دانشگاه فردوسی مشهد
دانشکده کشاورزی
گروه علوم و صنایع غذایی

رساله دکتری

استفاده از امواج فرا صوت در تولید امولسیون و ریزپوشانی ترکیبات مؤثره روغن هل (*cardamom oil*)

مسعود نجف نجفی

استادان راهنما

جناب آقای دکتر سید علی مرتضوی
جناب آقای دکتر رسول کدخدایی

استاد مشاور

سرکار خانم دکتر فریده طباطبایی یزدی

شهریور ۱۳۸۹

این رساله با عنوان " **استفاده از امواج فرا صوت در تولید امولسیون و ریزپوشانی ترکیبات مؤثره روغن هل (*cardamom oil*)**" توسط "**مسعود نجف نجفی** " در تاریخ **۱۳۸۹/٦/۱۵** با نمره **۲۰** و درجه ارزشیابی **عالی** در حضور هیات داوران با موفقیت دفاع شد.

هیات داوران:

ردیف	نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی	سمت در هیات	امضاء
۱	آقای دکتر سید علی مرتضوی	استاد	استاد راهنما	
۲	آقای دکتر رسول کدخدایی	استادیار	استاد راهنما	
۳	خانم دکتر فریده طباطبایی	استادیار	استاد مشاور	
۴	آقای دکتر هاشم پورآذرنگ	استاد	استاد مدعو	
۵	خانم دکتر فخری شهیدی	استاد	استاد مدعو	
۶	آقای دکتر امیرحسین الهامی	استادیار	استاد مدعو	
۷	آقای دکتر مهدی کریمی	استادیار	استاد مدعو	

اظهار نامه

عنوان رساله: استفاده از امواج فرا صوت در تولید امولسیون و ریزپوشانی ترکیبات مؤثره روغن هل (cardamom oil)

اینجانب **مسعود نجف نجفی** دانشجوی دوره دکتری رشته **علوم و صنایع غذایی** دانشکده کشاورزی دانشگاه فردوسی مشهد نویسنده رساله **"استفاده از امواج فرا صوت در تولید امولسیون و ریزپوشانی ترکیبات مؤثره روغن هل (cardamom oil)"** تحت راهنمایی آقایان **دکتر مرتضوی** و **دکتر کدخدایی** متعهد می شوم:

- تحقیقات در این رساله توسط اینجانب انجام شده و از صحت و اصالت برخوردار است.
- در استفاده از نتایج پژوهشهای محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است.
- مطالب مندرج در این رساله تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی به جایی ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه فردوسی مشهد است و مقالات مستخرج با نام "دانشگاه فردوسی مشهد" و یا "Ferdowsi University of Mashhad" به چاپ خواهد رسید.
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی رساله تاثیرگذار بوده اند در مقالات مستخرج از آن رعایت شده است.
- در کلیه مراحل انجام این رساله، در مواردی که از موجود زنده (یا بافتهای آنها) استفاده شده، ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است.
- در کلیه مراحل انجام این رساله، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده، اصل رازداری، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است.

تاریخ: ۸۹/۶/۱۵

امضای دانشجو : مسعود نجف نجفی

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج، برنامه های رایانه‌ای، نرم افزارها و تجهیزات ساخته شده) متعلق به دانشگاه فردوسی مشهد است. این مطالب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود.
- استفاده از اطلاعات و نتایج این رساله بدون ذکر مرجع مجاز نیست.

