

# تأثیر فرآیند ریزپوشانی با استفاده از خشک کن انجمادی بر خصوصیات فیزیکی شیمیایی و آنتی‌اکسیدانی اسانس گلپر

حسین بادفرسا<sup>1</sup>، ریحانه احمد زاده قویدل<sup>2\*</sup>، پروین شرایعی<sup>3</sup>

- 1- دانشجوی کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی، واحد قوچان، دانشگاه آزاد اسلامی، قوچان، ایران
- 2- استادیار، گروه علوم و صنایع غذایی، واحد قوچان، دانشگاه آزاد اسلامی، قوچان، ایران
- 3- استادیار، مرکز تحقیقات و آموزش کشاورزی و منابع طبیعی استان خراسان رضوی، مشهد، ایران.

تاریخ پذیرش: 1396/06/14

تاریخ دریافت: 1395/09/01

## چکیده

این پژوهش با هدف بررسی تأثیر فرآیند ریزپوشانی بر خصوصیات فیزیکی شیمیایی اسانس گلپر طی مدت نگهداری انجام گرفت. بدین منظور ابتدا امولسیون روغن در آب حاوی 10 درصد ماده وزنی خشک اسانس گلپر در محلول‌های آبی حاوی 5 و 10 درصد مواد دیواره (بتاسیکلودکسترین و کازئینات سدیم) با کمک امواج فراصوت (به مدت 3 دقیقه، شدت 100 درصد و فرکانس 20 کیلوهرتز) تهیه شد و سپس با استفاده از خشک کن انجمادی در دمای 55- درجه سلسیوس خشک گردید. خصوصیات ریزکپسول‌های حاصل، نظیر راندمان ریزپوشانی ترکیبات مؤثره، رطوبت، دانسیته توده، اندازه قطر ذرات، ریزساختار ریزکپسول‌ها (میکروسکوپ الکترونی)، قدرت احیاء کنندگی آهن III (FRAP) و اندازه‌گیری ترکیبات فنلی مورد ارزیابی قرار گرفت. همچنین طی مدت 42 روز نگهداری در دمای 4 و 25 درجه سلسیوس و رطوبت نسبی 75 درصد سرعت رهائش ترکیبات فنلی اسانس مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان داد که حفاظت از ترکیبات مؤثره (ترکیبات فنلی) اسانس گلپر ریزپوشانی شده با ماده دیواره کازئینات سدیم (181 میکروگرم بر 100 گرم) در مقایسه با ماده دیواره بتاسیکلودکسترین (138 میلی‌گرم بر 100 گرم) بیشتر بود. با افزایش غلظت بتاسیکلودکسترین و کازئینات سدیم از 5 به 10 درصد، میزان مواد مؤثره اسانس گلپر در ریزکپسول‌ها افزایش یافت (از 121 به 161 میکروگرم بر 100 گرم). ریزکپسول‌های حاصل از هر دو ماده دیواره، شکل هندسی مشخصی نداشتند و محدوده اندازه قطر ذرات آنها تقریباً یکسان بود؛ هرچند، اندازه قطر ریزکپسول‌های حاوی دیواره کازئینات سدیم 10 درصد، کمی بیشتر از سایر ریزکپسول‌ها بود. طی 42 روز نگهداری ریزکپسول‌ها در شرایط دمایی مختلف، مقادیر ترکیبات فنلی اسانس گلپر کاهش یافت ( $p < 0/05$ ). ریزکپسول‌های حاوی غلظت 10 درصد کازئینات سدیم بعد از 42 روز نگهداری در 4 درجه سلسیوس، با نیمه عمر 231 روز، کمترین میزان کاهش ترکیبات فنلی را داشتند که به عنوان تیمار بهینه معرفی شدند.

**واژه‌های کلیدی:** اسانس گلپر، بتاسیکلودکسترین، ریزپوشانی، خشک کن انجمادی، کازئینات سدیم.

## 1-مقدمه

امروزه محدوده وسیعی از افزودنی‌ها، با اهداف گوناگون در تهیه فرآورده‌های غذایی مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرند. اهمیت این افزودنی‌ها به حدی است که بدون بهره‌گیری از آن‌ها، تولید و مصرف بسیاری از اقلام و فرآورده‌های غذایی تقریباً غیرممکن می‌شود. طعم دهنده‌ها جزئی از افزودنی‌های غذایی هستند که منجر به ایجاد طعم و بوی خاص در ماده غذایی می‌شوند. اغلب ترکیبات مولد عطر و طعم که امروزه در مواد غذایی مختلف به عنوان افزودنی غذایی اضافه می‌شوند طبیعی نبوده و به صورت شیمیائی تولید و یا سنتز می‌شوند (28 و 49). نگرانی‌های ناشی از مصرف ترکیبات سنتزی به لحاظ مسایل مربوط به سلامت و ایمنی و نیز محدودیت در حدود مجاز مصرف، مصرف‌کنندگان مواد غذایی را به استفاده از فرآورده‌های طبیعی در مواد غذایی ترغیب نموده است (53). بر این اساس استفاده از مواد مولد عطر و طعم طبیعی همانند اسانس گیاهان در فرآورده‌های غذایی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. گیاه گلپر (*Heracleum Persicum*)، بومی ایران بوده و در ناحیه نمناک کوهستانی ایران و در ارتفاع 2000 تا 3000 متری از سطح دریا به صورت خودرو در کنار باغات و زیر سایه درختان می‌روید (32). همه گونه‌های این گیاه معطر بوده و در آشپزی ایرانی به عنوان ادویه و در صنعت داروسازی کاربرد دارند. مشخص شده‌است، ترکیبات عمده اسانس گلپر شامل هگزیل بوتیرات (56/5 درصد)، اکتیل استات (16/5 درصد)، هگزیل 2-متیل بوتانوات (5/2 درصد) و هگزیل ایزو بوتیرات (3/4 درصد) می‌باشد (8 و 23). هم چنین، اسانس گلپر دارای خاصیت آنتی‌اکسیدانی، ضد عفونی کننده و میکروب کشی قوی بوده و باعث کاهش خطرات قلبی-عروقی، کاهش مقادیر لیپوپروتئین‌های سرم، قطع کننده بلغم و دفع کننده باد و نفخ شکم، تقویت معده و سایر اندام‌های گوارش، افزایش دهنده ترشحات معده، دفع کننده سموم بدن، زیاد کننده شیر مادر، بهبود هیستری (صرع)، عفونت‌های عصبی و عفونت‌های دستگاه تنفس می‌شود (15، 48 و 55).

از آنجا که پایداری ترکیبات مولد عطر و طعم در شرایط محیطی مختلف پائین است و حین فرآوری، بسته‌بندی و نگهداری از طریق برهم کنش‌های فیزیکی و شیمیایی از دست می‌رود؛ استفاده از روشی که بتواند این ترکیبات را در برابر عوامل محیطی حفظ کند و همچنین آزادسازی آن را در زمان معین و بصورت کامل محقق نماید؛ دارای اهمیت ویژه‌ای می‌باشد. ریزپوشانی یکی از مهمترین فرآیندهایی است که می‌تواند این اهداف را محقق نماید. ریزپوشانی ترکیبات مؤثر در صنایع غذایی و داروسازی برای پوشاندن مواد رنگی، عطری و سایر مواد مؤثر به کار می‌رود (16 و 44) و یکی از موثرترین روش‌ها برای پایداری اسانس‌های روغنی بیان شده‌است (40). بوفو و رینسیوس<sup>1</sup> (2001)، روغن حاصل از پرس سرد پرتقال والنسیا<sup>2</sup> را با مواد دیواره صمغ عربی و نشاسته اصلاح شده و روش‌های مختلف خشک‌کن غلطکی، کابینتی، پاششی و انجمادی ریزپوشانی نمودند و گزارش نمودند ریزکپسول-های تهیه شده به روش خشک‌کن انجمادی دارای خصوصیات مطلوب‌تری نسبت به سایر روش‌ها از جمله خشک‌کن پاششی بود (12). مینموتو<sup>3</sup> و همکاران (1999) با بررسی روند اکسایش منتیل‌لینولات<sup>4</sup> ریزپوشانی شده با صمغ عربی و با دو روش خشک‌کن هوای داغ و انجمادی، گزارش کردند که خشک‌کردن انجمادی به مراتب بهتر از خشک‌کردن در هوای داغ است (35). چمان<sup>5</sup> و همکاران (1999)، تاثیر انواع مختلف مالتودکسترین و روش‌های مختلف خشک‌کردن (انجمادی و پاششی) را بر خصوصیات حسی و فیزیکوشیمیایی طعم دوریان<sup>6</sup> ریزپوشانی شده، مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد که روش خشک‌کردن انجمادی و استفاده از شربت جامد گلوکز بعنوان ماده دیواره، باعث حفظ بهتر خصوصیات فیزیکوشیمیایی (رطوبت، چربی، میزان توده‌ای شدن، ساختار و...) و حسی

