



## ریزپوشانی اسانس کاکوتی با استفاده از مالتودکسترین و صمغ عربی به روش خشک کردن پاششی

عباس بایگان<sup>۱</sup>، شیلا صفایان<sup>۲\*</sup>، رضا شاهین فر<sup>۳</sup>، ژاله خوشخو<sup>۲</sup>

۱- دانشجوی دکترای تخصصی، گروه علوم و صنایع غذایی، واحد تهران شمال، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

۲- دانشیار گروه علوم و صنایع غذایی، واحد تهران شمال، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

۳- استادیار مرکز رشد فناوری سلامت ابن سینا، پژوهشگاه ابن سینا، جهاد دانشگاهی، تهران، ایران.

### چکیده

### اطلاعات مقاله

انکپسولاسیون یا ریزپوشانی، یکی از روش های مهم برای محافظت اسانس ها در برابر تبخیر، تخریب و حفظ ویژگی های ضد میکروبی در کاهش جمعیت میکروارگانیسم ها در مواد غذایی است. آنالیز GC/MS اسانس کاکوتی نشان داد که بیشترین ترکیبات به ترتیب پولگون (۳۳/۱۰٪)، کارواکرول (۱۰/۶۰٪)، پیپریتون (۹/۳۳٪)، اکالپتول (۸/۰۱٪)،  $\gamma$ -تریپتول (۵/۴۶٪)، ال-منتون (۴/۷۹٪) بود. ریزپوشانی اسانس کاکوتی با استفاده از مالتودکسترین و صمغ عربی به نسبت ۱:۱ با غلظت های مختلف ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ (وزنی/وزنی) و اسانس با غلظت ۲/۵ درصد (وزنی/وزنی) به روش خشک کردن پاششی انجام شد. ویژگی های امولسیون  $\text{pH} = 3/8$ ، اندازه ذرات ۴۲۹ nm، شاخص بس پاشیدگی (PDI) ۰/۶۸۱ و پتانسیل زتای ۲۵/۸- (mV) بود. بهترین شرایط عملیاتی برای ریزپوشانی اسانس کاکوتی، انتخاب غلظت ۳۰٪ (وزنی/وزنی) دیواره با نسبت ۱:۱ و غلظت ۲/۵٪ (وزنی/وزنی) اسانس به دست آمد. میکروکپسول تولید شده با  $\text{pH} = 4/7$ ، میزان رطوبت ۰/۹٪، اندازه ذرات کم تر از ۲۰  $\mu\text{m}$ ، درصد اسانس تام ۴/۶۵٪، درصد اسانس سطحی (بسیار ناچیز) ۰/۰۱۸٪، درصد اسانس کپسول شده ۶۰٪، راندمان ریزپوشانی (بالا) ۹۶/۶۵٪، پتانسیل زتای ۲۲/۷- (mV)، شاخص بس پاشیدگی  $\text{PDI} = 0/375$ ، با خاصیت حلالیت در آب و رنگ زرد کم رنگ و بدون هیچ گونه رسوبی به دست آمد. نتایج نشان داد که روش خشک کردن پاششی یک روش مناسب برای ریزپوشانی اسانس کاکوتی است. اسانس کاکوتی در آب نامحلول است ولی با این روش می توان یک میکروکپسول محلول در آب تولید کرد که با توجه به خاصیت آنتی اکسیدانی و آنتی میکروبیالی اسانس کاکوتی، می توان از آن به عنوان یک نگه دارنده طبیعی و موثر در کاهش باکتری های پاتوژن و افزایش زمان ماندگاری مواد غذایی استفاده کرد.

تاریخ های مقاله :

تاریخ دریافت: ۱۴۰۰/۰۵/۲۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۰۷/۱۸

کلمات کلیدی:

ریزپوشانی،

اسانس کاکوتی،

مالتودکسترین،

صمغ عربی،

خشک کردن پاششی،

نگه دارنده طبیعی.

DOI: 10.52547/fsct.18.120.21

DOR: 20.1001.1.20088787.1400.18.120.30.2

\* مسئول مکاتبات:

iranianresearch20@gmail.com

## ۱- مقدمه

امروزه مسمومیت های غذایی و بیماری های ناشی از غذا یک مشکل بزرگ در دنیا بوده و با وجود پیشرفت های جدید در فناوری تولید مواد غذایی، ایمنی مواد غذایی به عنوان یک موضوع اساسی بهداشت عمومی و گسترده در جهان است [۱]. در سال های اخیر، از ترکیبات شیمیایی و مصنوعی مختلفی به عنوان نگه دارنده مواد غذایی، مانند آنتی بیوتیک ها برای کنترل و از بین بردن عوامل بیماری زای غذایی استفاده شده است. به دلیل نگرانی های روزافزون در مورد ایمنی مواد غذایی حاوی افزودنی های شیمیایی، تلاش های چشم گیری برای توسعه ترکیبات ضد باکتریایی طبیعی، مانند اسانس ها یا روغن های معطر<sup>۱</sup> انجام شده است [۲].

تحقیقات نشان می دهد که یکی از راه های کنترل بهداشت مواد غذایی و افزایش ماندگاری محصولات غذایی، استفاده از اسانس های گیاهی و طبیعی است که با افزایش غلظت اسانس، لگاریتم تعداد میکروارگانیسم ها در مواد غذایی کاهش می یابد [۳]. در سال های اخیر عصاره ها و اسانس های مختلف گیاهان، به عنوان نگه دارنده طبیعی در محصولات مختلف غذایی استفاده می شوند که در این میان، اسانس ها به دلیل داشتن ترکیبات طبیعی و خواص ضد میکروبی و آنتی اکسیدانی، برای مصرف کننده ها بیشتر قابل قبول هستند [۴].

گیاه کاکوتی با نام علمی *Ziziphora clinopodioides* از تیره *Ziziphoria* و جزو خانواده *Lamiaceae* است که در ایران و ترکیه رشد می کند. جنس *Ziziphoria* شامل چهار گونه *Z. capitata* L.، *Z. tenuior* L.، *Z. persica* و *Z. clinopodioides* L. است.

*Ziziphoria clinopodioides* در ایران با نام محلی " کاکوتی کوهی " شناخته می شود و گیاهی است چند ساله با بوته های ساقه دار کوتاه بین ۵ تا ۱۶ سانتی متر و برگ های نازک و تیز که در مناطق مختلف ایران می روید [۵].

مطالعات مختلفی روی ترکیبات موجود در اسانس کاکوتی انجام شده است و ترکیبات اصلی و فنلی آن مانند پولگون، ۱،۸-سینئول، تیمول، کارواکرول، لیمونن، نئومنتول، ۴-ترپینئول،

۱-ترپینئول، نئومنتیل استات و پیرپیتنون شناسایی شده است [۶] و [۷]. در طب سنتی ایرانی، از خواص درمانی کاکوتی برای درمان بیماری های زیادی مانند آنفولانزا، التیام زخم ها و اثرات ترمیمی، درمان بیماری های گوارشی و سایر اثرات آن مانند خواص ضد باکتریایی، ضد قارچی و ضد ویروسی استفاده شده است [۸]. مصرف سنتی گیاه کاکوتی در مناطق مختلف ایران به صورت پودر بوده و در بسیاری از محصولات غذایی مانند گوشت، محصولات لبنی به ویژه ماست و دوغ برای افزایش عطر و طعم استفاده می شود [۹].

اسانس ها، ترکیبات فرار، چربی دوست و معطر هستند که از گیاهان استخراج شده و معمولاً به عنوان طعم دهنده های خوراکی استفاده می شوند. در کنار این ترکیبات طبیعی، ترکیبات آروماتیک مشابه آنها از سنتز شیمیایی به دست می آیند ولی توجه پژوهشگران و مصرف کننده ها به اسانس ها و روغن های گیاهی و طبیعی بیشتر است. اسانس ها ترکیباتی هستند که به نور، اکسیژن، رطوبت و حرارت بسیار حساس هستند و لذا استخراج، نگه داری و انجام فرایند های غذایی آنها نیاز به شرایط خاص دارد [۱۰].

مهم ترین نکته در استفاده از اسانس ها، محافظت آن ها از تبخیر و تخریب می باشد که در زمان مناسب اسانس بتواند رها شده و عملکرد خود را نشان دهد. اسانس های طبیعی معمولاً قیمت بالایی داشته و حمل و نقل و نگه داری آنها به صورت مایع مقرون به صرفه نیست و لذا از روش های مختلف انکپسولاسیون<sup>۲</sup> برای محافظت و افزایش پایداری، سهولت در نگه داری و حمل و نقل استفاده می شود [۱۱].

انکپسولاسیون (ریزپوشانی) به عنوان یک فناوری جدید برای قرار دادن مواد مختلف جامد، مایع و گاز در ریز کپسول ها معرفی شده است. هدف اصلی استفاده از این تکنولوژی، حفظ ویژگی های زیستی یک ترکیب در طول فرایند تولید و همچنین در زمان نگه داری آن می باشد. این روش ها با حفاظت مواد در برابر اکسیداسیون در طول مدت تولید و فراوری و نگه داری محصولات، از ایجاد عطر و طعم نامطلوب جلوگیری می کنند و مانع از دست رفتن ارزش تغذیه ای و متابولیکی آن ها می شوند.

## 2. Encapsulation

## 1. Essential Oils (EOs)

فرایند تحت تاثیر مقادیر مختلف مواد اولیه متفاوت بوده ولی در کلیه نسبت های به کار رفته، اسانس با راندمان بالایی حفظ شده است [۱۶].

در پژوهشی دیگر، بهترین شرایط ریزپوشانی اسانس زنجبیل با استفاده از جنس دیواره مالتودکسترین (DE=18) و پروتئین آب پنیر، با نسبت ۱:۱ با استفاده از روش خشک کردن پاششی گزارش شده است [۱۷].

تحقیق دیگری برای ریزپوشانی اسانس قهوه با دیواره صمغ عربی با درصدهای مختلف ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ به روش خشک کردن پاششی انجام شد. نتایج نشان داد که بهترین شرایط ریزپوشانی اسانس قهوه، استفاده از جنس دیواره صمغ عربی با نسبت ۳۰٪ بوده است [۱۸].

در یک تحقیق ریزپوشانی روغن نعناع با میزان ۲/۵٪ اسانس و نسبت های ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ از جنس دیواره مالتودکسترین و صمغ عربی با نسبت مساوی ۱:۱ به روش خشک کردن پاششی مورد بررسی قرار گرفت. افزایش غلظت ماده دیواره بر پایداری امولسیون، راندمان ریزپوشانی و باقی ماندن ترکیبات موثره اسانس در فرایند خشک کردن و نگه داری پودر موثر بوده است. بهترین شرایط ریزپوشانی، ۲/۵٪ اسانس و غلظت ۳۰٪ از دیواره ترکیبی مالتودکسترین و صمغ عربی با نسبت مساوی ۱:۱ گزارش شده است [۱۰].

