عطرسازی و لوازم آرایشی و بهداشتی و همچنین صنایع غذایی و دارویی بسیار محبوب هستند. اجزای اصلی انسان‌های استخراج شده از پوست برخی از مرکبات شامل α-پین، سابین، β-پین، β-میرسن، D-لیمونن، لینالول، m-سایمن و ۴-ترپنیزل هستند که D-لیمونن مهمترین ترکیب آن است [۵].

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

امولسیون‌های تهیه شده در دمای ۲۰- درجه سانتی گراد به مدت ۲۴ ساعت منجمد شده و سپس با استفاده از خشک کن انجامدادی، 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 شیشه‌ای ریخته شد و در دمای ۱۸- درجه سانتی گراد نگه داری شدند.

#### ۴- اندازه ذرات، شاخص پراکندگی ذرات و پتانسیل زتا نانوامولسیون‌ها

اندازه ذرات امولسیون با استفاده از دستگاه انکسار نور لیزر (Malvern Zetasizer Nano ZS-90) مورد بررسی قرار گرفت. همچنین شاخص پراکندگی ذرات (PDI<sup>۱</sup>) توسط نرم افزار دستگاه محاسبه و به عنوان توزیع اندازه قطرات گزارش گردید. پتانسیل زتا با استفاده از دستگاه زetasizer (UK Malvern Zetasizer Nano ZS-90) اندازگیری شد. تجزیه و تحلیل داده‌ها با استفاده از نرم افزار Zetasizer Version 7.02 انجام شد.<sup>[۱۰]</sup>

#### ۵- راندمان ریز پوشانی اسانس پوست گریپ فروت (EE<sup>۲</sup>)

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. حال در دمای اتاق تبخير 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 ۳:۱ 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

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

#### ۶- 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.<sup>[۵]</sup>

#### ۷- نانوریزپوشانی اسانس

ریز پوشانی اسانس پوست گریپ فروت با پوشش صمع آژینات انجام شد. محلول آبی آژینات سدیم (۴٪) تحت هم زدن در دمای ۷۰ درجه سانتی گراد تهیه شد. سپس در حالیکه محلول در حال هم زدن بود، محلول کلرید کلسیم ۱۰۰ M/m<sup>۳</sup> 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 توبین ۲۰ به میزان ۲ درصد وزنی- وزنی افزوده شد و به خوبی باهم مخلوط شدند. مخلوط مذکور به آرامی و قطره قطره به محلول آژینات اضافه شد و بلافضله بعد از نیم ساعت هم زدن با همزن مغناطیسی، با استفاده از اولتراتوراکس با سرعت‌های ۱۰۰۰، ۱۵۰۰ 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 فرااصوات (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.<sup>[۹]</sup>

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 اسپکتروفوتومتر خوانده شد و با توجه به معادله زیر اندازه گیری زده شد:

$$\text{Antiradical activity (\%)} = \frac{[(A_{I_0} - A_t)/A_0]}{100} \times 100 \quad (۳)$$

#### ۱۰-۲- رفتار جریانی برشی پایا

برای آنجام آزمون آنالیز رفتار جریان از دستگاه رئومتر Austria, Anton Paar Physica MCR-301) مجهر به سیرکولاتور حرارتی برای کنترل دما و استفاده از پروب صفحه موازی انجام گرفت. تنظیم دما با سیستم peltier با حساسیت  $\pm 0.01^\circ\text{C}$  مجهر به سیرکولاتور آب (plate) به کار گرفته شد. محلول‌های با عافظت Viscotherm VT2 ۵ درصد درست شده و به مدت ۵ دقیقه روی استیرر گذاشته شدند. آنالیز رفتار جریانی در محدوده سرعت برشی  $0.01$  تا  $100$  بر ثانیه انجام شد. مدل‌های زیر برای بررسی ویژگی‌های رئولوژیکی مورد استفاده قرار گرفت [۱۵]:

#### ۱- مدل پاورلا

$$\tau = k_p \dot{\gamma}^{n_p} \quad (۴)$$

در این معادله  $K_p$  ضریب قوام ( $\text{Pa s}^n$ ) 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

$$\tau = K_H (\dot{\gamma})^{n_H} \tau_{0H} \quad (۵)$$

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

#### ۳- مدل بینگهام

$$\tau = \eta_\beta \dot{\gamma} + \tau_{0\beta} \quad (۶)$$

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

$$EE (\%) = \frac{oil_{Total} - oil_{Surface}}{oil_{Total}} \times 100 \quad (۱)$$