1- Buffo and Reiceccius

2 -Valencia

3 -Minemoto

4 -Menthyl linoleate

5 -Cheman

6 -Durian

مربوطه در بطری شیشه‌ای نفوذ ناپذیر به نور، در تاریکی و دمای چهار درجه سلسیوس نگهداری شدند. بتاسیکلودکسترین، کازئینات سدیم، متانول و دیگر حلال‌ها و مواد شیمیایی با درجه تجزیه‌ای (درجه خلوص بالاتر از 95 درصد)، از شرکت‌های سیگما (Sigma، آمریکا) و مرک (Merck، آلمان) خریداری شدند.

## 2-2- تهیه محلول مواد دیواره

ابتدا محلول‌های بتاسیکلودکسترین و کازئینات سدیم با غلظت‌های 5 و 10 درصد وزنی در آب دیونیزه (pH=7) تهیه شدند. عملیات هم زدن به مدت 1 ساعت، در دمای اتاق و به کمک همزن مغناطیسی صورت گرفت. سپس محلول‌های تهیه شده برای حداکثر جذب آب به مدت 24 ساعت در دمای یخچال نگهداری گردیدند.

## 2-3- فرآیند تهیه ریزکپسول

به کلیه محلول‌های مواد دیواره، اسانس گلپر به نسبت 10 درصد ماده خشک و توپین 80 (سوربتان منو-9-اکتادکانوات<sup>7</sup>) به عنوان امولسیفایر در غلظت 0/5 درصد اضافه گردید. عملیات هم زدن و همگن سازی اولیه به کمک همزن مغناطیسی (L.T.108, V.220, Hielscher، ساخت کشور آلمان) در فرکانس 20 کیلوهرتز و به مدت 3 دقیقه، امولسیون تهیه گردید. جهت جلوگیری از کف کردن و همچنین جهت رسیدن به دمای مناسب برای وارد کردن به خشک کن انجمادی، امولسیون تهیه شده به مدت 19 ساعت در فریزر با دمای 70- درجه سلسیوس نگهداری و سپس به خشک کن انجمادی (مدل Operon FDB-550، ساخت کشور کره) منتقل شد. نمونه‌ها در خشک کن انجمادی در دمای 55- درجه سلسیوس با فشار 0/15 میلی‌متر جیوه طی 20 ساعت خشک شدند (13).

(آروما، ظاهر و ... می‌گردد (14)). نتایج حاصل از ریزپوشانی اسانس لیمون<sup>1</sup> با مواد دیواره صمغ‌عربی- ساکارز- ژلاتین (نسبت وزنی 1:1:1) توسط خشک کن انجمادی، نشان داد که ماده طعم‌زای ریزپوشانی شده، ساختاری شبیه پولک، بدون گودی و تورفتگی و چروکیدگی دارد (27). هینزلمن و فرانک<sup>2</sup> (1999)، نیز نشان دادند که ریزپوشانی روغن ماهی توسط خشک کن انجمادی منجر به تولید محصولی با مقاومت خوب در برابر اکسایش می‌گردد (22). مهیار<sup>3</sup> و همکاران (2014)، اسانس روغنی دارچین را توسط صمغ‌عربی، کاراجینان<sup>4</sup> و ایزوله پروتئین سویا و خشک کن انجمادی ریزپوشانی نمودند و گزارش کردند، ایزوله پروتئین سویا با غلظت 30 درصد باعث حفظ بهتر ترکیبات موثر دارچین (D- لیمون و 8، 1- سینئول<sup>5</sup>) می‌گردد (34). مقیمی<sup>6</sup> و همکاران (2016)، گزارش نمودند نانوامولسیون اسانس آویشن باعث افزایش فعالیت ضدباکتریایی اسانس می‌گردد (36). هم چنین قره‌نقده و همکاران (1396)، بیان نمودند که کپسوله کردن اسانس مریم گلی، علاوه بر محافظت اسانس در برابر تخریب و اکسایش، باعث افزایش قدرت ترکیبات ضد میکروبی آن نیز می‌گردد (4). بررسی منابع نشان می‌دهد که در خصوص ریزپوشانی اسانس گلپر در کشور ایران و سایر کشورها اطلاعات کافی وجود ندارد و یا در دسترس نیست. بنابراین، پژوهش حاضر با رویکرد به این موضوع و با توجه به بررسی تاثیر مواد هسته، جنس ماده دیواره و روش خشک کردن بر فرآیند ریزپوشانی، صورت پذیرفت.

## 2- مواد و روش‌ها

### 2-1- مواد اولیه

اسانس گلپر از شرکت اکسیرگل سرخ (شهر مشهد، ایران) تهیه گردید. اسانس تهیه شده تا زمان انجام آزمایش‌های

1- Limonen  
2- Heinzelmann and Franke  
3- Mehyar  
4- Carrageenan  
5- 1,8-cineole  
6- Moghimi

7- Tween80= Sorbitan Mono-9- Octadecenoate

## 4-2- نگهداری اسانس گلپر ریزپوشانی شده

بدین منظور ابتدا ریزکپسول‌های تهیه شده در فیلم‌های پلاستیکی از جنس پلی‌اتیلن با دانسیته<sup>1</sup> پایین<sup>1</sup> بسته‌بندی شدند. جهت ایجاد رطوبت‌های نسبی  $75/29 \pm 0/12$  درصد، از محلول اشباع کلرید سدیم استفاده شد. سپس محلول‌های اشباع نمک کلرید سدیم به صورت جداگانه در کف دسیکاتورها ریخته شدند و نمونه‌ها بر روی صفحه مشبک داخلی دسیکاتور قرار داده شدند. طی 42 روز نگهداری در دمای محیط (25 درجه سلسیوس) و دمای یخچال (4 درجه سلسیوس)، هر 7 روز یکبار نمونه‌برداری به صورت تصادفی انجام شد و مقدار ترکیبات فنلی کل اندازه‌گیری گردید.

## 5-2- راندمان ریزپوشانی

راندمان ریزپوشانی از خارج قسمت جرم ریزکپسول‌های تهیه شده به مقدار جرم کل مواد جامد قبل از ریزپوشانی، طبق رابطه (1) محاسبه شد (6):

$$100 \times \frac{\text{جرم کل ریزپوشانی در یونیت استاتوس}}{\text{جرم کل ماده جامد قبل از ریزپوشانی}} = \text{راندمان ریزپوشانی ریزکپسول (درصد)}$$

## 6-2- تعیین مقدار رطوبت ریزکپسول‌ها

مقدار رطوبت تمامی نمونه‌ها با استفاده از دستگاه سنجش رطوبت به روش مادون قرمز (مدل MX-50، ساخت کشور ژاپن) در دمای  $105 \pm 1$  درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت به دست آمد (27).