پژوهش دیگری برای ریزپوشانی روغن نعناع با غلظت ۲/۵٪ اسانس و نسبت های مختلف دیواره نشاسته اصلاح شده با درصدهای مختلف ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ به روش خشک کردن پاششی انجام شد. نتایج نشان داد که با افزایش غلظت دیواره تا ۳۰٪، امولسیون پایدارتر و راندمان ریزپوشانی بالاتر بوده است. همچنین دمای نگه داری نقش مهمی در محافظت از ترکیبات فرار داشته و ریزکپسول ها در دمای ۴ درجه سانتی گراد مدت زمان بیشتری نسبت به نمونه های نگه داری شده در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد باقی ماندند [۱۱].

در یک تحقیق دیگر، ریزپوشانی اسانس کاکوتی با درصدهای مختلف اسانس ۲/۵٪، ۵٪ و ۱۰٪ اسانس و نسبت ۲۰٪ از دیواره نشاسته اصلاح شده (HI CAP 100/E1450) به روش خشک کردن پاششی انجام شد. بهترین شرایط ریزپوشانی اسانس کاکوتی غلظت ۲/۵٪ اسانس و ۲۰٪ دیواره نشاسته اصلاح شده انتخاب شد [۱۹].

سیستم های انکپسولاسیون می توانند مواد زیست فعال و فراسودمند حساس را پایدار ساخته و آن ها را در مقابل شرایط محیطی نامناسب محافظت کنند. این سیستم ها قادر به تفکیک آروما و طعم، پوشاندن طعم ها و بوهای بد، پایداری اجزای غذایی یا افزایش دسترسی زیستی آنها هستند. همچنین برای اصلاح و بهبود ویژگی های فیزیکی فرآورده های غذایی، کمک به جداسازی اجزاء مخلوط برای جلوگیری از واکنش با یکدیگر، فراهم کردن غلظت کافی ماده فعال نیز به کار می روند. کاهش تبخیر، تسهیل در حمل و نقل مواد با ارزش و حساس، انتقال و رهایش کنترل شده داروها و مواد انکپسوله شده در طی ذخیره سازی از دیگر مزایای این فناوری می باشد.

ریز پوشانی فنی است که در آن مواد هسته مرکزی (ترکیبات غذایی، اسانس گیاهان دارویی، آنزیم ها، سلول ها، نانوداروها، میکروارگانیزم ها، مواد حساس به دما و ...) در داخل یک غشاء نازکی قرار می گیرند که این امر باعث حفاظت از تخریب و یا کاهش ماده هسته مرکزی می شود. مواد هسته شامل چربی ها، روغن ها، اسانس ها، مولکول های فرار، مواد معطر، آنتی اکسیدان ها، رنگ ها، شیرین کننده ها، بافرها، اسیدها، ویتامین ها، باکتری ها، مخمرها، آنزیم ها، نانو داروها و مواد معدنی و ... می باشند. مواد دیواره از جنس های مختلفی مانند کربوهیدرات ها، هیدرو کلئوئیدها، پروتئین ها، واکس ها، چربی ها، پلیمرهای مصنوعی و لاک ها می باشند. انکپسولاسیون به روش های مختلفی در صنعت انجام می شود که مهم ترین آنها عبارت اند از: خشک کردن پاششی، خشک کردن انجمادی، خنک کردن و سرد کردن پاششی، کواسرواسیون (توده سازی)، روش سانتریفیوژ، سیستم های لیپوزومی، سیستم های بستر سیال و امواج اولتراسونیک [۱۲]. از بین روش های مختلف ریزپوشانی در صنایع غذایی، روش خشک کردن پاششی به دلیل اقتصادی بودن، سرعت عمل بالا، اطمینان بالا و انعطاف پذیری زیاد برای ریزپوشانی مواد معطر ترجیح داده شده است [۱۵-۱۳].

تحقیقات نشان می دهد که ریزپوشانی اسانس نعناع فلفلی با استفاده از جنس دیواره مالتودکسترین و صمغ عربی به نسبت ۱:۱ و در دمای حدود ۲۰۰ درجه سانتی گراد با روش خشک کردن پاششی، باعث حفظ ترکیبات شیمیایی اسانس شده و حدود ۸۱٪ از مواد معطر در بالاترین سطح خود حفظ شده اند. راندمان این

شیشه ای تیره و استریل شده ریخته و درب آن محکم بسته شد و در دمای ۴ درجه سانتی گراد یخچال نگه داری شد [۲۴]. برای محاسبه درصد استخراج اسانس، ابتدا با توزین دقیق برگ خشک گیاه، درصد رطوبت موجود در گیاه به روش وزن سنجی محاسبه و سپس با تقسیم میزان اسانس استخراج شده نسبت به وزن خالص گیاه خشک بدون رطوبت، درصد استخراج تعیین شد [۱۹].



Fig 1 Ziziphoria clinopodioides.

### ۲-۳- آنالیز شیمیایی اسانس

برای انجام آنالیز و شناسایی ترکیبات اسانس کاکوتی، نمونه ای از آن به "پژوهشکده گیاهان دارویی" ارسال شد. در این پژوهشکده با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی گازی متصل به طیف نگار جرمی آنالیز اسانس انجام شد [۲۵].

### ۲-۴- دانسیته اسانس

دانسیته اسانس کاکوتی، با استفاده از یک دستگاه پیکنومتر شیشه ای و با روش محاسبه دانسیته مایعات به دست آمد [۴۲].

### ۲-۵- مواد شیمیایی

مواد دیواره شامل مالتودکسترین با DE=18-20 از شرکت ROQUETTE فرانسه و صمغ عربی از شرکت کیان شیمی ایران تهیه شد. همچنین برای تهیه محلول‌ها و امولسیون‌ها از آب یون‌زدایی شده دوبار تقطیر استفاده شد.

### ۲-۶- تهیه امولسیون اولیه

تحقیقات مختلفی روی تاثیر نوع و میزان غلظت ماده دیواره بر قابلیت ریزپوشانی اسانس‌ها انجام شده و نتایج نشان می‌دهد که با افزایش غلظت دیواره، پودرهای ریزپوشانی شده قابلیت بهتری برای حفظ اسانس داشته‌اند [۲۰]. در این پژوهش، ریزپوشانی اسانس کاکوتی، با استفاده از دیواره ترکیبی مالتودکسترین و صمغ عربی با غلظت‌های مختلف ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ (وزنی/وزنی) با نسبت ۱:۱ و غلظت اسانس ۲/۵٪ (وزنی/وزنی)، با روش خشک کردن پاششی و استفاده از اسپری درایر انجام شد تا یک میکروکپسول قابل استفاده به صورت پودر، برای کنترل جمعیت میکروبی باکتری‌های پاتوژن و افزایش زمان ماندگاری مواد غذایی تولید شود.

## ۲- مواد و روش‌ها

### ۲-۱- شناسایی و تایید گیاه کاکوتی

نمونه کامل گیاه کاکوتی شامل قسمت‌های هوایی گیاه، ساقه و ریشه گیاه در مرحله گل‌دهی در اوایل فصل تابستان از کوه‌های شهرستان بجنورد واقع در استان خراسان شمالی تهیه و برای شناسایی به "پژوهشکده گیاهان دارویی" ارسال شد (شکل ۱). پس از تایید گیاه، نمونه‌های جمع‌آوری شده پس از بررسی کیفی و ظاهری گیاه، برای بهبود رنگ برگ‌ها و حفظ ترکیبات فرار در سایه خشک شده و برگ‌ها از ساقه‌ها جدا شد [۱۹].

### ۲-۲- استخراج اسانس

برگ‌های خشک گیاه کاکوتی برای اسانس‌گیری به "پژوهشکده توسعه صنایع توسعه شیمیایی ایران" منتقل شد. در این پژوهش حدود ۲۰ کیلوگرم گیاه خشک کاکوتی برای استخراج اسانس با روش تقطیر استفاده شد [۲۱ و ۲۲]. مرحله استخراج اسانس با استفاده از دستگاه کلونجر برای مدت ۳ تا ۴ ساعت انجام شد. دستگاه کلونجر نیمه صنعتی از جنس استیل با ظرفیت ۵۰ لیتر، مجهز به سیستم گرمایشی المنت برقی و کندانسور شیشه‌ای مورد استفاده قرار گرفت [۲۳].

پس از جدا سازی اسانس توسط قیف جداکننده برای جذب آب و رطوبت باقی‌مانده، بر روی اسانس به دست آمده چند گرم سولفات سدیم بدون آب اضافه شد و سپس اسانس در ظرف

**۲-۹-۲- آزمون های امولسیون****۲-۹-۱- اندازه گیری pH**

pH امولسیون با استفاده از یک دستگاه pH متر مدل ۷۸۰ شرکت Metrohm سوئیس اندازه گیری و ثبت شد [۱۹].

**۲-۹-۲- اندازه گیری بریکس**

عدد بریکس امولسیون با استفاده از یک دستگاه رفاکتومتر مدل RX-5000α شرکت ATAGO ژاپن اندازه گیری و ثبت شد [۱۰].

**۲-۹-۳- اندازه گیری ذرات امولسیون**

اندازه ذرات امولسیون با استفاده از یک دستگاه سنجش ذرات مدل Zetasizer Nano ZS شرکت Malvern انگلستان اندازه گیری و ثبت شد [۱۹].

**۲-۹-۴- شاخص بس پاشیدگی<sup>۳</sup>**

شاخص بس پاشیدگی، با استفاده از یک دستگاه سنجش اندازه ذرات مدل Zetasizer Nano ZS شرکت Malvern انگلستان اندازه گیری و ثبت شد. PDI معیاری از یکنواختی ذرات در داخل امولسیون بوده و کاهش اندازه ذرات امولسیون سبب بهبود ویژگی های امولسیون و کاهش شاخص بس پاشیدگی ذرات می شود [۱۱].

**۲-۹-۵- تصویربرداری میکروسکوپی**

تصویر برداری ذرات امولسیون با استفاده از یک دستگاه میکروسکوپ نوری مدل LX400 شرکت LABOMED آمریکا انجام شد [۱۰].

**۲-۹-۶- اندازه گیری پتانسیل زتا**

پتانسیل زتا با استفاده از یک دستگاه سنجش اندازه ذرات مدل Zetasizer Nano ZS شرکت Malvern انگلستان اندازه گیری و ثبت شد [۱۹].

**۲-۱۰-۲- آزمون های میکروکپسول****۲-۱۰-۱- اندازه گیری pH**

برای اندازه گیری pH میکروکپسول، ابتدا یک محلول ۱۰٪ (وزنی/وزنی) از نمونه تهیه شد. پس از هم زدن آن به وسیله

مواد دیواره (مالتودکسترین و صمغ عربی) به نسبت ۱:۱ با غلظت های مختلف ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ وزنی/وزنی به آب یونزدایی شده اضافه شد. فاز آبی به منظور آب گیری کامل، به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۴ درجه سانتی گراد قرار گرفت. برای این منظور ابتدا مواد دیواره به دقت توزین شد و برای اطمینان از حل شدن کامل مواد، با افزودن ملایم مواد دیواره به آب یونزدایی شده با همزن مغناطیسی مدل Big Squid شرکت IKA آلمان در زمان حدود ۲۰ دقیقه امولسیون تهیه شد و پس از سرد شدن در دمای اتاق به مدت ۲۴ ساعت در یخچال نگه داری شد.

