



## تأثیر ریزپوشانی کردن بر ویژگی‌های اسانس پوست پرتقال حاصل از پسماندهای کارخانجات آب پرتقال

شهین زمردی<sup>۱\*</sup>، الهام آذرپژوه<sup>۲</sup> و پروین شرایی<sup>۲</sup>

تاریخ دریافت: ۴۰۰/۵/۳۱ تاریخ پذیرش: ۴۰۰/۱۰/۱۵

<sup>۱</sup> دانشیار پژوهشی، بخش تحقیقات فنی و مهندسی مرکز تحقیقات، آموزش کشاورزی و منابع طبیعی آذربایجان غربی، سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی، ارومیه، ایران  
<sup>۲</sup> دانشیار پژوهشی، بخش تحقیقات فنی و مهندسی مرکز تحقیقات، آموزش کشاورزی و منابع طبیعی خراسان رضوی، سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی، مشهد، ایران

\*مسئول مکاتبه: Email: s.zomorodi@areeo.ac.ir

### چکیده

**مقدمه:** اسانس پوست پرتقال که در صنایع مختلف به عنوان طعم دهنده استفاده می‌شود، به طور معمول دارای ثبات فیزیکی شیمیایی و حلالیت کمتری در آب است. در این تحقیق، تأثیر ریزپوشانی بر ویژگی‌های اسانس حاصل از پوست پرتقال رقم تامسون مورد بررسی قرار گرفت.

**مواد و روش‌ها:** ابتدا پوست پرتقال در دمای  $35^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۹ دقیقه تحت فراصوت در فرکانس ۲۰ کیلو هرتز، با شدت ۶۰٪ قرار گرفت. اسانس استخراج شده توسط دستگاه کلونجر با استفاده از محلول‌های تهیه شده از بتاسیکلودکستین و کازینات سدیم در غلظت‌های ۵ و ۱۰٪ در آب، به روش خشک کردن انجمادی ریزپوشانی شد. سپس راندمان تولید، رطوبت، اندازه قطر ذرات، دانسیته توده، دمای انتقال شیشه‌ای، ترکیبات فنلی و قدرت گیرندگی رادیکال آزاد، ریزساختار و سینتیک پایداری ریزکپسول‌ها تعیین شد.

**نتایج:** نتایج نشان داد که ویژگی‌های ریزکپسول‌های تهیه شده با دیواره بتاسیکلودکستین به جز دانسیته توده بالاتر از ویژگی ریزکپسول‌های تهیه شده با دیواره کازینات سدیم بود ( $p < 0.05$ ). رطوبت و راندمان ریزکپسول‌ها با افزایش غلظت بتاسیکلودکستین افزایش اما با افزایش غلظت کازینات سدیم کاهش یافت. با افزایش غلظت هر دو دیواره دانسیته توده افزایش و دمای انتقال شیشه‌ای و قدرت گیرندگی رادیکال آزاد کاهش یافت. نتایج حاصل از تعیین ریزساختار نشان داد که ریزکپسول‌های حاوی بتاسیکلودکستین به شکل کروی، دارای تورفتگی و خلل و فرج زیاد و ریزکپسول‌های حاوی کازینات سدیم دیواره‌ای نازک و یکنواخت بدون خلل و فرج بود. نتایج حاصل از بررسی پایداری ریزکپسول‌ها حاکی است که در طول نگهداری با افزایش رطوبت نسبی، مقدار DPPH افزایش و با افزایش دما از  $4^{\circ}\text{C}$  تا  $25^{\circ}\text{C}$  کاهش یافت.

**نتیجه‌گیری:** ریزکپسول‌های اسانس تهیه شده با دیواره بتاسیکلودکستین با غلظت ۱۰٪، دارای خصوصیات فیزیکی-شیمیایی بهتری نسبت به سایر دیواره‌ها بودند.

**واژگان کلیدی:** اسانس، پسماند فرآوری، پوست پرتقال، ریزپوشانی

## مقدمه

از زمان‌های قبل فعالیت آنتی‌اکسیدانی اسانس‌ها به اثبات رسیده است. اما در سال‌های اخیر افزایش علاقه‌مندی به توسعه فرآیند سبزرگایی سبب از سرگیری مطالعات و بررسی‌های علمی در ارتباط با این مواد شده است. از آنجا که پوست مرکبات از جمله پرتقال غنی از فلاون‌ها و پلی‌متوکسیلات‌ها و فیتوکمیکال‌ها است که در گیاهان دیگر بسیار نادر می‌باشد (گلابیان و رومیانی ۱۳۹۷). در نتیجه در سال‌های اخیر توجه ویژه به استفاده از پوست پرتقال شده است. اسانس پوست پرتقال از پسماندهای آب پرتقال توسط سانتریفیوژ و پرس سرد استخراج می‌شود و به دلیل کاربردهای گوناگون در صنایع غذایی، آرایشی و بهداشتی و دارویی، از ارزش اقتصادی بالایی برخوردار است. این ترکیبات عموماً غنی از اجزاء فعال و حساس (ترکیبات ضداکسایشی و ضد میکروبی) می‌باشد. از آنجایی که پایداری این ترکیبات در شرایط محیطی مختلف پایین است بنابراین، استفاده از روشی که بتواند این ترکیبات را در برابر عوامل محیطی حفظ نماید، دارای اهمیت ویژه‌ای می‌باشد. ریزپوشانی، یکی از روش‌های محافظت ترکیبات شیمیایی با فعالیت بیولوژیکی است. در سال‌های اخیر، تکنولوژی ریزپوشانی به دلیل کاربرد وسیع در صنایع دارویی، پزشکی، آرایشی، شیمیایی، کشاورزی و غذایی مورد توجه بسیاری از محققین بوده است. ریزپوشانی روشی است که یک یا چند نوع ماده، درون مواد یا سیستم دیگری حفظ یا کپسوله می‌شوند (آذرپژوه و همکاران ۲۰۱۹).

از آنجایی که فرآیند ریزپوشانی ترکیبات مؤثره تحت تاثیر مواد هسته، جنس دیواره و روش خشک کردن قرار می‌گیرد، انتظار می‌رود استفاده از مواد دیواره مناسب از جمله آلزینات سدیم و بتاسیکلودکسترین با روش خشک کردن مناسب (مانند خشک کردن انجمادی) به تولید ریزکپسول‌های پایدار منجر گردد.

بتاسیکلودکسترین از ۷ واحد D گلوکز منومر تشکیل شده که به وسیله پیوندهای آلفا ۱ به ۴ بهم متصل‌اند و شکلی شبیه یک مخروط تو خالی ایجاد می‌کند (معینی‌نیا و همکاران ۱۴۰۰). حفرات بتاسیکلودکسترین هیدروفوبیک یا آبگریز بوده و صفحات خارجی آن هیدروفیلیک یا آبدست می‌باشد. دیواره بتاسیکلودکسترین از مقاوم‌ترین دیواره‌ها برای حفاظت ماده در برابر اکسایش، حرارت و تبخیر می‌باشد (سالدانها دو کارمو و همکاران ۲۰۱۷).