چکیده

هدف از انجام این پژوهش ریزپوشانی روغن هل با استفاده از دو روش خشک کردن پاششی و انجمادی بود. به این منظور امولسیون آب در روغن حاوی ۵٪ وزنی ماده خشک روغن هل در محلول آبی حاوی ۱۰، ۲۰ و ۳۰٪ HiCap 100 و SMP با کمک امواج فراصوت تهیه شد و ویژگی های کیفی آن نظیر قطر متوسط قطرات و توزیع اندازه آن ها، شاخص بس پاشیدگی، گرانروی و رفتار جریان به عنوان تابعی از نسبت ماده دیواره مورد بررسی قرار گرفت. همچنین تأثیر این پارامتر ها بر خصوصیات ریزکپسول های حاصل از دو روش خشک کردن نظیر اندازه ذرات، مقدار روغن باقی مانده، روغن سطحی، راندمان ریزپوشانی، سرعت و مکانیسم رهایش در شرایط دمایی و رطوبتی مختلف و نیز بر شاخص های کیفی امولسیون بازسازی شده مورد سنجش قرار گرفت. افزون بر این تأثیر برهم کنش میان HiCap 100 و سورفکتانت غیر یونی Tween 80 بر خصوصیات امولسیون و ریزکپسول های حاصل از خشک کردن پاششی آن نیز بررسی گردید . نتایج آزمایشات نشان داد که امولسیون های حاوی HiCap 100 دارای قطر متوسط کوچک تر، شاخص بس پاشیدگی کمتر و منحنی توزیع اندازه ذرات تیزتر و باریک تری نسبت به نمونه های حاوی SMP بودند . کلیه امولسیون ها رفتار غیرنیوتونی روان شونده با برش داشتند؛ به طوری که افزایش غلظت فاز پیوسته باعث کاهش شاخص رفتار جریان و افزایش ضریب قوام آنها گردید . همچنین مشخص گردید که با افزایش غلظت سورفاکتانت تا ۱٪، اندازه قطرات و شاخص بس پاشیدگی نمونه های امولسیون کاهش و پس از آن افزایش یافت. علاوه بر این، افزایش معنی داری در گرانروی و رفتار روان شوندگی با برش امولسیون ه ا نیز در این محدوده از غلظت سورفاکتانت مشاهده گردید، که نشان دهنده تأثیر برهم کنش Hi-Cap 100 و Tween 80 بر ویژگی های کیفی امولسیون بود. مقایسه ریزکپسول ها دلالت بر این داشت که پودرهای حاوی ۳۰٪ HiCap 100 از قابلیت بالاتری در نگهداری ۱و۸ سینئول به عنوان شاخ ص رهایش روغن هل نسبت به غلظت های پایین تر و نمونه های دارای SMP برخوردار بودند و در طول ۶ هفته نگهداری در دمای ۲۵ °C نیمه عمر بیشتری داشتند. بررسی تأثیر دما و رطوبت نسبی بر سرعت رهایش ۱و۸ سینئول نیز مشخص کرد که در فعالیت های آبی ۰/۴۵ و ۰/۶۰ و در کلیه دماهای مورد مطالعه نمونه های حاصل از خشک کن پاششی دارای سرعت رهایش کمتری نسبت به نمونه های تهیه شده با خشک کن انجمادی بودند . این موضوع در مورد نمونه های نگهداری شده در فعالیت آبی ۰/۷۵ و دماهای ۱۰ و ۲۵ °C نیز صادق بود، ولی در مورد نمونه های حاصل از خشک کن انجمادی که در دمای ۵۰°C نگهداری شده بودند قابلیت استناد نداشت. این تغییرات به تأثیر دمای گذار شیشه ای دیواره ریزکپسول ها بر ساختار آن مربوط دانسته شد که با مشاهدات میکروسکوپی نیز مورد تأیید قرار گرفت.

کلمات کلیدی: روغن هل - امولسیون - ریزپوشانی - امواج فراصوت- رهایش.

فهرست مطالب

عنوان صفحه

فصل اول ۱

مقدمه ۱

۱-۱- اهمیت و ضرورت تحقیق ۱

۱-۲- روش تحقیق ۶

۱-۳- اهداف تحقیق ۶

فصل دوم ۹

بررسی منابع ۹

۲-۱- مقدمه ۹

۲-۲- امولسیون ها ۱۳

۲-۲-۱- اجزای تشکیل دهنده امولسیون ها ۱۳

۲-۲-۱-۱- روغن ها و چربی ها ۱۳

۲-۲-۱-۲- آب ۱۵

۲-۲-۱-۳- امولسیفایرها ۱۷

۲-۲-۲- روش های تشکیل امولسیون ۲۰

۲-۲-۳- رئولوژی امولسیون ۲۳

۲-۲-۳-۱- عوامل مؤثر بر رئولوژی امولسیون ۲۴

۲-۲-۳-۱-۱- جزء حجمی فاز پراکنده (φ) یا غلظت قطرات ۲۴

۲-۲-۳-۱-۲- خصوصیات رئولوژیکی اجزاء تشکیل دهنده ۲۵

۲-۲-۳-۱-۳- اندازه ذرات ۲۶

۲-۲-۴- برهم کنش‌های ملکولی ۲۷

۲-۲-۴-۱- برهم‌کنش‌های کلوئیدی ۲۸

۲-۲-۴-۲- بر هم کنش‌ه‌ای فضایی ۲۹
۲-۲-۴-۳- برهم کنش های نقصانی ۳۰
۲-۲-۵- پایداری امولسیون ها ۳۱
۲-۳- رنج کپسول‌ها ۳۳
۲-۴- شکل رنج کپسول‌ها ۳۴
۲-۵- مزایای رنج‌پوشانی ۳۵
۲-۶- انواع اجزای غذایی رنج‌پوشانی شده ۳۶
۲-۷- ترکیبات مورد استفاده در سیستم ریزپوشانی ۳۶
۲-۷-۱- کربوهیدرات‌ها ۳۹
۲-۷-۱-۱- آلژینات ۴۰
۲-۷-۱-۲- کاراگینان ۴۱
۲-۷-۱-۳- نشاسته ۴۳
۲-۷-۱-۴- مالتودکسترین ۴۴
۲-۷-۱-۵- صمغ‌ها ۴۶
۲-۷-۱-۶- پکتین ۴۸
۲-۷-۲- پروتئین‌ها ۴۹
۲-۷-۲-۱- ژلاتین ۵۰
۲-۷-۲-۲- پروتئین‌های آب پنیر ۵۱
۲-۸- روش‌های رنج‌پوشانی ۵۲
۲-۸-۱- فرآیندهای فیزیکوشیمیایی ۵۳
۲-۸-۱-۱- کوسرواسیون ۵۳
کوسرواسیون مرکب ۵۵
۲-۸-۱-۲- رنج‌پوشانی در گویچه‌های آلژینات ۵۷
۲-۸-۱-۳- رنج‌پوشانی با استفاده از سیالات فوق بحرانی ۵۷
انبساط سریع محلول فوق بحرانی ۵۸