در روز بعد، پس از هم دما شدن فاز آبی با دمای ۲۵ درجه محیط، اسانس کاکوتی با نسبت ۲/۵ درصد (وزنی/وزنی) به فاز آبی با غلظت های مختلف دیواره اضافه و با هم زن مکانیکی (مدل PZR2102 Control، شرکت Heidolph، آلمان) به مدت ۵ دقیقه به خوبی مخلوط شد. برای جلوگیری از فراریت اسانس، درب ظروف با فویل آلومینیومی پوشانده شد. برای تهیه امولسیون کاملاً همگن، سوسپانسیون فوق با همگن ساز اولتراتوراکس (مدل T25، شرکت IKA، آلمان) با سرعت ۱۸۰۰۰ دور بر دقیقه و به مدت ۱۰ دقیقه کاملاً همگن شد [۲۶].

**۲-۷-۲- تهیه امولسیون نهایی**

برای تهیه امولسیون نهایی از امواج فراصوت دستگاه فراصوت (مدل VCX750، شرکت SONICS آمریکا) با دامنه کنترل ۱۰۰٪ و فرکانس ۲۰ کیلوهرتز به مدت یک دقیقه در دمای ۴۵ درجه سانتی گراد برای همگن سازی نهایی استفاده شد. انتقال امواج فراصوت به امولسیون توسط سونوتروود مدل ۶۳۰-۲۰۸ به قطر ۱۹ میلی متر انجام شد [۲۷].

**۲-۸-۲- تهیه میکروکپسول اسانس**

امولسیون نهایی به روش خشک کردن پاششی و با استفاده از یک دستگاه اسپری درایر با جریان ورودی امولسیون ۱۵ ml/min سرعت جریان هوا ۷۰ km/h، دمای هوای ورودی ۱۸۰ °C و دمای هوای خروجی ۹۰ °C به پودر میکروکپسول تبدیل شد. محصول نهایی به شکل پودر بسیار ریز زرد رنگ و معطر، در ظروف پلاستیکی تیره بسته بندی و برای حفظ ترکیبات فرار اسانس، در برودت ۱۸- درجه سانتی گراد نگه داری شد [۲۸].

3 Polydispersity Index (PDI)

اسانس داخلی ریزپوشانی شده از خارج قسمت اسانس تام کل موجود در پودر، به اسانس موجود در امولسیون بر اساس رابطه زیر به دست آمد [۱۸ و ۱۹]:

$$(۴) = \text{درصد اسانس بارگذاری شده} \times ۱۰۰ \times (\text{میزان اسانس در امولسیون} / \text{میزان اسانس موجود در پودر})$$

در محاسبه جرمی اسانس تام، مقدار ۱۰ گرم از پودر میکروکپسول به مدت ۳ ساعت و با استفاده از دستگاه کلونجر تقطیر شد و میزان حجم اسانس به دست آمده از این روش به دست آمد. برای غلظت ۱۰٪ دیواره، حجم اسانس ۰/۷۷۴ mL به دست آمد، یعنی در غلظت ۱۰٪ دیواره ۰/۷۷۴ mL اسانس تام وجود دارد. با توجه به میزان اسانس اولیه در فرمولاسیون ریزپوشانی که مقدار ثابت ۲/۵٪ بود، می توان درصد اسانس ریزپوشانی شده را طبق رابطه (۴) به دست آورد:

$$= \text{درصد اسانس ریزپوشانی شده برای غلظت دیواره ۱۰٪} \times (۰/۷۷۴ / ۲/۵) \times ۱۰۰$$

برای غلظت ۲۰ درصد دیواره هم به روش فوق مقدار ۱۰ گرم از پودر میکروکپسول به مدت ۳ ساعت و با استفاده از دستگاه کلونجر تقطیر شد و میزان حجم اسانس به دست آمده از این روش به دست آمد. حجم اسانس به دست آمده ۰/۶ mL برای ۱۰ گرم میکروکپسول به دست آمد که برای غلظت ۲۰٪ دیواره (۲۰ گرم دیواره) باید دو برابر شود یعنی ۱/۲ mL و این یعنی در غلظت ۲۰٪ دیواره ۱/۲ mL اسانس تام وجود دارد. با توجه به میزان اسانس اولیه در فرمولاسیون ریزپوشانی که مقدار ثابت ۲/۵٪ بود، می توان درصد اسانس ریزپوشانی شده را طبق رابطه (۴) به دست آورد:

$$= \text{درصد اسانس ریزپوشانی شده برای غلظت دیواره ۲۰٪} \times (۰/۶ / ۲/۵) \times ۱۰۰$$

برای غلظت ۳۰ درصد دیواره هم به روش فوق مقدار ۱۰ گرم از پودر میکروکپسول به مدت ۳ ساعت و با استفاده از دستگاه کلونجر تقطیر شد و میزان حجم اسانس به دست آمده از این روش به دست آمد. حجم اسانس به دست آمده ۰/۵ mL برای ۱۰ گرم میکروکپسول به دست آمد که برای غلظت ۳۰٪ دیواره (۳۰ گرم دیواره) باید سه برابر شود یعنی ۱/۵ mL و این یعنی در غلظت ۳۰٪ دیواره ۱/۵ mL اسانس تام وجود دارد. با توجه به میزان اسانس اولیه در فرمولاسیون ریزپوشانی که مقدار ثابت

همزن مغناطیسی، با استفاده از یک pH متر دیجیتال مقدار pH اندازه گیری و ثبت شد [۱۹].

## ۲-۱۰-۲- اندازه گیری درصد رطوبت

برای اندازه گیری درصد رطوبت میکروکپسول، از روش وزن سنجی تحت خلاء استفاده شد. برای این منظور ۱ گرم از پودر ریزپوشانی شده در آون با دمای ۷۰ درجه سانتی گراد و خلاء ۱ بار به مدت ۶ ساعت قرار گرفت [۴۱]. پس از رسیدن به وزن ثابت، درصد رطوبت از رابطه زیر به دست آمد:

$$(۱) = \text{درصد رطوبت} \times ۱۰۰ \times (\text{جرم پودر ریزپوشانی شده} / \text{جرم رطوبت})$$

## ۲-۱۰-۳- درصد جرمی اسانس تام (روغن تام)

برای محاسبه درصد جرمی اسانس تام، مقدار ۱۰ گرم از پودر میکروکپسول شده به مدت ۳ ساعت در دستگاه کلونجر تقطیر شد و میزان حجم اسانس آن به دست آمد. برای محاسبه میزان جرمی اسانس تام میکروکپسول، حجم اسانس به دست آمده در دانسیته اسانس ضرب شده و مقدار جرم روغن کل بر حسب گرم به دست می آید [۲۹]. درصد جرمی روغن تام از رابطه زیر محاسبه شد [۱۰]:

$$(۲) = \text{درصد جرمی اسانس تام} \times ۱۰ \times (\text{دانسیته اسانس} \times \text{حجم اسانس استخراج شده})$$

## ۲-۱۰-۴- درصد جرمی اسانس سطحی

برای محاسبه درصد جرمی اسانس سطحی، ابتدا مقدار ۵ گرم از پودر میکروکپسول شده را داخل ارلن ریخته و سپس با ۲۰ میلی لیتر از حلال دی اتیل اتر شستشو شد. سپس حلال آن در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد و با یک دستگاه روتاری تبخیر شد. میزان جرم اسانس سطحی از طریق اختلاف وزن ارلن، قبل و بعد از آزمون اندازه گیری و ثبت شد [۲۹]. درصد جرمی اسانس سطحی، از رابطه زیر به دست آمد [۱۰]:

$$(۳) = \text{درصد جرمی اسانس سطحی} \times ۲۰ \times \text{وزن اسانس استخراج شده (گرم)}$$

## ۲-۱۰-۵- درصد جرمی اسانس داخلی (اسانس کپسول شده)

(مدل UV-160A شرکت SHMADZU ژاپن) اندازه گیری شد. برای این منظور اسانس موجود در سطح میکروکپسول ها با حلال کلروفرم استخراج شد. ابتدا ۰/۵ گرم از میکروکپسول با ۱۰ میلی لیتر از حلال کلروفرم در داخل لوله آزمایش در پیچ دار به مدت ۵ دقیقه با شیکر لوله (مدل MS3 basic شرکت IKA آلمان) هم زده شد. سپس ذرات میکروکپسول به کمک کاغذ صافی واتمن ۱ از حلال جدا شد. محلول باقی مانده با کلروفرم در بالن حجمی ۲۵ میلی لیتر به حجم رسانده شد.

در ادامه میزان جذب پولگون در طول موج ۲۵۵ نانومتر (طول موج مناسب برای اندازه گیری پولگون) با دستگاه اسپکتروفتومتر (مدل UV-160A شرکت SHMADZU ژاپن) اندازه گیری شد [۳۷]. سپس منحنی استاندارد با استفاده از غلظت های مختلف از پولگون (۰، ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰ و ۲۵ میلی گرم بر لیتر) در کلروفرم رسم شد. میزان پولگون سطحی با استفاده از منحنی استاندارد و معادله رگرسیون مربوطه اندازه گیری شد. با رسم نمودار کالیبراسیون و به دست آمدن معادله خط، با قرار دادن میزان جذب، در معادله غلظت نهایی به عنوان شیب خط، میزان غلظت پولگون سطحی به دست می آید (شکل ۲). برای دقت در نتیجه های به دست آمده، اندازه گیری ها با ۳ بار تکرار انجام شد [۱۰].

#### ۲-۱۰-۹- میزان پولگون داخلی

برای تعیین میزان پولگون داخلی باقی مانده در میکروکپسول ها، از میکروکپسول های حاصل از شستشو با حلال کلروفرم در مرحله قبلی که روی کاغذ صافی باقی مانده بود استفاده شد. برای این منظور ۰/۲۵ گرم از پودر میکروکپسول های حاصل از شستشو بر روی کاغذ صافی، به ۵ میلی لیتر آب یونزدایی شده اضافه شد و به مدت ۱ دقیقه داخل لوله در پیچ دار با شیکر مخصوص لوله هم زده شد. سپس به نمونه کلروفرم اضافه شد و به مدت ۲۰ دقیقه در حمام آبی با دمای ۴۵ درجه سانتی گراد قرار داده شد. در طول این مدت نمونه به طور متناوب هم زده شد. پس از طی زمان مورد نظر لوله ها در دمای آزمایشگاه سرد شده و سپس با دستگاه سانتریفیوژ با سرعت ۴۰۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۲۰ دقیقه جهت جداسازی فاز آبی از حلال سانتریفیوژ شد. در پایان میزان جذب پولگون با دستگاه اسپکتروفتومتر و در طول موج ۲۵۵ نانومتر اندازه گیری شد.

