مجله علوم تغذیه و صنایع غذایی ایران
سال هشتم، شماره 4، زمستان 1392، صفحات 65-51

تهیه و ارزیابی نانوامولسیون خوراکی ویتامین E با روش خودبه‌خودی

نوشین نیک نیا[1]، بابک قنبرزاده [2]، حامد همیشه کار[3]، رضا رضایی مکرم[4]، امیرمحمد مرتضویان[5]

1- دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه تبریز، ایران
2- نویسنده مسئول: دانشیار گروه علوم و صنایع غذایی دانشکده کشاورزی، دانشگاه تبریز، ایران، پست الکترونیکی: Ghanbarzadeh@tabrizu.ac.ir
3- استادیار مرکز تحقیقات دارویی، دانشگاه علوم پزشکی تبریز، ایران
4- استادیار گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه تبریز، ایران
5- دانشیار گروه علوم و صنایع غذایی، انستیتو تحقیقات تغذیه‌ای و صنایع غذایی کشور، دانشکده علوم تغذیه و صنایع غذایی، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی، تهران، ایران

تاریخ دریافت: 92/3/2 تاریخ پذیرش: 92/6/20

چکیده

سابقه و هدف: از نانوامولسیون‌های روغن در آب به طور وسیع به منظور غنی‌سازی ترکیبات فعال زیستی لیپوفیل در نوشیدنی‌های خوراکی استفاده می‌شوند. در کشور ما، پژوهش در این زمینه با روش‌های پرانرژی امکان پذیر نیست. به همین دلیل هدف از این پژوهش، تولید نانوامولسیون خوراکی حاوی ویتامین E استات با روش کم‌انرژیِ تولید خودبه خودی بود.

مواد و روش‌ها: امکان تشکیل نانوامولسیون در پنج سطحِ نسبت سورفاکتانت به روغن (SOR) 10، 16، 50 و 66 و 83 درصد، در مقدار ثابت آب (16/7% وزنی/وزنی فاز روغن) با دو نوع توین 20 و 80 بررسی گردید. تأثیر مقدار فاز پیوسته و دما بر تولید، در سطوح 28/6 و 50 درصد وزنی/وزنی فاز روغنی به ترتیب در مورد هر دو نوع سورفاکتانت و توین 80 نیز بررسی شد. آزمون‌های کدورت، پایداری و خواص رئولوژیکی نیز برای تعیین خصوصیات فیزیکوشیمایی انجام گرفتند.

یافته‌ها: سیستم بهینه در SOR = 16%- توین 80 تولید شد و میانگین حجمی قطر قطرات، 78 نانومتر بود. نتایج، نشان دهنده وابستگی شدید تولید با این روش به نوع سورفاکتانت بود. همچنین در SOR% بهینه، تغییر دادن مقدار فاز پیوسته و دما، تأثیری بر قطر قطرات تولیدی نداشت. غلظت بهینه افزودن نانوامولسیون بهینه با در نظر گرفتن حداکثر مقدار مجاز دریافت روزانه بدن خصوصیات جریانی و ظاهری نهایی نوشیدنی خوراکی، 0/003% تعیین شد. تغییری در قطر قطرات نانوامولسیون بهینه در دمای 20°C در مدت 30 روز نگهداری، مشاهده نشد.

نتیجه گیری: با تنظیم کردن SOR، تغییر دادن مقدار آب و دمای محیط تأثیری بر تولید نداشته و قطر قطرات سیستم‌های تولیدی در این شرایط بهینه، در طول مدت نگهداری 30 روز تغییری از خود نشان نمی‌دهند.

واژگان کلیدی: نانوامولسیون، ویتامین E- استات، تولید خودبه خودی، توین 80 و توین 20

• مقدمه

ویتامین E، ترکیبی محلول در چربی و مهمترین آنتی‌اکسیدان طبیعی بدن بوده و سیستم ایمنی بدن را تقویت کرده و از بیماری‌های عروق کرونری قلب جلوگیری می‌نماید. آن چندین ایزومر دارد که شامل α، β، γ، δ- توکوفرول و توکوترینول ها می‌باشند و فعالیت زیستی و دسترسی زیستی (Bioavailability) هرکدام متفاوت بوده و در بین توکوفرول‌ها، α- توکوفرول بیشترین فعالیت زیستی را داراست (2، 1). ویتامین E در شکل α- توکوفرول، از اسیدهای چرب چند غیراشباعی در غشاها و لیپوپروتئین‌های کم دانیسته (LDL) محافظت می‌کند، چسبندگی پلاکت‌ها در خون را کاهش می‌دهد، تکثیر سلولی ماهیچه‌های صاف را مهار می‌کند و همچنین از فعالیت پروتئین کیناز C جلوگیری می‌نماید (4، 3). اما، منابع غذایی این ویتامین کافی نیست و از طرف دیگر، حلالیت کم α- توکوفرول در آب و حساسیت به اکسیداسیون و دماهای بالا، مشکل اصلی استفاده از آن در غنی سازی و فرمولاسیون مواد غذایی است

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

و منجر به دسترسی زیستی ناکافی می‌شود، به همین دلیل از فرم استات آن در صنعت داروسازی، غذا و مکمل‌های غذایی استفاده می‌شود. زیرا پایداری شکل استات آن بیشتر از حالت آزاد است (5). نانودیسپرسیون‌ها (Nanodispersions) ، روش امیدوارکننده‌ای برای غلبه بر مشکلات مربوط به حلالیت پایین و دسترسی زیستی این ترکیبات هستند و از آن‌ها برای طراحی و تولید سیستم‌های حامل (Delivery Systems) لیپیدی استفاده می‌شود. در سال‌های اخیر، از نانوامولسیون‌ها برای پایداری و تحویل داروهای کم محلول در آب استفاده می‌شود، اما اخیراً فرمولاسیون نانوامولسیون های حاوی مواد زیست فعال و غذا- داروهای (Nutraceuticals) شدیداً لیپوفیل در تولید نوشابه‌ها، غذاهای مایع و ژل‌ها نیز مورد هدف‌های پژوهشی قرار گرفته است (6). نانوامولسیون‌های روغن در آب، حاوی قطرات کوچک روغن با قطر کمتر از 100 نانومتر هستند که در میان یک فاز پیوستهٔ آبی پراکنده شده‌اند و هر قطره روغن توسط مولکول‌های امولسیفایر به صورت لایه‌ای نازک احاطه شده است (7). نانوامولسیون ها نسبت به امولسیون‌های متداول (ماکروامولسیون‌ها) مزایای متعددی دارند که مهم‌ترین آن‌ها عبارتنداز (10-8):

- دسترسی زیستی و حلالیت بالاتر به علت نسبت سطح به حجم بالاتر قطرات؛
- شفافیت بالاتر به علت کوچکتر بودن اندازه ذرات از طول موج نور؛
- پایداری فیزیکی و سنتیکی بالاتر به علت تفکیک گرانشی، انبوهش و هم‌آمیختن کمتر قطرات.

روش‌های تولید نانوامولسیون‌ها را می‌توان به دو دسته کم‌انرژی و پرانرژی تقسیم کرد: در روش‌های پر انرژی از تجهیزات مکانیکی مانند میکروفلودایزرها و هموژنایزرهای فشار بالا برای تولید استفاده می‌شود در حالی که روش‌های کم‌انرژی به شدت وابسته به کنترل پدیده‌های بین‌سطحی و برگشت فاز هستند (6). مهمترین روش های کم‌انرژی شامل روش خودبه‌خودی (Spontaneous Emulsification)، برگشت فاز از طریق افزایش حجم فاز پیوسته (روش نقطه معکوس شدن امولسیون (Emulsion Inversion Point)، برگشت فاز توسط تغییر دما (روش دمای برگشت فاز (Phase-Inversion Temperature) و بر گشت فاز با تغییر ترکیب امولسیون (Phase Inversion Composition) می‌باشند (11، 7).

در پژوهشی برای تولید نانوامولسیون با روش پرانرژی از میکروفلودایزر برای تولید نانوذارت حاوی ویتامین E استفاده شد که اندازه ذرات حدودا 100 نانومتر بودند (4). در اکثر پژوهش‌هایی که اخیرا برای تولید نانوامولسیون، در هر دو نوع روش کم و پرانرژی صورت گرفته است، از حلال‌های صنعتی برای تولید و نیز کوچکتر نمودن قطر قطرات، استفاده شده است که این، کاربرد آن‌ها را در صنعت غذا محدود می‌کند. در تولید نانوامولسیون با روش‌های کم‌انرژی، از غلظت‌های بالایی سورفاکتانت استفاده می‌شود به علاوه اکثر سورفاکتانت‌های مورد استفاده کاربرد خوراکی ندارند (16-10). در این پژوهش، امکان تولید نانوامولسیون خوراکی حاوی ویتامین E بر اساس روش خودبه‌خودی و بدون استفاده از حلال و مصرف حداقل مقدار سورفاکتانت، مورد بررسی قرار گرفت و نشان داده شد که روش‌های کم انرژی همانند روش‌های پرانرژی کارایی بالایی در تولید قطرات زیر 100 نانومتر را دارند. سپس تأثیر نسبت دو سورفاکتانت تویین 80 و تویین 20 به فاز روغن (SOR%) و سپس تأثیر نسبت فاز روغنی به آبی در قطر قطرات و توزیع اندازه آن‌ها مطالعه شد. مطالعه ویژگی‌های نوری، رئولوژیکی و نیز پایداری در برابر تغییر قطر قطرات فرمولاسیون بهینه در برابر رقیق‌سازی نیز، از بخش‌های دیگر این پژوهش بود.