7-2- تعیین دانسیته توده<sup>2</sup>

حدود 20 گرم نمونه به داخل استوانه مدرج منتقل و حجم مربوط از استوانه مدرج قرائت شد و طبق رابطه (2) محاسبه انجام شد:

$$\rho_b = \frac{m}{V_b}$$

که در آن،  $\rho_b$  = چگالی توده (ظاهری)،  $m$  = جرم توده،  $V_b$  = حجم مربوط به توده جرم ماده غذایی است (2).

## 8-2- اندازه قطر ذرات ریزکپسول

اندازه قطر ذرات ریزکپسول‌های تولید شده با روش شکست نور لیزر<sup>3</sup> (SAL, D-2101, Shimadzu, Japan) به صورت مستقیم و توسط نرم‌افزار دستگاه، ثبت گردید (42).

## 9-2- مشاهده ریزساختار ریزکپسول‌ها

برای مشاهده ریزساختار ریزکپسول‌های از میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>4</sup> (مدل LEO 1450، ساخت کشور آلمان) با بزرگنمایی 3000 برابر استفاده شد (3).

## 10-2- تعیین ترکیبات فنلی

میزان ترکیبات فنلی کل بر اساس روش فولین سیوکالچو تعیین گردید. مقدار 100 میکرولیتر از عصاره با  $2/5$  میلی لیتر معرف فولین سیوکالچو<sup>5</sup> مخلوط و به مدت 3 دقیقه در حالت سکون قرار داده شد تا واکنش صورت گیرد. در ادامه 5 میلی لیتر کربنات سدیم  $7/5$  درصد به آن اضافه و بعد از یک دقیقه با آب مقطر به حجم 50 میلی لیتر رسانده شد. نمونه به مدت 24 ساعت در مکانی تاریک نگهداری و سپس جذب آن در طول موج 765 نانومتر در برابر شاهد قرائت شد. میزان ترکیبات فنولی کل موجود در نمونه از روی منحنی استاندارد تعیین شد. منحنی استاندارد با ترسیم داده‌های جذب اسید گالیک در طول موج 765 نانومتر در غلظت‌های 100 تا 950 پی‌پی‌ام بدست آمد. نتایج بر اساس میکروگرم اسید گالیک بر صد گرم نمونه با استفاده از معادله برازش داده شده بر منحنی استاندارد طبق رابطه‌های 6 و 7 گزارش گردید

$$Y = 1/0776X^2 + 0/2644X + 0/0099 \quad \text{رابطه 6}$$

$$P = \frac{Y}{W} \times 100 \quad \text{رابطه 7}$$

که P مقدار ترکیبات فنولی نمونه بر حسب میکروگرم در 100 گرم نمونه، W وزن نمونه می‌باشد (25).

3 - Laser diffraction particle size analyzer

4 - Scanning electron microscope (SEM)

5 - Ciocalteu's phenol

1- Low Density Polyethylene

2 - Bulk density

درصد رادیکال‌های آزاد است تحت عنوان  $IC_{50}$  محاسبه گردید (18).

### 2-13- تجزیه و تحلیل آماری

کلیه آزمایشات با استفاده از آزمایش فاکتوریل در قالب طرح کاملاً تصادفی و با سه تکرار انجام شد. میانگین‌ها با نرم‌افزار MStatC و بر اساس آزمون دانکن در سطح 5 درصد ( $p < 0/05$ ) مقایسه شدند.

### 3- نتایج و بحث

#### 3-1- ویژگی‌های اسانس اولیه گلپر

ویژگی‌های اسانس اولیه گلپر، در جدول 1 نشان داده شده است. میزان کل ترکیبات فنلی اسانس گلپر، 222 میکروگرم بر 100 گرم بود. ترکیبات فنلی بیشتر از دیدگاه بروز فعالیت آنتی‌اکسیدانی مورد توجه قرار می‌گیرند؛ با وجود این، آنها همچنین دارای فعالیت‌های بیولوژیکی مهمی در موجودات زنده هستند و ممکن است حائز آثار سودمندی در مبارزه با بیماری‌های مرتبط با تولید رادیکال اکسیژن با غلظت‌های بیش از ظرفیت دفاع آنتی‌اکسیدانی بدن انسان باشند (9 و 35). قدرت احیاء کننده آهن III و قدرت مهارکنندگی رادیکال آزاد (شاخص  $IC_{50}$ ) اسانس گلپر به ترتیب 188/59 میکرومول آهن II بر لیتر و 0/42 میلی‌گرم بر میلی‌لیتر بود. ترکیبات فنلی بدلیل خواص آنتی‌اکسیدانی از جمله ترکیبات مهم گیاهان محسوب می‌شوند که نقش مهمی در حذف رادیکال‌های آزاد و جلوگیری از تشکیل هیدروپراکسیدها را دارند (39).  $IC_{50}$  غلظت لازم برای غیرفعال کردن 50 درصد از رادیکال‌های آزاد DPPH موجود در محیط می‌باشد. لازم به ذکر است که مقدار  $IC_{50}$  با افزایش قدرت مهارکنندگی، کاهش می‌یابد. مقدار  $IC_{50}$  و قدرت احیاء کننده آهن II در آلفا-توکوفرول به ترتیب، 36/72 میلی‌گرم بر میلی‌لیتر و 100 میکرومول آهن بر میلی‌لیتر گزارش شده‌است (1 و 43).

#### 2-11- تعیین قدرت احیا کنندگی آهن III (FRAP)

ابتدا محلولی شامل 100 میلی‌گرم نمونه در 10 میلی‌لیتر متانول تهیه شد و 30 میکرولیتر آن با 900 میکرولیتر محلول FRAP و 90 میکرولیتر آب مقطر در لوله آزمایش مخلوط شد. لوله آزمایش بعد از ورتکس در بن‌ماری قرار گرفت و پس از رسیدن دمای آن به 37 درجه سلسیوس، مقدار جذب در مقابل شاهد و در طول موج 595 نانومتر خوانده شد (11). مقدار آهن II با استفاده از معادله برازش داده شده بر منحنی استاندارد (مقدار جذب محلول‌های استاندارد سولفات آهن II با غلظت‌های 200 تا 2000 میکرومول در لیتر در طول موج 595 نانومتر) و طبق رابطه 8 به دست آمد:

$$Y = 1782X - 9.211$$

که در آن:  $Y =$  میکرومول آهن II بر لیتر،  $X =$  جذب خوانده شده در طول موج 595 نانومتر.

#### 2-12- تعیین قدرت مهار کنندگی رادیکال آزاد

##### DPPH

ابتدا محلول 0/006 درصد رادیکال آزاد DPPH در متانول تهیه شد. سپس به لوله‌های آزمایش دارای یک میلی‌لیتر محلول متانولی نمونه با غلظت‌های مختلف (سته به قدرت مهار کنندگی رادیکال آزاد)، یک میلی‌لیتر از محلول فوق اضافه شد. لوله‌های آزمایش بعد از همزدن به مدت یک ساعت در جای تاریک نگهداری شدند و سپس جذب آنها در طول موج 512 نانومتر در برابر شاهد قرائت گردید. درصد مهار کنندگی رادیکال آزاد طبق رابطه 9 محاسبه شد.

$$A\% = \frac{A_0 - A_s}{A_0} \times 100$$

که در آن: A% درصد مهارکنندگی رادیکال آزاد DPPH،  $A_c$  جذب شاهد و  $A_s$  جذب نمونه است. پس از ترسیم نمودار درصد مهارکنندگی رادیکال آزاد در برابر غلظت نمونه، منحنی مناسب روی داده‌ها برازش داده شد و سپس غلظتی را که در آن، نمونه قادر به مهار کردن 50

## جدول 1- ویژگی های اسانس اولیه گلپر

مقدار	جزء اندازه گیری شده
222	پلی فنل کل (میکروگرم بر 100 گرم)
188/59	قدرت احیاکنندگی آهن III (میکرومول آهن II بر میلی لیتر)
0/42	قدرت مهارکنندگی رادیکال آزاد (شاخص IC <sub>50</sub> میلی گرم بر میلی لیتر)

3 نشان داده شده است. نتایج نشان داد که تاثیر نوع و غلظت ماده دیواره بر تمام ویژگی های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول-های تولید شده، معنی دار بود ( $p < 0/05$ ).