بتا سیکلودکسترین با توجه به قیمت پایین و سازگاری بهتر با بدن انسان و واکنش‌های ساده‌تر نسبت به سایر سیکلودکسترین‌ها، بیشتر مورد توجه است. از مهم‌ترین کاربردهای بتاسیکلودکسترین در افزایش حلالیت ترکیبات نامحلول، انکپسولاسیون ترکیبات غذایی و دارویی است که موجب پایداری مواد حساس به نور یا اکسیژن، بهبود فعالیت شیمیایی هسته و ثبات بخشیدن به مواد خیلی فرار می‌شود (عرفانی و همکاران ۱۳۹۸).

کازئینات سدیم از مشتقات کازئین است که به طور صنعتی تهیه می‌شود و کاربردهای فراوانی در صنایع غذایی دارد. کازئینات می‌توانند با برهمکنش‌های مختلف شامل الکتروستاتیک، هیدروژنی و آب‌گریز، به پلی‌ساکاریدها متصل شوند، همچنین به مواد زیست فعال آب‌گریز مانند ویتامین‌های محلول در چربی و اسانس‌ها از طریق برهمکنش‌های آب‌گریز متصل شوند و آنها را محافظت کنند (عرفانی و همکاران ۱۳۹۸).

آذرپژوه و همکاران (۲۰۱۸) عصاره اتانول اسیدی شده ترکیبات زیست فعال پوست انار را به روش خشک کردن انجمادی با استفاده از مخلوط آلزینات کلسیم ۰/۱ درصد و مالتودکسترین در سطوح ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد و با نسبت عصاره به مواد دیواره ۱:۰/۵، ریزپوشانی کردند و نشان دادند با افزایش غلظت مالتودکسترین، عملکرد افزایش می‌یابد. آنها خاطر نشان کردند که پودر ریزپوشانی شده با ۱۵ درصد مالتودکسترین دارای بالاترین ترکیبات

و سایر مواد شیمیایی مورد نیاز با درجه خلوص تجزیه‌ای از شرکت مرک آلمان خریداری شدند.

**استخراج اسانس پرتقال به روش کلونجر- فراصوت**  
برای اعمال فراصوت، از دستگاه فراصوت ساخت شرکت هلشر آلمان مدل یوپی ۴۰۰ اس، با قدرت حداکثر ۴۰۰ وات در فرکانس ۲۰ کیلو هرتز و پروب از نوع H<sub>7</sub> از جنس تیتانیم با قطر ۷ میلی‌متر و طول ۱۰۰ میلی‌متر استفاده شد. برای هر آزمایش، دقیقاً ۱۰۰ گرم از پودر پوست پرتقال با ۱۰۰۰ میلی‌لیتر آب مخلوط و در دمای ۳۵ °C به مدت ۱۹ دقیقه تحت فراصوت با شدت ۶۰٪ قرار داده شد. سپس به دستگاه اسانس‌گیر (کلونجر) منتقل و عمل اسانس‌گیری انجام شد. عمل تقطیر به مدت ۶ ساعت انجام گرفت. پس از اتمام اسانس‌گیری، اسانس در شیشه رنگی تا زمان استفاده در فریزر (دمای °C -۱۸) نگهداری شد.

#### تهیه ریزکپسول‌ها

برای ریزپوشانی کردن، از کازئینات سدیم و بتاسیکلودکسترتین در غلظت‌های ۵ و ۱۰٪ استفاده شد. این مواد ابتدا در آب مقطر در دمای محیط حل و برای کامل شدن فرآیند هیدراتاسیون به مدت ۲۴ ساعت در یخچال نگهداری شدند. اسانس استخراج شده از پوست پرتقال با مواد دیواره به نسبت ۱:۰/۵ (عصاره به دیواره) مخلوط و به منظور یکنواخت شدن به مدت ۳۰ دقیقه با همزن مغناطیسی هم‌زده شد. محلول به‌دست آمده به مدت ۱۹ ساعت در فریزر با دمای °C -۷۰ نگهداری و پس از آن به خشک‌کن انجمادی (اوپرون FDB -۵۵، کره) منتقل شد. نمونه‌ها در خشک‌کن انجمادی در دمای °C -۵۵ با فشار ۰/۱۵ میلی‌متر جیوه خشک شدند (آذرپژوه و همکاران ۲۰۱۸).

#### روش‌های آزمایش

##### تعیین راندمان ریزپوشانی

راندمان تولید ریزکپسول‌ها با استفاده از درصد نسبت جرم کل کپسول‌های به‌دست آمده بر جرم کل مواد جامد

فنولی، آنتوسیانین کل، ظرفیت آنتی‌اکسیدان و DPPH و کمترین دمای انتقال شیشه‌ای است. زمردی و همکاران (۱۳۹۹) تأثیر ریزپوشانی کردن بر ویژگی‌های کمی و کیفی ترکیبات زیست فعال عصاره استخراج شده از تفاله انگور رقم رشه سردشت بررسی کردند. عصاره تفاله انگور قرمز با استفاده از مخلوط آلژینات کلسیم ۰/۱ درصد و مالتودکسترتین در غلظت‌های ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد به روش خشک کردن انجمادی ریزپوشانی کردند. نتایج تجزیه آماری داده‌ها نشان می‌دهد با افزایش غلظت مواد دیواره، راندمان تولید، رطوبت، دانسیته توده و قطر متوسط ذرات ریزکپسول‌ها، افزایش می‌یابد. دمای انتقال شیشه‌ای تمام ریزکپسول‌ها از دمای محیط بیشتر است. پودر ریزپوشانی شده با ۱۵ درصد مالتودکسترتین دارای بالاترین ترکیبات فنلی، FRAP و DPPH و دمای انتقال شیشه‌ای است.

هدف از این پژوهش تولید ریزکپسول‌های اسانس پوست پرتقال استخراج شده از رقم تامسون با دیواره‌های کازئینات سدیم و بتاسیکلودکسترتین با روش خشک کردن انجمادی و بررسی ویژگی‌های کمی و کیفی آن می‌باشد.

#### مواد و روش‌ها

پرتقال رقم تامپسون از باغی در حومه شهرستان ساری در مهر ماه سال ۱۳۹۶ تهیه گردید. میوه‌ها پس از انتقال به آزمایشگاه شستشو و پوست‌گیری شد. قسمت دارای اسانس<sup>۱</sup> از قسمت سفید رنگ فاقد اسانس<sup>۲</sup> از پوست پرتقال جدا شد و در دمای محیط در سایه خشک گردید. سپس آسیاب و از الک با مش ۴۲۵ میکرون عبور داده شد. پودر به‌دست آمده در فیلم پلی‌اتیلن با دانسیته پایین با ضخامت ۱۴۰ میکرون بسته‌بندی و تا شروع آزمایش‌ها در دمای °C -۱۸ نگهداری شد.

بتاسیکلودکسترتین با درجه خلوص ۹۷٪ و کازئینات سدیم با درجه خلوص ۹۹٪، از شرکت سیگما-آلدریچ

<sup>2</sup> Albedo

<sup>1</sup> Flavedo

### تعیین ترکیبات فنلی

برای تعیین ترکیبات فنلی، از روش فولین فنل سیوکالتو استفاده شد. مقدار جذب نمونه‌ها در طول موج ۷۶۵ نانومتر قرائت شد. منحنی کالیبراسیون اسید گالیک در غلظت محدوده ۰/۴۰-۰/۰۴ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر در متانول تهیه شد. رابطه برازشی زیر با ضریب تبیین ۰/۹۹ به دست آمد:

$$Y=1.0776X^2+0.2644X+0.0099$$

که X جذب خوانده شده در طول موج ۷۶۵ نانومتر و Y مقدار ترکیبات فنلی بر حسب میلی‌گرم بر میلی‌لیتر است.