• مواد و روش‌ها

مواد: ویتامین E- استات با خلوص 99%، ترکیبات فعال سطحی پلی اکسی اتیلن (20) سوربیتان مونواولئات –تویین 80 با وزن مولکولی 1310 گرم بر مول (HLB=15) و پلی اکسی اتیلن (20) سوربیتان مونولائورات- تویین20 با وزن مولکولی 1227 گرم بر مول (HLB=16/7) به ترتیب از شرکت های داروسازی زهراوی، مرک آلمان و اسکارلو اسپانیا خریداری شد. در تمامی فرمولاسیون ها از آب مقطر استفاده شد.

روش های تولید: روش تولید نانوامولسیون ویتامین E- تویین 80 و تویین 20: برای تولید نانوامولسیون، فاز آلی حاوی سورفاکتانت هیدورفیل و ویتامین E به عنوان فاز روغن به فاز آبی اضافه شد (7). سرعت اضافه شدن فاز آلی به آبی در تهیه تمامی فرمولاسیون‌ها ثابت بود. پس از اتمام ریختن فاز روغن، اجازه داده شد تا سیستم به منظور رسیدن به حالت تعادل، همزده شوند.

بررسی تأثیر غلظت سورفاکتانت: به منظور بررسی تأثیر غلظت سورفاکتانت بر تولید و توزیع قطر قطرات از دو فاکتور

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

و تغییر آن‌ها استفاده شد: 1- نخست غلظت سورفاکتانت (در نسبت ثابت آب) در مخلوط سورفاکتانت و روغن درصد SOR (Surfactant-Oil-Ratio) تغییر داده شد. برای این منظور مقادیر 1/8، 1/7، 1، 0/7 و 0/3 گرم ویتامین E و نیز مقادیر 0/2، 0/3، 1، 1/3و 1/7 گرم توین 80 وزن شدند (جدول 1). در ادامه، توین، به ویتامین E اضافه شد و آن دو به خوبی مخلوط شدند. اضافه کردن فاز روغن (ویتامین E و توین 80 و 20) به فازهای آبی در نسبت ثابت انجام شد. 2- به منظور بررسی تأثیر مجموع غلظت سورفاکتانت و روغن به کل امولسیون (وزنی/وزنی)، نسبت اولیه آب مورد استفاده برای تولید تغییر داده شد و از نسبت های 16/7%، 28/6 و 50% استفاده شد. به این ترتیب مقدار آب اولیه مورد استفاده در تهیه 10، 5 و 2 گرم آب تعیین شد.

جدول 1. مقادیر وزنی و نسبت ویتامین E - استات و سورفاکتانت در تهیه امولسیون‌ها (5نمونه در 3 تکرار) 16/7% وزنی/وزنی

SOR	10	16	50	66	83
ویتامینE-استات	1/8	1/7	1	0/7	0/3
سورفاکتانت	0/2	0/3	1	1/3	1/7

SOR نسبت سورفاکتانت به مجموع روغن و روغن

تأثیر دما: تأثیر دمای تهیه امولسیون بر تولید و توزیع قطر قطرات با تغییر دادن دما و در دو دمای 20 و 30°C در مورد سورفاکتانت توین 80 مورد بررسی قرار گرفت. نمونه‌های توین 20 فقط در دمای 30°C تولید شدند.

اندازه گیری قطر قطرات و پراکنش آن‌ها: برای اندازه گیری اندازه ذرات و توزیع آن‌ها از دستگاه اندازه گیری اندازه ذرات استفاده شد (Shimadzu, Sald, 2101 ساخت ژاپن). اندازه گیری‌ها بر روی نمونه‌ها یک شب پس از نگهداری آن‌ها انجام شد. و به علاوه آن‌ها 1000 برابر غلظت اولیه رقیق شدند. برای رقیق کردن نمونه ها از آب مقطر استفاده شد. در نهایت قطر قطرات براساس قطر حجمی متوسط (D_{43}) توسط دستگاه محاسبه و گزارش شد (14). برای محاسبه اندیس پراکنش قطرات از رابطه زیر استفاده شد:

$$\text{Span} = \frac{D(90\%) - D(10\%)}{D(50\%)}$$

در این رابطه (D%90) قطری که حجم قطرات کوچکتر از آن، 90% حجم کل قطرات موجود در سیستم را تشکیل می‌دهد؛ (D%10) قطری که حجم قطرات کوچکتر از آن، 10% حجم کل قطرات موجود در سیستم را تشکیل می‌دهد؛ (D%50) قطری که حجم قطرات کوچکتر از آن، 50% حجم کل قطرات موجود در سیستم را تشکیل می‌دهد، می‌باشند. در مورد فرمولاسیون بهینه، رقیق سازی امولسیون اولیه با آب مقطر انجام شد (14).

بررسی پایداری قطر قطرات امولسیون‌ها در طول مدت نگهداری: به منظور بررسی پایداری نسبت به پدیده های ناپایدار کننده ی امولسیون (تفکیک گرانشی، انبوهش، ادغام و رسیدگی استوالد)، قطر قطرات تمامی نمونه ها (در دمای 30°C تولید شده بودند) به طور مدت به ترتیب یک شب پس از تولید، هشت، بیست و سی روز پس از تولید اندازه گرفته شد. نمونه‌ها در دمای محیط (20°C) نگهداری شده بودند (13).

اندازه گیری خواص رئولوژیکی پایا: خصوصیات جریان پذیری کلیه امولسیون های تهیه شده 16/7% وزنی/وزنی، در دمای محیط توسط دستگاه رئومتر Physica Anton Paar (مدل MCR 301 ساخت کشور اتریش) مجهز به رئومتری استوانه‌های هم مرکز تعیین شد برای اندازه‌گیری تنش برشی و ویسکوزیته به صورت تابعی از سرعت برشی و تعیین نوع رفتار جریانی نمونه‌ها در یک فاصله زمانی 10 دقیقه، سرعت برشی از $2\ S^{-1}$ به $100 S^{-1}$ رسید. سپس به منظور توصیف رفتار جریانی، مدل قانون توان ($\tau = K\dot{\gamma}^{n}$) بر داده‌های تجربی برازش داده شد و ضریب قوام و اندیس جریان تعیین گردید (12).

اندازه‌گیری کدورت: کدورت فرمولاسیون بهینه در طول موج 600 نانومتر با استفاده از اسپکتروفتومتر uv-visable اندازه گرفته شد (مدل Ultraspec 2000، ساخت انگلیس). قبل از اندازه گیری، نمونه‌ها از غلظت 0 (آب مقطر به عنوان شاهد) تا 0/1% با آب مقطر رقیق شدند. افزایش کدورت با محاسبه شیب خط منحنی کدورت در مقابل غلظت فاز روغن تعیین شد (16).

میکروسکوپ نوری و پلاریزه: از میکروسکوپ نوری مجهز به دوربین دیجیتال (Nikon Eclipse 80i, Melville, NY ,Nikon) به منظور بررسی خصوصیات بافتی امولسیون های تولیدی استفاده شد (12). پس از آماده سازی نمونه ها بر روی لام، از بزرگنمایی 10 و 100 برای مشاهده ی یکنواختی نمونه ها استفاده شد و از میکروسکوپ پلاریزه (Nikon Eclipse E800) به منظور مشاهده ترکیبات با خصوصیت بریفریجنس (Briefringence) استفاده شد (17).

تجزیه و تحلیل آماری: 15 فرمولاسیون بر پایه توین 80 در دو دمای 20 و 30°C و 15 فرمولاسیون دیگر در دمای

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

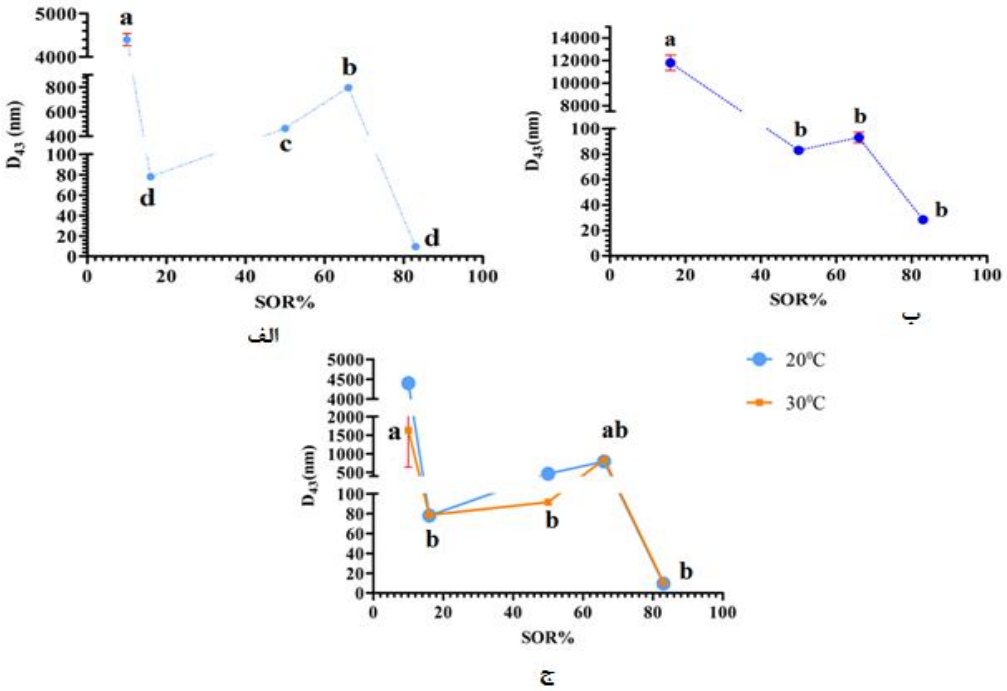
30°C در سه تکرار در قالب طرح کاملاً تصادفی انجام شدند. تحلیل و ارزیابی (ANOVA) با استفاده از مدل خطی (G.L.M) نرم افزار آماری SPSS (version 16.0 for Windows, SPSS Inc) در سطح احتمال 5% (P<0/05) و آزمون چند دامنه‌ای دانکن برای تأیید وجود اختلاف بین میانگین‌ها انجام گرفت.