2-3- اثر نوع و غلظت ماده دیواره بر ویژگی های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول های تولید شده  
تاثیر نوع و غلظت ماده دیواره بر ویژگی های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول های تولید شده در جدول های 2 و

## جدول 2- تاثیر نوع ماده دیواره بر ویژگی های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول های تولید شده

کازئینات سدیم	بتاسیکلودکسترین	ویژگی های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول های تولید شده
86/83 a	85/05 b*	راندمان تولید ریزکپسول (درصد)
5/31 a	3/80 b	رطوبت (درصد، بر اساس وزن مرطوب)
181 a	138 b	ترکیبات فنلی کل (میکروگرم بر 100 گرم)
59/99 a	24/09 b	ترکیبات احیاکننده آهن III (FRAP)، میکرومول آهن II بر میلی لیتر)
267/16 b	589/91 a	دانسیته توده (کیلوگرم بر مترمکعب)
25/87 a	17/22 b	اندازه قطرات (میکرومتر)

\* اعداد دارای حروف مشترک در هر ردیف از لحاظ آماری تفاوت معنی داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن،  $p < 0/05$ ).

## جدول 3- تاثیر غلظت دیواره بر ویژگی های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول های تولید شده

غلظت دیواره		ویژگی های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول های تولید شده
10 درصد	5 درصد	
86/12 a	85/76 b*	راندمان تولید ریزکپسول (درصد)
4/04 b	5/08 a	رطوبت (درصد بر اساس وزن مرطوب)
161 a	121 b	ترکیبات فنلی کل (میکروگرم بر 100 گرم)
51/26 a	32/81 b	ترکیبات احیاکننده آهن III (FRAP)، میکرومول آهن II بر میلی لیتر)
339/25 a	317/83 b	دانسیته توده (کیلوگرم بر مترمکعب)
27/77 a	15/32 b	اندازه قطرات (میکرومتر)

\* اعداد دارای حروف مشترک در هر ردیف از لحاظ آماری تفاوت معنی داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن،  $p < 0/05$ ).

دیواره به ترتیب 85/76 و 86/12 درصد بود. تأثیر افزایش غلظت ماده دیواره بر میزان ابقای ترکیبات ریزپوشانی شده (هسته) را می‌توان به تئوری انتشارانتخابی آتایسن<sup>2</sup> و همکاران (1968) نسبت داد. مطابق این تئوری با کاهش غلظت آب در سطح قطره، ضریب انتشار ترکیبات فرار چندین برابر بیشتر از آب کاهش می‌یابد. پس می‌توان نتیجه گرفت در حین فرایند خشک کردن، آب با سرعتی معین و به طور مداوم از میان پوسته تشکیل شده خارج می‌شود در حالیکه ترکیبات فرار در فاز روغنی (هسته) با سرعتی بسیار کم به خارج از کپسول انتشار می‌یابند چون در داخل توده-ای از مواد جامد (مواد دیواره) گرفتار شده‌اند. این پوشش جامد به‌عنوان یک غشاء نیمه تراوا اجازه خروج به ملکول-های آب را می‌دهد در حالیکه باعث کاهش یا حتی توقف خروج ترکیبات فرار از درون ریزکپسول‌ها می‌گردد (54). مقادیر ترکیبات فنلی کل و ترکیبات احیاء کننده آهن III ریزکپسول‌های تهیه شده با ماده دیواره کازئینات سدیم در مقایسه با ماده دیواره بتاسیکلودکسترین تا حدود زیادی بیشتر بود (به ترتیب 181 میکروگرم بر 100 گرم و 59/99 میکرومول آهن بر میلی‌لیتر در مقایسه با 138 میلی‌گرم بر 100 گرم و 24/09 میکرومول آهن بر میلی‌لیتر)، که احتمالاً این نتیجه حاکی از اثر حفاظتی بهتر کازئینات سدیم بر ترکیبات آنتی‌اکسیدانی اسانس گلپر است. مشخص شده- است نوع ترکیبات دیواره و هسته بر میزان فراریت ترکیبات ریزپوشانی شده تأثیر بسزایی دارد (20). همچنین، هر چه میزان فراریت اجزای تشکیل دهنده ماده هسته بیشتر باشد، سبب افزایش میزان خروج آنها از داخل ریزکپسول‌ها طی فرایند خشک شدن می‌گردد (50). ابعاد ملکولی دیواره‌های مورد استفاده، نیز نقش مهمی در خروج ترکیبات هسته دارند؛ چون بطور مستقیم به انتشار ملکولی ترکیبات به داخل پوسته اطراف ریزکپسول‌ها و جابجایی آنها به سطح تأثیر می‌گذارند (7). مقادیر ترکیبات فنلی و ترکیبات احیاء کننده آهن III موجود در ریزکپسول‌ها، با افزایش غلظت

در فرآیند ریزپوشانی از انواع مختلف کربوهیدرات‌ها، سلولز، صمغ‌ها، چربی‌ها، پروتئین‌ها و پلیمرهایی با درجه غذایی غالباً به عنوان ماده دیواره یا حامل استفاده می‌شود (27). دیواره بتاسیکلودکسترین از مقاوم‌ترین دیواره‌ها برای حفاظت مواد در برابر اکسایش، حرارت و تبخیر می‌باشد (21). بتاسیکلودکسترین از 7 واحد D-گلوکز مونومر تشکیل شده که به وسیله پیوندهای آلفا 1 به 4 بهم متصل بوده و شکلی شبیه یک مخروط توخالی را ایجاد می‌کنند. حفرات بتاسیکلودکسترین هیدروفوبیک یا آبگریز بوده و صفحات خارجی آن هیدروفیلیک یا آبدوست می‌باشد (52). کازئینات سدیم به دلیل دو قطبی بودن و داشتن خواص امولسیفایری مطلوب می‌تواند ترکیب پروتئینی مناسبی برای ریزپوشانی اسانس‌های خوراکی باشد (29، 24 و 31). میزان رطوبت ریزکپسول‌های تهیه شده با مواد دیواره بتاسیکلودکسترین و کازئینات سدیم به ترتیب 3/80 و 5/31 درصد بود. از مقایسه درصد رطوبت پودرها چنین برداشت می‌شود که امولسیون‌های تهیه شده با بتاسیکلودکسترین مقدار رطوبت بیشتری را در زمان خشک کردن از دست دادند. این مسئله احتمالاً به اختلاف تعداد گروه‌های پیوند دهنده با آب در مولکولهای بتاسیکلودکسترین و کازئینات سدیم مرتبط می‌باشد (7). با افزایش غلظت مواد دیواره از 5 به 10 درصد، میزان رطوبت در ریزکپسول‌های تولید شده کاهش یافت، بطوریکه بیشترین مقدار رطوبت در غلظت 5 درصد (5/08 درصد) و کمترین مقدار آن در غلظت 10 درصد (4/04 درصد) دیده می‌شود. راندمان تولید ریزکپسول در ریزکپسول‌های حاوی سدیم کازئینات بیشتر از ریزکپسول‌های دارای بتاسیکلو- دکسترین بود (83/86 درصد در مقایسه با 85/05 درصد). احتمالاً یکی از دلایل پایین بودن راندمان تولید ریزکپسول در ریزکپسول‌های دارای بتاسیکلودکسترین، ناپایداری امولسیون اولیه آن می‌باشد (50 و 51). از سوی دیگر واضح است که افزایش رطوبت سبب افزایش جرم و در نتیجه افزایش راندمان تولید ریزکپسول گردیده است. راندمان تولید ریزکپسول در غلظت‌های 5 و 10 درصد ماده‌ی

