

## مقاله پژوهشی

## ریزپوشانی اسانس هل با صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین و بررسی خواص فیزیکی - شیمیایی آن‌ها

مصطفی شهیدی نوقابی<sup>۱\*</sup>، محمد ملاویسی<sup>۲</sup>

۱. دانشیار، گروه شیمی مواد غذایی، مؤسسه پژوهشی علوم و صنایع غذایی، مشهد، ایران

۲. دانش آموخته دکتری، گروه شیمی مواد غذایی، مؤسسه پژوهشی علوم و صنایع غذایی، مشهد، ایران

تاریخ دریافت: ۹۸/۶/۳۰، تاریخ آخرین بازنگری: ۹۸/۸/۱۵، تاریخ پذیرش: ۹۸/۱/۱

## چکیده:

این تحقیق، با هدف ریزپوشانی اسانس هل، مقایسه تأثیر افزودن مالتودکسترین و اینولین به صمغ عربی، به‌عنوان مواد پوشش دهنده و بررسی پایداری و ویژگی‌های ریزکپسول‌های تولیدی صورت گرفت. در این پژوهش، کربوهیدرات‌های صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین به‌عنوان ترکیبات دیواره مورد استفاده قرار گرفت. ویژگی‌های بهترین ترکیب، نظیر پایداری طی ۹ هفته نگهداری، بازده ریزپوشانی توسط کروماتوگرافی گازی، چگالی توده و ذره، رطوبت، حلالیت، شکل و اندازه ذرات، بررسی شدند. با توجه به نتایج به‌دست آمده برای بازده ریزپوشانی، رهايش در محیط دهان و بازایی پودر ترکیب صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین، با نسبت به‌ترتیب ۲۵-۵۰-۲۵، به‌عنوان بهترین ترکیب در نظر گرفته شد. نتایج این تحقیق نشان از افزایش عمر نگهداری آلفا ترپنیل استات و ۱ و ۸ سینئول در طول ۹ هفته نگهداری در دمای محیط را داشت. بر اساس تصاویر میکروسکوپ الکترونی، ریزکپسول تولیدشده کروی بوده و ترک و شکاف اندکی در آن دیده می‌شود. بازده ریزپوشانی ترکیبات مؤثره، بهترین ترکیب شامل آلفا ترپنیل استات و ۱ و ۸ سینئول، به‌ترتیب ۷۷/۶۷ و ۶۳/۱۵٪، میزان رطوبت ۳/۷۷٪، حلالیت ۸۷/۵۶٪، چگالی توده و ذره به‌ترتیب ۰/۴۱ و ۰/۳۲ g/ml، اندازه ذرات ۲/۵۰۶ μm و توزیع اندازه ذرات ۰/۸۲۵ به‌دست آمد. بر اساس نتایج این پژوهش، اینولین ظرفیت بالقوه‌ای، جهت جایگزین صمغ عربی دارد و همچنین مواد انتخاب شده دیواره را می‌توان به‌طور مؤثر برای تولید امولسیون‌های اسانس هل با حداکثر بازده ریزپوشانی، بازده ریزپوشانی آلفا ترپنیل استات، بازده ریزپوشانی ۱ و ۸ سینئول، رهايش اسانس هل و بازایی پودر استفاده کرد.

کلیدواژه‌ها: ریزپوشانی، اسانس هل، صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین

\* نویسنده مسئول: [m.shahidi@rifst.ac.ir](mailto:m.shahidi@rifst.ac.ir)

## ۱. مقدمه

به کار می‌رود [۱۰]. عمده دلایل گسترش و رواج این فرآیند عبارت‌اند از: در دسترس بودن تجهیزات و پایین بودن هزینه‌های عملیاتی آن، امکان استفاده از گستره وسیعی از دیواره‌ها، حفظ مطلوب ترکیبات فرآور، کیفیت مناسب محصول نهایی و سهولت اجرای آن به صورت مداوم [۱۱].

این روش دارای چهار مرحله: آماده‌سازی امولسیون با مخلوط دیواره و هسته، همگن‌سازی امولسیون حاصله، پاشش امولسیون توسط نازل در محفظه تبخیر و درنهایت، آگیری از ذرات پاشیده‌شده توسط هوای داغ و تولید ذرات ریز جامد است. در این روش، از مواد متنوعی به صورت تکی یا ترکیبی، به‌عنوان پوشش‌دهنده استفاده می‌شود [۱۲]. موادی که به‌عنوان دیواره یا پوشش در ریزپوشانی با خشک کن پاششی به کار می‌روند، باید به‌خوبی محلول در آب باشند؛ به‌همین دلیل موادی همچون صمغ عربی، مالتودکسترین‌ها، نشاسته‌های تغییر یافته و مخلوط آن‌ها، در این روش کاربرد فراوانی دارند [۱۳]. کربوهیدرات‌هایی نظیر انواع نشاسته، مالتودکسترین‌ها، اینولین و صمغ عربی، به دلیل تنوع و گوناگونی انواع، قیمت ارزان و کاربردهای فراوان در صنایع غذایی، بیشتر از سایر گونه‌ها در ریزپوشانی ترکیبات موآد عطر و بو به کار می‌روند [۱۴].

فرناندز و همکاران (۲۰۱۴)، صمغ عربی، نشاسته، مالتودکسترین و اینولین را، به‌عنوان مواد دیواره، در ریزپوشانی روغن رزماری بررسی کردند. نتایج آن‌ها نشان داد که اینولین، فیبری است با خواص عملکردی ثابت و جایگزین مواد ریزپوشانی‌شده، برای تولید مواد غذایی عملکردی، که امکان پیشرفت فرمول‌های جدید برای ریزپوشانی را افزایش می‌دهند [۱۵].

مهبیار<sup>۶</sup> و همکاران (۲۰۱۴) تأثیر پوشش‌دهنده‌های پروتئین آب، صمغ‌گوار و کاراگینان بر پایداری اسانس هل، به روش ریزپوشانی را بررسی کردند. نتایج تحقیقات آن‌ها نشان داد که این پوشش‌دهنده‌ها به صورت قابل‌توجهی پایداری این اسانس را افزایش می‌دهند [۱۶]. فرناندز و همکاران (۲۰۱۶)، مطالعه امولسیون‌های فراصوت داده‌شده بر روی ریزپوشانی روغن زنجبیل توسط خشک‌کن پاششی را بررسی کردند.

ترکیباتی که موآد عطر و طعم هستند، نقش مهمی در جلب پذیرش ماده غذایی توسط مصرف‌کننده دارند. اغلب این نوع ترکیبات که برای بهبود عطر و طعم به مواد غذایی اضافه می‌شوند طبیعی نیستند، بلکه به‌صورت شیمیایی نیز ساخته می‌شوند. امروزه اکثر مصرف‌کنندگان ترجیح می‌دهند که در مواد غذایی مصرفی‌شان، اثری از ترکیبات شیمیایی و سنتزی نباشد [۱].

هل<sup>۱</sup> با نام عمومی کارداموم<sup>۲</sup>، یکی از ادویه‌های بومی نواحی مرطوب آسیا محسوب می‌شود. این گیاه پایا، به خانواده زنجبیلیان<sup>۳</sup> تعلق دارد [۲]. بذر هل به‌طور وسیع به‌عنوان طعم‌دهنده غذا استفاده می‌شود، به‌ویژه در سوآد، نروژ، انگلستان و آسیا. اسانس هل متشکل از ترکیبات منوترپن است: linalyl, linalool,  $\alpha$ -terpinyl acetate, 1,8-cineole,  $\alpha$ -terpineol, acetate و  $\alpha$ -terpin-4-ol [۳]. گمان می‌رود این اسانس، دارای خواص ضدباکتریایی، ضدعفونی‌کنندگی، ضدانقباض و تشنج نیز باشد [۴]؛ همچنین اثرات حشره‌کشی آن، روی برخی آفات انباری، از جمله شپشه آرد [۵] و سوسک چهارنقطه‌ای حبوبات<sup>۶</sup> [۶] هم گزارش شده است.