### تعیین فعالیت آنتی‌اکسیدانی

فعالیت آنتی‌اکسیدانی نمونه‌ها نیز با استفاده از آزمون DPPH اندازه‌گیری شد. آلفاتوکوفرول و اسید اسکوربیک نیز به عنوان کنترل مثبت استفاده شد. درصد DPPH از فرمول زیر محاسبه شد که در آن AS جذب محلول نمونه و ADPPH جذب محلول DPPH در طول موج ۵۱۲ نانومتر است (شرایعی و همکاران ۲۰۱۹).  

$$DPPH\% = [(ADPPH - AS)/ADPPH] \times 100$$

### تعیین ریزساختار ریزکپسول‌ها

برای مشاهده ریزساختار ریزکپسول‌های تهیه شده، از میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۴</sup> (LEO 1450، آلمان) استفاده شد. بدین منظور، مقدار کمی از نمونه به طور کاملاً تصادفی بر روی صفحه مخصوص قرار گرفت. سپس نمونه‌ها توسط دستگاه پوشش‌دهنده با یک لایه نازک (به ضخامت نانومتری) از جنس طلا-پالادیوم، پوشش داده شدند (به مدت حدوداً ۲ دقیقه). نمونه‌های آماده شده به درون دستگاه منتقل شدند. شعاعی از الکترون‌های پرشتاب با ولتاژ ۱۵ کیلوولت به نمونه‌ها تابیده شد و تصویر بر اساس شعاع الکترونی برگشتی از نمونه‌ها به دست آمد (احمد و همکاران ۲۰۱۰).

قبل از ریزپوشانی، محاسبه شد (آذرپژوه و همکاران ۲۰۱۸).

### تعیین قطر ذرات ریزکپسول‌ها

برای سنجش قطر ذرات ریزکپسول‌ها، از روش شکست نور لیزر<sup>۱</sup> استفاده شد. ابتدا ریزکپسول‌ها در هگزان به کمک دستگاه فراصو در مدت ۲ دقیقه به صورت پراکنده درآمد. پس از آن، قطر ذرات به روش شکست نور لیزر (SALD-2101، شیماتزو، ژاپن) تعیین گردید (آذرپژوه و همکاران ۲۰۱۸).

### تعیین رطوبت

رطوبت با استفاده از دستگاه رطوبت سنج فرو سرخ (MX-50, 132 Japan) در دمای  $1 \pm 10.5^\circ\text{C}$  تا رسیدن به وزن ثابت اندازه‌گیری شد (آذرپژوه و همکاران ۲۰۱۸).

### تعیین چگالی (دانسیته) توده

برای تعیین چگالی (دانسیته) توده، حجم مشخصی از نمونه، وزن و چگالی آن از تقسیم وزن (گرم) به حجم نمونه (میلی‌لیتر) بر حسب گرم در سانتی‌متر مکعب محاسبه شد (آذرپژوه و همکاران ۲۰۱۸).

### تعیین دمای انتقال شیشه‌ای (Tg)

نمونه‌های خشک شده انجمادی در رطوبت نسبی ۷۵٪ (محلول اشباع نمک طعام) به مدت یک هفته قرار داده شدند تا به تعادل برسند. دمای انتقال شیشه‌ای با استفاده از دستگاه گرماسنج پویشی تفاضلی<sup>۲</sup> (متلر تولدو، سوئیس) مجهز به سیستم خنک‌کننده نیتروژن مایع تعیین گردید. دامنه دمای ارزیابی بین  $40^\circ\text{C}$  تا  $200^\circ\text{C}$  با آهنگ  $10^\circ\text{C}$  در دقیقه انتخاب شد. در حدود ۵ گرم نمونه پودر مستقیماً در پن دستگاه DSC قرار داده شد. یک پن خالی نیز به عنوان مرجع انتخاب گردید. برای به دست آوردن مقادیر Tg، اسکن دما انجام شد (آذرپژوه و همکاران ۲۰۱۸).

<sup>3</sup> Differential Scanning Clorimetry (DSC)

<sup>4</sup> Scanning electron microscope (SEM)

<sup>1</sup> Laser diffraction particle size analyzer

<sup>2</sup> Glass transition (Tg)

## تعیین سینتیک پایداری ریزکپسول‌ها

برای این منظور ریزکپسول‌ها در فیلم‌های پلی‌اتیلن با دانسیته پایین بسته‌بندی شد و در داخل دسیکاتورها با حاوی محلول اشباع نیترات منیزیم و کلرید سدیم به ترتیب با رطوبت‌های نسبی  $52/89 \pm 0/22$ ٪ و  $29 \pm 0/12$ ٪ قرار گرفت. به منظور ممانعت از تأثیر نور، دسیکاتورها با فویل آلومینیومی کاملاً پوشانده شدند. سپس دسیکاتورها در دو دمای  $4^{\circ}\text{C}$  و  $25^{\circ}\text{C}$  به مدت ۴۲ روز نگهداری شد. از ریزکپسول‌ها در فواصل زمانی ۰، ۰، ۷، ۱۴، ۲۱، ۲۸، ۳۵ و ۴۲ روز نمونه‌برداری شد و مقدار ترکیبات فنلی، قدرت گیرندگی رادیکال آزاد و قدرت مهارکنندگی آهن سه ظرفیتی تعیین گردید.

## طرح آزمایشی

نتایج حاصل با استفاده از طرح آماری کاملاً تصادفی در ۳ تکرار و با نرم‌افزار MSTATC تجزیه شد. میانگین‌ها در سطح ۰/۰۵ و با آزمون چند دامنه‌ای دانکن مقایسه شدند.

## نتایج و بحث

## بررسی ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی ریزکپسول‌های

## اسانس پوست پرتقال

ویژگی‌های فیزیکی ریزکپسول‌های تولید شده در جدول ۱ نشان داده شده است. تأثیر ماده دیواره بر تمام

ویژگی‌های فیزیکی ریزکپسول‌ها معنی‌دار است ( $p < 0.05$ ). تمام ویژگی ریزکپسول‌های تهیه شده با دیواره بتا سیکلودکسترین به جز دانسیته توده، به طور معنی‌داری بالاتر از ریزکپسول‌های تهیه شده با دیواره کازینات سدیم بود.

پایین بودن راندمان تولید ریزکپسول‌های حاوی سدیم کازینات احتمالاً به دلیل ناپایداری امولسیون اولیه آن است. همچنین، رطوبت کمتر این ریزکپسول‌ها یکی دیگر از دلایل پایین بودن راندمان است (جدول ۱). روشن است که افزایش رطوبت سبب افزایش جرم و در نتیجه افزایش راندمان تولید ریزکپسول می‌شود. تفاوت در رطوبت را نیز می‌توان به اختلاف تعداد گروه‌های پیوند دهنده با آب در مولکول‌های مواد دیواره نسبت داد (کاناکنده و همکاران ۲۰۰۷). جلیل و نیکسون (۱۹۹۰) نیز نشان دادند که نوع و غلظت ترکیب پلیمری دیواره بر راندمان ریزپوشانی در مرحله خشک کردن و همچنین طی دوره نگهداری پودر موثر است. ریزپوشانی با کازینات سدیم نسبت به بتاسیکلودکسترین رطوبت تولید پودر کمتری داشت. زیرا امولسیون‌های تهیه شده با کازینات سدیم مقدار رطوبت بیشتری را در زمان خشک کردن از دست داده‌اند.