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

#### ۶-۲- 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 سانتی گراد نگه داری شد. بعد از نگهداری، پایداری امولسیون با استفاده از معادله زیر محاسبه شد [۱۲].

$$Emulsion Stability Index (\%) = \frac{HE-HS}{HE} \times 100 \quad (۲)$$

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

#### ۷-۲- طیف بینی فروسرخ تبدیل فوریه (FTIR)

اندازه گیری FT-IR با استفاده از دستگاه اسپکتروفوتومتر IR رومیزی (USA, Agilent CARY 630) در محدوده طول موج  $4000$  تا  $400 \text{ cm}^{-1}$  انجام شد.

۸-۲- تجزیه و تحلیل گرماسنج پویشی تفاضلی (DSC<sup>4</sup>) ویژگی حرارتی اسانس پوست گریپ فروت نانوریز پوشانی شده با صمغ آرژینات با استفاده از گرماسنج پویشی افتراقی DSC 822 (Mettler Toledo, سوئیس) که با یک برنامه اتوماتیک آنالیز حرارتی مجهر شده است، مورد بررسی قرار گرفت. دمای شروع ( $T_0$ )، پیک ( $T_P$ ) و انتهای ( $T_E$ ) با استفاده از دماسنج DSC تعیین شدند [۱۳].

۹-۲- فعالیت آنتی اکسیدانی اسانس پوست گریپ فروت ریز پوشانی شده

به منظور اندازه گیری فعالیت آنتی اکسیدانی نانوامولسیون-ها، ابتدا  $2/4$  میلی گرم DPPH در  $100$  میلی لیتر متانول حل شد. سپس به  $25$  میکرولیتر از هر یک از محلول‌های

۱ ارائه شده است. همانطور که مشاهده می شود اندازه ذرات نانومولسیون با افزایش سرعت هموژنیزاسیون کاهش یافته است و اختلاف از نظر آماری معنی دار است. لازمه اینکه با افزایش هموژنیزاسیون، اندازه ذرات امولسیون کاهش یابد این است که نیروی در هم گسیختگی بر نیروهای بین سطحی و تنش برشی غلبه کند. بدین ترتیب اندازه ذرات کاهش می یابد [۶]. انرژی زیاد هموژنیزاسیون فشار بالا منجر به شکستن قطرات و کاهش اندازه آنها می شود. در مطالعه ای میکروریزپوشانی اسانس پرتقال با استفاده از خشک کردن پاششی مورد بررسی قرار گرفت و فشار هموژنیزاسیون بیشترین تأثیر را بر اندازه ذرات داشت. هنگامی که فشارهای هموژنیزاسیون زیر ۵۰۰ بار بود، افزایش فشار منجر به کاهش اندازه قطرات شد [۷]. این نتایج مطابق با نتایج به دست آمده از پژوهش سایر محققین است. آنها نشان دادند کوچکترین اندازه ذرات در بالاترین سرعت هموژنیزاسیون به دست می آید [۸و۹].

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 <sup>a</sup>	0.32±0.04 <sup>a</sup>	-22.6±7.1 <sup>b</sup>	83.92±0.37 <sup>a</sup>
15000	258.6±1.5 <sup>b</sup>	0.29±0.03 <sup>b</sup>	-23.6±2.9 <sup>c</sup>	81.25±0.25 <sup>b</sup>
20000	226.9±2.4 <sup>c</sup>	0.19±0.01 <sup>c</sup>	-21.65±5.7 <sup>a</sup>	78.76±0.48 <sup>c</sup>

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

سرعت‌های ۱۴۰۰۰، ۱۲۰۰۰، ۱۰۰۰۰، ۸۰۰۰، ۶۰۰۰ و ۱۶۰۰۰ دور بر دقیقه استفاده نمودند. نتایج آنها نشان داد که بین سرعت تهیه امولسیون و شاخص پراکندگی ذرات رابطه معکوس وجود دارد [۶]. هموژنیزاسیون با کاهش شاخص پراکندگی ذرات منجر به همگن شدن فاز پراکنده در امولسیون می شود. به طور کلی زمانیکه تشکیل امولسیون در سرعت‌های بالا انجام می شود، جریان توربولانت شکل می گیرد و این گرداب‌ها نوعی فشار برشی به قطرات امولسیون وارد می کنند که منجر به کاهش اندازه ذرات و شاخص پراکندگی ذرات می شوند [۱۲].