اسانس‌ها ترکیبات فرآری هستند، لذا در محیط ناپایدارند. از طرفی محصولات غذایی از زمان تولید تا مصرف، مدتی باید نگهداری شوند، بنابراین چنین ترکیباتی که در فرمولاسیون مواد غذایی به کار می‌روند، می‌بایست تا حد مناسبی پایدار و در شرایط محیط حفظ شوند. تعداد زیادی از این ترکیبات فرآور، به‌عنوان طعم‌دهنده غذا، برای افزایش قابلیت نگهداری، کنترل آزادسازی، کاهش تبخیر و کنترل آسان‌تر آن‌ها، ریز-پوشانی<sup>۵</sup> شده‌اند [۷، ۸، ۹].

خشک‌کردن پاششی، یکی از رایج‌ترین و متداول‌ترین روش‌های ریزپوشانی است که از اواخر دهه ۱۹۵۰ تاکنون، برای طیف وسیعی از مواد، از جمله اسانس‌ها، اجزای غذایی فراویژه و دارویی، ترکیبات معطره و روغن‌های مصارف ویژه،

1. Elletaria cardamomum Maton
2. Cardamom
3. Zingiberaceae
4. Callosobruchus maculatus
5. Encapsulation

## ۲. مواد و روش‌ها:

### ۲.۱. مواد شیمیایی

اسانس هل از شرکت اکسیر گل سرخ (مشهد، ایران)، صمغ عربی، اینولین (درجه پلیمریزاسیون بیشتر از ۱۰) و مالتودکسترین ( $20 < DE < 16/5$ )، استانداردهای آلفا تریپیل استات و ۱ و ۸ سینئول (با خلوص بالا ۹۹٪)، کیسه دیالیز با منافذ به اندازه  $12400 \text{ MWCO}$  و با ظرفیت  $\text{mL/ft}$  ۵۰، از شرکت سیگما آلدریج مهیا شد و هگزان با خلوص بالا (۹۵٪) از شرکت هامون طب (ایران).

### ۲.۲. تهیه امولسیون و ریزکپسول‌ها

محلول صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین در نسبت‌های مختلف و با غلظت کلی (ترکیب دیواره)  $25 \text{ w/w}$  در آب دیونیزه جمع شدند. عملیات هم‌زدن و تهیه محلول‌ها، ظرف مدت ۱ ساعت به کمک همزن مغناطیسی و با سرعت  $\text{rpm}$  ۵۵۰ انجام شد و سپس محلول‌های آماده‌شده، برای حداکثر جذب آب، به مدت ۲۴ ساعت در دمای یخچال ( $4^\circ\text{C}$ ) نگه داری شدند؛ لازم به ذکر است که  $\text{pH}$  کلیه محلول‌ها با استفاده از سود  $0/1$  نرمال، در نقطه ۷ تنظیم شد و برای جلوگیری از رشد میکروارگانیسم‌ها و فعالیت میکروبی در طول دوره نگه‌داری،  $200 \text{ ppm}$  سدیم آزید به آن‌ها اضافه شد؛ سپس به این مخلوط‌ها امولسیفایر توپین ۸۰، به میزان  $2 \text{ w/w}$  اضافه شد و به کمک همزن مغناطیسی، به مدت  $10 \text{ min}$  و با سرعت  $\text{rpm}$  ۵۵۰ مخلوط شدند. آنگاه اسانس هل با نسبت  $5 \text{ w/w}$ ، قطره‌قطره، به مخلوط اضافه شد. محلول‌های امولسیونی تهیه‌شده با خشک‌کن پاششی (مدل B190، شرکت Buchi، ساخت سوئیس) خشک شدند. شرایط خشک‌کن پاششی، به این شرح بود: دمای هوای ورودی  $10 \pm 180^\circ\text{C}$ ، دمای هوای خروجی  $10 \pm 70^\circ\text{C}$ ، سرعت جریان هوا  $600 \text{ L/h}$ ، سرعت پمپ خوراک‌دهی  $10 \text{ ml/min}$  و فشار  $4 \text{ bar}$ . ریزکپسول‌های تهیه‌شده، تا زمان انجام آزمون در ظروف کاملاً دربسته، در دمای  $18^\circ\text{C}$  - نگه‌داری شدند.

### ۲.۳. طراحی آزمایش

این آزمایش‌ها در یک طرح آزمایشی کاملاً تصادفی با ۳ نوع

نتایج نشان داد که ترکیب دیواره مالتودکسترین، صمغ عربی و اینولین، جذب رطوبت پودرها را بهبود بخشید و جایگزینی مالتودکسترین، به‌جای صمغ عربی در ترکیبات، افزایش بازده ریزپوشانی را به دنبال داشت [۱۷].

صمغ عربی یکی از رایج‌ترین مواد دیواره در ریزپوشانی توسط خشک‌کن پاششی و رایج‌ترین بیوپلیمر امولسیون‌کننده مورد استفاده در تهیه امولسیون مواد طعمی است [۱۸]؛ ولی با توجه به محدودیت تولید صمغ عربی به چند کشور آفریقایی، به‌کارگیری مواد جایگزین دیگر، جهت ترکیب با آن، مورد توجه است [۱۳]. مالتودکسترین‌ها از هیدرولیز اسیدی (به‌صورت جزئی) یا آنزیمی نشاسته ذرت تولید می‌شوند. درجه هیدرولیز نشاسته و شکسته‌شدن آن به مالتودکسترین، با واحدی به نام معادل دکستروز سنجیده می‌شود. مالتودکسترین‌ها به‌علت توانایی تشکیل شبکه، در روش‌های مختلف ریزپوشانی، به‌عنوان ماده پوشش‌دهنده (دیواره) مورد توجه هستند [۱۹]. تمامی اینولین‌های تجاری حاضر، خلوص بسیار بالا و مشخصات پودری و ترکیب کربوهیدراتی مختلفی دارند. اینولین، یک فیبر رژیمی است که اثرات پری بیوتیک را نشان می‌دهد و می‌تواند قابلیت در دسترس بودن کلسیم را بهبود بخشد [۲۰].

ریزپوشانی اسانس هل، برای طعم‌دارکردن مواد غذایی مختلف مانند قند، نبات، حلوا، آدامس و ...، که اسانس هل موجب مطلوبیت و بازارپسندی هر چه بیشتر این محصولات می‌شود، طراحی شده است. اسانس هل بدون ریزپوشانی فرار بوده و ماندگاری پایینی در محصولات دارد و همچنین ممکن است با گذشت زمان، موجب بدطعمی شود که توسط ریزپوشانی این اسانس، می‌توان بر این مشکلات فائق آمد. با توجه به این‌که تاکنون تحقیقی مبنی بر ریزپوشانی اسانس هل با ترکیب دیواره‌های صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین انجام نشده است، این تحقیق با هدف ریزپوشانی اسانس هل، مقایسه تأثیر افزودن مالتودکسترین و اینولین به صمغ عربی، به‌عنوان مواد پوشش‌دهنده و جایگزین‌های مناسب برای آن و بررسی پایداری و ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی مختلف ریزکپسول‌های تولیدی، صورت گرفت.

شده بر خواص محصول نیز با استفاده از نرم‌افزار SPSS استفاده شد. تمام اندازه‌گیری‌ها سه بار انجام شد.

دیواره صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین انجام شد (جدول ۱) روش آنالیز واریانس (ANOVA) و تست دانکن در سطح اطمینان ۹۵٪، برای مقایسه اثرات ترکیبات خشک

جدول (۱) درصد ترکیبات و درصد اسانس هل، ذرات میکروکپسول اسانس هل با صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین

Table (1) The percentage of compounds and cardamom essential oil into the microcapsules formed of gum Arabic, maltodextrin and inulin.