فرآیند آنتی حلال گازی ۵۹
جدایش ذرات از محلول با دیسپرسیون اشباع گاز (PGSS) ۶۰
۲-۸-۱-۴- به دام اندازی لیپوزومی ۶۰
۲-۸-۱-۵- درون گذاری مولکولی ۶۳
۲-۸-۱-۶- هم تبلوری ۶۵
۲-۸-۲- روش‌های شیمیایی ۶۶
۲-۸-۲-۱- پایدار سازی بین سطحی و خارج غشایی ۶۶
۲-۸-۳- فرآیندهای فیزیکومکانیکی ۶۶
۲-۸-۳-۱- اکستروژن ۶۶
۲-۸-۳-۲- خشک کردن پاششی ۶۹
۲-۸-۳-۳- خشک کردن انجمادی ۷۳
۲-۸-۳-۴- خنک کردن و سرد کردن پاششی ۷۴
۲-۸-۳-۵- فناوری بستر سیال ۷۵
۲-۸-۳-۶- صفحه دوار ۷۷

فصل سوم ۸۳
مواد و روش‌ها ۸۳
۳-۱- مواد شیمیایی ۸۳
۳-۲- روش ها ۸۳
۳-۲-۱- تهیه سوسپانسیون های کلوئیدی ۸۳
۳-۲-۲- تهیه امولسیون ۸۴
۳-۲-۳- اندازه گیری قطر قطرات و شاخص بس پاشیدگی ۸۵
۳-۲-۴- تعیین گرانروی ظاهری و رفتار جریان امولسیون ۸۶
۳-۲-۵- بررسی تأثیر امواج فراصوت بر گروه های ساختاری مواد دیواره ۸۶
۳-۳- تهیه رنگ کپسول ۸۷

۳-۳-۱- اندازه گیری اندازه ذرات پودر ۸۸
۳-۴- آزمایشات مربوط به رنی کپسول ها ۸۸
۳-۴-۱- تعیین مقدار روغن سطحی ۸۸
۳-۴-۲- تعیین مقدار روغن داخل کپسول ۸۹
۳-۴-۳- تعیین سرعت رهایش ۱و۸ سرتئول و لیکوئید ۸۹
۳-۴-۴- راندمان رنی پوشانی ۹۰
۳-۴-۵- اندازه گیری رطوبت ۹۰
۳-۴-۶- رهایش ۱و۸ سرتئول از رنی کپسول ها در دما و رطوبت معین ۹۰
۳-۴-۷- اندازه گیری دمای گذار شیشه ای ۹۱
۳-۴-۸- عکس برداری با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ۹۲
۳-۵- محاسبات آماری ۹۲
فصل چهارم ۹۳
نتایج و بحث ۹۳
۴-۱- خصوصیات امولسیون روغن هل ۹۳
۴-۱-۱- توزیع اندازه قطرات امولسیون و تأثیر متغیرها بر آن ۹۳
۴-۱-۱-۱- تأثیر نوع و غلظت ماده دیواره بر توزیع اندازه قطرات ۹۳
۴-۱-۱-۲- تأثیر غلظت سورفکتانت بر توزیع اندازه قطرات ۹۹
۴-۱-۲- خصوصیات رئولوژیکی روغن هل ۱۰۳
۴-۱-۲-۱- تأثیر نوع و غلظت ماده دیواره بر رفتار جریان ۱۰۳
۴-۱-۲-۲- تأثیر نوع و غلظت ماده دیواره بر گرانروی ۱۰۶
۴-۱-۲-۳- تأثیر غلظت سورفکتانت بر خصوصیات رئولوژیکی امولسیون ۱۰۸
۴-۱-۲-۴- تأثیر غلظت سورفکتانت بر گرانروی ۱۱۲
۴-۱-۳- تأثیر امواج فراصوت بر ساختار امولسیون ۱۱۳
۴-۲- بررسی خصوصیات رنی کپسول ها ۱۱۵
۴-۲-۱- تأثیر غلظت دیواره بر مقدار ۱و۸ سرتئول باقی مانده در رنی کپسو ل ها ۱۱۵

۴-۲-۲- تأثیر نوع ماده دیواره بر مقدار ۱و۸ سینئول باقی مانده در رینکپسو ل ها ۱۱۷
۴-۲-۳- تأثیر اندازه و سطح مخصوص پودرهای تولیدی بر مقدار ۱و۸ سینئول باقی مانده ۱۲۰
۴-۲-۴- تأثیر روش خشک کردن بر مقدار ۱و۸ سینئول باقی مانده در رینکپسو ل ها ۱۲۱
۴-۲-۵- کینتیک امولسیون بازسازی شده با رینکپسول ها ۱۲۲
۴-۲-۶- تأثیر عوامل مختلف بر میزان روغن سطحی رینکپسو ل ها ۱۲۷
۴-۲-۷- میزان رطوبت رینکپسول ها ۱۲۹
۴-۲-۸- تأثیر غلظت سورفکتانت برخصوصیات رینکپسول و راندمان رینپوشانی ۱۳۰
۴-۲-۷- تأثیر نوع و غلظت ماده دیواره بر خروج ۱و۸ سینئول و لیمونن در مدت زمان نگهداری ۱۳۲
۴-۲- ۸- بررسی رینساختار رینکپسول ها ۱۳۸
۴-۳- تأثیر رطوبت نسبی و دما بر رهایش ۱و۸ سینئول از پودرها ۱۴۲
۴-۴- تحلیل سرعت رهایش با معادله آورامی ۱۵۰
۴-۵- رابطه بین دمای گذار شیشه ای و رطوبت نسبی ۱۵۸
۴-۶- نتیجه گیری نهایی ۱۶۰
۴-۷- پیشنهادات ۱۶۴
مراجع ..... Error! Bookmark not defined.