۲/۵٪ بود، می توان درصد اسانس ریزپوشانی شده را طبق رابطه (۴) به دست آورد:

$$= \text{درصد روغن ریزپوشانی شده برای غلظت دیواره } ۳۰\% \\ ۱۰۰ \times (۲/۵ / ۱/۵)$$

#### ۲-۱۰-۶- تصویر SEM با میکروسکوپ الکترونی

برای مشاهده ساختار میکروسکوپی میکروکپسول ها از میکروسکوپ الکترونی SEM model VEGA3 TESCAN استفاده شد [۱۹].

#### ۲-۱۰-۷- راندمان ریزپوشانی<sup>۴</sup>

درصد جرمی اسانس ریز پوشانی شده، از خارج قسمت اسانس تام کل پودر منهای اسانس سطحی (گرم) بر میزان اسانس موجود در امولسیون (گرم) به دست می آید که نشان دهنده میزان اسانس ریز پوشانی شده است [۲۹]:

$$(۵) = \text{درصد بازده محصول} \\ ۱۰۰ \times (\text{اسانس موجود در امولسیون} / \text{اسانس سطحی} - \text{اسانس کل})$$

درصد راندمان ریز پوشانی بر مبنای ماده موثره اسانس محاسبه شده و از خارج قسمت مقدار ماده موثره داخلی موجود در میکروکپسول ها به مقدار کل آن ها در امولسیون اولیه به دست می آید [۲۰ و ۳۰]:

$$(۶) = \text{درصد راندمان ریزپوشانی} \\ ۱۰۰ \times (\text{ماده موثره در امولسیون} / \text{ماده موثره در پودر ریزپوشانی شده})$$

با توجه به آنالیز اسانس کاکوتی، ماده اصلی و موثره این اسانس "پولگون" بوده و محاسبات راندمان ریزپوشانی بر مبنای آن انجام شد.

$$(۷) = \text{درصد راندمان ریزپوشانی}$$

$$(۸) = ۱۰۰ \times (\text{پولگون در امولسیون} / \text{پولگون داخلی در پودر ریزپوشانی شده}) \\ = \text{پولگون کل موجود در پودر}$$

پولگون سطحی + پولگون داخلی در پودر ریزپوشانی شده

#### ۲-۱۰-۸- میزان پولگون سطحی

با توجه به آنالیز GC-MS انجام شده روی اسانس کاکوتی و تعیین ترکیب درصد اجزای اسانس، بیشترین درصد ماده موثره اسانس کاکوتی مربوط به پولگون می باشد. میزان پولگون سطحی با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر

4. Encapsulation Efficiency (EE)

دقت در نتایج، این اندازه گیری ها با ۳ بار تکرار انجام شد [۱۰]. سپس با داشتن میزان پولگون سطحی و داخلی و پولگون کل در پودر، درصد راندمان ریز پوشانی اسانس با توجه به رابطه (۷) محاسبه شد.

میزان پولگون داخلی نیز مانند روش تعیین میزان پولگون سطحی با استفاده از منحنی استاندارد و معادله رگرسیون مربوطه اندازه گیری شد. با رسم نمودار کالیبراسیون و به دست آمدن معادله خط، با قرار دادن میزان جذب، در معادله غلظت نهایی به عنوان شیب خط، میزان غلظت پولگون داخلی به دست می آید. برای

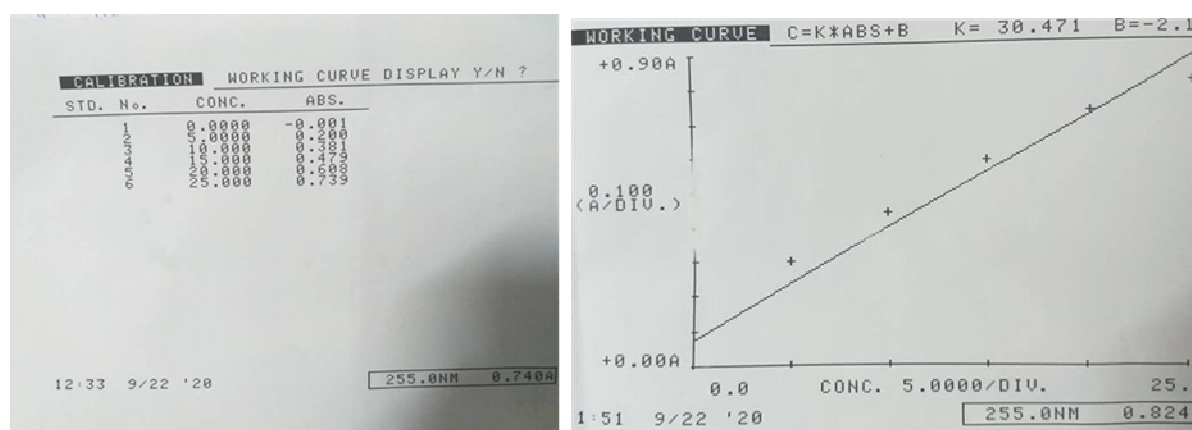


Fig 2 Pulegone calibration diagram at 255 nm.

مقایسه بین میانگین ها با آزمون مقایسات چند دامنه ای دانکن انجام شد. در گروه بندی دانکن گروه هایی که دارای حروف انگلیسی متفاوت هستند، اختلاف معنی دار با یکدیگر دارند.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- بررسی درصد استخراج و دانسیته اسانس

درصد استخراج اسانس کاکوتی از برگ خشک گیاه، به میزان ۱/۱٪ و دانسیته اسانس کاکوتی (g/mL)  $\rho = 0.9310$  تعیین شد.

#### ۳-۲- بررسی آنالیز شیمیایی اسانس

جدول ۱ نشان می دهد که آنالیز GC/MS اسانس کاکوتی، ۲۴ ترکیب شیمیایی را شناسایی کرده و بیشترین ترکیبات آن به ترتیب: پولگون (۳۳/۱۰٪)، کارواکرول (۱۰/۶۰٪)، پیپریتون (۹/۳۳٪)، اکالیپتول (۸/۰۱٪)، ۷-تریپتول (۵/۴۶٪)، ال-متون (۴/۷۹٪) است. طیف مربوط به آنالیز اسانس کاکوتی در شکل ۳ نشان داده شده است.

#### ۲-۱۰-۱۰- اندازه گیری حلالیت

برای بررسی میزان حلالیت میکروکپسول ها، یک محلول ۰/۴٪ (وزنی/حجمی) از ریزکپسول با آب مقطر تهیه شد. برای این منظور ۰/۴ گرم از میکروکپسول با ترازوی دقیق توزین و به ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه شد. سپس در دمای آزمایشگاه (۲۵ درجه سانتی گراد) به وسیله مگنت و روی یک دستگاه همزن مغناطیسی هم زده شد. زمان حل شدن ریزکپسول ها در آب مقطر نباید بیش از ۵ دقیقه باشد [۳۶].

#### ۲-۱۱- آنالیز آماری داده ها

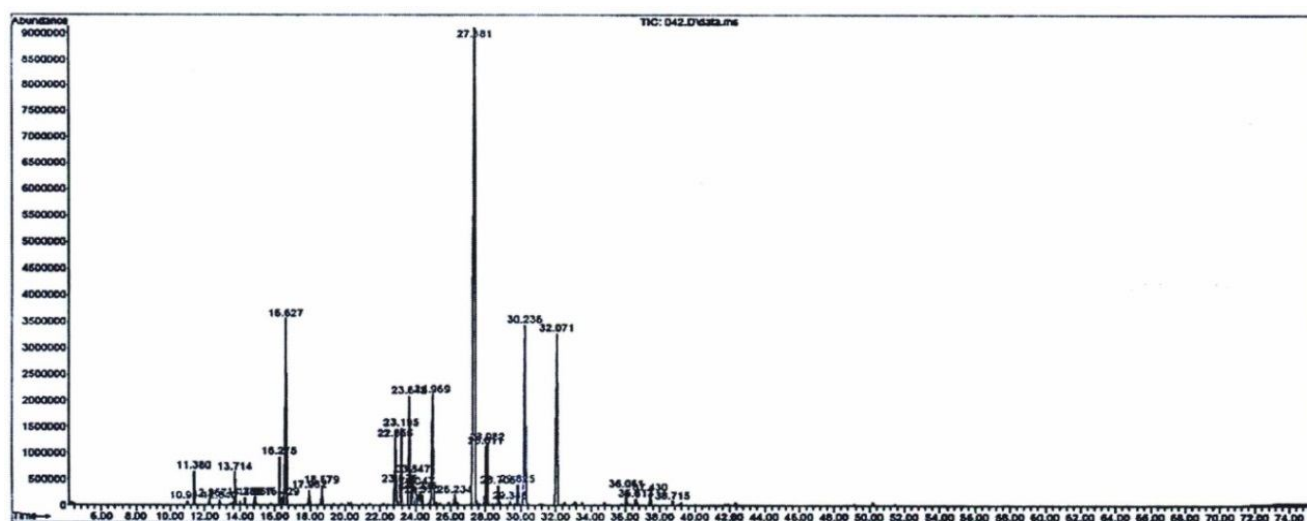
داده های به دست آمده از آزمایش ها در فایل اکسل به صورت ستون های مجزا ذخیره شد و سپس با استفاده از نرم افزار آماری SAS-9.2 مورد بررسی قرار گرفت. ابتدا آماره های توصیفی اولیه داده ها استخراج و سپس توزیع های آماری اولیه داده ها مورد بررسی قرار گرفت. بررسی توزیع نرمال داده ها و آزمون استقلال واریانس ها با استفاده از آزمون بارتلت انجام شد. سپس رویه ANOVA برای تجزیه واریانس داده ها انجام شد. مقادیر میانگین های مربوط به هر غلظت برای هر صفت استخراج و



**Table 1** Chemical compounds detected in *Ziziphoria clinopodioides* essential oils.

NO.	RT	%	Components	KI	Type
1	11.00	0.15	$\alpha$ -Thujene	928	MH
2	11.38	1.34	$\alpha$ -Pinene	935	MH
3	12.27	0.29	Camphene	953	MH
4	13.71	1.40	$\beta$ -Pinene	982	MH
5	14.28	0.30	Myrcene	993	MH
6	14.87	0.34	3-Octanol	1004	Other
7	16.27	2.05	para-Cymene	1032	MH
8	16.43	0.37	Limonene	1035	MH
9	16.63	8.01	Eucalyptol	1038	MO
10	17.96	0.61	$\gamma$ -Terpinene	1064	MH
11	18.68	0.86	p-Mentha-3,8-diene	1078	MH
12	23.19	3.45	trans-Menthone	1168	MO
13	23.65	4.79	L- Menthone	1178	MO
14	23.85	1.39	neo-Menthol	1182	MO
15	24.05	0.95	Borneol	1186	MO
16	24.24	0.88	Isopulegone	1190	MO
17	24.37	0.47	Terpinen-4-ol	1192	MO
18	24.97	5.46	$\gamma$ -Terpineol	1205	MO
19	27.38	33.10	Pulegone	1255	MO
20	28.08	2.52	Piperitone	1270	MO
21	29.82	1.02	Thymol	1307	MO
22	30.24	10.60	Carvacrol	1317	MO
23	32.07	9.33	Piperitenone	1358	MO
24	38.72	0.21	$\beta$ -Bisabolene	1515	SH
		89.89	Total Identified		

MH: Monoterpene Hydrocarbons, MO: Oxygenated Monoterpenes, SH: Sesquiterpene Hydrocarbons

**Fig 3** Spectrum of *Ziziphoria clinopodioides* essential oil with GC/MS.

در جدول ۲ اثر غلظت های مختلف دیواره بر میزان بریکس،  
pH و اندازه متوسط ذرات امولسیون گزارش شده است.