کد	نام ترکیب Compound	صمغ عربی (%) Gum Arabic (%)	مالتودکسترین (%) Maltodextrin (%)	اینولین (%) Inulin (%)	اسانس هل (درصد وزنی/وزنی) Cardamom essential oil (%) w/w)
۱	صمغ عربی/مالتودکسترین Gum Arabic/ Maltodextrin	50	50	-	5
۲	صمغ عربی Gum Arabic	100	-	-	5
۳	صمغ عربی/مالتودکسترین/اینولین Gum Arabic/ Maltodextrin/ Inulin	25	50	25	5
۴	صمغ عربی/مالتودکسترین/اینولین Gum Arabic/ Maltodextrin/ Inulin	50	25	25	5

#### ۲.۴.۲. آزادسازی اسانس هل

در محیط شبیه‌سازی شده بزاق<sup>۱</sup>، درصد آزادسازی ماده مؤثره هل موجود در ریزکپسول‌ها به صورت زیر تعیین می‌شود. به طور خلاصه، سوسپانسیونی از ریزکپسول‌های حاوی روغن هل وارد یک کیسه دیالیز شده و در pH ۶/۸ در محلول شبیه‌سازی شده بزاق، در جهت تقلید شرایط فرورودن قرار گرفت. کیسه داخل یک حمام ترموستاتیک در دمای °C ۳۷±۰/۵، تحت به هم خوردن بر روی همزن مغناطیسی در rpm ۱۰۰ قرار داده شد. زمان آزمایش بر روی ۵ min تنظیم شد و درصد آزادسازی برای این زمان محاسبه شد. محلول شبیه‌سازی شده بزاق تازه با pH ۶/۸ دوبار جایگزین شد و در دمای °C ۳۷±۰/۵ نگهداری شد و با استفاده از اسپکتروفوتومتری مقدار ماده مؤثره آزاد شده از ریزکپسول‌ها تعیین شد. درصد آزادسازی ماده مؤثره به شرح زیر محاسبه شد:

مقدار ماده مؤثره اولیه/ مقدار ماده مؤثره موجود در محلول بعد از ۵ min = درصد آزادسازی ماده مؤثره موجود در ریزکپسول‌ها

#### ۲.۴.۱. آزموهای انجام شده جهت دستیابی به بهترین

##### ترکیب ریزکپسول‌ها

##### ۲.۴.۱. بازده ریزپوشانی روغن

بازده ریزپوشانی روغن بر اساس روش توصیف شده توسط جعفری و همکاران (۲۰۰۸) با کمی اصلاحات تعیین شد. بدین منظور، ۱ g از پودر با ۲۰ mm هگزان (مناسب برای گاز کروماتوگرافی) در داخل لوله آزمایش در پیچ‌دار مخلوط شد و به مدت ۵ min با شیکر مخصوص لوله (مدل basic، شرکت IKA، ساخت آلمان) در دمای اتاق هم زده شد؛ سپس ذرات پودر با کمک کاغذ صافی شماره ۱ واتمن از حلال جدا و پودر جمع‌آوری شده سه بار با ۲۰ mm هگزان شسته شد. سپس، حلال در دمای اتاق و پس از آن در °C ۶۰، تا رسیدن به وزن ثابت، جدا شد. روغن ریزپوشانی نشده (روغن سطحی) با استفاده از اختلاف جرم بین بالن تمیز اولیه و بالن حاوی پودر با روغن استخراج شده تعیین شد. بازده ریزپوشانی روغن هل، از معادله ۱ به دست می‌آید:

$$EE = \left( \frac{TO - SO}{TO} \right) \times 100 \quad \text{معادله (۱)}$$

TO محتوی روغن کل و SO محتوی روغن سطحی در پودرها است.

#### 1. Simulated saliva digestion

گیری شد تا درصد ریزپوشانی اسانس‌ها توسط مواد دیواره ریزکپسول‌ها مشخص شود. در دستگاه کروماتوگرافی گازی، نمونه از فضای بالای نمونه برداشته و به داخل دستگاه تزریق شد. دمای اتاقک تزریق برابر  $120^{\circ}\text{C}$ ، دمای آغازین آون  $^{\circ}\text{C}$  ۴۰ و با گرادیان دمایی  $6^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ، به دمای  $180^{\circ}\text{C}$  رسید و دستگاه به مدت ۲ min در این دما باقیماند؛ سپس با سرعت  $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ، به  $250^{\circ}\text{C}$  رسید. زمان کل هر آزمایش ۱۲ min بود. شناساگر از نوع یونیزاسیون شعله‌ای با دمای  $^{\circ}\text{C}$  ۳۰۰ بود. درنهایت، با مقایسه مجموع مساحت سطح زیر پیک‌های حاصل از ریزکپسول‌ها و مساحت سطح زیر پیک‌های حاصل از اسانس هل بدون ریزپوشانی در غلظت یکسان اسانس و شرایط کاملاً یکسان، بازده ریزپوشانی و پوشاندن بو، طبق معادله شماره ۲ مشخص شد.

معادله (۲)

$$\times 100 = \frac{\text{مجموع مساحت سطح زیر پیک‌های حاصل از ریزکپسول بهینه}}{\text{مجموع مساحت سطح زیر پیک‌های حاصل از اسانس هل بدون ریزپوشانی}} - 1 = \text{بازده ریزپوشانی}$$

#### ۲.۵.۴. تعیین میزان رطوبت

رطوبت نمونه‌ها با استفاده از دستگاه سنجش رطوبت (شرکت A&D-Limited کشور ژاپن) در دمای  $1^{\circ}\text{C} \pm$  ۱۰۵ تا رسیدن به وزن ثابت، اندازه‌گیری شد [۲۱].

#### ۲.۵.۵. بررسی حلالیت

برای حلالیت ریزکپسول‌ها، یک محلول  $0.4\% \text{ w/v}$  با آب مقطر تهیه شد. زمان انحلال کامل ریزکپسول‌ها، از ۵ min نباید بیشتر باشد. سپس محلول‌ها از لحاظ تشکیل رسوب، رویه بستن، رنگ و شفافیت مورد بررسی قرار گرفتند [۲۲].

#### ۲.۵.۶. تعیین دانسیته توده و ذره

برای محاسبه دانسیته توده، ابتدا پودرها را به آرامی وارد استوانه مدرج با حجم ۱۰۰ ml نموده و تا شاخص ۱۰۰ ml نمونه پر و سپس وزن شد. بعد حجم به‌طور مستقیم از روی استوانه مدرج خوانده شده و پس از آن، جهت محاسبه دانسیته توده مطابق با رابطه  $m/v$  محاسبه می‌شود [۲۳].

#### ۲.۴.۳. بازیابی پودر

درصد بازیابی پودر (%) برای هر تیمار اندازه‌گیری شد و به عنوان نسبت جرمی پودر به‌دست‌آمده در خروجی خشک‌کن پاششی، به مقدار ماده خشک اولیه در محلول خوراک به دستگاه خشک‌کن پاششی بیان شد.

#### ۲.۵. آزمون‌های انجام‌شده جهت بررسی بهترین ترکیب ریزکپسول‌ها

##### ۲.۵.۱. پایداری ماده مؤثره موجود در ریزکپسول‌ها

مقدار لازم از پودر تهیه‌شده در داخل یک پلیت پخش شد و به مدت ۹ هفته در داخل دسیکاتور قرار گرفت. در طول مدت آزمون رطوبت نسبی داخل آن در  $70\%$  و در دمای  $^{\circ}\text{C}$  ۲۵ ثابت نگه‌داشته شد. پیش ابقای روغن هل در ریزکپسول‌های تحت شرایط دمایی و رطوبت ثابت، با اندازه‌گیری ماده مؤثره موجود در نمونه‌ها، در فواصل زمانی معین و مقایسه آن، نسبت به مقدار اولیه در زمان  $t_0$  انجام شد.