فهرست اشکال

عنوان صفحه

شکل ۱-۱- روند تکنولوژی های رنگرزی پوشاک ۵

شکل ۲-۱- طرح واره یک رنگ کپسول و یک رنگ کره حاوی ترکیبات مولد طعم و بو ۱۲

شکل ۲-۲- آرایش های ساختمانی مختلف سورفکتانت ها در فاز پیوسته (منبع: مک کلمنتس، ۲۰۰۵) ۱۹

شکل ۲-۳- آرایش های ساختمانی مختلف ملکول ها در امولسیون های غذایی (منبع: مک کلمنتس، ۲۰۰۵) ۲۷

شکل ۲-۴- نقش ذرات کلوئیدی در برهم کنش نقصانی قطرات (منبع: مک کلمنتس، ۲۰۰۵). ۳۰

شکل ۲-۵- مکانیسم های مختلف ناپایداری امولسیون ها (منبع: مک کلمنتس، ۲۰۰۵). ۳۲

شکل ۲-۶- ساختمان رنگ کپسول ۳۳

شکل ۲-۷- انواع اشکال رنگ کپسول‌ها ۳۵

شکل ۲-۸- ساختمان کلی آلژینات‌ها ۴۰

شکل ۲-۹- ساختمان دی ساکاریدهای موجود در زنجیره پلیمری کاراگینان ۴۲

شکل ۲-۱۰- ساختار شیمیایی صمغ عربی ۴۸

شکل ۲-۱۱- ساختار شیمیایی پکتین ۴۹

شکل ۲-۱۲ - نمودار فرآیند رنگرزی پوشاک ترکیبات مولد عطر و طعم ۵۴

شکل ۲-۱۳- اساس فرآیند کوسرواسیون ۵۶

شکل ۲-۱۴- رنگرزی پوشاک به روش انبساط سریع سیال فوق بحرانی ۵۹

شکل ۲-۱۵- طرح واره غشای جفت لایه (A) و رنگ کپسول لیپوزومی (B) ۶۲

شکل ۲-۱۶- ساختمان مولکولی (الف) و فضایی (ب) بتا سیکلودکسترین ۶۴

شکل ۲-۱۷- طرح فرآیند اکستروژن به روش لوله مویین هم محور ۶۸

شکل ۲-۱۸- طرح واره فرآیند رنگرزی پوشاک به روش خشک کردن پاششی ۷۰

شکل ۲-۱۹- طرح واره رنگرزی پوشاک با فناوری بستر سیال: (A) پاشش از بالا، (B) پاشش از پایین، (C) پاشش زاویه دار ۷۶

شکل ۲-۲۰- طرح واره رنگرزی پوشاک به روش صفحه دوار ۷۸

شکل ۲-۲۱- نمودار رهایش تأخیری و پایدار محتویات ریزکپسول‌ها..... ۸۰

شکل ۴-۱- توزیع اندازه ذرات در امولسیون های دارای غلظت های مختلف (۱۰، ۲۰ و ۳۰٪ به ترتیب الف، ب و ج) HICAP100 (توپر) و SMP (توخالی)..... ۹۵

شکل۴-۲- تأثیر غلظت فاز پیوسته (۱۰٪ ■، ۲۰٪ ○ و ۳۰٪ ▲) بر توزیع اندازه ذرات امولسیون های تشکیل شده با SMP (الف) و HICAP 100 (ب)..... ۹۸

شکل ۴-۳- تغییرات قطر متوسط قطرات امولسیون تشکیل شده با ۳۰٪ HICAP 100 در مقابل غلظت های مختلف سورفکتانت..... ۱۰۲

شکل۴-۴- توزیع اندازه ذرات امولسیون های تشکیل شده با ۳۰٪ HICAP 100 و غلظت های مختلف سورفکتانت..... ۱۰۳

شکل ۴-۵- تأثیر سرعت برشی بر گرانروی ظاهری امولسیون های حاوی غلظت های مختلف (۱۰ تا ۳۰٪) HICAP 100 (الف تا ج) و SMP (د تا و). غلظت پیوسته‌ها از بالا به پایین افزایش می یابد..... ۱۰۹

شکل ۴-۶- اثر سرعت برشی بر گرانروی ظاهری امولسیون های حاوی غلظت های مختلف سورفکتانت..... ۱۱۳