۳-۳- بررسی اثر غلظت های مختلف دیواره بر  
ویژگی های امولسیون

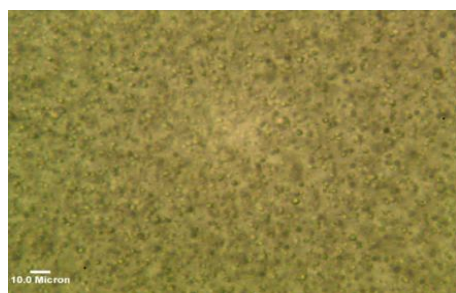
**Table 2** Effect of different wall concentrations on physicochemical properties of emulsion.

Wall concentration	Brix	pH	Average size (nm)
10 %	c 10.21 ± 0.01	b 3.872 ± 0.01	a 881 ± 2.1
20 %	b 20.30 ± 0.02	a 3.882 ± 0.01	b 651 ± 2.1
30 %	a 30.44 ± 0.01	c 3.893 ± 0.01	c 429 ± 1.7

حسین زاده و همکاران نیز در ریزپوشانی روغن نعناع با مالتودکسترین و صمغ عربی با غلظت های مختلف دیواره ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ گزارش کردند که با افزایش غلظت دیواره، متوسط اندازه ذرات امولسیون کاهش می یابد [۱۰]. جعفری و همکاران در ریزپوشانی دی-لیمون با استفاده از مالتودکسترین و بیوپلیمرهای فعال سطحی (نشاسته اصلاح شده یا پروتئین آب پنیر) یا Tween 20 گزارش کردند که با افزایش غلظت دیواره، اندازه قطرات امولسیون کاهش می یابد [۳۱]. همچنین حسین زاده و همکاران در ریزپوشانی روغن نعناع با نشاسته اصلاح شده با غلظت های مختلف دیواره ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ گزارش کردند که با افزایش غلظت دیواره، متوسط اندازه ذرات امولسیون کاهش می یابد [۱۱].

#### ۳-۳-۴- بررسی میکروسکوپی امولسیون

شکل ۴ نشان می دهد که اسانس کاکوتی به صورت کروی و یکنواخت در داخل پودر دیواره پخش شده است. همچنین هیچ تجمع و کلوخه شدن ذرات در داخل امولسیون مشاهده نمی شود که نشان از یک امولسیون کاملاً همگن و سوسپانسیون یکنواخت در حد نانومتر است.

**Fig 4** Image of emulsion particle sizes.

#### ۳-۳-۴- بررسی اثر غلظت های مختلف دیواره بر

#### ویژگی های میکروکپسول

در جدول ۳ اثر غلظت های مختلف دیواره بر pH، میزان

#### ۳-۳-۱- بررسی بریکس

نتایج این تحقیق نشان می دهد که با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪، میزان بریکس در امولسیون افزایش معنی داری داشته است. حسین زاده و همکاران نشان دادند که در ریزپوشانی روغن نعناع با مالتودکسترین و صمغ عربی با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪، میزان بریکس افزایش معنی داری داشته است [۱۰]. همچنین در پژوهشی دیگر نشان دادند که در ریزپوشانی روغن نعناع با نشاسته اصلاح شده با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪، نتایج مشابهی به دست آمده و میزان بریکس افزایش معنی داری داشته است [۱۱].

#### ۳-۳-۲- بررسی pH

نتایج این تحقیق نشان داد که میزان pH امولسیون با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ کمی افزایش داشته است و این نتایج با گزارش حسین زاده و همکاران در ریزپوشانی روغن نعناع با مالتودکسترین و صمغ عربی با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ مطابقت دارد [۱۰]. همچنین در ریزپوشانی روغن نعناع با نشاسته اصلاح شده با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ نتایج مشابهی به دست آمد [۱۱].

#### ۳-۳-۳- بررسی اندازه ذرات

نتایج این پژوهش نشان داد که متوسط اندازه ذرات امولسیون از ۸۸۱ nm به ۴۲۹ nm کاهش یافته و افزایش غلظت در دیواره باعث کاهش معنی دار اندازه ذرات امولسیون شده است. افزایش غلظت دیواره باعث افزایش بریکس شده و با محافظت بیشتر، از هم چسبیدن قطرات جلوگیری کرده و باعث پایداری بیشتر امولسیون می شود. نجفی و کدخدایی در ریزپوشانی لیمون با کازئینات سدیم و نشاسته اصلاح شده در سه غلظت مختلف ۲٪، ۵٪ و ۱۰٪ نیز به نتایج مشابهی رسیدند و با افزایش غلظت دیواره، اندازه قطرات کوچک تری را به دست آوردند [۲۰].

رطوبت و اندازه متوسط ذرات میکروکپسول گزارش شده است. همچنین در جدول ۴ اثر غلظت های مختلف دیواره بر اسانس تام، اسانس سطحی، اسانس کپسول شده و راندمان ریزپوشانی گزارش شده است.

**Table 3** Effect of different wall concentrations on physicochemical properties of microcapsules.

Wall concentration	pH	Moisture (%)	Average size (nm)
10 %	c $4.51 \pm 0.03$	a $2.25 \pm 0.02$	c $670 \pm 1.9$
20 %	b $4.59 \pm 0.01$	b $1.71 \pm 0.01$	b $878 \pm 2.96$
30 %	a $4.70 \pm 0.01$	c $0.90 \pm 0.01$	a $1590 \pm 6.35$

**Table 4** Effect of different wall concentrations on physicochemical properties of microcapsules.

Wall concentration	Total oil content (%)	Surface oil (%)	Oil retention (%)	Encapsulation Efficiency (%)
10 %	a $7.205 \pm 0.003$	a $0.196 \pm 0.001$	c $31.00 \pm 0.023$	c $32.50 \pm 0.02$
20 %	b $5.586 \pm 0.002$	b $0.175 \pm 0.001$	b $48.03 \pm 0.120$	b $62.47 \pm 0.23$
30 %	c $4.655 \pm 0.003$	c $0.018 \pm 0.001$	a $60.00 \pm 0.173$	a $96.65 \pm 0.36$

همچنین فرناندز و همکاران در ریز پوشانی روغن گیاه به لیمو به نتایج مشابهی دست یافتند [۳۸].

### ۳-۴-۳- بررسی اندازه ذرات

نتایج این تحقیق نشان داد که با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪، متوسط اندازه ذرات میکروکپسول ها از ۶۷۰ nm به ۱۵۹۰ nm افزایش معنی داری داشته و هرچه غلظت دیواره بیشتر شود امولسیون اولیه دارای ذرات کوچک تری خواهد بود و در نهایت میکروکپسول ها به دلیل افزایش میزان بریکس، اندازه ذرات درشت تری خواهند داشت. این نتایج با گزارش حسین زاده و همکاران در ریزپوشانی روغن نعناع با مالتودکستروزین و صمغ عربی با غلظت های مختلف دیواره ۱۰٪ تا ۳۰٪ مطابقت دارد [۱۰]. همچنین حسین زاده و همکاران در ریزپوشانی روغن نعناع با نشاسته اصلاح شده با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ به نتایج مشابهی دست یافتند [۱۱].

فراس کارلی و همکاران در ریزپوشانی روغن قهوه با صمغ عربی گزارش کردند که هرچه غلظت دیواره افزایش یابد، در نهایت اندازه متوسط میکروکپسول ها بزرگ تر خواهد شد [۱۸]. در پژوهشی دیگر هوگان و همکاران گزارش کردند که در ریزپوشانی روغن سویا با کازئینات سدیم و مالتودکستروزین با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ تا ۴۰٪، متوسط اندازه ذرات میکروکپسول ها افزایش یافته است. همچنین نشان دادند که قطر خروجی اتمایزرها در خشک کن پاششی تاثیری در نتیجه نداشته

### ۳-۴-۱- بررسی pH

با بررسی pH میکروکپسول ها نتایج نشان می دهد که با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪، pH کمی افزایش داشته است که با نتیجه پژوهش حسین زاده و همکاران در ریزپوشانی روغن نعناع با مالتودکستروزین و صمغ عربی با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ مطابقت دارد [۱۰]. همچنین در ریزپوشانی روغن نعناع با نشاسته اصلاح شده با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ نتایج مشابهی به دست آمد [۱۱].

### ۳-۴-۲- بررسی میزان رطوبت

نتایج این تحقیق نشان داد که کم ترین میزان رطوبت مربوط به غلظت ۳۰٪ دیواره و بیشترین رطوبت مربوط به غلظت ۱۰٪ دیواره بود و با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪، میزان رطوبت موجود در میکروکپسول ها کاهش معنی داری داشته است. هرچه غلظت دیواره بیشتر شود آب کم تری برای تبخیر در خشک کن پاششی در دسترس خواهد بود و در نتیجه رطوبت در میکروکپسول کاهش می یابد. کم ترین میزان رطوبت میکروکپسول ها مربوط به غلظت ۳۰٪ دیواره و مقدار ۰/۹٪ به دست آمد.

فراس کارلی و همکاران در ریزپوشانی روغن قهوه با صمغ عربی گزارش کردند که با افزایش غلظت دیواره از ۲۰٪ به بالا میزان رطوبت در میکروکپسول ها کاهش معنی داری داشته است [۱۸].

و در همه موارد متوسط اندازه ذرات میکروکپسول ها افزایش یافته است [۳۹].

### ۳-۴-۴- بررسی درصد جرمی اسانس تام (روغن تام)

حجم اسانس به دست آمده از ۱۰ گرم میکروکپسول در غلظت های مختلف دیواره ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ به ترتیب برابر با ۰/۷۷۴، ۰/۶ و ۰/۵ mL محاسبه شد. اسانس تام مطابق رابطه (۲) به ترتیب ۷/۲۰۵، ۵/۵۸۶ و ۴/۶۵۵٪ به دست آمد. نتایج نشان داد که با افزایش غلظت دیواره، اسانس تام (روغن تام) کاهش معنی داری داشته است. گزارش تحقیق حسین زاده و همکاران در ریزپوشانی روغن نعناع با مالتودکسترین و صمغ عربی با غلظت های مختلف دیواره ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ نیز همین نتیجه را داشته و با افزایش غلظت دیواره، میزان روغن تام کاهش معنی داری داشته است [۱۰]. همچنین در پژوهشی دیگر توسط حسین زاده و همکاران و در ریزپوشانی روغن نعناع با نشاسته اصلاح شده با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ نتایج مشابهی به دست آمد [۱۱].