در این معادله  $\eta_B$  ویسکوزیته بینگهام (Pa s) و  $\tau_{0B}$  تنش تسیلیم (Pa) مدل بینگهام است.

#### ۴- مدل کاسون

$$\tau^{0.5} = K_{0C}^{0.5} + k_C (\dot{\gamma})^{0.5} \quad (7)$$
 در این معادله  $(k_{0C})^2 = \tau_{0C}$  نشان دهنده تنش تسیلیم (Pa) و  $\eta_C = (k_C)^2$  ویسکوزیته کاسون (Pa.s) نامیده می شود.

#### ۱۱-۲- تجزیه و تحلیل آماری

تجزیه و تحلیل آماری داده‌های به دست آمده از این پژوهش به کمک روش آنواوا 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

۱-۱- اندازه ذرات، شاخص پراکندگی ذرات و پتانسیل رزتا نانومولسیون

نتایج مربوط به اندازه ذرات نانومولسیون اسانس پوست گریپ فروت ریز پوشانی شده با صمع آلتینات در جدول

شاخص پراکندگی ذرات نانومولسیون در جدول ۱ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می شود این شاخص در تمام نمونه‌ها کمتر از ۰/۳۳ است. سرعت‌های بالا منجر به شاخص پراکندگی ذرات کمتر از ۰/۵ می شود که مطلوب می باشد. شاخص پراکندگی ذرات نانومولسیون با افزایش سرعت هموژنیزاسیون کاهش یافت و اختلاف معنی دار آماری ایجاد شد. به نظر می رسد در سرعت‌های 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 آلتینات شدیم از

می باشد. همچنین با افزایش سرعت هموژنیزاسیون، راندمان ریزپوشانی اسانس کاهش یافته است و اختلاف از نظر آماری معنی دار است. اندازه قطرات امولسیون و ویسکوزیته از عوامل تاثیر گذار بر روی راندمان ریز پوشانی هستند. محققین راندمان ریزپوشانی اسانس‌های آویشن، میخک و دارچین را در پوشش آلرژینات 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 آلرژینات و موم کارنویا 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 آلرژینات/ژلاتین [۲۳] و پلی فنول‌های کنجد در دیواره صمغ دانه شببیله 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 ریز پوشانی شده با صمغ آلرژینات 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 معنی دار آماری ایجاد می‌شود. روند پایداری امولسیون در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد کاهش بود و بین روزهای مختلف اختلاف معنی دار 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