مساوی، به دلیل تخلخل کمتر، ریزکپسول‌های تشکیل شده با بتاسیکلودکسترین حجم کمتری را نسبت به ریزکپسول‌های تهیه شده با کازئینات سدیم اشغال خواهند نمود. با افزایش غلظت مواد دیواره از 5 به 10 درصد، مقادیر دانسیته‌ی توده از 317/83 به 339/25 کیلوگرم بر متر مکعب افزایش یافت. احتمالاً این روند به علت تاثیر افزایش غلظت مواد دیواره در آبنگیری یکسان می‌باشد. اندازه قطر ذرات ریز کپسول در دیواره کازئینات سدیم (25/87 میکرومتر) بیشتر از بتاسیکلودکسترین (17/22 میکرومتر) بود. این نتایج با نتایج زویدام و شیمونی<sup>6</sup> (2010) که محدوده اندازه ذرات حاصل از خشک کن انجمادی را بین 20 تا 5000 میکرومتر گزارش کرده اند، مطابقت دارد (57). در حالیکه، هینزلمن و فرانک<sup>7</sup> (1999)، اندازه ریزکپسول‌های تولید شده روغن ماهی توسط روش خشک کردن انجمادی را در محدوده 30 تا 100 میکرومتر گزارش نمودند (22). محدوده اندازه ذرات متفاوت در این تکنولوژی، احتمالاً به دلیل شکست‌های طولی و تصعید بلورهای یخ می‌باشد (6). اندازه قطر ذرات ریزکپسول‌ها در غلظت 10 درصد (27/77 میکرومتر) بیشتر از غلظت 5 درصد (15/32 میکرومتر) بود. اندازه ذرات ریزکپسول به شکل مؤثری به نوع ماده‌ی دیواره و روش خشک کردن وابسته است. محدوده اندازه ذرات حاصل از خشک کن انجمادی، 20 تا 5000 میکرومتر گزارش شده است (57)

### 3-3- شکل ظاهری و تصاویر میکروسکوپ الکترونی

#### رویشی

شکل ظاهری و تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی با بزرگنمایی‌های 3000 برای انواع ریزکپسول‌های تهیه شده به ترتیب در شکل‌های 1 و 2 آورده شده است. ریزکپسول‌های حاوی دیواره بتاسیکلودکسترین دارای رنگ کاملاً سفید و ریزکپسول‌های حاوی دیواره کازئینات سدیم کرم‌رنگ بودند. همچنین، ذرات بودرهای حاوی دیواره

دیواره از 5 به 10 درصد افزایش یافتند. مشخص شده است با افزایش غلظت مواد دیواره، مقدار اسانس بیشتری در ریزکپسول‌ها باقی می‌ماند؛ که بدلیل افزایش سرعت تشکیل و ضخامت ماده دیواره در اطراف ماده هسته می‌باشد که باعث کاهش میزان اتلاف ترکیبات هسته می‌گردد. نتایج مشابهی توسط ری و لیو<sup>1</sup> (1996) و مکنامی<sup>2</sup> و همکاران (2001) گزارش شده است (31 و 42). در تحقیقی که توسط سوتیناتاوات و همکاران (2005) انجام گرفت مشاهده گردید که با افزایش غلظت ماده دیواره، مقدار منتول باقیمانده در ریزکپسول‌ها افزایش یافت (48). باراناوسکین<sup>3</sup> و همکاران (2007)، نیز نشان دادند که افزایش غلظت ماده دیواره مالتودکسترین، منجر به افزایش مقدار اتیل بوتیرات باقیمانده در ریزکپسول‌ها شد (10). روزنبرگ و شو<sup>4</sup> (1996) میزان ریزپوشانی اتیل بوتیرات و اتیل کاپریلات را توسط دیواره WPI مورد بررسی قرار دادند و مشاهده کردند با افزایش غلظت مواد دیواره میزان راندمان ریزپوشانی افزایش می‌یابد (46). دومیان و واساک<sup>5</sup> (2008)، نیز روغن کلزا را با استفاده از مخلوط صمغ آکاسیا و مالتودکسترین ریزپوشانی کردند، نتایج حاصل نشان داد افزایش غلظت مواد دیواره باعث افزایش راندمان ریزپوشانی گردید (17). همچنین به نظر می‌رسد که رطوبت بر روی نفوذپذیری دیواره نسبت به انتشار اسانس گلپر از داخل ریزکپسول‌ها به سطح، مؤثر باشد. بنابراین، هرچه مقدار آن کمتر باشد میزان ابقای اسانس در ریزکپسول‌ها بیشتر خواهد شد. این افزایش بدلیل بالا رفتن درصد ماده- خشک و همچنین کاهش سرعت انتشار اسانس گلپر به سطح و تبخیر آن در رطوبت‌های پایین‌تر نسبت داده شده- است (26، 27 و 50). دانسیته توده ریزکپسول‌های حاوی ماده دیواره بتاسیکلودکسترین (589/91 کیلوگرم بر متر مکعب) نسبت به ریزکپسول‌های دارای کازئینات سدیم (267/16 کیلوگرم بر متر مکعب) بیشتر بود. بنابراین، در جرم‌های

1 -Re and Liu

2- McNamee

3 -Baranauskiene

4 -Rosenberg & Sheu

5 -Domian

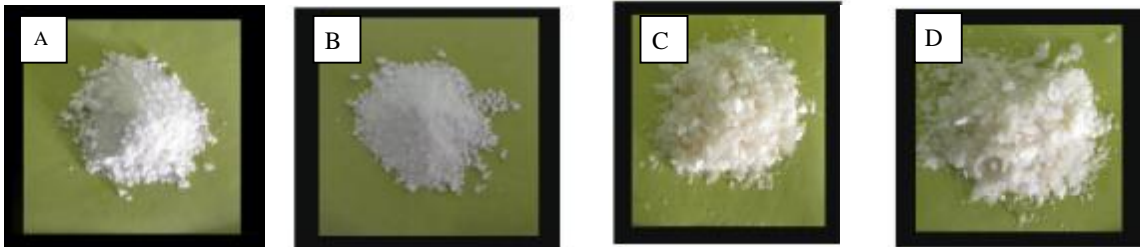
6- Zuidam and Shimoni

7- Heinzelmann and Franke

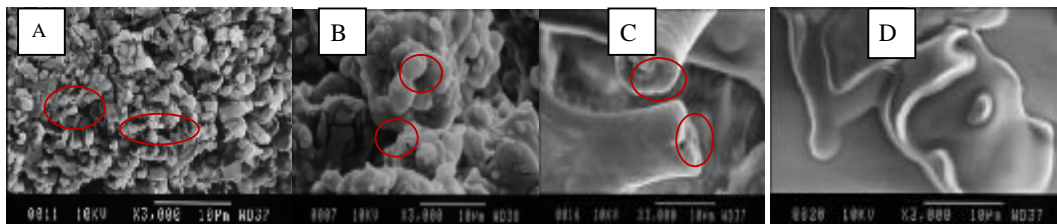


های حاصل این بود که هیچ کدام در هگزان و تولوئن قابل حل شدن نبودند و حتی در متانول نیز حلالیتی بسیار جزئی حل داشتند؛ اما در آب به راحتی قابل حل شدن بودند. احتمالاً تفاوت خصوصیات اولیه‌ی مواد دیواره بتاسیکلو- دکستین و کازئینات سدیم و همچنین تفاوت ویژگی‌های سطحی ریزکپسول‌ها و ریزساختار آن‌ها بر قدرت حلالیت ریزکپسول‌ها تأثیر می‌گذارد.