● یافته‌ها

قطر قطرات: بررسی قطر قطرات در پنج بخش مجزا انجام شد و یافته‌های زیر به دست آمد:

بررسی تأثیر نوع و نسبت سورفاکتانت به فاز روغنی (ویتامین E استات): باتوجه به شکل1-الف در پایین ترین غلظت مورد استفاده سورفاکتانت توئین 80 به فاز روغنی (SOR = 10%، $\frac{S}{O}=\frac{1}{9}$) و در دمای 30°C، قطر قطرات بزرگتر از محدوده مقیاس نانو بود و ماکروامولسیون تشکیل شد. با افزایش غلظت سورفاکتانت، در SOR% 16% (یعنی $\frac{S}{O}=\frac{1}{5}$) نانوامولسیون تشیل شد و سپس در SOR% 50 و 66 قطر قطرات دوباره افزایش یافت. در بالاترین غلظت مورد استفاده سورفاکتانت (SOR= 83%، $\frac{S}{O}=\frac{5}{1}$)، قطر قطرات مجددا کاهش یافت که به تشکیل میکروامولسیون می‌توان نسبت داد. توئین 80 نسبت به توئین 20، توانایی تولید نانوامولسیون در غلظت پایین‌تر سورفاکتانت را داشت. در سیستم‌های حاوی توئین 20، برخلاف امولسیون‌های پایدار شده توسط توئین 80، با افزایش غلظت سورفاکتانت، میانگین قطر قطرات کاهش یافت و در غلظت‌های بسیار بالای سورفاکتانت (SOR= 83%) احتمالاً میکروامولسیون با قطر حدود 30 نانومتر تشکیل شد (شکل1-ب). غلظت بحرانی تشکیل میسل (CMC) توئین 80 و 20 به ترتیب 0/012 و 0/06 میلی مولار می‌باشد

بررسی اثر دما: برای بررسی اثر دما، اندازه و توزیع قطر قطرات سیستم‌های پایدار شده توسط توئین 80، در دو دمای 20 و 30°C در SOR های مختلف اندازه‌گیری شد (شکل 1-ج). در دمای 30°C، قطر قطرات در SOR10و 50 %، کمتر از قطر نمونه‌های تولید شده در دمای 20°C بودند. در مورد نمونه‌هایی که SOR آن‌ها برابر با 16، 66 و 83% بود، با افزایش دما تغییر قابل ملاحظه‌ای در قطر قطرات تولیدی و پراکنش آن‌ها ایجاد نشد.

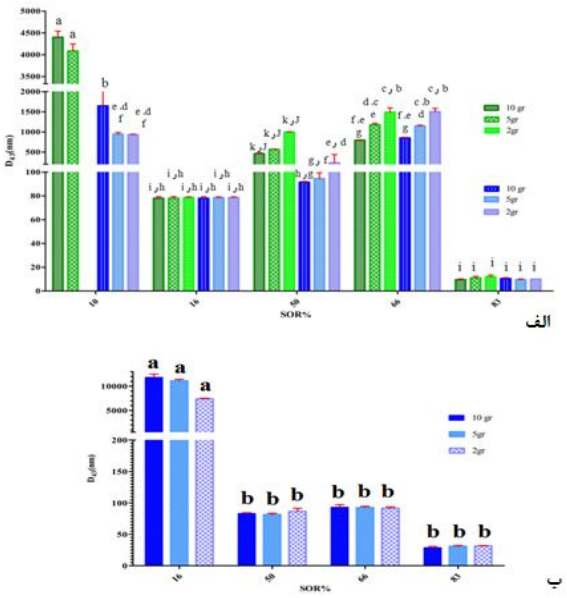


شکل1. الف و ب-به ترتیب تأثیر درصد SOR بر اندازه ی قطرات تولیدی در سیستم ویتامین E استات – توئین 80 و 20، ج- مقایسه تأثیر دما بر قطر قطرات تولیدی در سیستم ویتامین E استات – توئین 80.
(حروف غیرمشابه نشان دهنده وجود اختلاف معنی دار در سطح 5%آزمون دانکن می‌باشد)

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

تأثیر مقدار آب (فاز پیوسته): نتایج اثر مقدار فاز آبی بر قطر قطرات امولسیون در شکل‌های 2-الف و ب ارائه شده‌اند. بررسی اثر مقدار آب بر قطر قطرات در سیستم تویین 80 و در غلظت‌های مختلف سورفاکتانت نشان داد که در دمای 20°C در SOR = 10%، اندازه ی قطرات در دو سطح 10 و 5 گرم مشابه هم بودند ولی در سطح 2 گرم آب، بخش اعظم روغن وارد قطرات امولسیون نشده بود. در دمای 30°C میانگین قطر قطرات در هرسه سطح کاهش یافت و مشاهدات چشمی نمونه ها حاکی از امولسیفیه شدن بخش اعظم روغن در این دما نسبت به دمای 20°C بود. در SOR = 16% در مورد تویین 80، رقیق سازی در هر دو دما، تأثیری در قطر قطرات تولیدی نداشت. در SOR = 50% و دمای 20°C با رقیق سازی امولسیون، قطر قطرات کاهش یافت ولی در دمای 30°C تغییری در میانگین قطر قطرات در اثر رقیق سازی مشاهده نشد. در سطح SOR = 66% نمونه‌های تویین 80 در دو دمای 20 و 30°C در اثر رقیق سازی، میانگین قطر قطرات افزایش یافت. ولی در مورد تویین 20 و SOR = 16% برخلاف تویین 80، با رقیق سازی امولسیون، قطر قطرات افزایش یافت. در SOR = 50% رفتار متفاوتی در مقایسه با تویین 80 با رقیق سازی مشاهده شد؛ به طوریکه در مقدار آب 10 و 2 گرم، میانگین قطر اولیه قطرات و نیز توزیع آن ها همانند هم بودند ولی در سطح 5 گرم آب، میانگین قطر اولیه افزایش یافت. در سطح SOR = 66% رقیق سازی تأثیری در قطر قطرات نداشت. در SOR = 83% در مورد هر دو نوع سورفاکتانت، مقدار آب و دمای محیط تأثیری بر قطر قطرات نداشت.

بررسی پایداری قطر قطرات امولسیون ها در طول مدت نگهداری: نانوامولسیون‌ها همانند امولسیون‌های متداول، سیستم‌های نیمه پایداری هستند و در طول زمان در اثر فرآیندهای فیزیکوشیمایی مختلف اعم از تفکیک گرانشی، انبوهش، ادغام و رسیدگی استوالد دچار شکست می‌شوند. در مقایسه با امولسیون‌های متداول، نانوامولسیون‌ها نسبت به پدیده‌های تفکیک گرانشی و انبوهش قطرات از پایداری بیشتری برخوردار هستند (6). ولی به علت کوچک بودن اندازه ذراتشان، به شدت مستعد رسیدگی استوالد می‌باشند. در این قسمت تأثیر اندازه ذرات بر پایداری فیزیکی نانوامولسیون‌ها مورد بررسی قرار می‌گیرد.