جدول ۱- خواص میکروکپسول‌های اسانس پوست پرتقال

Table 1- Properties of microcapsules of orange peel essential oil

Properties	Beta-cyclodextrin (%)		Sodium caseinate (%)		SEM
	5	10	5	10	
Efficiency of microcapsules (%)	84.57 <sup>b</sup>	88.52 <sup>a</sup>	75.15 <sup>c</sup>	57.28 <sup>d</sup>	1.08
Moisture (%)	6.85 <sup>a</sup>	6.98 <sup>a</sup>	6.42 <sup>a</sup>	3.77 <sup>b</sup>	0.90
Mass density (kg /m <sup>3</sup> )	114.66 <sup>d</sup>	125.37 <sup>c</sup>	461.56 <sup>b</sup>	498.55 <sup>a</sup>	8.67
Particle size (micrometers)	43.67 <sup>b</sup>	117.84 <sup>a</sup>	6.04 <sup>d</sup>	25.46 <sup>c</sup>	1.42
Glass transition temperature ( $^{\circ}\text{C}$ )	41.53 <sup>a</sup>	31.43 <sup>b</sup>	31.33 <sup>b</sup>	30.56 <sup>b</sup>	0.92
Phenolic compounds (mg/g)	70.36 <sup>a</sup>	73.35 <sup>a</sup>	65.32 <sup>b</sup>	60.98 <sup>c</sup>	1.53
Free radical scavenging power (%)	51.50 <sup>a</sup>	48.14 <sup>b</sup>	45.40 <sup>c</sup>	43.25 <sup>d</sup>	0.96

Means with similar letters in each row are not statistically significantly different ( $P < 0.05$ ). SEM: Standard error mean

همچنین رطوبت و راندمان ریزکپسول‌ها با افزایش غلظت بتاسیکلودکسترین افزایش اما با افزایش غلظت کازینات سدیم کاهش یافت. ریزکپسول‌های دارای بتا سیکلو

این مسئله احتمالاً به اختلاف تعداد گروه‌های پیوند دهنده با آب در مولکول‌های بتاسیکلودکسترین و کازینات سدیم مرتبط می‌باشد (عرفانی و همکاران ۱۳۹۷).

(۱۳۹۹). با توجه به جدول ۱، ریزکپسول‌های حاوی کازئینات سدیم به مراتب ذرات کوچکتری را نسبت به بتاسیکلودکستین تولید نمودند. کوچک بودن اندازه ذرات ریزکپسول‌های حاوی کازئینات سدیم به خواص امولسیون مؤثر کازئینات سدیم و بخش‌های آب‌گریز و آب‌دوست آن مربوط است (موقیمی و همکاران ۲۰۱۶). دلیل بزرگ بودن اندازه ذرات ریزکپسول‌های حاوی بتا سیکلودکستین ممکن است به عدم یونیزه شدن بتا سیکلودکستین تمایل زیادی برای تجمع شدن در آب دارد یعنی هیچ نیروی دافعه‌ای برای جلوگیری از تجمع ذرات وجود ندارد (تورس-آلوارز و همکاران ۲۰۲۰).

دمای انتقال شیشه‌ای، دمای آغاز حرکت مولکولی در پلیمر است و پایین‌تر از این دما مولکول‌های ماده قابلیت تحرک ندارند و شیشه‌مانند و سخت‌اند. اما پلیمرها در بالاتر از دمای انتقال شیشه‌ای حالت لاستیکی و نرم دارند. در دمای بالاتر از دمای انتقال شیشه‌ای، امکان رهایش و انتقال مواد هسته به خارج از دیواره وجود دارد (زمردی و همکاران ۱۳۹۹). با توجه به جدول ۱، دمای انتقال شیشه‌ای تمام ریزکپسول‌ها از دمای محیط بالاتر است. بنابراین، هیچ یک از ریزکپسول‌های تهیه شده در دمای محیط به دمای انتقال شیشه‌ای نمی‌رسد، در نتیجه امکان رهایش و انتقال مواد هسته به خارج از دیواره وجود ندارد. با افزایش غلظت هر دو دیواره دمای انتقال شیشه‌ای کاهش یافت ( $p < 0.05$ ).

ریزکپسول‌ها با دیواره بتاسیکلودکستین در مقایسه با ریزکپسول‌ها با دیواره کازینات سدیم دارای ترکیبات فنلی و قدرت گیرندگی رادیکال آزاد بیشتری بودند که با افزایش غلظت دیواره در هر دو ترکیب قدرت گیرندگی رادیکال آزاد کاهش یافت اما افزایش غلظت دیواره در مقدار ترکیبات فنلی تأثیر معنی‌داری نداشت. این نتیجه حاکی از اثر حفاظتی بهتر بتاسیکلودکستین بر ترکیبات آنتی‌اکسیدانی اسانس پوست پرتقال در مقایسه با کازینات سدیم است.

دکستین ۱۰٪ و کازینات سدیم ۵٪ به ترتیب بیشترین و کمترین رطوبت و راندمان را داشتند. بنابراین نوع و غلظت ماده دیواره به‌طور مؤثری بر راندمان و رطوبت نهایی ریزکپسول‌ها موثر است. گزارش شده است که رطوبت بر روی نفوذپذیری دیواره نسبت به انتشار اسانس از داخل ریزکپسول‌ها به سطح، مؤثر باشد. بنابراین، هرچه مقدار آن کمتر باشد میزان ابقای اسانس در ریزکپسول‌ها بیشتر خواهد شد. دلیل آن بالا رفتن درصد ماده خشک و کاهش سرعت انتشار اسانس به سطح نسبت داده شده است (کوشیک و روس ۲۰۰۷).

دانسیتة توده از مهم‌ترین پارامترهایی است که در مورد پودرها اندازه‌گیری می‌شود. دانسیته توده به اندازه، شکل، ویژگی‌های سطحی و ذرات پودر بستگی دارد (زمردی و همکاران ۱۳۹۹). دانسیته توده ریزکپسول‌های دارای دیواره بتاسیکلودکستین کمتر از تیمار کازئینات سدیم بود. زیرا به دلیل تخلخل بیشتر، ریزکپسول‌های تشکیل شده با بتاسیکلودکستین حجم بیشتری را نسبت به ریزکپسول‌های تهیه شده با کازئینات سدیم اشغال خواهند نمود. در نتیجه دانسیته توده آنها کمتر است.