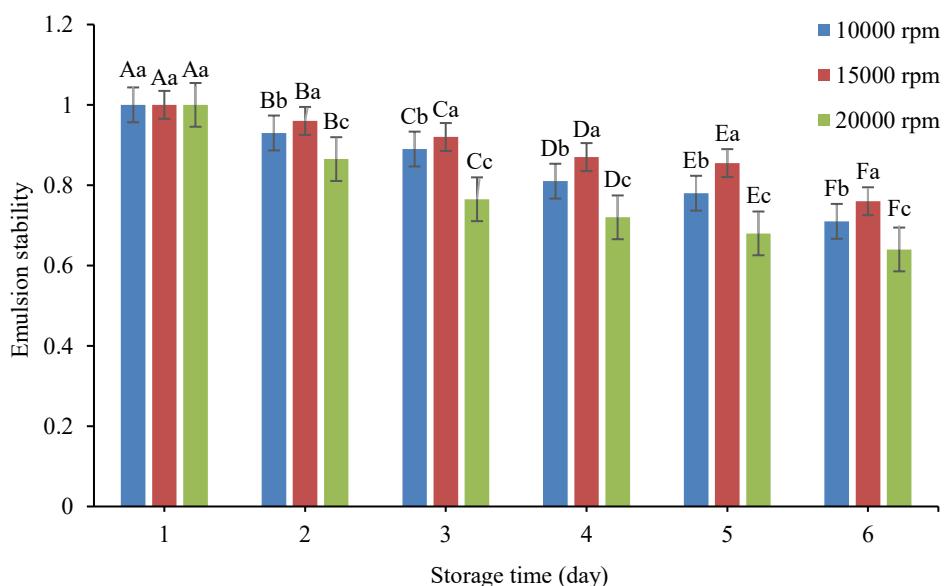
محققین نشان دادند که زمانیکه از سرعت‌های کمتر از ۸۰۰۰ دور بر دقیقه برای تولید امولسیون استفاده می‌شود میزان ناهمگونی ذرات افزایش می‌یابد. در حالیکه استفاده از سرعت‌های بالاتر از ۸۰۰۰ دور بر دقیقه منجر به شکل گیری امولسیون‌های پایدار می‌شود و با افزایش سرعت به طور معنی‌داری شاخص پراکندگی ذرات کاهش می‌یابد [۱۹]. این نتایج با نتایج پژوهش حاضر مطابقت دارد. برخی محققین دیگر نشان دادند با افزایش اندازه ذرات اسانس آویشن شیرازی میکرو ریزپوشانی شده در آلرژینات، 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 نانومولسیون در جدول ۱ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود پتانسیل زتا در تمام نمونه‌های مورد بررسی منفی است و اختلاف معنی دار آماری بین نمونه‌ها دیده نمی‌شود. به عبارت دیگر می‌توان گفت تاثیر هموژنیزاسیون بر پتانسیل زتا معنی دار نبوده است. به طور کلی امولسیون‌های با پتانسیل زتا در محدوده ۳۰-۳۰+ میلی ولت ناپایدار هستند. لذا با توجه به مقادیر به دست آمده می‌توان گفت تمامی نانومولسیون‌ها 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 نانومولسیون غالب هستند. محققین پتانسیل زتا اسانس علف لیمو ریزپوشانی شده در صمغ آلرژینات را در محدوده ۱۸-۵۰ میلی ولت گزارش نمودند که با نتایج پژوهش حاضر مطابقت دارد [۲۰].

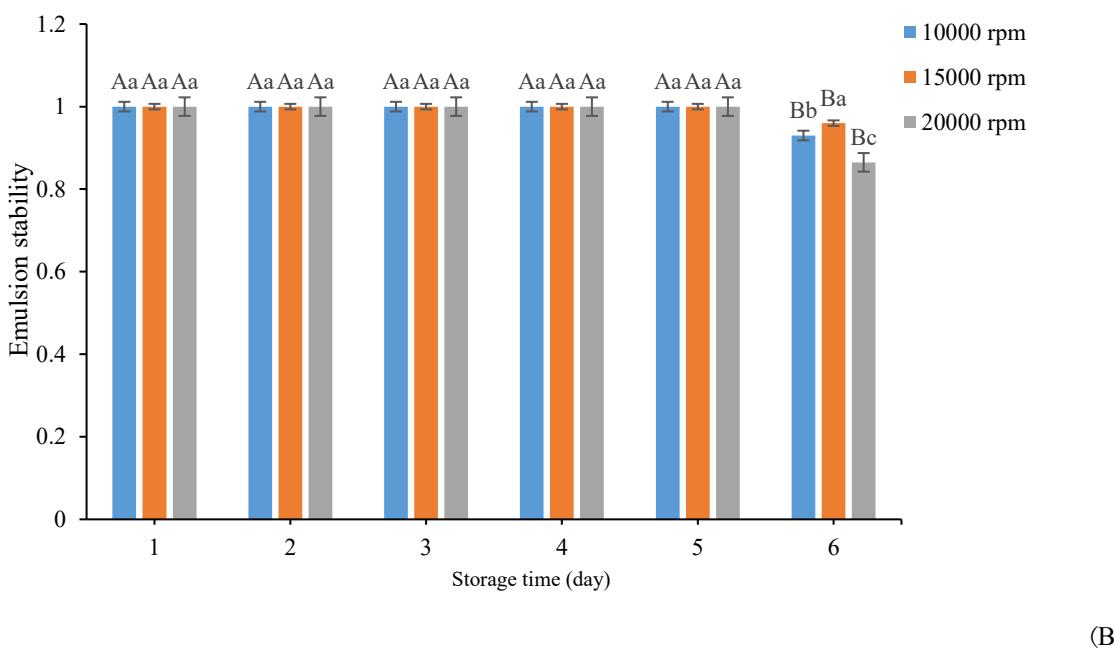
۳-۲- راندمان ریزپوشانی اسانس پوست گریپ فروت نتایج راندمان ریز پوشانی اسانس پوست گریپ فروت ریز پوشانی شده با صمغ آلرژینات در جدول ۱ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود راندمان ریزپوشانی بیش لز ۷۸ درصد می‌باشد که راندمان بسیار مطلوبی (۵۰٪)