شکل ۴-۷- طیف زیر قرمز تبدیل فوریه برای محلول های اولیه و فراصوت داده شده (الف) SMP و (ب) HICAP 100. ..... ۱۱۴

شکل ۴-۸- تأثیر مقدار ، نوع ماده دیواره (الف: SMP، ب: HICAP 100) و روش خشک کردن (خشک کردن انجمادی : توپر و خشک کردن پاششی : توخالی) بر مقدار ۱و۸ سینئول باقی مانده در ریزکپسول ها..... ۱۱۷

شکل ۴-۹- مقایسه توزیع اندازه ذرات امولسیون های تازه (□) و بازسازی شده با پودر حاصل از خشک کن پاششی (●) و خشک کن انجمادی (○) حاوی غلظت های مختلف (۱۰، ۲۰ و ۳۰٪ به ترتیب الف، ب و ج) SMP ۱۲۵

شکل ۴-۱۰- مقایسه توزیع اندازه ذرات امولسیون های تازه (□) و بازسازی شده با پودر حاصل از خشک کن پاششی (●) و خشک کن انجمادی (○) حاوی غلظت های مختلف (۱۰، ۲۰ و ۳۰٪ به ترتیب الف، ب و ج) HICAP 100 . .....۱۲۶

شکل۴-۱۱- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (× ۵۰۰۰) ریزکپسول های به دست آمده از خشک کردن پاششی امولسیون روغن هل در آب، الف: ۳۰٪ HI-CAP 100 و ۰٪ TWEEN 80؛ ب: ۳۰٪ HI-CAP 100 و ۰/۵٪ TWEEN 80. ..... ۱۳۱

شکل ۴-۱۲- تأثیر غلظت ماده دیواره (۱۰٪ ○، ۲۰٪ □ و ۳۰٪ ◊) و روش خشک کردن (خشک کردن پاششی: توپر و خشک کردن انجمادی : توخالی) بر مقدار ۱و۸ سینئول باقی مانده در ریزکپسول های تهیه‌شده با HICAP 100 (الف) و SMP (ب) در طول ۶ هفته نگهداری در دمای $25\ ^{\circ}C$ ۱۳۵

شکل ۴-۱۳- تأثیر غلظت ماده دیواره (۱۰٪ ○، ۲۰٪ □ و ۳۰٪ ◊) و روش خشک کردن (خشک کردن پاششی: توپر و خشک کردن انجمادی : توخالی) بر مقدار لیمونن باقی مانده در ریزکپسول های تهیه‌شده با HICAP 100 (الف) و SMP (ب) در طول ۶ هفته نگهداری در دمای $25\ ^{\circ}C$ ۱۳۶

شکل ۴-۱۴- مقایسه بین داده های آزمایشی و پیش بینی شده برای مقدار ۱و۸ سینئول باقی مانده در ریزکپسول های تهیه‌ شده با دیواره های متفاوت (الف : HICAP 100 و ب : SMP)..... ۱۳۷

شکل ۴-۱۵- ریزساختار (× ۲۰۰۰) ریزکپسول های تهیه شده با ۲۰ درصد HICAP 100 (الف) و SMP (ب) به روش خشک کردن انجمادی (حفره : H). ۱۴۰

شکل ۴-۱۶- ریزساختار (× ۲۰۰۰) ریزکپسول های تهیه شده با غلظت های مختلف (۱۰ تا ۳۰٪) SMP (الف تا ج) و HICAP 100 (د تا و) با روش خشک کردن پاششی (W:چروکیدگی، D: دندانه و H: حفره). غلظت از پایین به بالا زیاد می شود. ۱۴۱

شکل ۴-۱۷- تأثیر رطوبت نسبی (۴۵ ▲، ۶۰□ و ۷۵٪○) بر رهایش ۱۸ ریبوفلاوین از ریزکپسول های تولید شده با ۳۰٪ HICAP 100 (توپر) و SMP (توخالی) به دو روش خشک کردن پاششی (الف) و خشک کردن انجمادی (ب) در دمای ۱۰ درجه سانتی گراد. ۱۴۳

شکل ۴-۱۸- تأثیر رطوبت نسبی (۴۵ ▲، ۶۰□ و ۷۵٪○) بر رهایش ۱۸ ریبوفلاوین از ریزکپسول های تولید شده با ۳۰٪ HICAP 100 (توپر) و SMP (توخالی) به دو روش خشک کردن پاششی (الف) و خشک کردن انجمادی (ب) در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد. ۱۴۴

شکل ۴-۱۹- تأثیر رطوبت نسبی (۴۵ ▲، ۶۰□ و ۷۵٪○) بر رهایش ۱۸ ریبوفلاوین از ریزکپسول های تولید شده با ۳۰٪ HICAP 100 (توپر) و SMP (توخالی) به دو روش خشک کردن پاششی (الف) و خشک کردن انجمادی (ب) در دمای ۵۰ درجه سانتی گراد. ۱۴۵

شکل ۴-۲۰- ریزساختار (× ۵۰۰۰) ریزکپسول های تهیه شده با ۳۰ درصد HICAP 100 (الف) و SMP (ب) به روش خشک کردن پاششی بعد از ۲ روز نگهداری در دمای ۵۰ درجه سانتی گراد و رطوبت نسبی ۷۵٪. ۱۴۶