بتاسیکلود کستین حالت بهم چسبیده و کلوخه‌ای داشتند و به سختی از دیواره فلاسک‌های دستگاه خشک کن انجمادی جدا و به پودری نرم تبدیل می‌شدند، در حالیکه پودرهای حاوی دیواره کازئینات سدیم پرک مانند بوده و به راحتی از دیواره فلاسک‌های دستگاه خشک کن انجمادی جدا می‌شدند. این ذرات آنقدر سبک بودند که سریعاً در فضا پراکنده می‌شدند. نکته قابل توجه در خصوص ریزکپسول-



شکل 1- شکل ظاهری ریزکپسول‌های تهیه شده (A) ریزکپسول‌های حاوی 5 درصد بتاسیکلوکستین، (B) ریزکپسول‌های حاوی 10 درصد بتاسیکلوکستین، (C) ریزکپسول‌های حاوی 5 درصد کازئینات سدیم، (D) ریزکپسول‌های حاوی 10 درصد کازئینات سدیم.



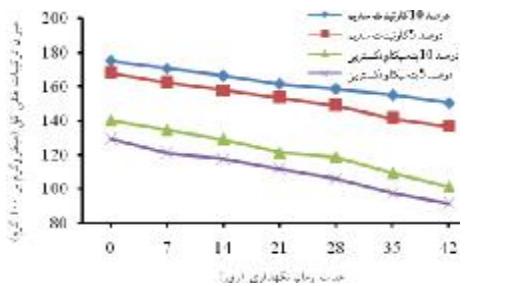
شکل 2- مشاهدات میکروسکوپ الکترونی رویشی (SEM) با بزرگنمایی‌های 3000 برای اندیس‌های (A) ریزکپسول‌های حاوی 5 درصد بتاسیکلوکستین، (B) ریزکپسول‌های حاوی 10 درصد بتاسیکلوکستین، (C) ریزکپسول‌های حاوی 5 درصد کازئینات سدیم، (D) ریزکپسول‌های حاوی 10 درصد کازئینات سدیم.

ترکیبات ریزپوشانی استفاده می‌شود (56). از میان روش‌های فوق خشک کن انجمادی به دلیل این که در فشار و دمای پائین فعالیت می‌کند، مناسب‌ترین روش برای ریزپوشانی ترکیبات حساس و زیست فعال می‌باشد (47). به طور کلی در این روش، مواد هسته در مواد دیواره یکنواخت شده و سپس بر اثر انجماد خشک می‌شوند. این عملیات، شکل‌های نامعلوم را ایجاد می‌کند (19). در خشک کردن انجمادی، ترکیب فشار و دما به گونه‌ای است

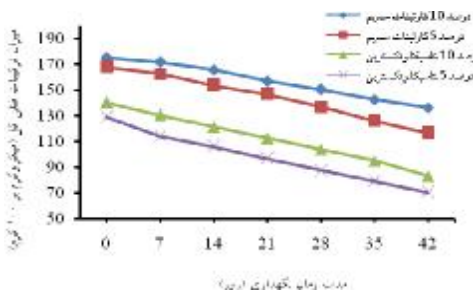
همانطور که از شکل 2 مشاهده می‌شود، ریزکپسول‌های حاصل، دارای شکل هندسی مشخصی نبودند که دلیل آن احتمالاً مربوط به مکانیسم خشک شدن می‌باشد. در حال حاضر، از تکنولوژی‌های مختلفی مانند خشک کن پاششی<sup>1</sup>، خشک کن انجمادی<sup>2</sup>، خشک کن بستر سیال<sup>3</sup>، اکستروژن<sup>4</sup>، سرد کردن پاششی<sup>5</sup> و روش متبلور کردن<sup>6</sup> و غیره برای تولید

- 1 - Spray drying
- 2- Freeze drying
- 3- Fluidized bed coating
- 4- Extrusion
- 5- Spray chilling

یافت. کاهش پایداری و انسجام ترکیبات دیواره و افزایش نرخ انتشار ترکیبات هسته، تحت تنش‌های محیطی (دما و رطوبت نسبی)، موجب کاهش ترکیبات موثر طی مدت زمان نگهداری می‌شود. جذب رطوبت از محیط باعث تورم و در نتیجه کاهش انسجام و در هم تنیدگی زنجیره های بیوپلیمری موجود در دیواره شده و میزان جنبش مولکولی ذرات ریزپوشانی شده را افزایش می‌دهد. در این شرایط بر اثر فروپاشی بافت مواد اولیه و هم چنین افزایش ناگهانی ضریب مولکولی ترکیبات موثره، ضریب انتشار این ترکیبات از داخل ریزکپسول‌ها افزایش یافته و میزان افت آنها در طول زمان تشدید می‌گردد (38).



شکل 3- تاثیر مدت زمان نگهداری بر مقدار ترکیبات فنلی کل موجود در ریزکپسول‌های تهیه شده در دمای 4 درجه سلسیوس و رطوبت نسبی 75 درصد.



شکل 4- تاثیر مدت زمان نگهداری بر مقدار ترکیبات فنلی کل موجود در ریزکپسول‌های تهیه شده در دمای 25 درجه سلسیوس و رطوبت نسبی 75 درصد.

در جدول 4، پارامترهای سینتیکی کاهش میزان ترکیبات فنلی بر طبق مکانیسم واکنش درجه اول (ثابت سرعت واکنش، K، و نیمه عمر ترکیبات فنلی،  $T_{1/2}$ ) تمامی نمونه

که سبب می‌شود بلورهای یخ بدون تغییر فاز مستقیماً تصعید شوند که نتیجه‌ی آن بر جای ماندن مواد جامد به صورت توده‌ای اسفنجی، متخلخل و پرک مانند می‌باشد. این نوع ساختار عمدتاً در مرحله انجماد شکل می‌گیرد. بعد از تصعید یخ، مواد جامد به شکل لایه‌ای و متورق مشاهده می‌شوند (6). همانطور که از شکل 2 مشاهده می‌شود ریزکپسول‌های حاوی بتاسیکلودکسترین به شکل کروی، دارای تورفتگی و خلل و فرج زیاد و ترک خوردگی بودند. این ترک‌ها احتمالاً در مراحل اولیه خشک کردن که سرعت از دست رفتن رطوبت زیاد است، ایجاد شده‌اند. در ریزکپسول‌های حاوی کازئینات سدیم دیواره‌ای نازک و یکپارچه بدون خلل و فرج و تورفتگی و به شکل پولکی بود. با این حال، تشخیص مکانیسم دقیق و علت اصلی بروز این تغییرات در شکل ظاهری و ویژگی‌های سطحی ریزکپسول‌ها نیاز به تحقیقات و مطالعات گسترده‌تری دارد. مشاهدات مشابهی توسط اوزاکی و هایشی<sup>1</sup> (1997) گزارش شده است (41). این اختلافات در شکل ظاهری و کیفیت سطحی ریزکپسول‌ها می‌تواند ناشی از تفاوت بین قدرت پوشاندگی و ساختار فضایی کازئینات سدیم و بتاسیکلودکسترین باشد. ایجاد چین و چروک‌های سطحی و حفرات در سطح ریزکپسول، احتمالاً بیانگر اثر تنش‌های مکانیکی ناشی از شرایط خشک کردن بر مواد دیواره می‌باشد. ترکیب دیواره و سرعت خشک شدن به ویژه در مراحل اولیه می‌تواند بر ویژگی‌های سطحی ریزساختار مواد ریزپوشانی شده تاثیر گذارند (30).

#### 3-4- تاثیر مدت زمان نگهداری بر میزان رهایش ترکیبات فنلی کل

در شکل های 3 و 4، تاثیر مدت زمان نگهداری بر مقدار ترکیبات فنلی کل موجود در ریزکپسول‌ها در دمای 4 و 25 درجه سلسیوس و رطوبت نسبی 75 درصد نشان داده شده‌است. همانطور که ملاحظه می‌گردد، میزان ترکیبات فنلی کل با افزایش مدت زمان و دمای نگهداری، کاهش

دیواره و هم چنین دمای محیط نگهداری بستگی دارد. به طوری که دیواره تهیه شده از کازئینات سدیم باعث حفظ بهتر ترکیبات فنلی گردید و با افزایش غلظت از 5 به 10 درصد، میزان حفاظت ترکیبات فنلی به طور قابل توجهی افزایش یافت ( $p < 0/05$ ). همچنین، کاهش دمای محیط نگهداری از 25 به 4 درجه سلسیوس، باعث افزایش نیمه عمر ترکیبات فنلی گردید.