تحت فشارهای هموژنیزاسیون بالاتر، از ثبات کمتری برخوردار بودند، و این نشان دهنده سطح کوآگوله 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. مطالعه‌ای 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 کوآگوله 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 کوآگوله 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 ( $25^{\circ}\text{C}$ ) B) At refrigerator temperature ( $4^{\circ}\text{C}$ ) (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  $\text{cm}^{-1}$  ۲۹۲۷ حضور اسیدهای کربوکسیلیک در اسانس ریز پوشانی شده با صمغ آژینات را نشان می‌دهد. پیک‌های  $\text{cm}^{-1}$  ۳۴۴۳  $\text{cm}^{-1}$ ، ۳۴۱۵  $\text{cm}^{-1}$ ، ۲۹۲۸  $\text{cm}^{-1}$ ، ۱۶۱۵  $\text{cm}^{-1}$ ، ۱۰۹۶  $\text{cm}^{-1}$  به ترتیب مربوط به گروه کربوکسیلیک، کشن نامتقارن نمک کربوکسیلات و کشن C-O اتر است اسانس ریزپوشانی شده با آژینات سدیم دارای گروه کربوکسیل آزاد است که دارای بار منفی است [۱۳]. محققین دیگر نیز نتایج مشابهی برای اسانس نعنای ریزپوشانی شده در آژینات گزارش دادند [۲۲].

#### ۳-۴- طیف بینی فروسرخ تبدیل فوریه

طیف بینی فروسرخ تبدیل فوریه اسانس نانوریزپوشانی شده در دیواره صمع آژینات که با سرعت‌های مختلف هموژنیزاسیون تهیه شده بود و همچنین صمع آژینات به  $\text{cm}^{-1}$  تنها بیان در شکل ۲ نشان داده شده است. محدوده ۳۰۰۰-۳۶۰۰ 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 آژینات می‌باشد. محققین طیف FTIR برای اسانس پوست مرکبات لیمو، پرتقال، گریپ فروت قرمز و سفید و دارایی را اندازه گیری نمودند

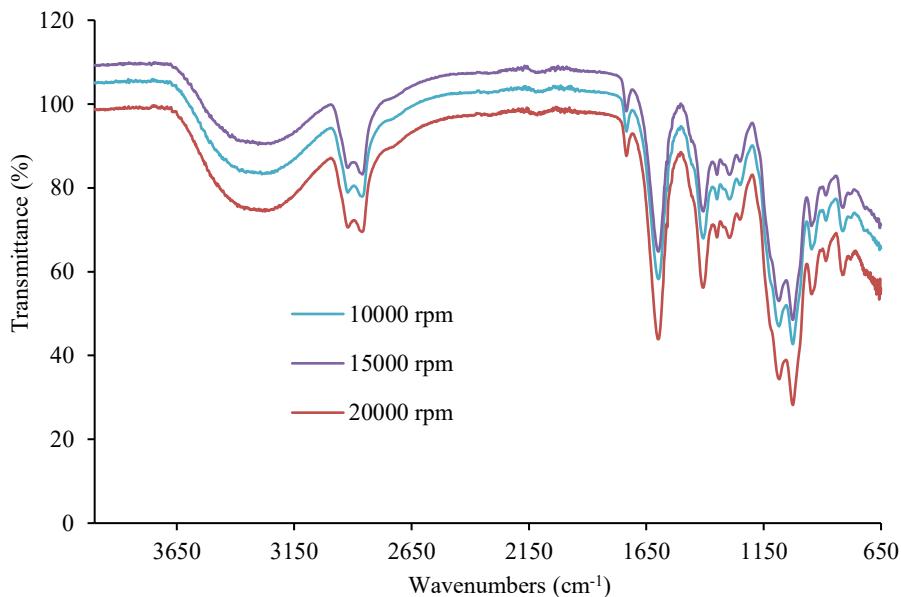


Figure 2. FTIR spectrum of encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate.