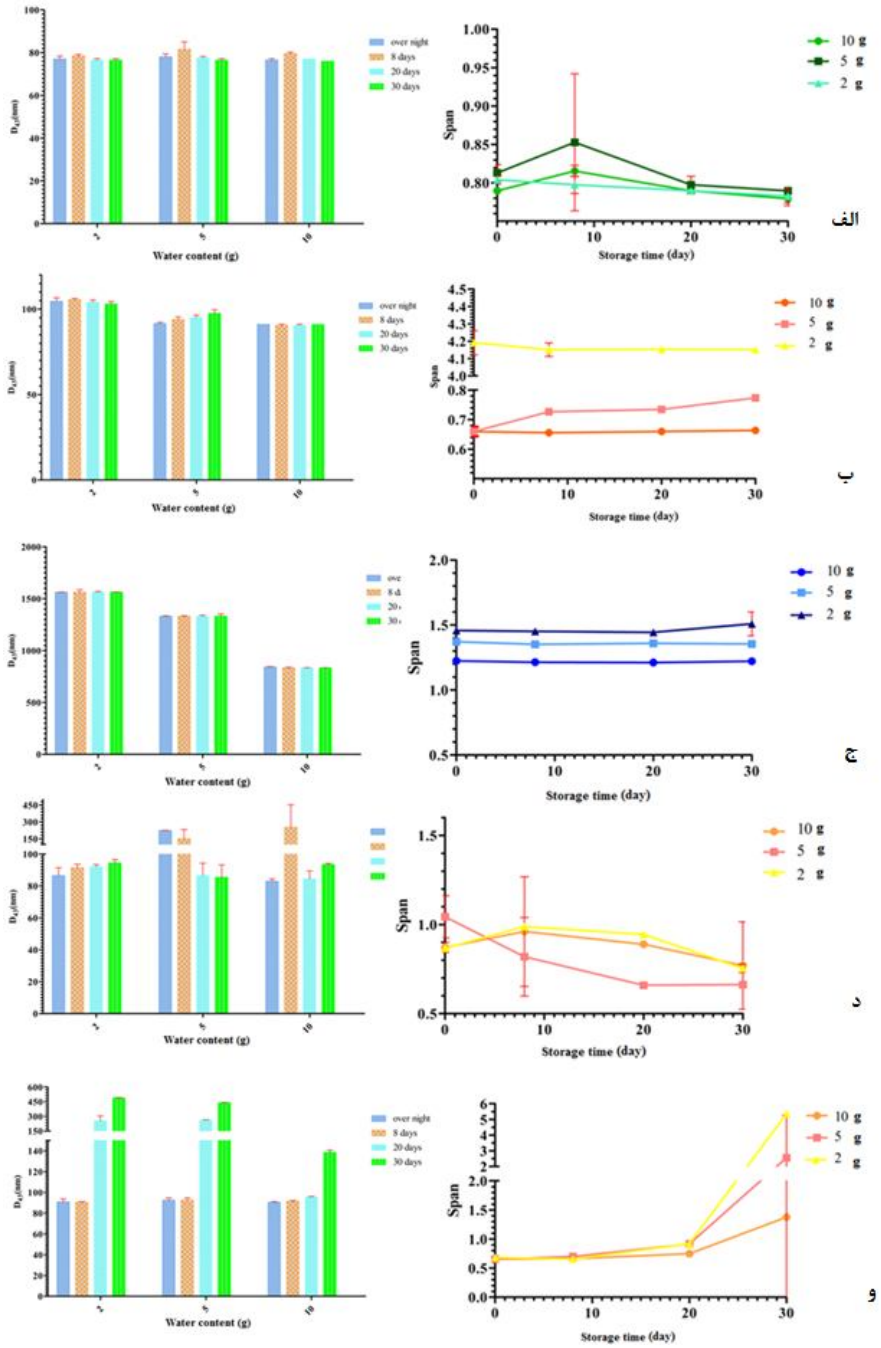


شکل2. الف-مقایسه تأثیر دما (30 و 20 درجه سانتی‌گراد به ترتیب رنگ های آبی و سبز) در مقادیر 16/7، 28/6 و 50% وزنی/وزنی آب در SOR% های مختلف تویین 80 و ب- تأثیر مقدار فاز پیوسته بر قطر قطرات تولیدی در SOR% های 16، 50، 66 و 83 (حروف غیرمشابه نشان دهنده وجود اختلاف معنی دار در سطح 5% در آزمون دانکن است)

مقادیر اندازه و توزیع قطر قطرات در طول زمان نگهداری در شکل 3 ارئه شده‌اند. پایداری نانوامولسیون‌ها بسته به نوع سورفاکتانت، نسبت SOR و مقدار آب در طول زمان نگهداری متفاوت بود. در سیستم حاوی تویین 80، در سطح SOR = 16%، سورفاکتانت-روغن در هر سه سطح 2، 5 و 10 گرم آب پس از 8 روز نگهداری، میانگین قطر قطرات افزایش یافته و در ادامه در روزهای 20 و 30 کاهش یافته و به سطح ثابت و پایداری رسید (شکل 3-الف). در SOR = 50% در مقادیر مختلف آب، رفتارهای متفاوتی مشاهده شد. بالاترین و کمترین اندازه قطر و توزیع، به ترتیب مربوط به سیستم حاوی 2 گرم و 10 گرم آب بود و با گذشت زمان، این روند ثابت ماند ولی در سطح 5 گرم آب، میانگین قطر قطرات افزایش یافت (شکل 3-ب). در نمونه‌های با SOR = 66% حاوی 10 گرم آب، در طول مدت نگهداری 30 روزه، پایدار بودند ولی در نمونه های تهیه شده در مقادیر 5 و 2 گرم آب، اگرچه در طول مدت نگهداری پراکنش اندازه ی قطرات تغییرات قابل ملاحظه‌ای نشان نداد ولی مشاهدات چشمی حاکی از وقوع ناپایداری در سیستم بود (شکل 3-ج). نمونه

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

های تهیه شده با توئین 20 با SOR = 50% حاوی 2 گرم آب، در طول مدت نگهداری، میانگین قطر قطرات افزایش یافت ولی برعکس، در مقدار 5 گرم آب، میانگین قطر قطرات در طول 20روز اول، به صورت چشمگیری کاهش یافت و در ادامه به مقدار ثابت رسید و در سیستم حاوی 10 گرم آب، 8 روز پس از تولید، قطر میانگین به مقدار قابل ملاحظه ای افزایش یافت که در ادامه روند کاهشی به خود گرفت و در طول 30 روز نگهداری به سطح ثابت رسید (شکل 3-د). در SOR = 66%، میانگین قطر اولیه قطرات تقریبا همانند هم بودند ولی در طول مدت نگهداری 30 روزه، هرسه نمونه تهیه شده در مقادیر مختلف آب، بزرگ شدن قطر میانگین را نشان دادند (شکل 3-و).



شکل3. پایداری و تغییر توزیع اندازه قطرات امولسیون های توئین 80 با SOR = 16% (الف)، با SOR = 50% (ب)، با SOR = 66% (ج)، توئین 20 در SOR = 50% (د) و SOR = 66% (و) در مقادیر 2، 5 و 10 گرم آب در مدت نگهداری

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

بررسی خصوصیات رئولـوژیکی: در مـورد سیسـتم هـای حاوی ویتامین E اسـتات تهیـه شـده بـا سـورفاکتانت هـای توبین 20 و 80 بین تنش برشی و سـرعت برشـی در نمونـه های حاوی مقادیر متفاوت ویتـامین اسـتات و سـورفاکتانت، رابطه نسبتا خطی وجود داشت کـه ایـن رفتـار مویـد رفتـار نزدیک به رفتار نیوتنی می‌باشد (شکل 5-الـف). ویسـکوزیته نمونه‌های توبین 80 در سرعت‌های برشی 20 تا 100 برثانیه در محدوده 2/1 تا 2/2 میلی پاسکال ثانیه بودند. نمونه‌هـای توبین 20 درهمین محدوده سرعت برشی، دارای ویسکوزیته 1/4 تا 2/1 میلی پاسکال ثانیه بودند (شکل 5-ب).

بررسی خصوصیات نـوری: یـک امولسـیون را در صـورتی مـی‌تـوان شـفاف در نظـر گرفـت کـه کـدورت آن کمتـر از $0/05\ cm^{-1}$ باشد. کدورت نانوامولسیون در صورتی که قطـر متوسط قطرات آن کمتر از 80 نانومتر باشد و به علاوه توزیع قطر قطرات در آن باریک باشد (اندیس پراکنش کمتر از 1)، زیر $0/05\ cm^{-1}$ خواهد بود که از لحاظ نوری شـفاف بـوده و مناسب برای استفاده در نوشیدنی های شـفاف خواهـد بـود. غلظت روغنی که در آن، کـدورت کمتـر از $0/05\ cm^{-1}$ بـود، تعیین شد که این غلظت 0/003% است.

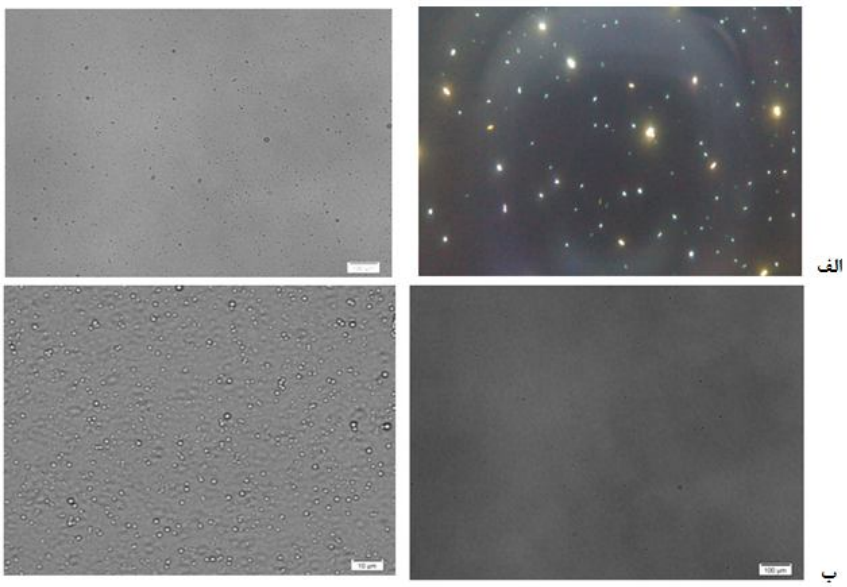
جدول 2.الف. پارامتر های محاسبه شده نمونه ویتامین E استات – توبین 80 (4 نمونه)

SOR%	شاخص جریان (n)	ضریب قوام $k(mPa.s^n)$	R^2
10	0/6847	5/81	90/17
16	0/9068	2/44	98/84
50	0/9664	2/08	98/73
66	0/9296	2/79	99/33

SOR نسبت سورفاکتانت به مجموع روغن و روغن؛ n شاخص جریان، k ضریب قوام (mPa: میلی پاسکال، s: ثانیه)، r^2 ضریب رگرسیون