### ۳-۴-۵- بررسی درصد جرمی اسانس سطحی

میزان جرم اسانس سطحی به دست آمده از ۵ گرم میکروکپسول در غلظت های مختلف دیواره ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ به ترتیب برابر با ۰/۰۰۹۸، ۰/۰۰۸۷ و ۰/۰۰۰۹ گرم به دست آمد. درصد جرمی اسانس سطحی مطابق با رابطه (۳) به ترتیب ۰/۱۹۶، ۰/۱۷۵ و ۰/۰۱۸٪ به دست آمد. نتایج نشان داد که با افزایش غلظت دیواره، درصد جرمی اسانس سطحی کاهش معنی داری داشته است. همیشه در ریزپوشانی میکروکپسول ها مقداری از اسانس روی سطح باقی می ماند که می تواند با اکسید شدن باعث ایجاد بوی نامطبوع و فاسد شدن میکروکپسول ها شود. لذا هرچه میزان اسانس در سطح میکروکپسول ها کم تر باشد، به معنای آن است که درصد بالایی از روغن در داخل کپسول ها محبوس شده و ریز کپسول از کیفیت بالاتری برخوردار است. در این پژوهش کم ترین میزان اسانس سطحی مربوط به غلظت ۳۰٪ دیواره و با میزان ۰/۰۱۸٪ گزارش شد.

نتایج پژوهش حسین زاده و همکاران در ریزپوشانی روغن نعناع با مالتودکسترین و صمغ عربی با غلظت های مختلف دیواره ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ نیز همین نتیجه را داشته و با افزایش غلظت دیواره، میزان اسانس سطحی کاهش معنی داری داشته است [۱۰]. همچنین در ریزپوشانی روغن نعناع با نشاسته اصلاح شده با

افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ نتایج مشابهی به دست آمد [۱۱].

سوتیتان تاوات و همکاران در ریزپوشانی لیمون با دیواره های مختلف از جنس صمغ عربی، مالتودکسترین و نشاسته اصلاح شده، گزارش کردند که با کاهش اندازه ذرات امولسیون، میزان روغن سطحی در میکروکپسول ها کاهش معنی داری داشته است و هرچه اندازه ذرات امولسیون بزرگ تر باشد، در هنگام خروج از قسمت اتمایزر در خشک کن پاششی، باعث شکسته شدن و تخریب ذرات شده و میزان اسانس در روی سطح میکروکپسول ها افزایش می یابد [۳۲ و ۳۳].

همچنین قهرمانی فر و همکاران در ریزپوشانی لیمون با دیواره پروتئین آب پنیر به نتیجه مشابهی رسیدند و گزارش کردند که با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪، میزان روغن سطحی کاهش معنی داری داشته است و دلیل آن افزایش پایداری امولسیون و عدم تخریب ذرات در هنگام خروج از اتمایزر و حفظ ترکیبات فرار و روغنی می باشد [۳۰].

### ۳-۴-۶- بررسی درصد جرمی اسانس داخلی (اسانس کپسول شده)

درصد اسانس کل کپسول شده در غلظت های مختلف دیواره ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ مطابق با رابطه (۴) به ترتیب ۳۱٪، ۴۸/۳٪ و ۶۰٪ به دست آمد. نتایج نشان داد که با افزایش غلظت دیواره، درصد جرمی اسانس کپسول شده افزایش معنی داری داشته است. هرچه غلظت دیواره افزایش یابد، تشکیل پوسته دیواره سریع تر اتفاق افتاده و ذرات امولسیون سریع تر محافظت می شود. هرچه غلظت دیواره کم تر باشد، اندازه ذرات امولسیون بزرگ تر خواهد شد و میزان اسانس موجود روی سطح ذرات بیشتر خواهد شد که در این حالت در زمان خشک شدن ذرات، میزان تبخیر اسانس سطحی بیشتر شده و میزان اسانس محافظت شده داخلی کاهش می یابد. بیشترین درصد اسانس کپسول شده با میزان ۶۰٪ و مربوط به غلظت ۳۰٪ دیواره بود.

فراس کارلی و همکاران در ریزپوشانی روغن قهوه با صمغ عربی نیز به نتایج مشابهی دست یافتند و گزارش کردند که بیشترین میزان روغن کپسول شده مربوط به غلظت دیواره ۳۰٪ بوده و کم ترین میزان روغن کپسول شده مربوط به غلظت ۱۰٪ دیواره بوده است [۱۸]. همچنین بهانداری و همکاران نیز در ریزپوشانی روغن سویا با صمغ عربی به همین نتایج رسیدند و

مختلف دیواره بررسی شد و هر سه نمونه محلول از نظر رنگ، شفافیت، رویه بستن و تشکیل رسوب مورد بررسی قرار گرفتند. زمان حل شدن میکروکپسول ها با غلظت های مختلف ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ تقریباً برابر و در حدود ۱ دقیقه بود که می بایست زیر ۵ دقیقه باشد. هر سه محلول شفاف با رنگ زرد کم رنگ حاصل شدند و هیچ گونه رسوبی تشکیل نشد.

نتایج این تحقیق با پژوهش حسین زاده و همکاران در ریزپوشانی روغن نعناع با مالتودکسترین و صمغ عربی با غلظت های مختلف دیواره از ۱۰٪ تا ۳۰٪ و زمان حلالیت نمونه ها در حدود ۱/۵ دقیقه مطابقت دارد [۱۰]. همچنین در ریزپوشانی روغن نعناع با نشاسته اصلاح شده با غلظت های مختلف دیواره از ۱۰٪ تا ۳۰٪ نتایج مشابهی از زمان حلالیت نمونه ها در حدود ۱/۵ دقیقه گزارش شده است [۱۱].

### ۳-۵- بررسی غلظت بهینه دیواره

نتایج این تحقیق نشان داد که کوچک ترین اندازه ذرات امولسیون، بزرگ ترین اندازه ذرات کپسول شده، کم ترین میزان رطوبت میکروکپسول، کم ترین میزان اسانس سطحی، بیشترین میزان اسانس کل کپسول شده و بیشترین میزان راندمان ریزپوشانی مربوط به غلظت ۳۰٪ دیواره است. لذا از بین غلظت های مختلف دیواره، غلظت ۳۰٪ از مالتودکسترین و صمغ عربی با نسبت ۱:۱ به عنوان غلظت بهینه گزارش شد.

### ۳-۵-۱- بررسی راندمان بهینه

نتایج آنالیز اسانس کاکوتی نشان داد که ماده موثره اصلی این اسانس پولگون می باشد و محاسبات راندمان ریزپوشانی بر مبنای آن انجام شد. با توجه به تعیین غلظت دیواره ۳۰٪ به عنوان غلظت بهینه، میزان جذب و میزان غلظت پولگون (سطحی و داخلی) برای غلظت بهینه در جدول ۵ گزارش شده است. همچنین میزان غلظت پولگون (داخلی، سطحی، کل) و میزان راندمان ریزپوشانی برای غلظت بهینه در جدول ۶ گزارش شده است. برای دقت در نتایج، همه آزمایشات با ۳ بار تکرار انجام شد.

گزارش کردند که با افزایش غلظت دیواره از ۱۰٪ به ۳۰٪ میزان روغن کپسول شده افزایش یافته است [۴۰].

### ۳-۴-۷- بررسی راندمان ریزپوشانی

نتایج این تحقیق نشان داد که در غلظت های مختلف دیواره ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪، میزان راندمان ریزپوشانی به ترتیب ۳۲/۵٪، ۶۲/۴۷٪ و ۹۶/۶۵٪ به دست آمد که با افزایش غلظت دیواره، میزان راندمان ریزپوشانی افزایش معنی داری داشته است. بهترین راندمان ریزپوشانی مربوط به غلظت ۳۰٪ دیواره و با راندمان ۹۶/۶۵٪ بود. این نتایج نشان داد که با افزایش غلظت دیواره انتقال و پخش شدن اسانس از داخل میکروکپسول ها به سمت سطح کم تر خواهد شد و میزان اسانس بیشتری حفظ شده که باعث افزایش راندمان ریزپوشانی می شود. همچنین همانطور که اشاره شد، هرچه ذرات امولسیون کوچک تر باشند در هنگام اتمایز شدن، کم تر شکسته شده و بدون خرد شدن خشک می شوند که این امر باعث حفظ بیشتر اسانس و در نهایت افزایش راندمان ریزپوشانی می شود.

فراس کارلی و همکاران در ریزپوشانی روغن قهوه با صمغ عربی نیز به نتایج مشابهی دست یافتند و گزارش کردند که هرچه غلظت دیواره افزایش یابد، راندمان ریزپوشانی هم افزایش معنی داری خواهد داشت. همچنین دو عامل اصلی در تعیین میزان راندمان ریزپوشانی را اندازه قطرات امولسیون و غلظت دیواره گزارش کردند [۱۸].

همچنین نتایج پژوهش آن و همکاران در ریزپوشانی روغن آفتاب گردان با پروتئین ایزوله شده شیر و دکسترین نشان داد که با افزایش غلظت دیواره، میزان ویسکوزیته و راندمان ریزپوشانی افزایش معنی داری پیدا می کند [۳۵].

### ۳-۴-۸- بررسی حلالیت

نتایج آزمایشات نشان داد که اسانس کاکوتی در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد در آب حل نمی شود، در حالی که اسانس ریزپوشانی شده در غلظت های مختلف ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ دیواره در آب حل شدند. میزان حلالیت نمونه ها با غلظت های

Table 5 Absorption and concentration of surface pulegone and internal pulegone (mg/L).

Repetition	Internal Pulegone Concentration	Internal Pulegone Absorption	Surface Pulegone Concentration	Surface Pulegone Absorption
1	73.714 (ppm)	2.184	2.0981 (ppm)	0.098
2	64.903 (ppm)	1.927	2.1862 (ppm)	0.101
3	52.362 (ppm)	1.562	2.1945 (ppm)	0.101

**Table 6** The Concentration of pulegone (internal, surface, total) and encapsulation efficiency.

Repetition	Internal Pulegone Concentration	Surface Pulegone Concentration	Total Pulegone Concentration	Encapsulation Efficiency (Equation 7)
1	73.714 (ppm)	2.0981 (ppm)	75.8121 (ppm)	97.23 %
2	64.903 (ppm)	2.1862 (ppm)	67.0892 (ppm)	96.74 %
3	52.362 (ppm)	2.1945 (ppm)	54.5565 (ppm)	95.97 %
Average	63.6596 (ppm)	2.1596 (ppm)	65.8192 (ppm)	96.65 %

امولسیون به مقدار مناسب پخش شده که عامل مهم پایداری مواد کلوئیدی است. میزان بار ذرات همواره از اهمیت بالایی برخوردار است و بار بالای ذرات (منفی یا مثبت) منجر به پایداری ذرات در مایعات و عدم رسوب کردن آنها می شود. این امر در حوزه نانوذرات و جلوگیری از آگلومره شدن آنها بسیار مورد توجه قرار گرفته است. از سوی دیگر بار ذرات در چگونگی برهمکنش ذرات با سلول ها و میکروب ها و یا جذب یون ها نیز موثر است.