[۲۹]. محققین در مطالعه‌ای راندمان نانوریزپوشانی عصاره

پوست پرتقال و لیمو را مورد بررسی قرار دادند، گزارش کردند که بعد از نانوریزپوشانی نقطه ذوب نمونه‌ها از  $73/6$  به  $231/8$  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 آژینات و موم کارنوبیا را به ترتیب در محدوده دمایی  $90$  الی  $200$  و  $200$  الی  $300$  درجه سانتی‌گراد گزارش نمودند [۲۲]. همانطور که مشاهده می‌شود اسانس ریزپوشانی شده در سرعت  $1000$  دور بر دقيقه از نظر خصوصیات DSC به آژینات 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 آژینات گزارش نمودند که پیک اول مربوط به تبخير آب از آژینات و پیک دوم مربوط به اسانس می‌باشد [۳۱].

**DSC**-۵-۳- تجزیه و تحلیل گرماسنجی روبشی تفاضلی  
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 آژینات خالص و اسانس پوست گریپ فروت نانوریزپوشانی شده در صمغ آژینات در شکل ۳ نشان داده شده است. طبق شکل ۳ دو محدوده در  $224/8$  و  $265/8$  درجه  $25/9$  و  $110$  سلسیوس در نمونه اسانس نانوریز پوشانی شده در صمغ آژینات به ترتیب مربوط به پیک‌های گرم‌گیر (تبخیر آب) و گرم‌مازا است. با توجه به یافته‌های محققین پیک‌های گرم‌مازا 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 گرم‌مازا در دمای  $262/56$  و  $304/44$  درجه سانتی‌گراد مشاهده شد که احتمال زیاد مربوط به تخریب نمونه است

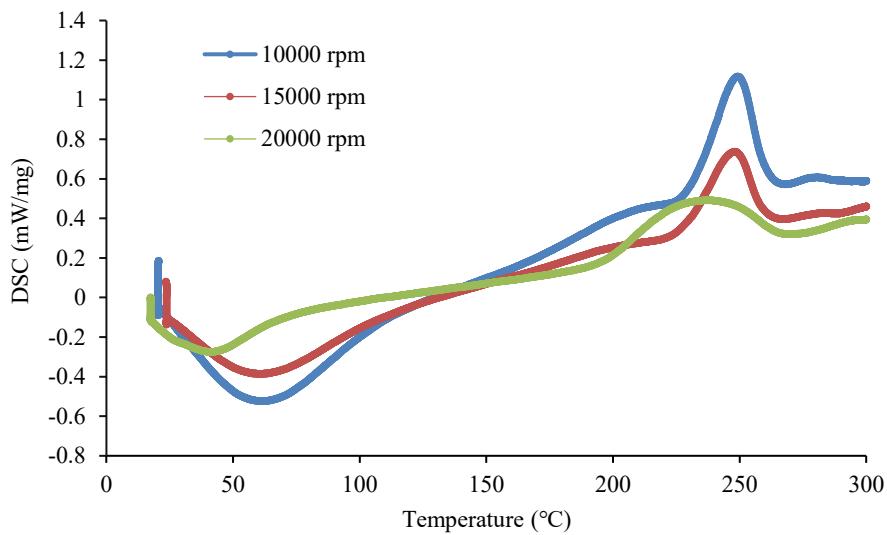


Figure 3- DSC diagram of encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate gum.