با افزایش غلظت هر دو دیواره دانسیته توده افزایش یافت. ریز کپسول‌های دارای کازینات سدیم ۱۰٪ و بتا سیکلودکستین ۵٪ به ترتیب بیشترین و کمترین دانسیته توده را داشتند. با افزایش غلظت مواد دیواره از ۵ به ۱۰٪، مقادیر دانسیته توده افزایش یافت. احتمالاً این روند به علت تأثیر افزایش غلظت مواد دیواره در آگیری یکسان می‌باشد. همچنین در جرم‌های مساوی، به دلیل تخلخل کمتر، ریزکپسول‌های تشکیل شده با مواد دیواره بیشتر، نسبت به سایر ریزکپسول‌های تهیه شده، حجم کمتری اشغال می‌کنند و در نتیجه دانسیته توده آنها بیشتر است. تعیین اندازه ذرات ریزکپسول‌ها نیز بسیار مهم است زیرا این ذرات بر بافت مواد غذایی تأثیر می‌گذارند. اندازه ذرات ریزکپسول‌ها به شکل مؤثری به درصد ماده دیواره وابسته است. هر چقدر مقدار دیواره بیشتر باشد قطر ذرات نیز بیشتر خواهد بود (زمردی و همکاران

(۲۰۱۸) و زمردی و همکاران (۱۳۹۹) نیز در مورد افزایش راندمان ریزپوشانی ترکیبات مؤثر با افزایش غلظت مواد دیواره نتایج مشابه گزارش کردند.

### بررسی ریزساختار ذرات ریزپوشانی شده با میکروسکوپ روبشی

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۲</sup> ریزکپسول‌ها در شکل ۱ آورده شده است. ریزکپسول‌های حاصل، دارای شکل هندسی مشخصی نبودند که دلیل آن احتمالاً مربوط به مکانیسم خشک شدن می‌باشد. در خشک کردن انجمادی، ترکیب فشار و دما به گونه‌ای است که سبب می‌شود بلورهای یخ بدون تغییر فاز مستقیماً تصعید شوند که نتیجه 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 (نجفی و کدخدایی ۱۳۹۰). این اختلافات در شکل ظاهری و کیفیت سطحی ریزکپسول‌ها می‌تواند ناشی از تفاوت بین قدرت پوشاندگی و ساختار فضایی کارئینات سدیم و بتاسیکلودکسترین باشد. وجود فرورفتگی و ایجاد حفرات عمیق در سطح ریزکپسول‌های دارای کارئینات سدیم احتمالاً مربوط به پایین‌تر بودن خاصیت ویسکوالاستیک این ترکیب در مقایسه با بتاسیکلودکسترین است، که قادر به تحمل تنش‌های ناشی از خروج سریع آب در مراحل اولیه خشک کردن انجمادی نبوده و دچار ایجاد حفره می‌شود.

ایجاد چین و چروک‌های سطحی و حفرات در سطح ریزکپسول، احتمالاً بیانگر اثر تنش‌های مکانیکی ناشی از شرایط خشک کردن بر مواد دیوار می‌باشد. ترکیب دیواره و سرعت خشک شدن به ویژه در مراحل اولیه می‌توانند بر ویژگی‌های سطحی ریزساختار مواد ریزپوشانی شده تأثیر بگذارند. همانطوری که در شکل (الف و ب) مشاهده می‌شود ریزکپسول‌های حاوی

نوع ترکیبات دیواره و هسته بر میزان فراریت ترکیبات ریزپوشانی شده تأثیر بسزایی دارد. 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 (سوتیتانتاوات و همکاران ۲۰۰۴). ابعاد ملکولی دیواره-های 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 (نجفی و کدخدایی ۱۳۹۰). 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. این عمل موجب کاهش میزان اتلاف ترکیبات هسته می‌گردد.

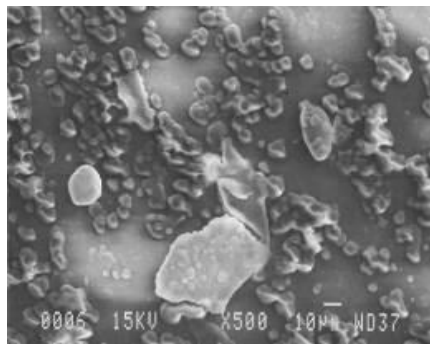
تأثیر افزایش غلظت ماده دیواره بر میزان ابقای ترکیبات ریزپوشانی شده (هسته) را می‌توان به تئوری انتشار انتخابی نسبت داد. برابر این تئوری، با کاهش غلظت آب در سطح قطره، ضریب انتشار ترکیبات فرار چندین برابر بیشتر از ضریب انتشار آب کاهش می‌یابد. پس می‌توان نتیجه گرفت در حین فرآیند خشک کردن، آب با سرعتی معین و به‌طور مداوم از میان پوسته تشکیل شده خارج می‌شود؛ در حالی که ترکیبات فرار هسته، به دلیل گرفتار شدن در داخل توده‌ای از مواد جامد (مواد دیواره)، با سرعتی بسیار کم به خارج از کپسول انتشار می‌یابند. این پوشش جامد به‌عنوان غشایی نیمه تراوا اجازه خروج به مولکول‌های آب را می‌دهد؛ در حالی که موجب کاهش یا حتی توقف خروج ترکیبات فرار از درون ریزکپسول‌ها می‌گردد (زمردی و همکاران ۱۳۹۹). بنابراین، با افزایش غلظت مواد دیواره، به دلیل افزایش سرعت تشکیل و ضخامت ماده دیواره در اطراف ترکیبات هسته، میزان اتلاف ترکیبات هسته کاهش می‌یابد. آذرپژوه و همکاران

<sup>1</sup> Selective diffusion theory

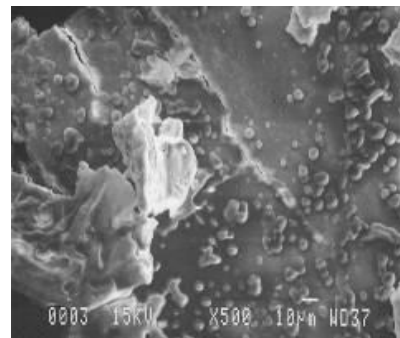
<sup>2</sup> Scanning electron microscope (SEM)

حاوی کازئینات سدیم دیواره‌های نازک و یکنواخت بدون خلل و فرج و تورفتگی و به شکل پولکی بود ( شکل ا ج و د).

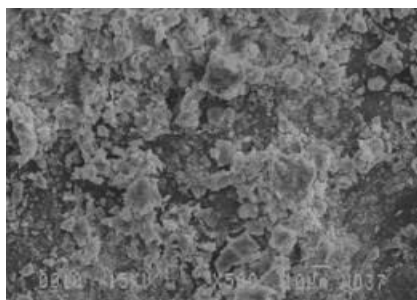
بتاسیکلودکسترین به شکل کروی، دارای تورفتگی و خلل و فرج زیاد و ترک خوردگی بودند. این ترک‌ها احتمالاً در مراحل اولیه خشک کردن که سرعت از دست رفتن رطوبت زیاد است، ایجاد شده‌اند. در ریزکپسول‌های



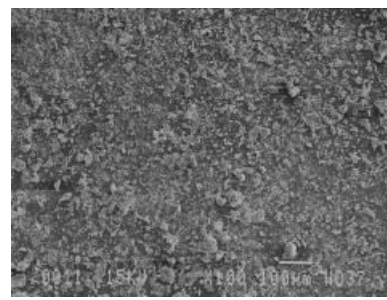
b



a



d



c

شکل ۱- میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) میکروکپسول‌های اسانس پوست پرتقال با دیواره‌های مختلف، الف) ۵٪ بتا سیکلودکسترین، ب) ۱۰٪ بتا سیکلودکسترین، ج) ۵٪ کازئینات سدیم، د) ۱۰٪ کازئینات سدیم