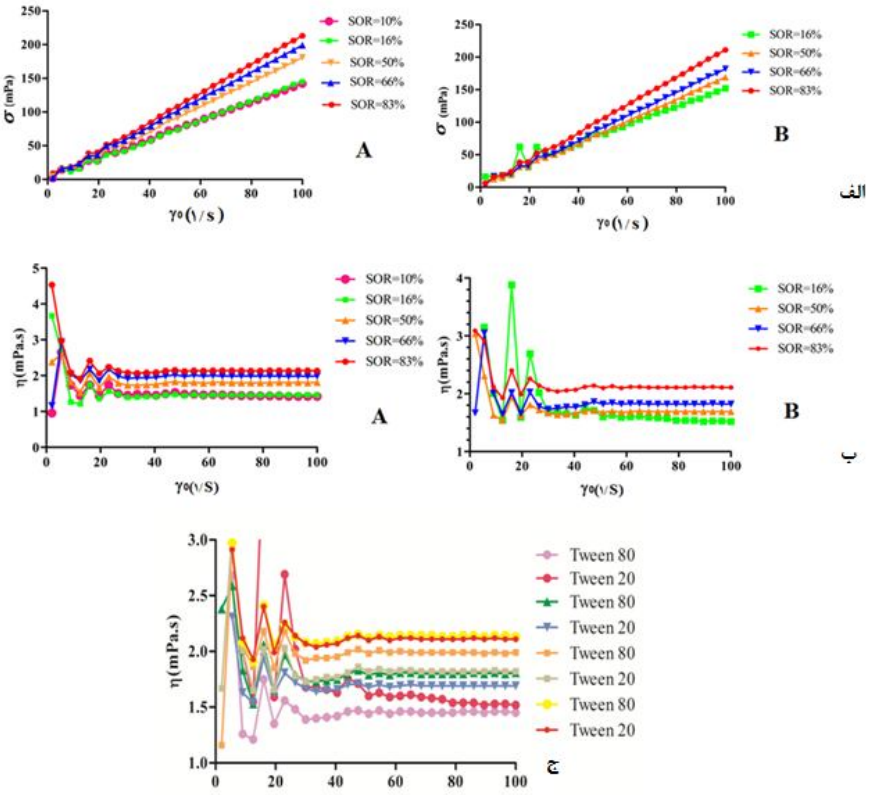
جدول 2.ب. پارامتر های محاسبه شده برای نمونه ویتامین E استات – توبین 20 (3نمونه)

SOR%	شاخص جریان (n)	ضریب قوام $k(mPa.s^n)$	R^2
16	0/8533	2/59	96/05
50	0/942	2/26	99/18
66	0/9833	1/75	98/33



شکل 4. الف- نمونه حاوی غلظت سورفاکتانت بالا (SOR = 66%) زیر میکروسکوپ نوری (سمت چپ) و میکروسکوپ پلاریزه (سمت راست با بزرگنمایی 40)، ب- نمونه های با SOR= 66% تهیه شده در مقدار 5 گرم اولیه آب. تصویر سمت چپ نمونه بدون رقیق سازی زیر میکروسکوپ نوری. تصویر سمت راست با رقت 100

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]



شکل5. الف- نمودار تنش برشی – سرعت برشی برای نمونه های حاوی غلظت های مختلف سورفاکتانت (توییـن 80 :A – توییـن ب- نمودار ویسکوزیته و سرعت برشی نمونه های تهیه شده در غلظت های مختلف سورفاکتانت توییـن 80 (A) و توییـن 20 (B) در مقدار ثابت 10 گرم آب، ج- نمودار ویسکوزیته و سرعت برشی نمونه‌های توییـن 80 و 20 در غلظت‌های مختلف سورفاکتانت های 16% (دایره)، 50% (مثلث)، 66% (مربع)، 83% (شش ضلعی)

• بحث

بررسی تأثیر نسبت سورفاکتانت به ویتامین E استات :

در SOR = 16% نانوامولسیون تشکیل شد. در پژوهش‌هـای پیشین پیشنهاد شده است که ویتامین E اسـتات در حضـور توییـن 80 به عنوان کوسورفاکتانت عمل می‌کند؛ بـه عبـارت دیگر با قرار گرفتن مابین مولکول‌هـای سـورفاکتانت، آن‌هـا انحنای مطلوب خود را خواهند داشت. این توانایی ویتامین E استات به حضور گروه‌های عاملی در ساختار آن نسـبت داده می‌شود. ویتامین E حاوی گـروه اتـری و کربونیـل آبدوسـت بوده و توانایی تشکیل پیوند هیدروژنی با مولکول‌هـای آب را دارد. از سوی دیگر، زنجیر طویل کربنی در ساختار آن، گروه آبگریز بوده و به انحلال ویتامین در فاز روغن کمک می‌کنـد بنـابراین ویتـامین E اسـتات دارای سـاختار آمفـی فیلیـک مـی‌باشـد (20 و 19). در پژوهشـی کـه بـر روی تولیـد نانوامولسیون ویتامین E اسـتات و در حضـور کرموفـور ELP (Cremophor ELP) به عنوان ترکیب فعال سطحی بـا روش خودبه‌خودی انجام شـد (7)، مشـاهده گردیـد کـه در SOR برابر با 40%، قطراتی با قطر زیر 100 نانومتر تشکیل می‌شود. همچنین، در پژوهش بر روی سیسـتم میگلیـول (Miglyol) ـتوییـن80 مشاهده شد که بـا افـزایش غلظـت سـورفاکتانت، اندازه قطرات کاهش می‌یابد به طوری کـه در SOR برابـر بـا 55%، کـوچکترین قطـر قطـرات حاصـل مـی‌شـود (21). درپژوهش ما، در SOR 50 و 66% اندازه ی قطـرات افـزایش یافـت، در حـالی کـه انتظـار مـی‌رفـت افـزایش غلظـت سورفاکتانت، با کـاهش بیشـتر کشـش سـطحی در محـیط، سبب کاهش اندازه ی قطرات شود. مکانیسمی که احتمالا در غلظت‌های بالاتر سورفاکتانت، سـبب افـزایش قطـر قطـرات می‌شود، تشکیل ساختارهـای کریسـتال مـایع در لایـه بـین سطحی روغن-آب است که باعث ویسکوز شدن آن و ممانعت از انتشار سورفاکتانت ها به فاز آبی می‌شوند که این مهاجرت اساس تشکیل نانوامولسیون به روش خودبه خـودی اسـت و

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

بدین ترتیب تولید خودبه‌خودی نانوامولسیون به تاخیر می‌افتد. همچنین پیشنهاد شده است که ورود انرژی به سیستم، به طور بلقوه می‌تواند تشکیل نانوامولسیون در این سیستم ها را تسهیل کند (23و22). ورود انرژی به سیستم می‌تواند به صورت گرما و افزایش دما باشد. در بالاترین غلظت سورفاکتانت مورد استفاده، کاهش مجدد قطر قطرات به تشکیل سیستم جدید میکروامولسیون نسبت داده شد. در این غلظت، تک لایه سورفاکتانت می‌تواند سیستم میسل سورفاکتانت حاوی هسته ویتامینی را تولید کند و انحنای مطلوب خود را داشته باشد که در نتیجه آن، کشش سطحی به حداقل مقدار خود می‌رسد. افزایش انتروپی سیستم نیز موجب کاهش انرژی آزاد سیستم و تشکیل دیسپرسیون کلوئیدی با میسل‌های متورم می‌باشد (9). در مورد سیستم‌های حاوی تویین 20 در SOR = 16% علت تشکیل ماکروامولسیون مربوط به امولسیفیه نشدن مقداری از فاز روغن در سیستم بود که نشان دهنده پایین بودن غلظت آن برای تولید قطرات پایدار در برابر هم آمیختن (کوالسنس) به هنگام تولید است. در این سطح سورفاکتانت، طیف وسیعی از قطرات با قطرهای مختلف حضور دارند (اسپن =0/82±2/57). برخلاف پژوهش جاری، در تولید نانوامولسیون با روش نقطه معکوس شدن امولسیون، تویین 20 قادر به تولید قطرات با شعاع کمتر نسبت به تویین 80 بود (25). در غلظت بیشتر تویین20 (SOR=50) نانوامولسیون تشکیل شد. رفتار ضعیف‌تر تویین 20 نسبت به تویین 80 در تولید خودبه‌خودی امولسیون، احتمالا به اشباعیت بیشتر زنجیرهای اسید چرب در تویین 20 و در نتیجه تحرک کمتر آن مربوط باشد (21). همچنین به نظر می‌رسد که تولید خودبه‌خودی امولسیون و قطر قطرات تولیدی به مقدار عددی HLB سورفاکتانت وابستگی زیادی ندارد (HLB تویین 80 و 20 به ترتیب 15 و 16/7 می‌باشد (22). در SOR = 66%،رفتار تویین 20 مشابه تویین 80 بود و اگرچه قطر متوسط قطرات به صورت جزئی، افزایش یافت، ولی توزیع قطر قطرات از 0/03±0/89 به 0/00±0/65کاهش یافت که علت توزیع یکنواخت احتمالا مربوط به ایجاد تعداد زیاد میسل های سورفاکتانت باشد قطرات که به انتقال فاز روغن بین قطرات و در نتیجه توزیع قطر قطرات کمک کرده‌اند. همان طور که قبلا بیان شد، نتایج نشان-دهنده وابستگی تولید نانوامولسیون با این روش به ساختار مولکولیِ سورفاکتانت مورد استفاده در تولید می‌باشد.