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

### ۶-۳- 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 چلالات کردن آهن از پراکسیداسیون

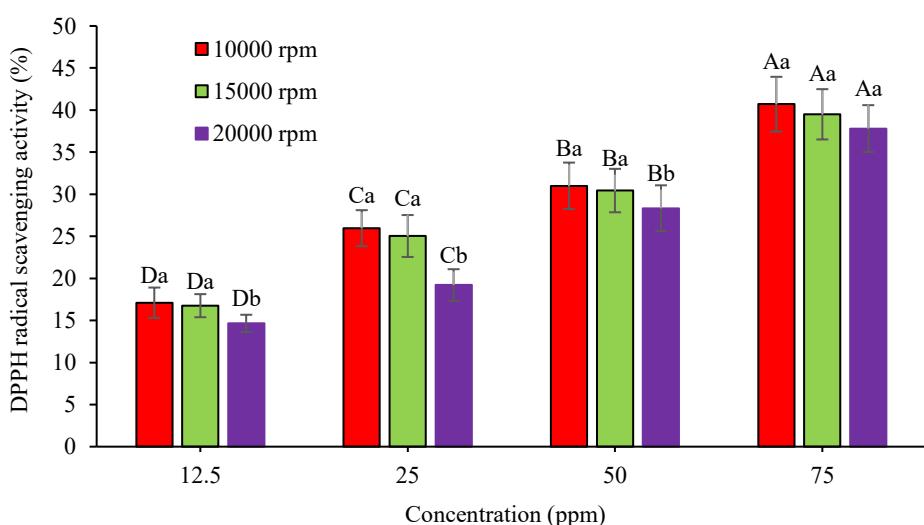


Figure 4 - The effect of Ultra-Turrax speed on the antioxidant properties of encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate gum. (\*Different lower case letters in the same concentration and upper case letters in the same rpm indicate significantly different ( $p < 0.05$ ))

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 شوندگی 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 امولسیونی و ماندگاری روغن انسانس ریزان 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 انسانس بادرنجبویه در دیواره صمغ آژینات گزارش نمودند [۳۸]. در پژوهش دیگر داسیلووا کامپلوا و همکاران (۲۰۲۱) رفتار غیر نیوتونی رقیق شونده با برش برای نانوامولسیون‌های انسانس میخک در صمغ آژینات و کربوکسی متیل سلولز گزارش نمودند که مطابق با نتایج پژوهش حاضر است [۳۹].

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 آژینات 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]. کاریوفیلن و  $\alpha$ -پینن 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  $\alpha$ -پینن) مشاهده کردند. به طور کلی اسانس‌های غنی از ترکیبات آکسیژن دار، فعالیت ضد رادیکالی بسیار مهمی از خود نشان می‌دهند. ارتباط مستقیم بین فعالیت آنتی اکسیدانی و مقدار  $\alpha$ -پینن وجود دارد [۳۴]. به همین ترتیب میمیکا-دوکیچ و همکاران (۲۰۰۴) گزارش دادند که مونو ترپن‌ها (لیمونن) و سزکوئی ترپن‌ها (کاریوفیلين) مسئول خشی‌سازی رادیکال DPPH هستند [۳۵]. علاوه بر این، کلن و تپه (۲۰۰۸) تشخیص داده اند که مونو ترپن‌ها (لیمونن و  $\alpha$ -پینن) به تنهایی در مقایسه با ترکیبات مشابه، فعالیت آنتی اکسیدانی قابل توجهی ندارند [۳۶].

### ۷-۳-آنالیز رفتار جریانی برشی پایا

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

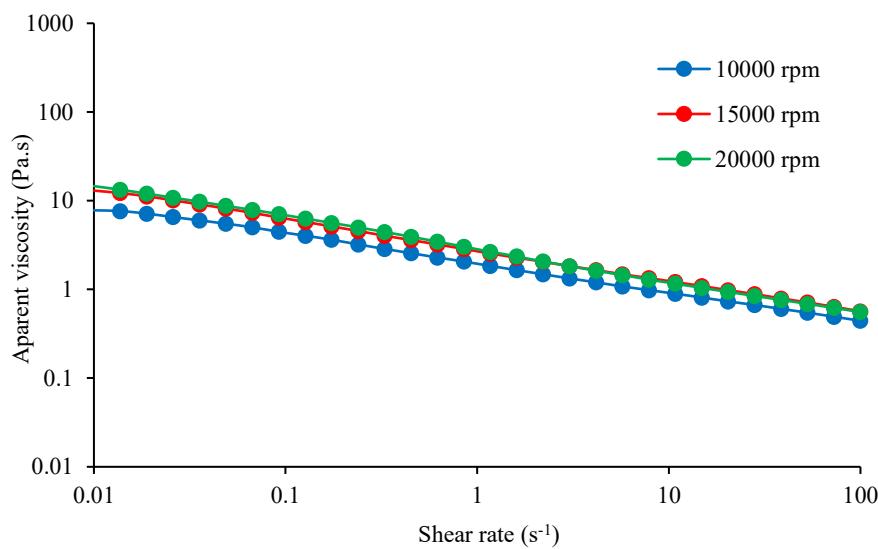


Figure 5- Flow behavior diagram encapsulated grapefruit peel essential oil with alginate gum.