##### ۲.۵.۲. تصویربرداری با میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۱</sup> (SEM)

به منظور مشاهده ریزساختار ریزکپسول‌های تهیه‌شده، از میکروسکوپ الکترونی روبشی (مدل S-360، ساخت شرکت Oxford) استفاده شد. نمونه‌ها توسط دستگاه پوشش‌دهنده، با لایه‌ای از طلا پوشیده شدند. شعاعی از الترون‌های پرشتاب با ولتاژ ۱۵ kw به نمونه‌ها تابیده شد و تصویر آن‌ها براساس شعاع الکترونی برگشتی، به‌دست آمد. نمونه‌ها با بزرگ‌نمایی ۲۰۰۰ برابر، تصویر برداری می‌شوند.

##### ۲.۵.۳. کروماتوگرافی گازی با استفاده از طیف‌سنج جرمی<sup>۲</sup> (GC-MS)

پس از تهیه نانو امولسیون‌ها، مواد فرآر حاصله از آن‌ها به دستگاه کروماتوگرافی گازی (Agilent Technologies Inc) ساخت آمریکا تزریق شد و در مرحله بعد، مجموع مساحت زیر پیک‌های حاصله از مواد فرآر ناشی از اسانس هل اندازه

1. Scanning electron microscope

2. Gas chromatography-mass spectrometry

### ۲.۵.۷. تعیین اندازه ذرات

دهان، آزادسازی ماده مؤثره در محیط شبیه‌سازی شده دهان، با استفاده از روش آزادسازی کیسه دیالیز بررسی شد. این مطالعه نشان داد که بعد از ۵ min، حدود ۹۴٪ از اسانس هل برای ترکیب ۳ آزاد شد (جدول ۲).

بر اساس نتایج حاصله، در ترکیباتی که صمغ عربی کاهش می‌یابد، آزادسازی ماده مؤثره بیشتر می‌شود و با افزایش صمغ عربی آزادسازی کاهش می‌یابد؛ درحالی‌که با افزایش مالتودکسترین در تیمارهای دوتایی و سه‌تایی، آزادسازی ماده مؤثره بیشتر شده است. با توجه به نتایج و خواص صمغ عربی در تشکیل امولسیون پایدار (۲۶) و امولسیفایری (۱۲) و (۱۳)، می‌توان دریافت که صمغ عربی در محیط بزاق (آبی)، امولسیون پایدارتری نسبت به مالتودکسترین و اینولین ایجاد می‌کند و باعث خروج کمتر ماده مؤثره از این دیواره‌ها می‌شود که این موضوع، با نتایج حاصل از تحقیق حاضر نیز مطابقت دارد.

بازیابی پودر از طریق تعیین نسبت مقدار پودر به دست آمده و مقدار خوراک ورودی به خشک‌کن محاسبه شد. راندمان پایین بازیابی پودر در آزمایشگاه، احتمالاً ناشی از چسبیدن ذرات به یکدیگر و به دیواره‌های خشک‌کن و کشیده شدن محصول به داخل جریان خلاء است. بهانداری<sup>۳</sup> و همکاران (۱۹۹۷) گزارش کردند که بازیابی پودر بیش از ۵۰٪، نشان دهنده فرآیند خشک‌کردن موفق تولید در مقیاس آزمایشگاهی است [۲۷].

برای سنجش اندازه ذرات ریزکپسول‌های تولیدشده، از روش شکست نور لیزر استفاده شد [۲۴]. ابتدا محلولی از ریزکپسول‌های تولیدشده، به صورت دیسپرسیون در هگزان تهیه شد؛ بدین‌منظور حدود ۵۰ ml از آن به مدت تقریباً ۲ min توسط دستگاه فراصوت<sup>۱</sup> (Labofuge 200, Heraeus Sepatech Germany) با فرکانس ۲۴ kHz و شدت ۲۰٪ امواج فراصوت، هم زده شد. در ادامه، به کمک دستگاه سنجش قطر ذرات به روش شکست نور لیزر<sup>۲</sup> (SAL, D-2101, Shimadzu, Japan) به صورت مستقیم و توسط نرم‌افزار دستگاه، داده‌ها ثبت شدند.

### ۳. بحث و نتایج

#### ۳.۱. انتخاب بهترین ترکیب دیواره

بازده ریزپوشانی اسانس هل از ۵۶٪ تا ۶۳٪ متغیر بوده و به‌طور قابل‌توجهی تحت‌تأثیر فرمولاسیون مواد دیواره قرار دارد. بیشترین بازده ریزپوشانی با مقدار ۶۳٪، متعلق به ترکیب متشکل از صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین با نسبت‌های به ترتیب ۲۵-۵۰-۲۵ بود.

همان‌طور که در جدول ۲ آمده، ترکیب ۳، تأثیر معنی‌داری بر بازده ریزپوشانی نسبت به سه ترکیب دیگر دارد. همچنین ترکیب ۲، بازده ریزپوشانی قابل‌قبولی را نسبت به ترکیب‌های شماره ۱ و ۴ دارد که این را می‌توان به خواص تشکیل فیلم بهتر و بهبود پایداری امولسیون صمغ عربی نسبت داد [۲۵].

جدول (۲) نتایج حاصل از بررسی بازده ریزپوشانی، رهائش و بازیابی پودر اسانس هل در ۴ فرمولاسیون مختلف دیواره  
Table (2) Results obtained from the investigation of the microencapsulation efficiency, release and powder recovery of cardamom essential oil in 4 different wall formulations.

بازیابی پودر (%) Powder recovery (%)	رهائش (%) Release (%)	بازده ریزپوشانی (%) Microencapsulation efficiency (%)	نام ترکیب Compound	شماره ترکیب Compound number
65.20±0.75c	88.31±2.58c	56.16±1.78c	صمغ عربی/مالتودکسترین Gum Arabic/ Maltodextrin	۱
60.68±0.58d	83.22±1.99d	61.32±2.50b	صمغ عربی Gum Arabic	۲
71.90±1.05a	94.48±2.20a	63.92±1.45a	صمغ عربی/مالتودکسترین/اینولین Gum Arabic/ Maltodextrin/ Inulin	۳
68.88±0.70b	91.56±2.93b	59.47±1.87b	صمغ عربی/مالتودکسترین/اینولین Gum Arabic/ Maltodextrin/ Inulin	۴

### ۳.۲.۱. بررسی پایداری ماده مؤثره

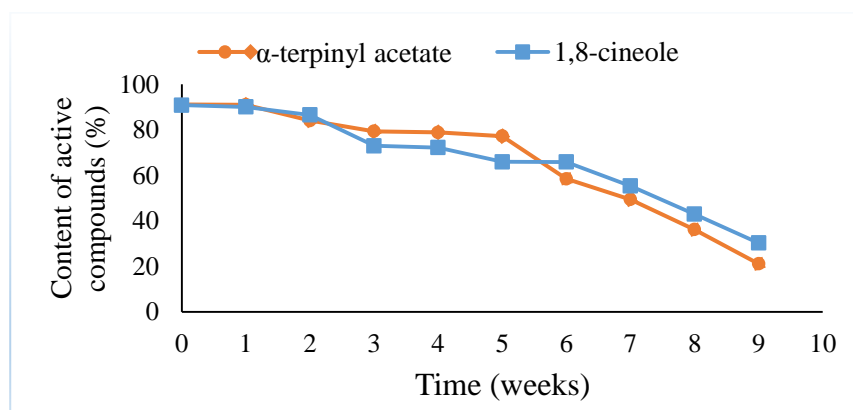
شکل یک، پایداری مواد مؤثره موجود در ریزکپسول‌ها را در دمای  $25^{\circ}\text{C}$  نشان می‌دهد. نتایج نشان داد که نوع ترکیب دیواره بر میزان پایداری آلفا ترپنیل استات و ۱ و ۸ سینئول ریزکپسول‌ها، اثر معنی‌داری داشت. میزان باقیمانده آلفا ترپنیل استات و ۱ و ۸ سینئول در این دما، نشان از تخریب به ترتیب ۷۰ و ۶۰٪ از این ترکیبات در بهترین ترکیب پس از گذشت ۹ هفته را داشت؛ بر این اساس، ۱ و ۸ سینئول، با مقدار ۳۰/۲۳٪ باقی‌مانده، نسبت به آلفا ترپنیل استات با میزان ۲۱/۱۲٪ پس از ۹ هفته نگهداری، پایداری بیشتری در این دیواره‌ها دارد. این نتایج مشابه نتایج مهیار و همکاران (۲۰۱۴) بود. آنها با بررسی پایداری از اسانس هل در دیواره‌های پروتئین آب پنیر، صمغ گوار و کاراگینان، دریافتند که دیواره‌های با غلظت ۳۰٪ از پروتئین آب پنیر و صمغ گوار، بهترین دیواره‌ها، برای حفظ ترکیبات مؤثره ۱ و ۸ سینئول و دی-لیمونن طی ۱۶ روز نگهداری بودند. بر اساس نظر آنها، ۱ و ۸ سینئول در طول ذخیره‌سازی، بیشتر از سایر ترکیبات مؤثره در اسانس هل حفظ می‌شود؛ این امر می‌تواند مربوط به وزن مولکولی و قطبیت بیشتر این ترکیب باشد، تا از منافذ موجود در دیواره، کمتر عبور کند [۱۶].