شکل۴-۲۱- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (× ۵۰۰۰) ریزکپسول های تهیه شده به روش خشک کردن پاششی بعد از ۶ روز نگهداری در دمای ۱۰ درجه سانتی گراد و رطوبت نسبی ۷۵٪ ، الف: ۳۰٪ HICAP 100 ؛ ب: SMP. ۱۴۷

شکل ۴-۲۲- ریزساختار (× ۳۰۰۰) ریزکپسول های تهیه شده با ۳۰ درصد HICAP 100 (الف) و SMP (ب) با روش خشک کردن انجمادی بعد از ۲ روز نگهداری در دمای ۵۰ درجه سانتی گراد و رطوبت نسبی ۷۵٪ (حفره : H). ۱۴۹

شکل ۴-۲۳- تأثیر فعالیت آبی بر عدد N و ثابت سرعت رهایش (K) ریزکپسول در دمای ۱۰ درجه سانتی گراد. ◊، HICAP 100 و خشک کن انجمادی؛ □، HICAP 100 و خشک کن پاششی؛ Δ SMP و خشک کن انجمادی؛ ○، SMP و خشک کن پاششی. ۱۵۱

شکل ۴-۲۴- تأثیر فعالیت آبی بر عدد N و ثابت سرعت رهایش (K) ریزکپسول ها در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد. ◊، HICAP 100 و خشک کن انجمادی؛ □، HICAP 100 و خشک کن پاششی؛ Δ SMP و خشک کن انجمادی؛ ○، SMP و خشک کن پاششی. ۱۵۲

شکل ۴-۲۵- تأثیر فعالیت آبی بر عدد N و ثابت سرعت رهایش (K) ریزکپسول ها در دمای ۵۰ درجه سانتی گراد. ◊، HICAP 100 و خشک کن انجمادی؛ □، HICAP 100 و خشک کن پاششی؛ Δ SMP و خشک کن انجمادی؛ ○، SMP و خشک کن پاششی. ۱۵۳

شکل ۴-۲۶- نمایش روند رهایش ۱و۸ ریبوفلاوین بر اساس معادله آورامی در دمای ۱۰ درجه سانتی گراد و رطوبت نسبی های ۴۵ (الف)، ۶۰ (ب) و ۷۵٪ (ج). خشک کن انجمادی ○ و خشک کن پاششی □. (HICAP 100 توخالی و SMP توپر). ۱۵۴

شکل ۴-۲۷- نمایش روند رهایش ۱و۸ سینئول بر اساس معادله آورامی در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد و رطوبت نسبی های ۴۵ (الف)، ۶۰ (ب) و ۷۵٪ (ج). خشک کن انجمادی ○ و خشک کن پاششی □. (HICAP 100 توخالی و SMP توپر). ۱۵۵

شکل ۴-۲۸- نمایش روند رهایش ۱و۸ سینئول بر اساس معادله آورامی در دمای ۵۰ درجه سانتی گراد و رطوبت نسبی های ۴۵ (الف)، ۶۰ (ب) و ۷۵٪ (ج). خشک کن انجمادی ○ و خشک کن پاششی □. (HICAP 100 توخالی و SMP توپر). ۱۵۶

شکل ۴-۲۹- تأثیر رطوبت نسبی بر دمای انتقال شیشه ای رنی کپسول های ته‌ی شده با HICAP 100، □ و SMP، ○.....۱۵۹

فهرست جداول

عنوان صفحه

جدول ۱-۱- ترکیبات اصلی روغن هل ۳

جدول ۲-۱- خصوصیات فرآیندهای ریزپوشانی ۱۲

جدول ۲-۲- عدد HLB سورفکتانت های رایج در تهیه امولسیون های غذایی ۲۰

جدول ۲-۳- سرعت های مختلف تنش برشی در برخی فرآیندهای تولید امولسیون های غذایی ۲۴

جدول۲-۴- انواع اجزای غذایی که ریزپوشانی می شوند. ۳۷

جدول ۲-۵- خصوصیات مواد دیواره مورد استفاده برای ریزپوشانی ترکیبات مولد طعم وبو ۳۸

جدول ۲-۶- مواد پوشش دهنده مورد استفاده در ریزپوشانی مواد غذایی. ۳۹

جدول ۲-۷- ترکیب شیمیایی صمغ عربی. ۴۸

جدول ۲-۸- روش‌های متفاوت ریزپوشانی ۵۳

جدول۲-۹- مزایاو معایب استفاده از خشک کن پاششی ۷۰

جدول ۲-۱۰- فرایندهای میکروانکپسولاسیون با دامنه نسبی اندازه ذرات. ۷۹

جدول ۴-۱- متوسط قطر قطرات و شاخص بس پاشیدگی امولسیون های تثبیت شده با غلظت های مختلف HICAP 100 و SMP ۹۹

جدول۴-۲- تأثیر غلظت سورفکتانت بر قطر متوسط قطرات و شاخص بس پاشیدگی امولسیون تثبیت شده با ۳۰٪ HICAP 100. ..... ۱۰۲