#### ۳-۵-۴- بررسی مورفولوژی میکروکپسول ها

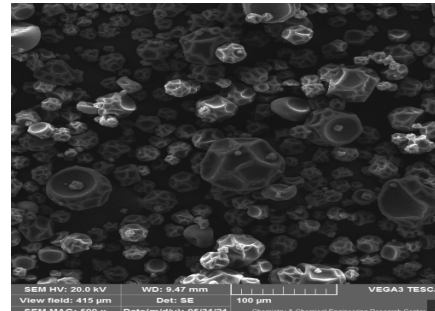
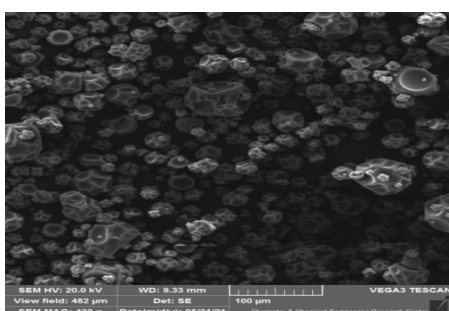
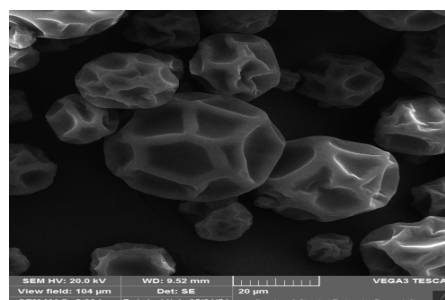
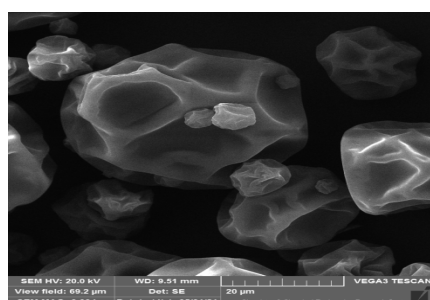
تصاویر SEM در شکل ۵ نشان داد که تقریباً همه ذرات میکروکپسول شده به شکل کروی و شبیه به توپ فوتبال می باشند.

#### ۳-۵-۲- بررسی شاخص بس پاشیدگی

با توجه به تعیین غلظت بهینه ۳۰٪ برای دیواره میکروکپسول ها، شاخص بس پاشیدگی (PDI) امولسیون و میکروکپسول با غلظت بهینه ۳۰٪ (وزنی/وزنی) به ترتیب برابر ۰/۳۷۵ و ۰/۳۷۵ اندازه گیری و ثبت شد.

#### ۳-۵-۳- بررسی پتانسیل زتا

با توجه به تعیین غلظت بهینه ۳۰٪ برای دیواره میکروکپسول ها، پتانسیل زتا برای امولسیون و میکروکپسول با غلظت بهینه ۳۰٪ (وزنی/وزنی) به ترتیب ۲۵/۸- (mV) و ۲۲/۷- (mV) اندازه گیری و ثبت شد. پتانسیل زتا در امولسیون روشنی برای تعیین میزان بار الکتریکی ذرات است که نتایج این تحقیق با مقدار ۲۵/۸- (mV) نشان داد که بار الکتریکی سطح غشاء سلولی در

**Fig 5** SEM images of *Ziziphora clinopodioides* essential oil microcapsules.

#### ۳-۵-۵- خواص فیزیکوشیمیایی میکروکپسول

خواص فیزیکوشیمیایی میکروکپسول بهینه در ریزپوشانی اسانس کاکوتی در جدول ۷ گزارش شده است.

همچنین همه ذرات جدا از هم بوده و به هم نچسبیده اند و این نتایج نشان داد که ریزپوشانی اسانس کاکوتی به نحو مطلوبی انجام شده است. در بررسی مورفولوژی میکروکپسول ها، متوسط اندازه ذرات کم تر از ۲۰ μm بود.

**Table 7** Physicochemical properties of microcapsules with 30 % wall concentration.

Property	Description
Core	Ziziphoria clinopodioides Essential oil (2.5 % w/w)
Wall	Maltodextrin and Gum Arabic (ratio 1:1)
Optimal wall concentration	30 % (w/w)
pH	4.7
Moisture content	0.9 %
Particle size	Less than 20 $\mu\text{m}$
Total essential oil content	4.655 %
Surface essential oil	0.018 %
Oil retention	60 %
Encapsulation Efficiency (EE)	96.65 %
Zeta potential	-22.7 (mV)
Polydispersity Index (PDI)	0.375
Indicator solubility	Water soluble
Color powder	Light yellow
Sediment	No sediment

#### ۴- نتیجه گیری

اسانس کاکوتی می باشد. میکروکپسول تولید شده از این روش با  $\text{pH} = 4.7$ ، میزان رطوبت ۰/۹٪، متوسط اندازه ذرات کم تر از  $20 \mu\text{m}$ ، درصد اسانس تام ۴/۶۵۵٪، درصد اسانس سطحی (بسیار ناچیز) ۰/۰۱۸٪، درصد اسانس کپسول شده ۶۰٪، راندمان ریزپوشانی (بالا) ۹۶/۶۵٪، پتانسیل زتای ۲۲/۷- (mV)، شاخص بس پاشیدگی  $\text{PDI} = 0.375$ ، با خاصیت حلالیت در آب به رنگ زرد کم رنگ و بدون هیچ گونه رسوبی به دست آمد.

اسانس کاکوتی در آب نامحلول است ولی اسانس کاکوتی ریز پوشانی شده با این روش در آب محلول است. مالتودکسترین یک ترکیب هیدروفیل، غیر یونی و آب دوست است ولی صمغ عربی یک ترکیب با ساختار دوگانه هیدروفیل و هیدروفوب (آب دوست- آب گریز) است که با ترکیب این دو می توان یک ترکیب جدید دیواره با کارایی مناسب برای ریزپوشانی اسانس کاکوتی به دست آورد. روش خشک کردن پاششی و استفاده از اسپری درایر یک روش مناسب برای ریزپوشانی اسانس کاکوتی است. با این روش می توان یک میکروکپسول محلول در آب تولید کرد که باتوجه به خاصیت آنتی اکسیدانی و آنتی میکروبیالی اسانس کاکوتی، می توان از آن به عنوان یک نگه دارنده طبیعی و موثر در کاهش جمعیت باکتری های پاتوژن و افزایش زمان ماندگاری مواد غذایی استفاده کرد.

اسانس گیاه کاکوتی شامل ۲۴ ترکیب شیمیایی است که بیش ترین آنها به ترتیب پولگون، کارواکرول، پیریتنون، اکالیپتول،  $\gamma$ -تریپینتول، ال-متون است. مهم ترین ترکیب شیمیایی اسانس کاکوتی پولگون به میزان ۳۳/۱۰٪ و معادل یک سوم همه ترکیبات است. دانسیته اسانس کاکوتی معادل ۰/۹۳۱۰ محاسبه شد. استفاده از دستگاه همگن ساز اولتراسونیک و امواج فراصوت، منجر به ایجاد امولسیون پایدار اسانس کاکوتی با اندازه ذرات بسیار ریز در حد  $429 \text{ nm}$  می شود.  $\text{pH}$  امولسیون در گستره اسیدی و ۳/۸ به دست آمد. پتانسیل زتای امولسیون معادل  $(\text{mV}) -25.8$  بود که نشان از توزیع بار الکتریکی مناسب روی سطح غشاء سلولی و باعث پایداری مواد کلوئیدی امولسیون می شود.

ریزپوشانی اسانس کاکوتی با دیواره مالتودکسترین و صمغ عربی به نسبت ۱:۱ با غلظت های مختلف ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ (وزنی/وزنی) و اسانس کاکوتی با غلظت ۲/۵ درصد (وزنی/وزنی) به روش خشک کردن پاششی انجام شد. نتایج نشان داد که بهترین شرایط عملیاتی برای ریزپوشانی اسانس کاکوتی با استفاده از دیواره ترکیبی مالتودکسترین و صمغ عربی به روش خشک کردن پاششی، انتخاب غلظت دیواره ۳۰٪ (وزنی/وزنی) با نسبت ۱:۱ و غلظت ۲/۵٪ (وزنی/وزنی)



## ۵- منابع

- [10] Hosseinzadeh, S., Haddad Khodaparast, M. H., Bostan, A., Mohebbi, M. (2016). Microencapsulation of Spearmint (*Mentha Spicata*) Oil using spray drying Method, *Iranian Food Science and Technology Research Journal*, 12(4): 499-511.
- [11] Hosseinzadeh, S., Haddad Khodaparast, M. H., Bostan, A., Mohebbi, M. (2017). Microencapsulation of Spearmint (*Mentha Spicata*) Oil By Modified Starch, *Iranian Food Science and Technology Research Journal*, 12(5): 639-651.
- [12] Baygan, A., Shahinfar, R. (2021). Encapsulation and Technology of Microcapsules in Food Industry, *27<sup>th</sup> National Iranian Food Science and Technology Congress*, Ahwaz, IRAN, 3-4 Feb.
- [13] Agnihotri, N., Ravinesh, M., Chirag, G., Manu, A. (2012). Microencapsulation – A Novel Approach in Drug Delivery: A Review, *Indo Global Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2(1): 1-20.
- [14] Taylor, A. (1983). Encapsulation systems and their applications in the flavor industry, *Food Flavor Ingredients Packaging and processing*, 5(9): 48.
- [15] Desai, K. G. H., Park, H. J. (2005). Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients, *Drying Technology*, 23(7): 1361-1394. <https://doi.org/10.1081/DRT-200063478>.
- [16] Adamiec, J., Kalemba, D. (2004). Microencapsulation of peppermint oil during spray drying, *International Drying Symposium*, B(4): 1510.
- [17] Toure, A., Bo Lu, H., Zhang, X., Xueming, X. (2011). Microencapsulation of Ginger Oil in 18DE Maltodextrin/Whey Protein Isolate, *China Journal of Herbs, Spices & Medicinal Plants*, 17(2): 183-195. <https://doi.org/10.1080/10496475.2011.583137>.
- [18] Frascareli, E. C., Silvaa, V. M., Tonon, R. V., Hubinger, M. D. (2012). Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying, *Food and Bioprocess Technology*, 90(3): 413-424.
- [19] Shahinfar, R. (2018). The Effect of *Ziziphora clinopodioides* essential oil Nisin (microencapsulated and non microencapsulated) and their Combination on Shelf Life Extension of Fish Burger, PhD Thesis, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, IRAN.
- [1] Seow, Y. X., Yeo, C.R., Chung, H.L., Yuk, H.G. (2014). Plant essential oils as active antimicrobial agents, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 54(5): 625-644. <https://doi.org/10.1080/10408398.2011.599504>.
- [2] Shahbazi, Y. (2016). Effects of *Ziziphora clinopodioides* Essential Oil and Nisin on the Microbiological Properties of Milk, *Pharmaceutical Sciences*, 22(4): 272-278. <https://doi.org/10.15171/PS.2016.42>.
- [3] Mazhar, S.F., Aliakbari, F., Karami-Osboo, R., Morshedi, D., Shariati, P., Farajzadeh, D. (2014). Inhibitory Effects of Several Essential Oils towards *Salmonella Typhimurium*, *Salmonella paratyphi A* and *Salmonella paratyphi B*, *Applied Food Biotechnology*, 1(1): 45-54. <https://doi.org/10.22037/afb.v1i1.7134>.
- [4] Ojagh, S. M., Rezaei, M., Razavi, S. H., Hosseini, S. M. H. (2010). Effect of chitosan coatings enriched with cinnamonoil on the quality of refrigerated rainbow trout, *Food Chemistry*, 120 (1): 193-198. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.10.006>.
- [5] Wiwanitkit, V., Ebrahimi Khoosfi, M. (2015). Safety Aspects of Local Tropical Food Production: Essential Oil Incorporation as a Safe Approach, *Applied Food Biotechnology*, 2(2): 3-6 <https://doi.org/10.22037/afb.v2i2.7664>.
- [6] Sonboli, A., Atri, M., Shafiei, S. (2010). Intraspecific Variability of the Essential Oil of *Ziziphora clinopodioides* ssp. *rigida* from Iran, *Chemistry & Biodiversity*, 7(7): 1784-1789. <https://doi.org/10.1002/cbdv.200900336>.
- [7] Zargari, A. (1995). "Medicinal Plants", Publishing Tehran University, 5(4).
- [8] Shahinfar, R., Khanzadi, S., Hashemi, M., Azizzadeh, M., Boston, A. (2017). The Effect of *Ziziphora clinopodioides* Essential Oil and Nisin on Chemical and Microbial Characteristics of Fish Burger During Refrigerated Storage, *Iran. J. Chem. Chem. Eng.*, 36(5): 65-75. doi:10.30492/IJCCE.2017.24338
- [9] Sardashti, A. R., Valizadeh J., Aldhami, Y. (2012). Chemical composition of the essential oil from *Ziziphora clinopodioides* Lam, from Iran by means of gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), *Journal of Horticulture and Forestry*, 4(10): 169-171.