در این تحقیق، مقدار بازیابی پودر ریزپوشانی شده حاوی اسانس هل بین ۶۰ تا ۷۱٪ متغیر است که در جدول ۲ نمایان است. با توجه به نتایج به دست آمده، ترکیباتی که در آنها نسبت‌های بالاتری از مالتودکسترین و اینولین استفاده شده، نسبت به ترکیباتی که صمغ عربی بیشتری در آنها به کار برده شده است، بازیابی پودر بیشتری دارند.

احتمالاً این نتایج مربوط به رسوب کمتر مواد جامد در دیواره‌های خشک‌کن، طی خشک‌کردن پاششی است؛ همچنین با توجه به نقش و عملکرد مالتودکسترین به عنوان کمک خشک‌کن، با افزایش دمای انتقال شیشه‌ای کل مخلوط و ایجاد لایه و فیلم نازک در اطراف ذرات تولیدشده، زمینه کاهش چسبیدن ذرات، از طریق تشکیل پل‌های مایع به یکدیگر و همچنین کاهش چسبندگی ذرات به دیواره خشک کن فراهم می‌شود [۲۸ و ۲۹].

با توجه به نتایج به دست آمده، ترکیب شماره ۳ با دارا بودن بیشترین بازده ریزپوشانی اسانس هل، آزادسازی اسانس هل در محیط دهان و بازیابی پودر، به عنوان بهترین ترکیب در نظر گرفته می‌شود؛ بنابراین به منظور بررسی بیشتر این موضوع، آزمون‌های تکمیلی آن انجام شد.

### ۳.۲. بررسی آزمون‌های انجام‌شده بر روی بهترین ترکیب



شکل (۱) مقایسه میزان پایداری آلفا ترپنیل استات و ۱ و ۸ سینئول موجود در ریزکپسول‌های بهترین ترکیب اسانس هل (صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین (۲۵-۵۰-۲۵))

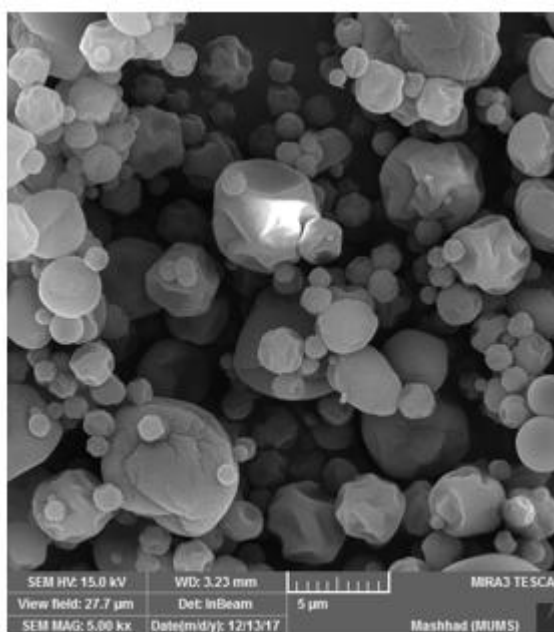
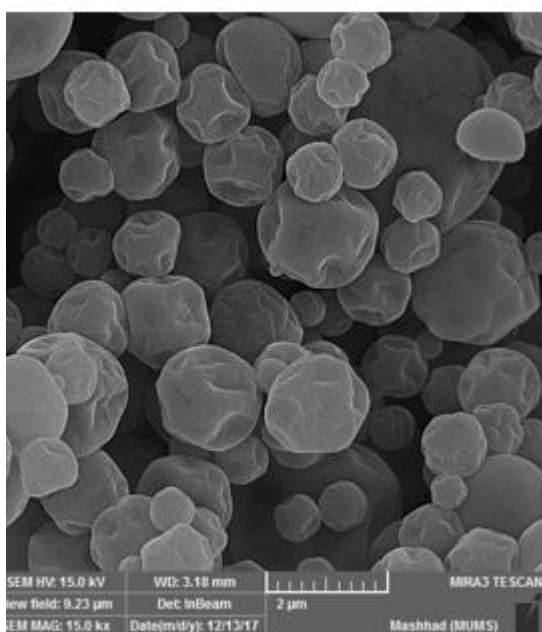
Figure(1) Comparison of the stability of  $\alpha$ -terpinyl acetate and 1,8-cineole in the best composition of cardamom essential oil (Gum Arabic, maltodextrin and inulin, 25:50:25)

### ۳.۲.۲. بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی

(SEM)

شکاف اندکی در آن‌ها دیده می‌شود. نتایج این تحقیق همچون مشاهدات دوتا و بهاتاچارجی<sup>۱</sup> (۲۰۱۷) بود که اسانس هل را با صمغ عربی و مالتودکسترین، به روش خشک‌کن پاششی ریزپوشانی کرده و سطحی دنداندار را در ریزکپسول‌های گرد تهیه‌شده، مشاهده کردند [۳۰]. علت دنداندارشدن سطوح ریزکپسول‌ها، چروکیدگی آن‌ها طی خشک‌شدن در محفظه خشک‌کن پاششی است که در اثر تبخیر سریع آب موجود در امولسیون رخ می‌دهد؛ با توجه به نوع ترکیب دیواره، میزان این چروکیدگی نیز متفاوت است [۳۱].

تصویر ذرات ریزکپسول که با میکروسکوپ الکترونی تهیه شده است، ویژگی‌های سطح ظاهری و اثر ترکیبات دیواره بر ریزساختار ذرات را به خوبی نشان می‌دهد. تصویر الکترونی ریزکپسول تهیه‌شده با بهترین ترکیب در شکل ۲، نتیجه افزودن اینولین به مالتودکسترین و صمغ عربی را نمایش می‌دهد. این شکل نشان‌دهنده سطحی دنداندار در ریزکپسول‌های بهینه بود. این ریزکپسول‌ها تقریباً کروی بوده و ترک و



شکل (۲) تصویر میکروسکوپ الکترونی نانوذرات بهینه با دیواره‌های مختلف حاوی اسانس هل

Fig (2) Scanning electron micrographs of nanoparticles with different walls containing cardamom essential oil

کروماتوگرام‌های اسانس هل و بهترین ترکیب حاوی اسانس هل ریزپوشانی‌شده، در شکل ۳ مشاهده می‌شود. با توجه به شکل ۳، مجموع ترکیبات مؤثره اصلی در اسانس هل شامل ۱ و ۸ سینئول و آلفا ترپنیل استات در اسانس خالص و بهترین ترکیب (ترکیب شماره ۳) به ترتیب ۹۹/۹٪ و ۷۵/۳۸٪ از کل مواد متشکله آن‌ها را شامل

### ۳.۲.۳. بررسی بازده ریزپوشانی ترکیبات مؤثره توسط

کروماتوگرافی گازی (GC-MS)