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 <sub>p</sub> (Pa s <sup>n</sup> )	n <sub>p</sub>	R <sup>2</sup>	k <sub>H</sub> (Pa×sn)	n <sub>H</sub>	τ <sub>0H</sub> (Pa)	R <sup>2</sup>
10000	1.91±0.05 <sup>b</sup>	0.68±0.01 <sup>a</sup>	1	1.90±0.04 <sup>c</sup>	0.68±0.01 <sup>a</sup>	0.02±0.01 <sup>a</sup>	1
15000	2.73±0.03 <sup>a</sup>	0.66±0.01 <sup>b</sup>	1	2.74±0.04 <sup>a</sup>	0.66±0.01 <sup>a</sup>	0.02±0.01 <sup>a</sup>	1
20000	2.60±0.17 <sup>a</sup>	0.66±0.00 <sup>a</sup>	1	2.51±0.13 <sup>b</sup>	0.67±0.00 <sup>ab</sup>	0.03±0.00 <sup>a</sup>	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		
	τ <sub>0β</sub> (Pa)	η <sub>β</sub>	R <sup>2</sup>	τ <sub>0c</sub> (Pa)	η <sub>c</sub>	R <sup>2</sup>
10000	1.79±0.06 <sup>c</sup>	0.47±0.00 <sup>b</sup>	0.97	3.58±0.11 <sup>c</sup>	0.21±0.01 <sup>a</sup>	0.97
15000	2.56±0.00 <sup>a</sup>	0.61±0.05 <sup>a</sup>	0.97	5.11±0.00 <sup>a</sup>	0.20±0.01 <sup>a</sup>	0.98
20000	2.42±0.03 <sup>b</sup>	0.58±0.00 <sup>a</sup>	0.98	4.84 ±0.07 <sup>b</sup>	0.20±0.00 <sup>a</sup>	0.97

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

استفاده از سرعت‌های مختلف هموژنیزاسیون (۱۰۰۰

و ۲۰۰۰۰ دور بر دقیقه) در صفحه آلتینات

نانوریزپوشانی شد. نتایج نشان داد نانومولسیون‌های

تشکیل شده دارای اندازه نانومتری (کمتر از ۳۰۰ نانومتر)

و از PDI مناسبی برخوردار بودند. همچنین تمامی

نانومولسیون پتانسیل زتا منفی و راندمان نانوریزپوشانی

#### ۴- نتیجه گیری

امروزه استفاده از ترکیبات طبیعی به عنوان نگهدارنده‌های

مواد غذایی به طور فزاینده‌ای در میان مصرف کنندگان

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

کنند. در این پژوهش اسانس پست گریپ فروت با

نمونه‌ها معنی دار نبود. در نهایت با توجه به پایداری بالاتر نانومولسیون‌های 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 آژینات 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., Oyedeleji, O., Afolabi, L. O., & Matanmi, E. (2013). Essential oil of grape fruit (*Citrus paradisi*) peels and its antimicrobial activities.
- [4] Kavoosi, 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., Stracquadanio, S., Leonardi, M., Napoli, E., Consoli, G. M. L., Cafiso, V., . . . Geraci, 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., & Mehditabar, 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 SiO<sub>2</sub>. *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.

بالاتر از ۷۵ درصد داشتند که ایده آل می‌باشد. نانومولسیون 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 نانومولسیون‌ها نشان دهنده به دام افتادن ذرات اسانس در داخل صمغ آژینات بود. از نظر پارامترهای رئولوژیکی، اسانس‌های پوست گریپ فروت نانوریزپوشانی شده دارای رفتار رقیق شونده با برش بودند. اما سرعت‌های مختلف هموژیزاسیون 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., & Mehditabar, 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 SiO<sub>2</sub>. *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). Comparation 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] Floury, 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.



## Scientific Research

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

**Samaneh Mohammad Kheshtchin<sup>1</sup>, Reza Farahmandfar<sup>2\*</sup>, Jamshid Farmani<sup>3</sup>**

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](https://doi.org/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<sub>2</sub> than other fitted models. Homogenization had almost no effect on k<sub>p</sub> and k<sub>H</sub>. 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.