- [30] Ghahramanifar, A., Mohammadi Sani, A., Najaf Najafi, M., Ghahramanifar, M. (2010). The effect of emulsion properties on the properties of powders obtained from the microcoating process, *Journal of Food Science and Technology*, 2(2): 45-54.
- [31] Jafari, S. M., He, Y., Bhandari, B. (2007). Encapsulation of Nanoparticles of d-Limonene by Spray Drying: Role of Emulsifiers and Emulsifying Techniques, *Drying Technology*, 25(6): 1069-1079. <https://doi.org/10.1080/07373930701396758>.
- [32] Soottitantawat, A., Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M., Linko, P. (2003). Microencapsulation by Spray Drying: Influence of Emulsion Size on the Retention of Volatile Compounds, *Journal of Food Science*, 68(7): 2256-2262. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2003.tb05756.x>.
- [33] Soottitantawat, A., Bigeard, F., Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M., P. Linko, P. (2005). Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated d-limonene by spray drying, *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6(1): 107-114. <https://doi.org/10.1016/J.IFSET.2004.09.003>.
- [34] Jafari, S. M., Assadoor, E., He, Y., Bhandari, B. (2008). Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying, *Drying Technology*, 26(7): 816-835. <https://doi.org/10.1080/07373930802135972>.
- [35] Ahn, J. H., Kim, Y. P., Lee, Y. M., Seo, E. M., Lee, K. W., H.S. Kim, H. S. (2008). Optimization of microencapsulation of seed oil by response surface methodology, *Food Chemistry*, 107(1): 98-105.
- [36] Barbosa, M. I. M. J., Borcarelli, C. D., Mercadante, A. Z. (2005). Light stability of spray-dried bixin encapsulated with different edible polysaccharide preparations, *Food Research International*, 38(8-9): 989-994. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2005.02.018>.
- [37] Ferguson, L.J. C., Lebetkin, E. H., Lih, F. B., Tomer, K. B., Parkinson, H. D., Borghoff, S. J., Burka, L. T. (2007). <sup>14</sup>C-labeled Pulegone and Metabolites Binding to  $\alpha$ 2u-globulin in Kidneys of Male F-344 Rats, *Journal of Toxicology and Environmental Health*, 70(17): 1416-1423. <https://doi.org/10.1080/15287390701382720>.
- [20] Najaf Najafi, M., Kadkhodae, R., (2011). Microencapsulation of Limonene by Freeze Drying: Effect of Type and Concentration of Wall Material, *Iranian Food Science and Technology Research Journal*, 7(3): 210-217.
- [21] Bayramoglu, B., Sahin, S., Sumnu, G. (2008). Solvent-free microwave extraction of essential oil from oregano, *J. Food Eng.*, 88(4): 535-540.
- [22] Gavahian, M., Farahnaky, A., Javidnia, K., Majzoubi, M. (2012). Comparison of Ohmic-assisted hydrodistillation with traditional hydrodistillation for the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris* L., *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.*, 14: 85-91.
- [23] Batooli, H., Akhbari, M., Hoseinizadeh, S. M. J. (2012). The effect of different methods of essential oil extraction on the quantity and quality of essential oil of two species of the *Ziziphora* (*Ziziphora* L.), *Journal of Herbal Drugs*, 3(3): 135-146.
- [24] Shafeqat, A. (2012). "Chemistry of Essential Oils and Aromatherapy", Publisher: Negin Sabalan, 1: 30-33.
- [25] Rennie, K. L., Hughes, J., Lang, R., Jebb, S. A. (2003). Nutritional management of rheumatoid arthritis: a review of the evidence, *Journal of Human Nutrition and Dietetics*, 16(2): 97-109. <https://doi.org/10.1046/j.1365-277x.2003.00423.x>.
- [26] Badee, A. Z. M., Amal, E., El-Kader, A., Hanan, M. A. (2012). Microencapsulation of Peppermint Oil by Spray Drying, *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 6(12): 499-504.
- [27] Sadeghian, A. (2013). Investigation of the effect of intermolecular interactions on emulsion and microcapsule properties of cardamom oil, PhD Thesis, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, IRAN.
- [28] Barauskiene, R., Bylaite, E., Zukauskaitė, J., Venskutonis, R. P. (2007). Flavor Retention of Peppermint (*Mentha piperita* L.) Essential Oil Spray-Dried in Modified Starches during Encapsulation and Storage, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(8): 3027-3036. <https://doi.org/10.1021/jf062508c>.
- [29] McNamee, B. F., White, L. E., O'Riordan, E. D., O'Sullivan, M. (2001). Effect of partial replacement of gum arabic with carbohydrates on its microencapsulation properties, *J. Agr. Food Chem.*, 49(7): 3385-3388. <https://doi.org/10.1021/jf001003y>.

- [40] Bhandari, B. R., Dumoulin, E. D., Richard, H.M.J., Noleau, I., Lebert, A. M., (1992). Flavor Encapsulation by Spray Drying: Application to Citral and Linalyl Acetate, *Journal of Food Science*, 57(1): 217-221. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1992.tb05459.x>
- [41] AOAC (1997). Official Methods of Analysis, 16<sup>th</sup> ed. 3<sup>rd</sup> rev. Association of Official Analytical.
- [42] Webb. P. A., (2001). Volume and Density Determinations for Particle Technologists, *Micromeritics Instrument Corp.*, 2,16: 1-16.
- [38] Fernandes, L. P., Turatti, I. C., Lopes, N. P., Ferreira, J. C., Candido, R. C., Oliveira, W. P., (2008). Volatile Retention and Antifungal Properties of Spray-Dried Microparticles of Lippia sidoides Essential Oil, *Drying Technology*, 26(12):1534-1542. <https://doi.org/10.1080/07373930802464034>.
- [39] Hogan, S. A., McNamee, B. F., O'Riordan, D., O'Sullivan, M., (2001). Emulsification and microencapsulation property of sodium caseinate/carbohydrate blends, *International Dairy Journal*, 11(3):137-144. [https://doi.org/10.1016/S0958-6946\(01\)00091-7](https://doi.org/10.1016/S0958-6946(01)00091-7).



## Encapsulation of Essential Oil of *Ziziphoria clinopodioides* Using Maltodextrin and Gum Arabic by Spray Drying Method

Baygan, A.<sup>1</sup>, Safaeian, Sh.<sup>1\*</sup>, Shahinfar, R.<sup>2</sup>, Khoshkhoo, Zh.<sup>1</sup>

1. Department of Food Science and Technology, Faculty of Biological Sciences, North Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

2. Avicenna Health Incubator Center, Avicenna Research Institute, Tehran, Iran.

### ARTICLE INFO

#### Article History:

Received 2021/08/19

Accepted 2021/10/10

#### Keywords:

Encapsulation,  
*Ziziphoria clinopodioides*  
essential oil (ZEO),  
Maltodextrin, Gum arabic,  
Spray drying,  
Natural preservative.

**DOI:** 10.52547/fsct.18.120.21

**DOR:** 20.1001.1.20088787.1400.18.120.30.2

\*Corresponding Author E-Mail:  
[iranianresearch20@gmail.com](mailto:iranianresearch20@gmail.com)

### ABSTRACT

Encapsulation is one of the most important methods to protect essential oils from evaporation, degradation, and preservation of antimicrobial properties for reducing the number of microorganisms in food. Based on GC/MS analysis, Pulegone (33.10 %), Carvacrol (10.60 %), Piperitenone (9.33 %), Eucalyptol (8.01 %),  $\gamma$ -Terpineol (5.46 %), L- Menthone (4.79 %) were as the major components of phytochemicals of *Ziziphoria clinopodioides* essential oil (ZEO). Encapsulation of ZEO using maltodextrin and gum arabic in a ratio of 1:1 with different concentrations of 10 %, 20 % and 30 % (w/w) wall, and concentration of 2.5 % (w/w) ZEO by spray drying method was done. Emulsion characteristics were pH = 3.8, particle size = 429 nm, polydispersity index PDI=0.681 and zeta potential = -25.8 mV. The results showed that the best operating conditions for encapsulation of ZEO using maltodextrin and gum arabic by spray drying method, is selection of concentration of 30 % (w/w) wall with ratio of 1:1 and concentration of 2.5 % (w/w) ZEO. The final microcapsul with pH = 4.7, moisture of = 0.9 %, particle size <20  $\mu$ m, total oil content 4.655 %, surface oil 0.018 %, oil retention 60 %, encapsulation efficiency 96.65 %, zeta potential = -22.7 mV, polydispersity index (PDI) = 0.375 and water-soluble property with light yellow color and without sediment was produced. Spray drying method is a suitable method for encapsulation of ZEO. ZEO is insoluble in water, but a water-soluble microcapsule can be produced with using this method. Due to the antioxidant and antimicrobial properties of zeo, it can be used as a natural and effective preservative in reducing pathogenic bacteria and increasing the shelf life of food.