بررسی تأثیر تغییرات دما: کاهش چشمگیر در اندازه (از 463±19 نانومتر به 0/70± 90 نانومتر) و توزیع قطرات (از 0/75±0/1 به 0/66±0/07) اتفاق در SOR =50% با افزایش دما از 20 به 30 درجه سانتی‌گراد را می‌توان به افزایش سرعت مهاجرت سورفاکتانت و روغن و در نتیجه تسریع مکانیسم جوانه‌زنی در روش خودبه‌خودی نسبت داد. هردوی این نمونه ها با میکروسکوپ پلاریزه، به منظور بررسی حضور ساختارهای کریستال مایع بررسی شدند که در مورد نمونه تهیه شده در دمای 20 °C، ترکیبات با خصوصیت شکست دوگانه (بریفریجنس) مشاهده شدند ولی در نمونه تهیه شده در دمای 30 °C شکست دوگانه مشاهده نشد. همان طور که ذکر شد، تشکیل کریستال مایع در سطح، از انتشار سورفاکتانت و روغن جلوگیری به عمل می‌آورد. در SOR = 66% احتمالاً افزایش دما به اندازه کافی زیاد نبوده تا بتواند به پراکنده شدن کامل ساختارهای کریستال مایع منجر شده و سبب تولید نانوامولسیون شود. مشاهدات میکروسکوپی این نمونه ها با میکروسکوپ پلاریزه حاکی از حضور ساختارهایی با خصوصیت بریفریجنس بودند. در پژوهشی که بر روی سیستم میگلیول ـتویین 80 انجام شد، نشان داده شد که تولید امولسیون در این سیستم به شدت وابسته به دما می‌باشد (21). به طوری که با افزایش دما از 25 به 30 °C، در SOR% بزرگتر مساوی 40، شاهد کاهش اندازه ی قطرات در این سیستم بودند و دمای بهینه برای تولید امولسیون 30 °C تعیین شد. در سیستم ایمویتور742 (Imwitor 742) تویین 80 با افزایش دما از 25 به 37 °C، اندازه‌ی قطرات کاهش یافت که این نتایج کاملا با نتایج سیستم ویتامین E استات‌تویین 80 هماهنگی داشت (24). براساس نتایج به دست آمده می‌توان نتیجه گرفت، در شرایطی که در فرمولاسیونی نسبت سورفاکتانت به ماده حامل رعایت شده باشد، دما، تأثیری بر تولید و توزیع قطر قطرات نخواهد داشت.

تأثیر مقدار آب: در SOR = 10% و دمای 30 °C، با افزایش مقدار آب در محیط، اگرچه میانگین قطر قطرات تغییر قابل ملاحظه ای پیدا نکرد، ولی در سه سطح مختلف آب، قطر قطرات توزیع متفاوتی داشتند و با افزایش مقدار آب در محیط از 5 به 10 گرم، اندیس پراکنش آن‌ها کاهش یافت (2/18±0/02 به 1/54±0/01). پایین بودن اندیس اسپن در نمونه تهیه شده در مقدار 2 گرم آب (1/77±0/01) نسبت به نمونه حاوی 5 گرم آب (2/18±0/02)، احتمالاً به

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

علت مشارکت کمتر روغن در تولید امولسیون و در نتیجه کارایی بهتر سورفاکتانت در تولید قطراتی با توزیع اندازه یکنواخت در سیستم بود (18). در SOR= 16%، افزایش مقدار آب و دمای محیط تأثیری بر اندازه و نیز توزیع اندازه‌ی قطرات تولیدی نداشت. در SOR= 50% و دمای 20 °C با رقیق سازی امولسیون، قطر قطرات کاهش یافت ولی در دمای 30°C تغییری در میانگین قطر قطرات در اثر رقیق سازی مشاهده نشد. با رقیق سازی امولسیون از 2 به 5 و 10 گرم آب، اندیس اسپن آن ها به ترتیب 0/005±4/34، 0/03±0/66 و 0/07± 0/66 بودند (دمای 30°C) در مقادیر 10 و 5 گرم آب، منحنی توزیع قطر قطرات تک مد (Monomodal) بود ولی در سیستم حاوی 2 گرم آب، اگرچه قطرمیانگین قطرات تقریبا مشابه نمونه های قبل بود، ولی توزیع قطر قطرات دو مد (Bimodal) بود. مشاهدات چشمی پس از تولید این نمونه، حاکی از وقوع تفکیک گرانشی در سیستم بود. این پدیده شاید به این علت باشد که در غلظت‌های بالای سورفاکتانت، انبوهش ناشی از تهی شدن (Depletion flocculation) در سیستم اتفاق افتاده و سبب انبوهش تعدادی از قطرات شده است. در غلظت‌های بالای سورفاکتانت، بخشی از آن‌ها به جای قرار گرفتن در سطح، در توده قرار می‌گیرند و فشار اسمزی را بالا می‌برند و در نتیجه فاز پیوسته بین قطرات به این مکان منتقل می‌گردد و در مقدار اندک آبِ محیط، قطرات انبوهش می‌یابند. قطرات انبوهش یافته با آهنگ بیشتری در قسمت فوقانی نمونه تجمع می‌یابند به طوری که با نمونه برداری از قسمت تحتانی نمونه، توزیع قطر قطرات تک مد بود. در مورد امولسیون هایی که با سورفاکتانت‌های ریز مولکول پایدار شده اند، ناپایداری ناشی از انبوهش ناشی از تهی شدن گزارش شده است: (27، 26). در پژوهش دیگر (28) مشاهده شد که در غلظت‌های بالای سورفاکتانت غیریونی، انبوهش ناشی از تهی شدن منجربه ناپایدار شدن نانوامولسیون نیز می‌شود.

با توجه به شکل (2-ب)، با افزایش مقدار آب در هر نسبت SOR در امولسیون پایدار شده توسط توین 20، تغییر معنی‌داری در قطر قطرات مشاهده نمی شود یعنی رقیق سازی امولسیون تأثیری در کاهش قطر قطرات نداشت. با وجود اینکه اصولا کاهش کسر حجمی به دلیل افزایش فاز پیوسته، موجب کاهش تصادم قطرات و در نتیجه کاهش انبوهش و هم-آمیختگی می‌گردد، با این وجود، عدم کاهش قطر قطرات طی رقیق‌سازی امولسیون نشان دهنده عدم نقش چشمگیر این مکانیسم در ناپایداری و افزایش قطر قطرات می‌باشد. با توجه به اینکه با کاهش قطر قطرات به زیر 300 نانومتر، به علت غلبه حرکت براونی به نیروی گرانش، تفکیک گرانشی و انبوهش (فلاکولاسیون) شدیدا کاهش می‌یابد می‌توان علت این موضوع را توجیه کرد.

براساس نتایج به دست آمده در مورد هر دو نوع سورفاکتانت می‌توان بیان داشت که با در SOR بهینه در مقدار فاز پیوسته، تأثیری بر تولید امولسیون، قطر قطرات و توزیع آنها نداشت.

بررسی پایداری امولسیون ها در طول مدت نگهداری:

برای اینکه بتوان از فرمولاسیونی در صنایع غذایی و نوشیدنی استفاده کرد، بایستی آن، در دراز مدت پایدار باشد. با بررسی قطر قطرات و تغییر توزیع اندازه آن‌ها، پایداری امولسیون‌ها ارزیابی شد. بررسی پایداری نانوامولسیون حاوی SOR = 16% -توین 80، نشان می‌دهد در این سطحِ سورفاکتانت-روغن در هر سه سطح 2، 5 و 10 گرم آب پس از 8 روز نگهداری، میانگین قطر قطرات افرایش یافته و در ادامه در روزهای 20 و 30 کاهش یافته و به سطح ثابت و پایداری رسیده است (شکل3-الف). به منظور روشن‌تر شدن علت این افزایش و در نهایت کاهش میانگین قطر قطرات، تغییر توزیع پراکنش آن‌ها نیز مورد بررسی قرار گرفت. همان طور که در شکل 3-الف مشاهده می‌شود، توزیع قطر قطرات در طول مدت نگهداری ابتدا افزایش یافت. در ادامه تغییر توزیع قطر قطرات، روند کاهش به خود گرفت و در نهایت هر سه سیستم به قطراتی با شعاع تقریبا ثابت و یکسانی رسیدند. این پدیده یعنی کاهش قطر قطرات، حل شدن (Solubilization) نامیده می‌شود (29) که شباهت بسیار زیادی به تولید اولیه امولسیون از طریق مکانیسم جوانه زنی دارد. همان طور که در شکل 3-الف دیده می‌شود، در مدت 8 روز اولیه، توزیع قطر قطرات افزایش یافته است؛ به عبارت دیگر انتقال ویتامین از درون قطرات ریز به قطرات درشت انجام یافته و در ادامه در 12 روز بعد، رفته رفته توزیع قطر قطرات کاهش یافته است. علت این پدیده احتمالا این باشد که با گذشت زمان، سورفاکتانت‌های موجود در توده، بخشی از مولکول‌های موجود در سطح قطرات را جذب می‌کنند و قطرک‌های جدیدی می‌سازند. در پژوهشی (30) مشاهده شد که در مدت نگهداری قطر قطرات در امولسیون مونو دیسپرس به سمت تولید قطرات ریزتر تغییر پیدا می‌کند.