جدول ۴-۳- شاخص های رفتار جریان (N)، ضریب قوام (K) و ضریب تعیین برای محلول اولئیک محلول فراصوت داده شده و امولسیون های حاوی HICAP 100 و SMP در غلظت های مختلف. ۱۰۷

جدول ۴-۴- اثر غلظت سورفکتانت برشاخص های رفتار جریان (N)، ضریب قوام (K) و ضریب تعیین برای امولسیون های تثبیت شده با ۳۰٪ HICAP 100 ..... ۱۱۱

جدول ۴-۵- خصوصیات ریزکپسول های حاصل از خشک کن پاششی. ۱۲۱

جدول ۴-۶- تأثیر روش خشک کردن برخصوصیات ریزکپسول های تولیدی. ۱۲۳

جدول ۴-۷- مقایسه تأثیر غلظت، نوع ماده دیواره و روش خشک کردن بر متوسط قطر قطرات و شاخص بس پاشیدگی امولسیون های تازه و بازسازی شده. ۱۲۴

جدول ۴-۸- تأثیر غلظت TWEEN 80 بر راندمان رهایش و شاخص های کینتیکی امولسیون بازسازی شده با رهایش کپسول های حاصل از خشک کردن پاششی امولسیون تهیه شده با ۳۰٪ HICAP 100 ..... ۱۲۷

جدول ۴-۹- معادلات رگرسیون، ضریب تعیین و نیمه عمر ۱و۸ سینئول باقی مانده در رهایش کپسول های تهیه شده با غلظت های مختلف HICAP 100 و SMP ۱۳۳

جدول ۴-۱۰- معادلات رگرسیون، ضریب تعیین و عدد نیمه عمر برای مقدار لیمونن باقی مانده در رهایش کپسول های تهیه شده با غلظت های مختلف HICAP 100 و SMP ۱۳۴

جدول ۴-۱۱- ثابت سرعت رهایش (K) و عدد N معادله آورامی در شرایط مختلف ۱۵۷

فصل اول

مقدمه

۱-۱- اهمیت و ضرورت تحقیق

امروزه طیف وسیعی از ترکیبات تحت عنوان افزودنی با اهداف گوناگون در تهیه فرآورده های غذایی و فرآیندهای مختلف مورد استفاده قرار می گیرند. اهمیت این افزودنی ها به حدی است که بدون بهره گیری از آن ها، تولید و مصرف بسیاری از اقلام و فرآورده های غذایی تقریباً غیر ممکن می شود. طعم دهنده ها یکی از مهمترین افزوده های غذایی هستند که طعم، بو و رایحه خاصی به مواد غذایی می بخشند عطر و طعم یکی از ویژگی های مهم کیفی در محصولات مختلف غذایی به شمار می روند که نقش تعیین کننده ای در پذیرش آنها از سوی مصرف کننده دارند. به همین دلیل ترکیبات مولد عطر و طعم کاربرد وسیعی در صنایع غذایی از جمله صنایع تولید کیک وشیرینی، بستنی ها و دسرهای منجمد، تنقلات، نوشیدنی ها، صنایع شکلات سازی و .... دارند. بر این اساس استفاده از مواد مولد عطر و طعم طبیعی مانند اسانس های مختلف گیاهی و یا ترکیبات سنتزی، در فرآورده های غذایی از اهمیت بالا و جایگاه ویژه ای برخوردار است. دانه هل یکی از متداول ترین و مهمترین ادویه جات مورد مصرف در صنایع غذایی است که غالبا به صورت پودر

برای بهبود عطر و طعم بسیاری از فرآورده ها و محصولات بکار می رود . افزون بر این در بغضی از موارد اجزای مؤثره آن استخراج و به شکل اسانس، اولئو رزین و روغن مورد استفاده قرار می گیرد

هل که از آن به عنوان ملکه ادویه ها نام برده می شود، میوه خشک شده گیاه علفی چند ساله ای با نام علمی *Elletaria cardamomum* است که به خانواده Zinigiberaceae تعلق دارد (ماتهای، ۱۹۸۵). مقدار اسانس موجود در دانه هل بین ۶/۶ تا ۱۰/۶٪ متغیر است. روغن هل تجاری که با روش دی اکسید کربن فوق بحرانی استخراج می شود، معمولا دارای ۵۲ تا ۵۸٪ ترکیبات فرار می باشد (گویندارازان و همکاران، ۱۹۸۲). ترکیبات اصلی موجود در روغن هل که حدود ۸۰٪ کل ترکیبات فرار را در بر می گیرد شامل ۱و۸ سینئول، آلفا-ترپنیل استات و لیمونن می باشد (لوئیس و همکاران، ۱۹۸۲) (جدول ۱-۱). روغن هل، حساسیت فوق العاده زیادی به اکسیداسیون دارد و به سرعت تخریب شده و طعم و بوی نامطلوبی پیدا می کند (کریشنان و همکاران، ۲۰۰۵). لذا یافتن راه کارهایی که اولاً این ترکیب را در مقابل اکسیداسیون محافظت نماید و ثانیاً آزاد شدن آن را در زمان مورد نیاز و به صورت کنترل شده محقق نماید، اهمیت بسزایی دارد و نقطه عطفی در تولید، تجارت و نیز کاربرد ترکیبات مولد عطر وطعم در مواد غذایی و سایر فرآورده های غیر غذایی محسوب می شود.