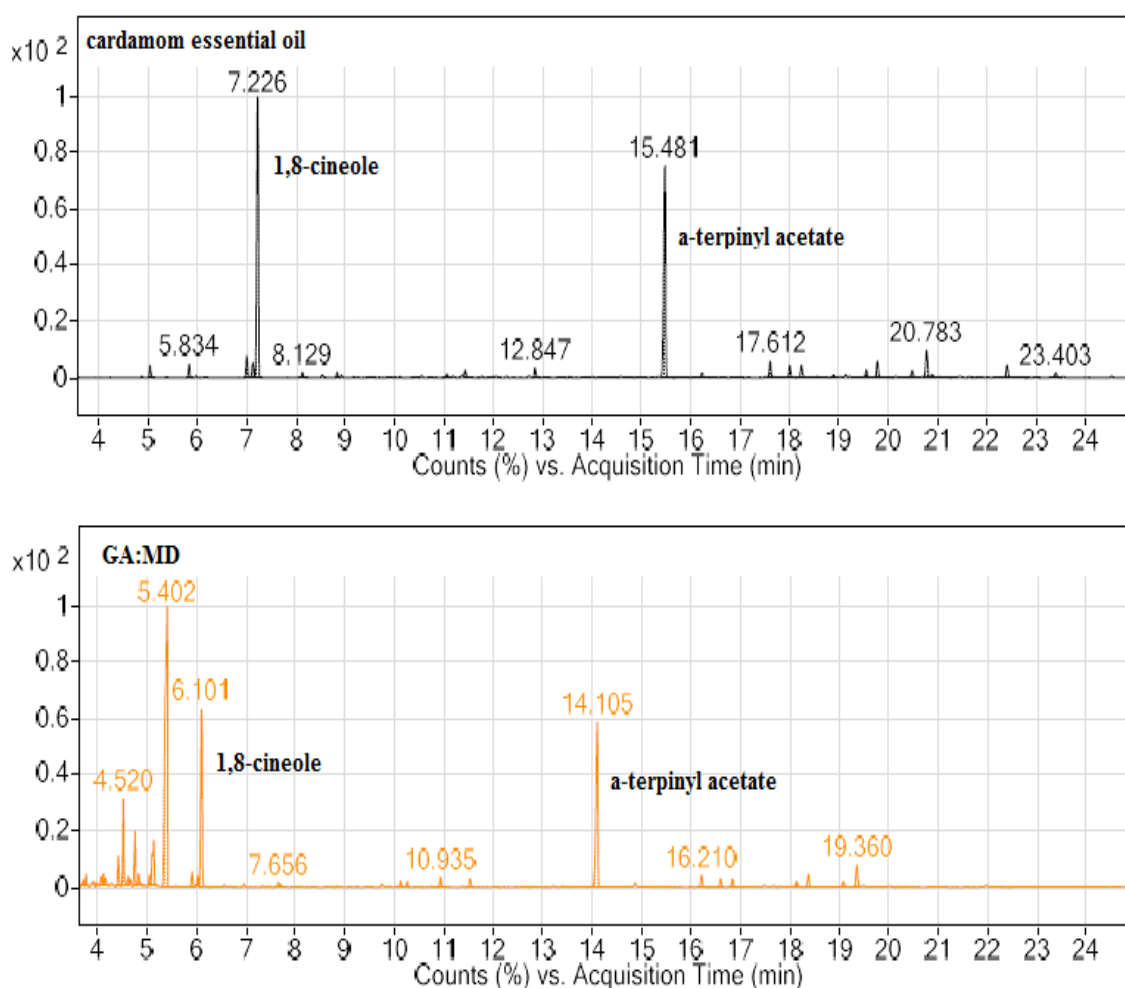
بازده ریزپوشانی در روش خشک‌کن پاششی، به شرایط کاری سیستم و همچنین ویژگی‌های دیواره تشکیل‌دهنده بستگی دارد و عواملی نظیر دمای هوای داغ ورودی، نوع خشک‌کن پاششی، نوع مواد دیواره و نسبت مواد دیواره به هسته، در مقدار بازده ریزپوشانی تأثیرگذار هستند [۳۰].

1. Dutta and Bhattacharjee



فرناندز و همکاران (۲۰۱۶) در بررسی خود در مورد اثرات ترکیبی از مواد مختلف دیواره در ریزپوشانی اسانس زنجبیل، نتایج مشابهی را برای دیواره GA/MD به دست آوردند که به نوعی این کار را تأیید می‌کند. به طوری که ۹۳٪ از غلظت اولیه اسانس زنجبیل، در دیواره GA/MD حفظ شد [۱۷]. جمیل<sup>۱</sup> و همکاران (۲۰۱۶) نیز با بررسی ریزپوشانی اسانس هل در نانوکامپوزیت های کیتوزان بیان کردند که بازده ریزپوشانی این روغن در نانوذرات بیشتر از ۹۰٪ بود [۳۳].

می‌شود که بازده ریزپوشانی ترکیبات مؤثره، ۱ و ۸ سینئول و آلفا ترپنیل استات در بهترین ترکیب، به ترتیب ۶۳/۱۵٪ و ۷۷/۶۷٪ است که در جدول ۳ قابل مشاهده است. به طور کلی، مواد فرآر به سه دلیل از دست می‌روند: بزرگی سطح هنگام خشک شدن توسط خشک کن پاششی، زمانی که غشای میکروکپسول‌ها به سرعت تشکیل نشود و هنگامی که مواد فرآر توسط حباب‌های بخار داخل میکروکپسول‌ها به بیرون حمل می‌شوند [۳۲].



شکل (۳) کروماتوگرام‌های اسانس هل و بهترین ترکیب اسانس هل ریزپوشانی شده (صمغ عربی، مالتودکسترین و اینولین، ۲۵-۵۰-۲۵)  
 Fig (3) Chromatograms of cardamom essential oil and the best composition of cardamom essential oil (Arabic gum, maltodextrin and inulin, 25-50-25)

## ۳.۲.۴. بررسی میزان رطوبت و حلالیت

ماهیت هیدروفوبی مواد هسته، نانوذرات بهینه به خوبی در آب قابل حل بودند که حلالیت آن ۸۷/۵۶٪ بود. اسانس هل خالص در آب خالص و در دمای اتاق حل نمی‌شود، درحالی که ریزپوشانی اسانس، موجب انحلال بهتر آن می‌شود.

## ۳.۲.۵. بررسی چگالی ذره و چگالی توده

مقدار چگالی توده نمونه بهینه ۰/۳۲ g/ml بود. مقادیر نزدیک به این میزان، توسط بریستاین<sup>۱</sup> و همکاران (۲۰۰۱) برای ریزپوشانی اسانس هل (۰/۴۸ g/ml) با استفاده از صمغ کهور، (۳۷) و برای میکروکپسول‌های اسانس دارچین تهیه شده با استفاده از صمغ عربی، مالتودکسترین و پروتئین آب پنیر به‌عنوان ماده دیواره (۰/۲۴ تا ۰/۳۱) به‌دست آمد [۳۴]. دانسیته ذره مهم‌ترین عامل مربوط به حمل و نقل، بسته‌بندی و بازاریابی پودرها است. بنابراین، این متغیر برای تعیین وزن و مقدار موادی که داخل یک ظرف قرار می‌گیرد، مناسب است [۳۸]. یک محصول خشک با چگالی بالا، در مقایسه با یک محصول با چگالی کم می‌تواند در یک ظرف کوچک‌تر ذخیره شود [۳۹]. نتایج به‌دست آمده در جدول ۳ نشان داد که دانسیته ذره نمونه بهینه ۰/۴۱ g/ml بود.