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

در SOR = 50% در سیستم حاوی 5 گرم آب، می‌توان به رسیدگی استوالد نسبت داد و سبب بزرگ شدن قطر میانگین قطرات و نیز افزایش اندیس پراکنش آن‌ها در طول زمان شده است (شکل3-ب). با رسم نمودار مکعب شعاع قطرات در طول مدت نگهداری در مقابل زمان، r^2 خط حاصل 0/98 به دست آمد. ارتباط خطی بین میانگین قطر قطرات به توان سه در مقابل زمان، در یک امولسیون نشان دهنده وقوع رسیدگی استوالد در سیستم می‌باشد. در غلظت‌های بالای سورفاکتانت که غلظت آن به حد بحرانی رسیده (2 گرم آب)، انبوهش ناشی از تهی شدن رخ داده است. زیرا در آن بخشی از قطرات که انبوهش اتفاق افتاده بود، بدون اینکه هم‌آمیختنی در طول مدت نگهداری 30 روزه اتفاق بیفتد باقی ماندند و در بخش دیگر قطرات که دارای قطر مشابه نمونه حاوی 10 گرم آب بودند، تغییر قابل ملاحظه‌ای اتفاق نیفتاد. به همین دلیل قطر میانگین قطرات ثابت ماند. در این نوع انبوهش، برهمکنش بین قطرات، ضعیف می‌باشد و انتظار می‌رفت با همزدن در داخل سیستم، پخش می‌شدند ولی احتمالا به علت غلیظ بودن امولسیون، هم‌زدن برای دیسپرس کردن قطرات انبوهش یافته موثر نبوده و رقیق سازی بعدی برای آنالیز با پارتیکل سایزر تأثیری بر قطر قطرات و توزیع آن‌ها نداشته است. میانگین قطر قطرات و اندیس پراکنش بالا برای این نمونه‌ها به علت دومد بودن سیستم می‌باشد. در SOR = 66% ودر مورد نمونه تهیه شده در مقدار 10 گرم آب، با توجه به این‌که اندازه اولیه قطرات حدودا 850 نانومتر بود، انتظار می‌رفت در طول مدت نگهداری اندازه آن‌ها افزایش یابد ولی میانگین قطر قطرات و نیز اندیس پراکنش آن‌ها در طول مدت نگهداری 30 روز تغییر قابل ملاحظه‌ای نکرد. در پژوهش بر روی تولید امولسیون روغن ذرت در آب، پایدار شده با سورفاکتانت توین 80، مشاهده شد که امولسیون با قطر قطرات اولیه 2 میکرومتر به شدت ناپایدار بوده و پس از 10 روز نگهداری تفکیک فازها به طور کامل رخ می‌دهد (31). در پژوهشی دیگر (21)، پیشنهاد شد که به هنگام تولید نانوامولسیون به روش خود به خودی، زمانی که فاز آلی حاوی روغن و سورفاکتانت به فاز آبی افزوده می‌شوند، با رقیق کردن سیستم، فاز کریستال مایع در لایه بین سطحی روغن-آب تشکیل می‌شود که می‌تواند سبب پایدار شدن سیستم شود. به منظور بررسی حضور احتمالی ساختارهای کریستال مایع، ابتدا خصوصیات مورفولوژی و شکست دوگانه این نمونه‌ها با میکروسکوپ نوری بررسی شدند (شکل4-الف). همان طور که در این شکل مشخص است، این نمونه‌ها حاوی ترکیباتی با خاصیت شکست دوگانه بودند و قادر به پراکنده ساختن نور پلاریزه بودند. در نمونه‌های تهیه شده در مقادیر 5 و 2 گرم آب در همین SOR، به منظور تعیین علت مشاهدات چشمی حاکی از وقوع ناپایداری سیستم، ساختار میکروسکوپی این نمونه‌ها یکبار بدون رقیق سازی و بار دیگر پس از رقیق سازی (100 برابر) توسط میکروسکوپ نوری بررسی شدند (شکل4-ب). همان طور که در تصاویر تهیه شده با میکروسکوپ نوری دیده می‌شود، قطرات در سیستم اولیه انبوهش یافته اند ولی پس از رقیق سازی، قطرات از هم جدا شده اند. به عبارت دیگر، کنارهم قرار گرفتن قطرات فیزیکی بوده و فقط کنار هم تجمع یافته بودند. برای اندازه‌گیری قطر قطرات توسط دستگاه پارتیکل سایزر، بایستی حتماً قبل از اندازه‌گیری نمونه ها رقیق شوند. به همین دلیل می‌توان علت این عدم تغییر قابل ملاحظه در توزیع قطر قطرات در طول مدت را به رقیق سازی قبل از اندازه گیری نسبت داد. به عبارت دیگر قطرات در طول مدت نگهداری دچار ناپایداری از نوع هم‌آمیختن نشده اند. در مورد نمونه های تهیه شده با تویین 20 در SOR 50% (شکل3-د)، در مقدار 2 گرم آب، در طول مدت نگهداری، میانگین قطر قطرات افزایش یافت که این پدیده را می‌توان به حضور احتمالی میسل‌های سورفاکتانت نسبت داد که موجب افزایش میانگین قطر قطرات می‌شود. رسم نمودار میانگین قطر قطرات به توان سه در مقابل زمان نیز r^2=85/5 به دست می‌دهد. در مورد سیستم تهیه شده در مقدار 5 گرم آب، میانگین قطر قطرات در طول 20روز اول، به صورت چشمگیری کاهش یافت و در ادامه به مقدار ثابت رسید. اندیس اسپن بالا، بلافاصله پس از تولید مربوط به دو مد بودن سیستم می‌باشد که سبب شده توزیع قطر قطرات در محدوده وسیع‌تری قرار بگیرد. اندیس پراکنش نیز با کاهش قطر میانگین قطرات، کاهش یافت. در سیستم حاوی 10 گرم آب، 8 روز پس از تولید، قطر میانگین به مقدار قابل ملاحظه‌ای افزایش یافت که این پدیده را می‌توان به ناپایدار شدن احتمالی سیستم در اثر رقیق سازی نسبت داد. به این صورت که در مدت نگهداری، حضور مقادیر بالای آب در سیستم، سورفاکتانت‌ها ناحیه بین سطحی را رها کرده و وارد فاز آبی می‌شوند. زیرا احتمالا از لحاظ ترمودینامیکی برای آن ها تشکیل میسل جداگانه در داخل فاز آبی مطلوب‌تر

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

می‌باشد (15) ولی در ادامه احتمالا پدیده حل شدن در سیستم اتفاق افتاده و میسل ها با جابجا کردن ویتامین E استات بین قطرات، به یکنواخت‌تر شدن توزیع قطر قطرات و کاهش اندیس اسپن کمک کرده اند. پس از اینکه توزیع قطر قطرات یکنواخت شد، احتمالا رسیدگی استوالد، سبب بزرگ شدن قطر قطرات و کاهش اندیس اسپن شده است. این رفتار متفاوت توییین 20 نسبت به توییین 80 را می‌توان به تفاوت غلظت بحرانی تشکیل میسل آن ها نسبت داد. به طور کلی می‌توان مدت 20 روز را در مورد این سیستم، زمان رسیدن به تعادل در نظر گرفت. در SOR = 66%، میانگین قطر اولیه قطرات تقریبا همانند هم بودند (شکل3-و). ولی در طول مدت نگهداری 30 روزه، هرسه نمونه تهیه شده در مقادیر افزایشی آب از 2 به 10 گرم آب، بزرگ شدن قطر میانگین را نشان دادند که این افزایش، مقارن بود با پهن‌تر شدن نمودار پراکنش قطر متوسط قطرات (شکل3-و)، که این هم دلیلی بر وقوع هم‌آمیختگی قطرات در طول مدت نگهداری می‌باشد (33). ناپایداری در امولسیون های غلیظ‌تر، شدیدتر اتفاق افتاده است. با غلیظ‌تر شدن امولسیون، قطرات به صورت فشرده‌تری کنارهم قرار می‌گیرند که در طول مدت نگهداری امکان یکی شدن آن‌ها افزایش می‌یابد.

بررسی خصوصیات رئولوژیکی: در منابع، اطلاعات اندکی درمورد رئولوژی نانوامولسیون‌ها وجود دارد. همان طور که در شکل 5-الف دیده می‌شود، در مورد سیستم‌های حاوی ویتامین E استات تهیه شده با سورفاکتانت‌های توییین 20 و 80، در سرعت‌های برشی پایین (پایین تر از 20 برثانیه)، ویسکوزیته به صورت ناگهانی کاهش یافت که به تغییر شکل قطرات و تفکیک قطرات انبوهه شده نسبت داده شد. در سرعت‌های برشی بالاتر، ویسکوزیته به سرعت برشی وابسته نیست و با افزایش سرعت برشی، ویسکوزیته در تمام سرعت-های اعمال شده، ثابت می‌ماند (شکل 5-ب). بین تنش برشی و سرعت برشی در نمونه‌های حاوی مقادیر متفاوت ویتامین استات و سورفاکتانت، رابطه نسبتا خطی وجود دارد که این رفتار نشانگر رفتار نزدیک به رفتار نیوتنی می‌باشد (شکل 5-الف)

همان طور که در شکل 5-ج دیده می‌شود، در مورد امولسیون‌های تهیه شده با توییین 80 و توییین20، ویسکوزیته‌ی نمونه‌های حاوی SOR = 16% که به ترتیب حاوی قطراتی با قطر 0/70±78 و 673/87±11798/5 نانومتر می‌باشند، ویسکوزیته نمونه توییین 80 با قطرات کوچکتر، کمتر از نمونه توییین 20 با قطر متوسط بزرگتر، است که غیر عادی به نظر می‌رسد. معمولاً در یک سیستم مشابه (از نظر ترکیب و دما) و کسر حجمی ثابت، با کاهش قطر قطرات، ویسکوزیته سیستم افزایش می‌یابد که به افزایش نسبت سطح به حجم نسبت داده می‌شود. اما لخته شدن قطرات در امولسیون می‌تواند علاوه بر افزایش قطر قطرات، موجب افزایش ویسکوزیته در کسر حجمی ثابت گردد چون، مقادیری از فاز پیوسته در بین قطرات گیر می‌افتند. از طرف دیگر، ضخامت و ساختار فیلم تشکیل شده توسط سورفاکتانت، در لایه سطحی نیز می‌تواند در مقادیر ویسکوزیته امولسیون موثر باشد. در SOR = 50 %، میانگین قطر قطرات به ترتیب در مورد نمونه‌های توییین 80 و 20 به ترتیب 0/70±90 و 1/41±83 بود. همان طور که در شکل 5-ج مشاهده می‌شود، ویسکوزیته نمونه توییین 80 اندکی بیشتر از نمونه توییین 20 است. با توجه به اینکه قطر قطرات در این دو سیستم تقریبا مشابه هم می‌باشد، تفاوت ویسکوزیته این دو سیستم را می‌توان به نوع سورفاکتانت به کار رفته، نسبت داد. در SOR = 66 % نیز ویسکوزیته نمونه توییین 80، بیشتر از نمونه توییین 20 با میانگین قطر قطرات به ترتیب 13/43±853 و 4/24±93 می‌باشد. در SOR = 83 % نیز نمودار ویسکوزیته در مقابل سرعت برشی دو نمونه توییین 80 و 20 نیز برهم منطبق می‌باشند. رئولوژی امولسیون ها علاوه بر کسر حجمی فاز پراکنده، به عواملی نظیر رئولوژی فازهای تشکیل دهنده، اندازه و توزیع قطر قطرات، بر هم‌کنش بین قطرات، میزان انبوهش (فلاکولاسیون) قطرات، نوع و ضخامت لایه سورفاکتانت و قدرت یونی فاز پیوسته نیز وابسته است (34، 18). نتایج این تحقیق نشان می‌دهد که نوع سورفاکتانت و نسبت آن به فاز پراکنده، تأثیر زیادی در ویسکوزیته نانو امولسیون‌ها دارد. در جدول 2-الف و ب شاخص جریان (n) و ضریب قوام و نیز ضریب تبیین R^2 برای نمونه ها در دمای 25 °C آورده شده است. ضریب تبیین برای اکثر نمونه ها، بالاتر از 98% می‌باشد که نشان دهندهٔ مناسب بودن مدل قانون توان برای توصیف خصوصیات جریانی نمونه‌ها می‌باشد. در این رابطه هرچقدر n به 1 نزدیک تر باشد، نشانه دهندهٔ تمایل سیال به رفتار نیوتنی و هرچقدر به صفر نزدیک تر باشد، نشان دهنده تمایل به رفتار سودوپلاستیک است. همان طور که در جدول2-الف و ب مشاهده می‌شود، مقادیر شاخص رفتار جریان برای اکثر نمونه‌ها نزدیک به یک می‌باشد که دلالت