ها نشان داده شده است. پارامتر  $k$  شیب معادله خطی برازش یافته بر (ترکیبات فنلی کل)  $\ln$  در برابر زمان است و نیمه عمر ( $T_{1/2}$ ) از رابطه زیر محاسبه می شود (5):

$$T_{1/2} = \ln(0.5)/k = 0.693/K$$

در جدول 4 مشاهده می شود که میزان از دست رفتن ترکیبات فنلی به شکلی چشمگیر به نوع و غلظت مواد

جدول 4- اثر نوع و غلظت دیواره بر ثابت سرعت واکنش، ضریب تبیین و عدد نیمه عمر برای مقدار ترکیبات فنلی باقیمانده در ریزکپسول ها.

شرایط نگهداری	نوع ریزکپسول	سرعت انجام واکنش	ضریب تبیین	نیمه عمر (روز)
4 درجه سلسیوس	کارئینات سدیم 10 درصد	0/003	0/997	231a
	کازئینات سدیم 5 درصد	0/004	0/990	173/25b
	بتاسیکلودکسترین 10 درصد	0/007	0/978	99 d
	بتا سیکلو دکسترین 5 درصد	0/008	0/985	86/63 e
25 درجه سلسیوس	کارئینات سدیم 10 درصد	0/006	0/987	115/5 c
	کازئینات سدیم 5 درصد	0/008	0/982	86/63 e
	بتاسیکلودکسترین 10 درصد	0/012	0/988	57/75 f
	بتا سیکلو دکسترین 5 درصد	0/014	0/996	49/5 g

\* اعداد دارای حروف مشترک در هر ستون از لحاظ آماری تفاوت معنی داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن،  $p < 0/05$ ).

#### 4- نتیجه گیری

در این پژوهش تاثیر نوع (بتاسیکلودکسترین و کازئینات سدیم) و غلظت های مختلف دیواره (5 و 10 درصد) بر برخی از ویژگی ها (راندمان ریزپوشانی ترکیبات مؤثره، رطوبت، دانسیته توده، اندازه قطر ذرات، قدرت احیاءکنندگی آهن III و میزان ترکیبات فنلی کل) و ریزساختار ریزکپسول های تولید شده بررسی شد. همچنین، تأثیر فرآیند ریزپوشانی بر میزان رهاش ترکیبات فنلی کل طی 42 روز نگهداری در دماهای 4 و 25 درجه سلسیوس و رطوبت نسبی 75 درصد بررسی گردید. نتایج نشان داد خواص فیزیکی شیمیایی ریزکپسول ها تحت تاثیر نوع و غلظت مواد دیواره قرار دارد. ریزکپسول تولید شده با ماده دیواره کازئینات سدیم با غلظت 10 درصد موجب ابقای بیشتر ترکیبات فنلی و خواص آنتی اکسیدانی گردید؛ و

میزان حفاظت ترکیبات فنلی در دمای پایین نگهداری به مراتب بیشتر از دمای محیط بود.

#### 5- فهرست منابع

1. توسلی کفرانی، م. ح. 1389. بررسی خواص آنتی اکسیدانی روغن پوست پسته وحشی (*Pistacia atlantica subsp. mutica*) و مواد صابونی ناشونده آن. پایان نامه کارشناسی ارشد رشته مهندسی کشاورزی، علوم و صنایع غذایی، دانشگاه فردوسی مشهد.
2. رضوی، م. ع. و اکبری، ر. 1385. خواص بیوفیزیکی محصولات کشاورزی و مواد غذایی. دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، صفحات 36-34.

- spray- dried in modified starches during encapsulation and storage. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55:3027-3036.
11. Benzie, I. F. F. and Strain, J. J. 1996. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of antioxidant power: the FRAP assay. *Analytical Biochemistry*, 239:70-76.
  12. Buffo, R.A. and Reiceccius, G. A. 2001. Comparison among assorted drying processes for the encapsulation of flavors. *Perfumer and Flavorist*, 26:58-67.
  13. Cai, Y.Z. and Corke, H. 2000. Production and Properties of Spray-dried *Amaranthus* Betacyanin Pigments. *Sensory and Nutritive Qualities of Food*, 65:1248-1252.
  14. Cheman, Y. B., Irwandi, J. and Abdullah, W. J. W. 1999. Effect of different types of maltodextrin and drying methods on physico-chemical and sensory properties of encapsulated durian flavour. *Science of food and Agriculture*, 79:1075-1080.
  15. Dash, S., Kanta, N. L., Bhise, S. and Bhuyan, N. 2005. Antioxidant and antimicrobial activities of *Heracleum nepalense* Don root. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 4(1): 341-347.
  16. Desai, K. G. H. and Park, H. J. 2005. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23:1361-1394.
  17. Domian, E. and Wąsak, I. 2008. Microencapsulation of rapeseed oil based on the spray drying method. *Journal of Food Nutrition Science*, 58:477-483.
  18. Ersus, S. and Yurdagel, U. 2007. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota* L.) by spray drier. *Journal of Food Engineering*, 80:805-812.
  19. Fang, Z. and Bhandari, B. 2010. Encapsulation of polyphenols a review. *Trends in food science & Technology*, 21:510-523.
  20. Finney, J., Buffo, R. and Reineccius, G. A. 2002. Effects of type of atomization and processing
3. صادقیان، ع. 1392. بررسی تأثیر برهم کنشهای بین مولکولی بر ویژگیهای امولسیون و ریزکپسول روغن هل. پایان نامه دکتری، رشته مهندسی کشاورزی، علوم و صنایع غذایی، دانشگاه فردوسی مشهد.
  4. قره نقده، س، صمدلوئی، ح. ر، صوتی خیابانی، م. و قره نقده، س. 1396. فرمولاسیون نانوامولسیون از اسانس مریم گلی (*Salvia hypoleuca*) و بررسی خواص فیزیکیوشیمیایی و ضد میکروبی آن. نشریه علوم و صنایع غذایی. شماره 70، دوره 14، 337-347.
  5. قهرمانی فر، ا، نجف نجفی، م. و محمدی ثانی، ع. 1393. بررسی تأثیر کربوهیدرات ها بر ماندگاری لیمون ریزپوشانی شده با پروتئین آب پنیر تغلیظ شده. نشریه نوآوری در علوم و فناوری غذایی، شماره 3، 67-73.
  6. نجف نجفی، م. 1389. استفاده از امواج فراصوت در تولید امولسیون و ریزپوشانی ترکیبات مؤثره ی روغن هل (*cardamon oil*). پایان نامه ی دکترای رشته مهندسی کشاورزی، علوم و صنایع غذایی، دانشگاه فردوسی مشهد.
  7. نجف نجفی، م، و کدخدایی، ر. 1390. ریزپوشانی لیمونین به روش خشک کردن انجمادی: تأثیر نوع و غلظت ماده دیواره. نشریه پژوهشهای علوم و صنایع غذایی ایران - جلد 7، شماره 3، 210-217.
  8. نراقی، م. 1351. گلها و گیاهان دارویی. انتشارات امیرکبیر، تهران، صفحه 185.
  9. Aparicio, R., Roda, L., Albi, M. A. and Gutierrez, F. 1999. Effect of various compounds on virgin olive oil stability measured by Rancimat. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47: 4150-4155.
  10. Barauskiene, R., Bylaite, E., Zukauskaitė, J. and Venskutonis, R. 2007. Flavor retention of peppermint (*Mentha piperita* L.) essential oil