با توجه به جدول ۳، میزان رطوبت نمونه‌ای بهینه ۳/۷۷٪ بود. مقدار رطوبت، مهم‌ترین پارامتر برای پیش‌بینی ماندگاری یک محصول غذایی است. مقدار رطوبت موجود، بسیار شبیه به سایر مطالعات مربوط به دیواره‌های صمغ عربی و مالتودکسترین (بهترین ترکیب) است مانند: اسانس هل ریزپوشانی شده با خشک‌کن پاششی، با استفاده از صمغ عربی و پروتئین آب پنیر به‌عنوان مواد دیواره [۳۴]؛ و اسانس رزماری ریزپوشانی شده در ماتریکس صمغ عربی، نشاسته اصلاح‌شده، مالتودکسترین و اینولین (۲/۰۵٪) برای دیواره صمغ عربی و مالتودکسترین [۱۵]. نتیجه این مطالعات نشان داد که با افزایش درصد صمغ عربی در نمونه‌ها، محتوی رطوبت نیز به‌طور معناداری ( $P < 0/05$ ) از نمونه تولیدشده با درصد پایین‌تر از صمغ عربی، بالاتر بود؛ این واقعیت، به‌دلیل سرعت خشک‌شدن بیشتر این ذرات بود که منجر به تشکیل سریع پوسته و در نهایت مانع انتشار و تبخیر آب می‌شود. پودرهایی که در صنایع غذایی استفاده می‌شوند، باید حلالیت خوبی در آب داشته باشند و ریزپوشانی با توجه به جلوگیری از جدایی فاز می‌تواند آن را تسهیل بخشد [۳۶، ۳۵]. به‌رغم

جدول (۳) محتوای رطوبت، توزیع و اندازه ذرات، حلالیت، چگالی ذره و توده و بازده ریزپوشانی پودرهای بهترین ترکیب اسانس هل

Table (3) Moisture content, distribution and particle size, solubility, particle and mass density and microencapsulation efficiency of the best composition of cardamom essential oil.

بهینه Optimum	ترکیب Compound
77.67±1.68	بازده ریزپوشانی آلفا ترپینیل استات (%) The microencapsulation efficiency of $\alpha$ -terpinyl acetate (%)
63.15±1.43	بازده ریزپوشانی ۱ و ۸ سینئول (%) The microencapsulation efficiency of 1,8-cineole (%)
3.77±0.49	محتوای رطوبت (%) Moisture content (%)
87.56±0.07	حلالیت Solubility
0.41±0.02	چگالی ذره (g mL <sup>-1</sup> ) Particle density (g mL <sup>-1</sup> )
0.32±0.01	چگالی توده (g mL <sup>-1</sup> ) Mass density (g mL <sup>-1</sup> )
2.50±0.03	اندازه ذرات (میکرومتر) Particle size ( $\mu$ m)
0.82	توزیع اندازه ذرات (PDI) Particle size distribution (PDI)

## ۳.۲.۶ بررسی توزیع و اندازه ذرات بهترین ترکیب

با توجه به وجود مقداری شاخه‌های پیتیدی در ساختمان صمغ عربی، این ماده خاصیت امولسیفایری داشته و با اتصال کوالانسی این شاخه‌ها به قطرات روغن موجود در امولسیون، ذرات کوچک‌تری را به وجود می‌آورند [۴۰]. با توجه به این که مالتودکسترین هموپلی ساکاریدی بدون شاخه‌های جانبی پیتیدی است، فعالیت سطحی مناسبی نداشته و قادر به ایجاد اتصال در ارتباط با سطوح روغن موجود در امولسیون نیست؛ در نتیجه ذرات بزرگ‌تری را تولید می‌کند [۴۱]. نتایج حاصل از مطالعات پیشین نشان داد که توزیع و اندازه ذرات ریزکپسول‌ها به شکل مؤثری به نوع ماده دیواره وابسته است [۱۵، ۳۴]. در بهترین نمونه اندازه و توزیع ذرات، به ترتیب  $2/506 \mu\text{m}$  و PDI  $0/825$  بود (جدول ۳).

## ۴. نتیجه‌گیری

نتایج نشان داد که مواد انتخاب شده دیواره را می‌توان به‌طور مؤثر برای تولید امولسیون‌های اسانس هل با حداکثر بازده ریزپوشانی، بازده ریزپوشانی آلفا ترپنیل استات، بازده ریزپوشانی ۱ و ۸ سینئول، آزادسازی اسانس هل و بازیابی پودر استفاده کرد. به‌طور کلی نتایج این تحقیق نشان از افزایش عمر نگهدار (پایداری) آلفا ترپنیل استات و ۱ و ۸ سینئول، با استفاده از میکروکپسول‌های بهینه به روش خشک‌کن پاششی داشت. بازده ریزپوشانی مناسب، شکل و اندازه ذرات، رطوبت، چگالی توده و ذره قابل‌قبولی برای بهترین ترکیب به‌دست آمد.

## منابع:

- [1] Ray, S., Raychaudhuri, U., Chakraborty, R. (2016). An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. *Food Biosci.*, 13, 76-83.
- [2] Lucchesi, M.E., Smadja, J., Bradshaw, S., Louw, W., Chemat, F. (2007). Solvent free microwave extraction of *Elletaria cardamomum* L.: A multivariate study of a new technique for the extraction of essential oil. *J. Food Eng.*, 79 (3), 1079-1086.
- [3] Ashokkumar, K., Murugan, M., Dhanya, M. K., Warkentin, T.D. (2019). Botany, traditional uses, phytochemistry and biological activities of cardamom [*Elettaria cardamomum* (L.) Maton]—A critical review. *J. Ethnopharmacol.*, 246, 112-244.
- [4] Huang, Y., Lam, S.L., Ho, S.H. (2000). Bioactivities of essential oil from *Elletaria cardamomum* (L.) Maton. to *Sitophilus zeamais* Motschulsky and: *Tribolium castaneum* (Herbst). *J. Stored Prod. Res.*, 36 (2), 107-117.
- [5] Mahfuz, I., Khalequzzaman, M. (2007). Contact and fumigant toxicity of essential oils against *Callosobruchus maculatus*. *J. Zool.*, 26, 63-66.
- [6] Cevallos, P.A.P., Buera, M.P., Elizalde, B.E. (2010). Encapsulation of cinnamon and thyme essential oils components (cinnamaldehyde and thymol) in  $\beta$ -cyclodextrin: effect of interactions with water on complex stability. *J. Food Eng.*, 99, 70-75.
- [7] Dziezak, J.D. (1988). Microencapsulation and encapsulated ingredients. *J. Food Technol.*, 42 (4), 136.
- [8] Rakmai, J., Cheirsilp, B., Cid, A., Torrado-Agrasar, A., Mejuto, J. C., & Simal-Gandara, J. (2018). Encapsulation of Essential Oils by Cyclodextrins: Characterization and Evaluation. *Cyclo: A Ver. Ing.*, pp 263.
- [9] Ronald, C. (1997). Spray drying innovative use of an old process. *Des. Elem.*, 7, 97-113.
- [10] Saifullah, M., Shishir, M.R.I., Ferdowsi, R., Rahman, M.R.T., Van Vuong, Q. (2019). Micro and nano encapsulation, retention and controlled release of flavor and aroma compounds: A critical review. *Trends Food Sci. Technol.*, 86, 230-251.
- [11] Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Res. Int.*, 40 (9), 1107-1121.
- [12] Gouin, S. (2004). Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends Food Sci. Technol.*, 15 (7-8), 330-347.
- [13] Mutka, J.R., Nelson, D.B. (1988). Preparation of encapsulated flavors with high flavor level. *J. Food Technol.*, 42 (4), 154-157.
- [14] De Barros Fernandes, R.V., Borges, S.V., Botrel, D.A. (2014). Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. *Carbohydr. Polym.*, 101, 524-532.
- [15] Mehyar, G.F., Al-Isamil, K.M., Al-Ghizzawi,