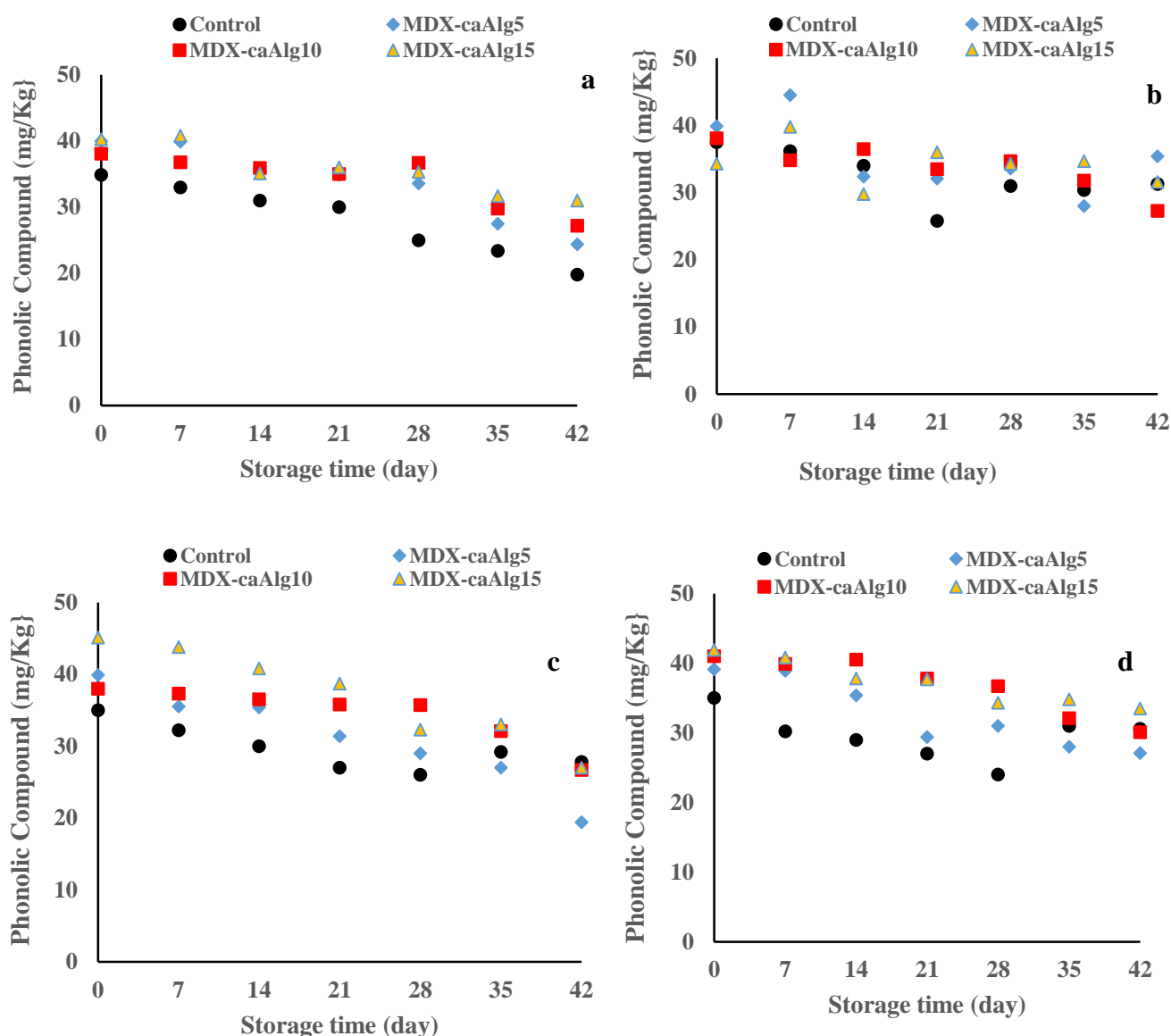
Figure 1- Scanning Electron Microscopy (SEM) of microcapsules of orange peel essential oil with different walls, a) 5% beta-cyclodextrin, b) 10 % beta-cyclodextrin, c) 5% sodium caseinate, d) 10% Sodium caseinate

#### بررسی پایداری ریزکپسول‌ها

همان طوری که از شکل ۲ مشخص است با افزایش رطوبت نسبی، مقدار DPPH افزایش یافت. به عبارت دیگر با افزایش رطوبت نسبی مقدار رهايش تشدید شد و در رطوبت نسبی ۷۵٪ به حداکثر مقدار خود رسید. می‌توان نتیجه گرفت که رطوبت نسبی کمتر (۵۲/۸۹٪) در مقایسه با رطوبت نسبی بیشتر (۷۵/۲۹٪)، جهت نگهداری و حفظ بیشتر ترکیبات آنتی اکسیدانی اسانس مناسب‌تر است.

موون هوی و همکاران (۲۰۱۸) نتایج مشابهی برای میکروانکپسول‌های اسانس دارچین با خشک کردن انجمادی با استفاده از بتا سیکلودکسترین گزارش دادند که ذرات بدون منفذ و بدون شکستگی، صاف، کروی، همگن و منظم در کنار هم می‌باشند. با اینحال به نظر می‌رسد که نوع بیوپلیمر که به عنوان دیواره کپسول به کار می‌رود ذراتی با قطرهای متفاوت ایجاد می‌کند که در شکل ۱ نشان داده شده‌اند. 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.





شکل ۲- تأثیر زمان نگهداری، دما و رطوبت نسبی بر ترکیبات فنلی و DPPH در میکروکپسول‌های اسانس پوست پرتقال با دیواره‌ها و غلظت‌های مختلف. الف) ۴ °C و ۵۲٪، ب) ۴ °C و ۷۵٪، ج) ۲۵ °C و ۵۲٪، د) ۴ °C و ۵۲٪

Figure 2. The effect of storage time, temperature and humidity on phenolic compounds and DPPH in microcapsules of orange peel essential oil with different walls and concentrations. 4 °C and 52%, (b) 4 °C and 75%, (c) 25 °C and 52%, (d) 4 °C and 52%

۵۰ °C انجام دادند، دریافتند که با افزایش رطوبت نسبی سرعت خروج لیمونین از ریزکپسول‌ها تشدید شد. یوشی و همکاران (۲۰۰۱) نیز گزارش کردند که رهایی اتیل‌بوتیرات با زیاد شدن رطوبت نسبی افزایش یافت. آنها خاطر نشان کردند که سرعت رهایش علاوه بر رطوبت به نوع ماده ریزپوشانی شده نیز بستگی دارد.