- water-insoluble ,whey protein-based microcapsules. *Microencapsulation*, 17:29-44.
31. Madene, A., Jacquot, M., Scher, J. and Desobry, S. 2006. Flavour encapsulation and controlled release- a review. *International Journal of Food Science and Technology*, 41:1-21.
  32. Mandenova, I. 1986. Heracleum. in: *Flora Iranica*, No.162 (Editors: Rechinger, K.H. and Hedge, I.C.) Akademische Druck and Verlagsanstalt, Austria, PP. 492-502.
  33. McNamee, B. F., O’Riordan, E. D. and O’Sullivan, M. 2001. Effect of Partial Replacement of Gum Arabic with Carbohydrates on Its Microencapsulation Properties. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49:3385-3388.
  34. Mehvar, G., Al-Isamil, K.M., Al-Ghizzawi, H.M. and Richard, A.H. 2014. Stability of Cardamom (*Elettaria cardamomum*) Essential Oil in Microcapsules Made of hey Protein Isolate, Guar Gum, and Carrageenan. *Journal of Food Science*, (79)10:1939-1949.
  35. Minemoto, Y., Adachi, S. and Matsuno, R. 1997. Comparison of oxidation of menthyl linoleate encapsulated with gum arabic by hot air drying and freeze drying. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45:4530-4534.
  36. Moghimi, R., Ghaderi, L., Rafati, H., Aliahmadi, A., and McClements, D. J. 2016. Superior antibacterial activity of nanoemulsion of *Thymus daenensis* essential oil against *E.coli*. *Food chemistry*, 194: 410-415.
  37. Morello, J.R., Motilva, M.J., Tovar, M.J. and Romero, M.P. 2004. Changes in commercial virgin olive oil (CV Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food chemistry*, 85: 357-364.
  38. Najafi, M.N., Kadkhodae, R., and Mortazavi, S.A. 2011. Effect of drying process and wall material on the properties of encapsulated cardamom oil. *Food biophysics*, 6(1): 68-76.
  39. Nogala-Kalucka, M., Korczak, J., Dratwia, M., Lampart-Szczapa, E., Siger, A. and Buchowski, M. 2005. temperatures on the physical properties and stability of spray-dried flavors. *Journal of Food Science*, 67:1108-1114.
  21. Hedges, A. R., Shiech, W. J. and Sikorski, C. T. 1995. Use of cyclodextrins for encapsulation in the use and treatment of food products. In: *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients* (Editors: S. J Risch, and G. A Reineccius). American Chemical Society, Washington D.C, pp. 61-71.
  22. Heinzelmann, K. and Franke, K. 1999. Using freeze drying techniques of emulsion for microencapsulation of fish oil to improve oxidation stability. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 12:223-229.
  23. Hemati, A., Azarnia, M. and Angaji, S. A. 2010. Medicinal Effects of *Heracleum persicum* (Golpar). *Middle-East Journal of Scientific Research*, 5(3): 174-176.
  24. Hogan, S. A., McNamee, B. F., O’Riordan, E. D. and O’Sullivan, M. 2001. Microencapsulating properties of whey protein concentrate. *Food Engineering and physical properties*, (66): 675-680.
  25. Huang, J., Yang, L. 2011. Microencapsulation of anthocyanins from fruits of *Berberis kaschgarica* Rupr. *Food Science*, 32(16): 16-21.
  26. Jafari, S. M., He, Y. and Bhandari, B. 2007. Encapsulation of nanoparticles of D-limonene by spray drying: Role of emulsifiers and emulsifying techniques. *Drying Technology*, 25:1079-1089.
  27. Kaushik, V. and Roos, Y. H. 2007. Limonene encapsulation in freeze-drying of gum arabic-sucrose -gelatin systems. *Lwt-Food Science and Technology*, 40: 1381-1391.
  28. Krings, U. and Berger, R. G. 1998. Biotechnological production of favours and fragrances. *Appl Microbiol Biotechnol*, 49: 1-8.
  29. Landy, P., Druaux, C. and Voilley, A. 1995. Retention of Aroma Compounds by Proteins in Aqueous-Solution. *Food Chemistry*, 54(4):387-392.
  30. Lee, S. J. and Rosenberg, M. 2000. Preparation and some properties of

- activity of *Heracleum persicum* seed. *Journal of Ethnopharmacology*, 98(1-2): 209-211.
49. Serra, S., Fuganti, C., Brenna, E.. 2005. Biocatalytic preparation of natural flavours and fragrances. *Trends Biotechnol*, 23: 193-198
  50. Soottitantawat, A., Bigeard, F., Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M. and 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*, 6:107-114.
  51. Soottitantawat, A., Takayam, K., Okamura, K., Muranak, D., Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M. and Linko, P. 2005. Microencapsulation of l-menthol by spray drying and its release characteristics. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6:163-170.
  52. Szente, L. and Szejtli, J. 2004. Cyclodextrins as food ingredients. *Trends in Food Science and Technology*, 15:137-142.
  53. Teixeira, M. I., Andrade, L. R., Farina, M. and Rocha-Leao, M. H. M. 2004. Characterization of short chain fatty acid microcapsules produced by spray drying. *Materials Science and Engineering*, 24:653-658.
  54. Thijssen, H. A. C. and Rulkens, W. H. 1968. Retention of aromas in drying food liquids. *De Lngénieur*, 47:45-56.
  55. Webster, D., Taschereau, P., Lee, T. D. and Jurgens, T. 2006. Immunostimulant properties of *Heracleum maximum* Bartr. *Journal of Ethnopharmacology*, 106(3): 360-363.
  56. Yuliani, S., Bhandari, B., Rutgers, R. and Darcy, B. 2004. Application of microencapsulation of flavor to extrusion product. *Food Reviews International*, 20: 163-185.
  57. Zuidam, N. J. and Shimoni, E. 2010. Overview of microencapsulates for use in food products or processes and methods to make them. in: *Encapsulation technologies for active food ingredients and food processing* (editors: N.J. Zuidam and A. Nedovic )Springer, USA, pp.5-6
  - Changes in antioxidant activity and free radical scavenging potential of rosemary extract and tocopherols in isolated rapeseed oil triacylglycerols during accelerated tests. *Food Chemistry*, 93: 227-235.
  40. Osorio-Tobón, J.F., Silva, E.K. and Meireles, M.A.A., 2016. Nanoencapsulation of Flavors and Aromas by Emerging Technologies. In: *Encapsulations, Volume 2* (Editors: Alexandru Grumezescu). Academic Press, pp. 89-126.
  41. Ozaki, K. and Hayashi, M. 1997. The effects of glucose oligomers (maltodextrins) on freeze-drying liposomes. *Chem Pharm Bull (Tokyo)*, 45:165-70
  42. Parrarud, S. and Pranee, A. 2010. Microencapsulation of Zn-Chlorophyll pigment from pandan leaf by spray drying and its characteristic, *International Food Research*, 17:1031-1042.
  43. Prior, R. L. and Cao, G. 1999. In vivo total antioxidant capacity: Comparison of different analytical methods. *Free radical biology and medicine*, 27: 1173-1181
  44. Pu, J. 2010. Development of stable microencapsulated astaxanthin powders using extracted astaxanthin from crawfish and shrimp by products. A thesis, B.E., Jiangnan University.
  45. Ré, M. I. and Liu, Y. J. 1996. Microencapsulation by spray drying: Influence of wall system on the retention of the volatile compounds, *Proc. 10<sup>th</sup> International Drying Symposium (Vol. A, pp. 541-549)*, Krakow, Poland.
  46. Rosenberg, M. and Sheu, T. Y. 1996. Microencapsulation of volatiles by spray drying in whey protein-based wall system. *International Dairy Journal*, 6(3):273-284.
  47. Sanchez, F. D., Santos lopez, E. M., kerstupp, S.F., Ibarra, R. V. and scheinvar, I. 2006. Colorant extraction from red prickly pear (*opuntia Lasiacantha*) for food application. *Electron. Journal. Environ. Agriculture, Food chemistry*, 5:1330-1337.
  48. Sayyah, M., Moaied, S., and Kamalinejad, M. 2005. Anticonvulsant