- H.A.M., Holley, R.A. (2014). Stability of cardamom (*Elettaria Cardamomum*) essential oil in microcapsules made of whey protein isolate, guar gum, and carrageenan. *J. Food Sci.*, 79 (10), C1939-C1949.
- [16] de Barros Fernandes, R.V., Borges, S.V., Silva, E.K., da Silva, Y.F., de Souza, H.J.B., do Carmo, E.L., de Oliveira, C.R., Yoshida, M.I., Botrel, D.A. (2016). Study of ultrasound-assisted emulsions on microencapsulation of ginger essential oil by spray drying. *Ind. Crops Prod.*, 94, 413-423.
- [17] Niu, F., Niu, D., Zhang, H., Chang, C., Gu, L., Su, Y., Yang, Y. (2016). Ovalbumin/gum arabic-stabilized emulsion: Rheology, emulsion characteristics, and Raman spectroscopic study. *Food hydrocolloids*, 52, 607-614.
- [18] Kaushik, V., Roos, Y. H. (2007). Limonene encapsulation in freeze-drying of gum Arabic–sucrose–gelatin systems. *LWT Food Sci. Technol.*, 40 (8), 1381-1391.
- [19] Robert, P., García, P., Reyes, N., Chávez, J., Santos, J. (2012). Acetylated starch and inulin as encapsulating agents of gallic acid and their release behaviour in a hydrophilic system. *Food Chem.*, 134 (1), 1-8.
- [20] Najafi, M. (2010). The use of ultrasound in the production of cardamom oil emulsion and microencapsulated active components (Doctoral dissertation, Doctoral thesis. Department of Food Science. Ferdowsi University of Mashhad). [In persian]
- [21] Barbosa, M., Borsarelli, C., Mercadante, A. (2005). Light Stability of Spray-Dried Bixin Encapsulated with Different Edible Polysaccharide Preparations. *Food Res. Int.*, 38, 989-994.
- [22] Jinapong, N., Suphantharika, M., Jamnong, P. (2008). Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *J. Food Eng.*, 84 (2), 194-205.
- [23] Porrarud, S., Pranee, A. (2010). Microencapsulation of Zn-chlorophyll pigment from Pandan leaf by spray drying and its characteristic. *Food Res. Int.*, 17 (4), 1031-1042.
- [24] 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. *J. Food Sci.*, 57 (1), 217-221.
- [25] Dickinson, E. (2003). Hydrocolloids at interfaces and the influence on the properties of dispersed systems. *Food hydrocolloids*, 17 (1), 25-39.
- [26] Bhandari, B.R., Datta, N., Howes, T. (1997). Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technol.*, 15 (2), 671-684.
- [27] Quek, S.Y., Chok, N.K., Swedlund, P. (2007). The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chem. Eng. Process. Process Intensif.*, 46 (5), 386-392.
- [28] Papadakis, S.E., Gardeli, C., Tzia, C. (2006). Spray drying of raisin juice concentrate. *Drying Technol.*, 24 (2), 173-180.
- [29] Dutta, S., Bhattacharjee, P. (2017). Microencapsulation of enzyme-assisted supercritical carbon dioxide extract of small cardamom by spray drying. *J. Food Meas. Charact.*, 11 (1), 310-319.
- [30] Kim, G.C., Jo, I.H., Kim, G.M., Choi, S.Y., Kim, J.S. (2015). Optimization of spray drying condition of Sikhye using response surface methodology. *Korean J. Food Preser.*, 22 (5), 683-689.
- [31] Rialita, T., Nurhadi, B., Puteri, R.D. (2018). Characteristics of microcapsule of red ginger (*Zingiber officinale* var. *Rubrum*) essential oil produced from different Arabic gum ratios on antimicrobial activity toward *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. *Int. J. Food Prop.*, 21 (1), 2500-2508.
- [32] Jamil, B., Abbasi, R., Abbasi, S., Imran, M., Khan, S.U., Ihsan, A., Javed, S., Bokhari, H. (2016). Encapsulation of cardamom essential oil in chitosan nano-composites: in-vitro efficacy on antibiotic-resistant bacterial pathogens and cytotoxicity studies. *Front. Microbiol.*, 7, 1580.
- [33] Al-Ismail, K. M., Mehryar, G., Al-Khatib, H. S., Al-Dabbas, M. (2014). Effect of microencapsulation of cardamom's essential oil in gum Arabic and whey protein isolate using spray drying on its stability during storage. *Qual. Assur. Saf. Crops Food.*, 7 (5), 613-620.
- [34] Jayasundera, M., Adhikari, B., Howes, T., Aldred, P. (2011). Surface protein coverage and its implications on spray-drying of model sugar-rich foods: Solubility, powder production and characterisation. *Food. Chem.*, 128 (4), 1003-1016.
- [35] Botrel, D.A., Borges, S.V., Fernandes, R.V.B., Viana, A.D., Costa, J.M.G., Marques, G.R. (2012). Evaluation of spray drying conditions on properties of microencapsulated oregano essential oil. *Int. J. Food Sci. Technol.*, 47, 2289-2296.
- [36] Beristain, C. I., Garcia, H. S., Vernon-Carter, E.J. (2001). Spray-dried encapsulation of cardamom (*Elettaria cardamomum*) essential oil with mesquite (*Prosopis juliflora*) gum. *LWT Food Sci. Technol.*, 34 (6), 398-401.
- [37] Finney, J., Buffo, R., Reineccius, G.A. (2002). Effects of type of atomization and processing temperatures on the physical properties and stability of spray-dried flavors. *J. Food Sci.*, 67, 1108-1114.

- [38] Quispe-Condori, S., Saldaña, M.D., Temelli, F. (2011). Microencapsulation of flax oil with zein using spray and freeze drying. *LWT Food Sci. Technol.*, 44 (9), 1880-1887.
- [39] Randall, R.C., Phillips, G.O., Williams, P.A. (1988). The role of the proteinaceous component on the emulsifying properties of gum arabic. *Food Hydrocolloids.*, 2 (2), 131-140.
- [40] Matsumura, Y., Satake, C., Egami, M., Mori, T. (2000). Interaction of gum arabic, maltodextrin and pullulan with lipids in emulsions. *Biosci. Biotechnol., Biochem.*, 64 (9), 1827-1835.

# Microencapsulation of cardamom essential oil with gum arabic, maltodextrin and inulin and the investigation of their physical-chemical properties

Mostafa Shahidi Noghabi<sup>\*1</sup>, Mohammad Molaveisi<sup>2</sup>

1. Associate Professor, Department of Food Chemistry, Research Institute of Food Science and Technology (RIFST), Mashhad, Iran.

2. PhD Student, Department of Food Chemistry, Research Institute of Food Science and Technology (RIFST), Mashhad, Iran.

## Abstract

This study was aimed to microencapsulation of cardamom essential oil, to compare the effect of adding maltodextrin and inulin to gum arabic as a coating material and also to investigate the stability and properties of the produced microcapsules. In this study, gum Arabic, maltodextrin and inulin were used as wall compounds. The properties of the best composition containing the stability of microcapsules during nine weeks of storage in the testing medium, the microencapsulation efficiency determined by GC-MS, the mass and particle density, moisture, solubility, shape and particle size were investigated. The composition of gum arabic, maltodextrin and inulin with the ratio of 25:50:25 was considered as the best composition, based on the results of the microencapsulation efficiency, the release of cardamom essential oil in the simulated oral medium and powder recovery. The results showed that the stability of  $\alpha$ -terpinyl acetate and 1,8-cineole were increased during nine weeks of storage at ambient temperature. The images of scanning electron microscopy showed that the best composition is spherical and has a slight crack. The microencapsulation efficiency of the active compounds including  $\alpha$ -terpinyl acetate and 1,8-cineole were obtained 77.67% and 63.15%, respectively. Moisture content was 3.77%, the solubility was 87.56%, mass and particle density were from 0.41 to 0.32 g.mL<sup>-1</sup>, respectively, and the particle size was 2.5  $\mu$ m and also particle size distribution 0.825. Also, the results showed that inulin has a high potential for the replacement of gum Arabic. The selected wall materials could be effectively used for the production of cardamom essential oil microcapsules with the microencapsulation efficiency maximum of cardamom essential oil,  $\alpha$ -terpinyl acetate and 1,8-cineole, and the release of cardamom essential oil and powder recovery. In general, the results showed that using the best composition produced by spray drying can increase the stability and solubility of cardamom essential oil.

**Key words:** microencapsulation, cardamom essential oil, gum Arabic, maltodextrin and inulin

---

\* Corresponding author: m.shahidi@rifst.ac.ir