علاو بر آن، احتمالاً رطوبت بر روی نفوذپذیری دیواره نسبت به انتشار اسانس از داخل ریزکپسول‌ها به سطح مؤثر است و لذا با افزایش رطوبت میزان ابقای اسانس در ریزکپسول‌ها کاهش می‌یابد. سوتیتانتاوات و همکاران (۲۰۰۴) در تحقیقی مشابه که بر روی میزان رهایش لیمونین از پودرهای دارای دیواره‌های مختلف در دمای

تولید، رطوبت، اندازه قطر ذرات، دمای گذار شیشه‌ای، ترکیبات فنلی و قدرت گیرندگی رادیکال آزاد بالاتر و دانسیته توده کمتری نسبت به ریزکپسول‌های تهیه شده با دیواره کازینات سدیم بود ( $p < 0.05$ ). ریزکپسول‌های حاوی بتاسیکلودکستین به شکل کروی، دارای تورفتگی و خلل و فرج زیاد و ترک خوردگی بودند و ریزکپسول‌های حاوی کازینات سدیم دیواره‌ای نازک و یکنواخت بدون خلل و فرج و تورفتگی و به شکل پولکی بود. ریزکپسول‌های تهیه شده با ماده دیواره بتاسیکلودکستین با غلظت ۱۰٪، دارای خصوصیات فیزیکوشیمیایی بهتری نسبت به سایر دیواره‌ها بودند.

#### تشکر و قدردانی

نویسندگان مقاله از صندوق حمایت از پژوهشگران و فناوران کشور (INSF) برای حمایت مالی از این پروژه تشکر و قدردانی می‌نمایند.

#### تعارض منافع

نویسندگان در انتشار این مقاله از اخلاق نشر تبعیت کرده و از موارد سوء اخلاق از جمله سرقت ادبی، سوء رفتار، جعل داده‌ها و یا ارسال و انتشار دوگانه، پرهیز نموده‌اند و منافی تجاری در این راستا وجود ندارد.

با توجه به شکل ۲ در طول نگهداری ریزکپسول‌ها، با افزایش دما از  $4^{\circ}\text{C}$  تا  $25^{\circ}\text{C}$  میزان DPPH کاهش یافت و این افت در دیواره‌های بتاسیکلودکستین نسبت به دیواره کازینات سدیم مشهودتر است. بنابراین می‌توان نتیجه‌گیری کرد که دیواره کازینات در حفظ ترکیبات آنتی‌اکسیدانی بهتر از دیواره بتاسیکلودکستین عمل کرده است. به طوری که استفاده از کازینات سدیم ۱۰٪ در رطوبت نسبی ۷۵/۲۹٪ بالاترین میزان DPPH و استفاده از بتاسیکلودکستین ۵٪ در رطوبت نسبی محیط ۵۲/۸۹٪ کمترین میزان DPPH را دارا بود. به عبارتی دیگر تیمار بتاسیکلودکستین ۵٪ در زمان نگهداری ۴۲ روز مواد آنتی‌اکسیدانی بیشتری داشته و مطلوب‌تر بود. اما با گذشت زمان دیواره‌های ریزپوشانی تخریب شده و مواد آنتی‌اکسیدانی در دسترس‌تر می‌باشند. همچنین در شرایط محیطی  $25^{\circ}\text{C}$ ، رطوبت نسبی ۵۲٪ و پس از ۴۲ روز نگهداری میزان DPPH کمترین (بهترین) بود که نشان دهنده تخریب دیواره در طول زمان و آزاد سازی مواد موثره اسانس است.

#### نتیجه‌گیری

نتایج حاصل از این بررسی نشان داد که ریزکپسول‌های تهیه شده با دیواره بتاسیکلودکستین دارای راندمان

#### منابع مورد استفاده

- زمردی ش، آذرپژوه ا و شرایعی پ، ۱۳۹۹. تأثیر فراصوت و ریزپوشانی کردن بر ویژگی‌های ترکیبات زیست فعال عصاره استخراج شده از تفاله انگور قرمز رقم رشه سردشت. تحقیقات مهندسی صنایع غذایی، جلد ۹۱، شماره ۶۱ صفحه‌های ۹۷ تا ۱۱۲.
- عرفانی ع، پیروزی فرد م خ، الماسی ه، غیبی ن، ۱۳۹۸. میکروانکپسولاسیون نانوامولسیون اسانس دارچین پایدار شده توسط بتاسیکلودکستین و کازینات سدیم. علوم و صنایع غذایی، جلد ۱۹، شماره ۱۶ صفحه‌های ۱۰۷ تا ۱۱۷.
- گلابیان الف و رومیانی ل، ۱۳۹۷. اثر آنتی‌اکسیدانی و ضد میکروبی اسانس برگ نارنج بر ماندگاری قزل‌آلای رنگین کمان. پژوهش‌های صنایع غذایی، جلد ۲۸، شماره ۴ صفحه‌های ۱۱۳ تا ۱۲۸.
- معینی‌نیا م، علی بابایی ز و زمین‌دار ن، ۱۴۰۰. بهینه‌سازی کاهش میزان کلاسترول شیر با استفاده از بتاسیکلودکستین و کاتچین هیدرات. پژوهش‌های صنایع غذایی، جلد ۳۱ شماره ۴ صفحه‌های ۶۵ تا ۷۸.
- نجفی م و کدخدایی ر، ۱۳۹۰. ریزپوشانی لیمون به روش خشک کردن انجمادی. پژوهش‌های علوم و صنایع غذایی ایران، جلد ۷ شماره ۲. صفحه‌های ۲۱۰ تا ۲۱۷.

- Ahmed M, Sorifa Akter MST, Jin-Cheol Lee and Jong-Bang Eun C, 2010. Encapsulation by spray drying of bioactive components, physicochemical and morphological properties from purple sweet potato. *LWT - Food Science and Technology*, 43: 1307-1312.
- Azarpazhooh E, Sharayei P, Zomorodi S and Ramaswamy HS, 2018. Physicochemical and phytochemical characterization and storage stability of freeze-dried encapsulate pomegranate peel anthocyanin and in vitro evaluation of its antioxidant activity. *Food and Bioprocess Technology*, 12(2):199-210.
- Jalil R, Nixon JR, 1990. Microencapsulation using poly (DL-lactic acid). II: Effect of polymer molecular weight on the microcapsule properties. *Journal of Microencapsulation*, 7(2): 245-54.
- Kanakdande D, Bhosale RS and Singhal R, 2007. Stability of cumin oleoresin microencapsulated in different combination of gum Arabic, maltodextrin and modified starch. *Carbohydrate Polymers*, 67(4):536-541.
- 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.
- 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.
- Munhuweyi K, Caleb O J, van Reenen A J and Opara U L, 2018. Physical and antifungal properties of  $\beta$ -cyclodextrin microcapsules and nanofibre films containing cinnamon and oregano essential oils. *LWT- Food Science and Technology*, 87: 413-422.
- Saldanha do Carmo C, Maia C, Poejo J, Lychko I, Gamito P, Nogueira I and Duarte C M M, 2017. Microencapsulation of  $\alpha$ -tocopherol with zein and  $\beta$ -cyclodextrin using spray drying for colour stability and shelf-life improvement of fruit beverages. *RSC Adv.* 7(51): 32065-32075.
- Sharayei P, Azarpazhooh E, Zomorodi S and Ramaswamy HS, 2019. Ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from pomegranate (*Punica granatum* L.) peel. *LWT – Food Science and Technology*, 101: 342-350.
- Soottitantawat A, Yoshii H, Furuta T, Ohkawara M, Forssell P and Partanen R, 2004. Effect of water activity on the release characteristics and oxidative stability of d-limonene encapsulated by spray drying. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52:1269-1276.
- Torres-Alvarez C, Castillo S, Sánchez-García E, Aguilera González C, Galindo-Rodríguez S A, Gabaldón-Hernández J and Báez-González J G, 2020. Inclusion complexes of concentrated orange oils and  $\beta$ -cyclodextrin: physicochemical and biological characterizations. *Molecules*, 25: 1-17.
- Yoshii H, Soottitantawat A, Liu XD, Atarashi T, Furuta T and Aishima S, 2001. Flavor release from spray dried maltodextrin/gum Arabic or soy matrices as a function of storage relative humidity. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 2: 55-61.