ریزپوشانی یکی از مهمترین فرآیندهایی است که می تواند این اهداف را محقق سازد . در این روش اجزای جامد، مایع یا گاز که به آن ها ماده هسته نیز اطلاق می گردد، توسط مواد مختلفی که به آن ها دیواره یا ماتریکس می گویند، پوشانده می شوند . معمولا دیواره را به گونه ای می توان طراحی کرد که ریزکپسول‌ها محتویاتشان را با سرعت کنترل شده و تحت شرایط خاص آزاد نمایند (لی و همکاران، ۲۰۰۳).

جدول ۱-۱- ترکیبات اصلی روغن هل

Component	Total oil (%)
α- Pinene	1.5
β- Pinene	0.2
Sabinen	2.8
Myrcene	1.6
α- Phellandrene	0.2
Limonene	11.6
1,8- Cineole	36.3
Terpinene	0.7
Cymene	0.1
Terpinolene	0.5
Linalool	3.0
Linalyl acetate	2.5
Terpinene.4-ol	0.9
α- Terpineol	2.6
α- Terpinyl acetate	31.3
Citronellol	0.3
Nerol	0.5
Geraniol	0.5
Methyl eugenol	0.2
Trans nerolidol	2.7

امروزه در صنایع غذایی استفاده از فرآیند ریزپوشانی به دلایل مختلفی صورت می گیرد که مهمترین آن عبارتند از (چو و همکاران، ۲۰۰۰؛ کیربی، ۱۹۹۱) :

- حمل و نقل ساده (تبدیل روغن معطر مایع به پودری عاری از گرد و غبار با قابلیت حل شدن و بوی طبیعی تر)
- بهبود ماندگاری در محصول نهایی و هنگام فرآیند (کاهش تبخیر ، تجزیه یا واکن ش با سایر ترکیبات در ماده غذایی)
- بهبود ایمنی ماده غذایی (کاهش خطر اشتعال و حذف خطرات احتمالی حمل و نقل)
- آزاد سازی کنترل شده ترکیبات تولید کننده عطر و طعم

در مورد فروش سالانه مواد ایجاد کننده عطر و طعم اطلاعات دقیقی در دست نیست . در سال ۲۰۰۸، گردش مالی این صنایع حدود ۲۰/۵ بیلیون دلار تخمین زده شده است. بر اساس بر آورد اوبینک و شونمن (۲۰۰۳)، نیمی از این رقم مربوط به صنایع تولید کننده طعم دهنده ها می باشد. بین ۲۰ تا ۲۵ درصد مواد طعم دهنده نیز به شکل ریزپوشانی شده به فروش می رسند (۱/۴ و۱/۷ بیلیون دلار در سال ۲۰۰۱ و ۲ تا ۲/۵ بیلیون دلار در سال ۲۰۰۸). حدود ۸۰ تا ۹۰ درصد محصولات ریزپوشانی شده به روش خشک کردن پاششی، ۵ تا ۱۰ درصد به روش خنک کردن پاششی، ۲ تا ۳ درصد به کمک اکسترود کردن و حدود ۳ درصد با سایر روش ها تهیه می شوند (اوبینک و شونمن ۲۰۰۳؛ بهرزیو، ۲۰۰۸).

در گذشته ریزپوشانی برای پوشاندن طعم نامطلوب برخی از ترکیبات و همچنین برای تبدیل مواد مایع به جامد جهت تسهیل حمل و نقل و نگهداری آن ها استفاده می شد. اما در سال های اخیر رهایش کنترل شده مکانی یا زمانی اجزای ریزپوشانی شده مورد توجه قرار گرفته است. آزاد سازی اجزای مواد غذایی در مکان یا زمان معین، قابلیتی است که می تواند به وسیله ریز پوشانی تأمین شود . انتشار به موقع و هدفمند باعث افزایش اثر بخشی افزودنی های غذایی، گسترش دامنه کاربرد، اطمینان از تناسب مقدار مصرف و در نتیجه مقرون به صرفه شدن استفاده از افزودنی های مختلف از سوی تولید کنندگان مواد غذایی می شود. با کنترل دقیق ویژگی های رها سازی ، ریزپوشانی نه تنها یک روش با ارزش افزوده مناسب بشمار می رود، بلکه یک محصول جدید با خواص بی نظیر است.

علاقه رو به رشد محققین ومتخصصین صنایع غذایی به پتانسیل عظیم ریزپوشانی با رشد فزاینده تعداد مقالات (غیرعلمی، علمی و اختراع ات ثبت شده) به چاپ رسیده از اواسط سال ۱۹۵۰ تاکنون مشخص می گردد (شکل ۱-۱).

استفاده از مواد دیواره با خصوصیا ت و ویژگی های جدید و ترکیب کردن آن ها با یکدیگر به منظور بهبود و افزایش راندمان ریزپوشانی به همراه استفاده از فناوری های نوین از جمله مواردی است که در چند