Journal of Food Research, 2022,32(2):109-121  
<https://foodresearch.tabrizu.ac.ir>

OPEN ACCESS

© 2009 Copyright by Faculty of Agriculture, University of Tabriz, Tabriz, Iran  
This is an open access article under the CC BY NC license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/2.0/>)

DOI: 10.22034/FR.2022.47564.1802

## The effect of microencapsulation on characteristics of orange peel essential oil of extracted from by- product of orange juice factories

Sh Zomorodi<sup>1</sup>, E Azarpazhooh<sup>2</sup> and P Sharayei<sup>2</sup>

Received: August 22, 2021

Accepted: January 5, 2022

<sup>1</sup>Associate Professor, Agricultural Engineering Research Department, West Azerbaijan Agricultural and Natural Resources Research and Education Center, AREEO, Urmia, Iran

<sup>2</sup>Associate Professor, Agricultural Engineering Research Department, Khorasan Razavi Agricultural and Natural Resources Research and Education Center, AREEO, Mashhad, Iran

**Introduction:** Orange peel essential oil is used in various industries as a flavoring component due to its excellent organoleptic properties. These compounds are generally rich in active and sensitive components (antioxidant and antimicrobial compounds). These compounds typically have low physicochemical stability and lower solubility in water. Therefore, the use of a method that can protect these compounds against environmental factors is of particular importance. Microencapsulation is one of the methods of protecting chemical compounds with biological activity. Since the microencapsulation process of the active compounds is influenced by the core and wall material and drying method, it is expected to use suitable wall materials such as sodium alginate and beta-cyclodextrin with a suitable drying method such as freeze drying lead to the production of stable microcapsules. The aim of this study was to produce microencapsulation of orange peel essential oil extracted from Thomson cultivar with walls of sodium caseinate and beta cyclodextrin by freeze-drying method and to investigate its quantitative and qualitative characteristics.

**Material and methods:** Orange peel was subjected to ultrasound at a frequency of 20 kHz with 60% intensity for 19 minutes at 35 °C and then its essential oil was extracted by Clevenger method. The extracted essential oil was finely Microencapsulate using beta-cyclodextrin and sodium caseinate at concentrations of 5 and 10% by freeze-drying method at -70 °C for 19 hours and then transferred to a freeze-dried dryer. Samples were dried in a freeze-dryer at -55 °C with a pressure of 0.15 mm Hg (Azarpazhooh et al., 2018). Then the properties of capsulate essential oil including microencapsulate efficiency, particle diameter size were used using laser light refraction method. moisture was measured using an infrared hygrometer at 105 °C until reaching a constant weight. To determine the mass density, a specific volume of the sample, its weight and density were calculated by dividing the weight (g) by the volume of the sample (mL) in g/cm<sup>3</sup>. The glass transition temperature was determined using a differential scanning calorimeter with a liquid nitrogen cooling system. The determine phenolic compounds used by Folin–Ciocalteu method. The antioxidant activity of the samples was also measured using the DPPH test. Scanning electron microscopy was used to observe the microstructure of the prepared microcapsules. Stability kinetics of microcapsules were performed under different temperature and humidity conditions (temperature, 4 and 25 °C; relative humidity, 52 and 75% and storage time of 0, 7, 14, 21, 28, 35 and 42 days) in three replications. The results were analyzed using a completely randomized statistical design with 3 replications and MSTATC software.

**Results and discusses:** The results of statistical analysis of data showed that the effect of wall material on all properties of microcapsules was significant ( $p < 0.05$ ). Thus, all the characteristics of microcapsules prepared with beta-cyclodextrin wall except mass density were significantly higher than the characteristics of microcapsules prepared with sodium casinate wall. The low production efficiency of microcapsules containing sodium caseinate is probably due to the instability of the initial emulsion. Also, the lower moisture of these

microcapsules is another reason for the low efficiency. Microcapsules with 10% beta-cyclodextrin and 5% sodium caseinate had the highest and lowest moisture content and efficiency, respectively. Therefore, the type and concentration of wall material effectively affects the efficiency and final moisture content of the microcapsules. The bulk density of microcapsules with beta-cyclodextrin wall was lower than that of sodium caseinate. Because of their greater porosity, beta-cyclodextrin-containing microcapsules will take up more volume than sodium caseinate microcapsules. As a result, their bulk density is lower. The small particle size of microcapsules containing sodium caseinate is related to the effective emulsifying properties of sodium caseinate and its hydrophobic and hydrophilic components (Moghimi et al., 2016). The large particle size of beta-cyclodextrin-containing microcapsules may be due to the lack of ionization of beta-cyclodextrin, which tends to accumulate in water, there is no repulsive force to prevent particle aggregation (Torres-Alvarez et al., 2020). Moisture content and efficiency of microcapsules increased with increasing concentration of beta-cyclodextrin but decreased with increasing concentration of sodium caseinate. Also, with increasing the concentration of both walls, the density of the mass increased and the glass transition temperature and free radical scavenging decreased ( $p < 0.05$ ). Also, the glass transfer temperature of all microcapsules is higher than the ambient temperature. Therefore, none of the microcapsules prepared at ambient temperature reach the glass transition temperature, so it is not possible to release and transfer the core material out of the wall. As the concentration of both walls increased, the glass transition temperature decreased ( $p < 0.05$ ). The results of determining the microstructure of the microcapsules particles by electron microscopy showed that the resulting microcapsules did not have a definite geometric shape, which is probably due to the drying mechanism. Spherical capsules containing beta-cyclodextrin had a large indentation and pore, and microcapsules containing sodium caseinate had thin, uniform, non-porous walls. The results of the study of the stability of microcapsules indicate that during storage the amount of DPPH increased with increasing relative humidity but decreased with increasing temperature from 4 to 25 °C. In other words, with increasing relative humidity, the release rate intensified and reached its maximum value at 75% relative humidity. It can be concluded that lower relative humidity (52.89%) compared to higher relative humidity (75.29%) is more suitable for preserving and preserving more antioxidant compounds of essential oil. In addition, moisture is probably effective on the permeability of the wall to the release of essential oil from the microcapsules to the surface, and therefore with increasing humidity, the amount of essential oil retention in the microcapsules decreases. In a similar study on the release of limonine from powders with different walls at 50 °C. Soottitantawat et al. (2004) found that the rate of limonine release from microcapsules increased with increasing relative humidity.

**Conclusion:** The results of this study showed that microcapsules prepared with beta-cyclodextrin had higher microencapsulate efficiency, moisture content, particle diameter size, glass transition temperature, phenolic compounds and DPPH and lower bulk density than microcapsules prepared with sodium casinate ( $p < 0.05$ ). Therefore, orange peel essential oil microcapsules prepared with 10% beta-cyclodextrin had better physicochemical properties than other walls.

**Keywords:** Essential oil, Microencapsulate, Orange peel, By-product