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

بر رفتار نیوتنی دارد. تنها در مقادیر بـا سـورفاکتانت پـایین، رفتار نسبتاً سودوپلاستیک مشاهده می‌شود که ممکن اسـت به انبوهش قطرات مربوط باشد. رفتار نیوتنی این سیستم‌هـا به علت توانـایی میسـل‌هـا در تشـکیل سـاختارهای کـروی می‌باشد که این ساختارهای کروی، رئولوژی امولسیون را بـه صورت جزئی تحت تأثیر قرار می‌دهند (35) .

خصوصیات نوری: خصوصیات نوری امولسـیون‌هـا در ایـن پژوهش با اندازه گیری کدورت سیستم‌ها در طول موج 600 نانومتر تعیین شدند. یک امولسیون را در صـورتی مـی‌تـوان شفاف در نظـر گرفـت کـه کـدورت آن کمتـر از $0/05\ cm^{-1}$ باشد. کـدورت نانوامولسـیون در صـورتی کـه قطـر متوسـط قطرات آن کمتر از 80 نانومتر باشد و به عـلاوه توزیـع قطـر قطرات در آن باریـک باشـد (انـدیس پـراکنش کمتـر از 1)، زیر $0/05cm^{-1}$ خواهد بود که در نتیجه از لحاظ نوری شفاف بوده و مناسب برای استفاده در نوشیدنی‌های شفاف خواهـد بـود. در پژوهشـی (16) نشـان داده شـد کـه کـدورت نانوامولسیون ها با افزایش غلظت روغن افزایش مـی‌یابـد. در ایـن پـژوهش نیـز ابتـدا کـدورت نـانوامولسـیون بهینـه (SOR=16%-تـوییـن 80) در محتـوای روغنـی 0 تـا 0/1% بررسـی شـد و غلظـت روغنـی کـه در آن کـدورت کمتـر از $0/05\ cm^{-1}$ بود، تعیین شد که این غلظـت 0/003% اسـت. به این ترتیب امولسیون اولیـه بایسـتی حـدودا 4700 برابـر رقیق شود. بررسی رقیق سازی امولسـیون اولیـه نسـبت بـه آزمون رقیق سازی نشان داد که بدون اینکه تغییری در قطر قطرات و نیز پـراکنش آن‌هـا اتفـاق بیفتـد، مـی‌تـوان عمـل رقیق‌سازی نانوامولسیون اولیه را انجـام داد. سـروینگ سـایز (حجـم ظـروف) نوشـیدنی هـای شـفاف 200 میلـی لیتـر می‌باشد، و از طرفی مقدار مجاز دریافت روزانه برای ویتـامین E استات 15 میلی گـرم مـی‌باشـد. بـا حفـظ شـفاف بـودن نوشیدنی پس از افـزودن نانوامولسـیون، مقـدار ویتـامین آن حدودا 6 میلی گرم در هر سروینگ خواهد بود. به این ترتیب می‌توان نوشیدنی‌های شفاف را بـدون تغییـر در خصوصـیات ظاهری آن‌ها غنی‌سازی نمود.

فرمولاسیون بهینه در غلظت SOR 16% با کمترین مصرف سورفاکتانت تولید شـد. پـس از تعیـین غظـت سـورفاکتانت بهینه برای تولید، تغییر دادن درصد وزنی فاز پیوسته و دمـا تأثیری بر تولید نداشت. نانوامولسیون بهینه نسبت به رقیـق سازی مقاوم بود. به این ترتیب آن را می‌توان تا رسـیدن بـه حـداکثر مقـدار مجـاز دریافـت روزانـه بـدن رقیـق نمـود و نوشیدنی‌هـای خـوراکی شـفاف را بـدون اینکـه تغییـری در خصوصیات ظاهری آن‌ها ایجاد شود رقیق سازی نمود.

• References

1. Gonnet M, Lethuaut L, Boury F. New trends in encapsulation of liposoluble vitamins. J. Controll. Release. 2010; 146: 276-90.
2. Somchue W, Sermsri W, Shiowatana J, Siripinyanond A. Encapsulation of a-tocopherol in protein-based delivery particles. Food Res Int 2009; 42: 909-14.
3. Cardeo Z, Dragon D, Weikert C, Boeing H. Vitamin E and risk of cardiovascular diseases: a review of epidemiologic and clinical trial studies. Crit Rev Food Sci Nutr 2010; 50(5): 420-40.
4. Chen C, Wagner G. Vitamin E nanoparticle for beverage applications. Chem. Eng. Res 2004; 82(A11): 1423-37.
5. Westergren T, Kalikstad B. Dosage and formulation issues: oral vitamin E therapy in children. Eur. J. Clin. Pharmacol 2010; 66: 109-18.
6. McClements D, Rao J. Food-Grade Nanoemulsions: Formulation, Fabrication, Properties, Performance, Biological Fate, and Potential Toxicity. Crit Rev Food Sci Nutr 2011; 51: 285-330.
7. Anton N, Vandamme T. The universality of low-energy nano-emulsification. Int. J. Pharm 2009; 377: 142-7.
8. Tadros T, Izquierdo P, Esquena J, Solans C. Formation and stability of nano-emulsions. Adv. Colloid Interface Sci 2004; 108-109: 303-18.
9. McClements DJ. Nanoemulsions versus microemulsions: terminology, differences, and similarities. ISO 4 2012; 8: 1719-29.
10. Acosta E. Bioavailability of nanoparticles in nutrient and nutraceutical delivery. J Colloid Interf Sci 2009; 14(1): 3–15.
11. Anton N, Vandamme T. Low-energy nano-emulsifications: overview and potentials in microencapsulation. In: Groningen, Netherlands: : proceedings of the XVII International Conference on Bioencapsulation, Groningen, Netherlands, 24-26 September. p 1-4.

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

12. Bouchemal K, Briançon S, Perrier E, Fessi H. Nano-emulsion formulation using spontaneous emulsification: solvent, oil and surfactant optimization. Int. J. Pharm 2004; 280 : 241–25.

13. Yang Y, Marshall-Breton C, Leser M, Sher A, McClements DJ. Fabrication of ultrafine edible emulsions: Comparison of high-energy and low-energy homogenization methods. Food Hydrocolloid 2012; 29: 398-406.

14. Qian C, McClements DJ. Formation of nanoemulsions stabilized by model food-grade emulsifiers using high-pressure homogenization: Factors affecting particle size. Food Hydrocolloid 2010; 25: 1000-8.

15. Ziani K, Fang Y, McClements DJ. Fabrication and stability of colloidal delivery systems for flavor oils: Effect of composition and storage conditions. Food Res Int 2012; 46: 209–16.

16. Lee S, McClements DJ. Fabrication of protein-stabilized nanoemulsions using a combined homogenization and amphiphilic solvent dissolution /evaporation Approach. Food Hydrocolloid 2010; 24: 560-9.

17. Liu Y, Friberg. Role of liquid crystal in the emulsification of a gel emulsion with high internal phase fraction. . J Colloid Interf Sci 2009; 340: 261-8.

18. McClements DJ. Food emulsions: principles, practice, and techniques. Second edition. CRC Press; 2004.

19. Horn D, Rieger J. Organic Nanoparticles in the Aqueous Phase–Theory, Experiment, and Use. Angew. Chem. Int. Ed 2001; 40: 4330-61.

20. Teo B, Basri M, Zakaria M, Salleh A, Rahman R, Rahamn M. A potential tocopherol acetate loaded palm oil nanocosmeceuticals esters-in-water nanoemulsions for nanocosmeceuticals. J Nanobiotechnology 2010; 8:4.

21. Wakerly MW, Pouton CW, Meakin BJ, Morton FS. In: Self-emulsification of vegetable oil-non-ionic surfactant mixtures. Scamehron, J.F. Phenomena in mixed surfacyan systems. ACS Publications; 1986. p242-55.

22. Pouton CW. Self-emulsifying drug delivery systems: assessment of the efficiency of emulsification Int. J. Pharm 1985; 27: 335-348.

23. Pouton CW. Formulation of self-emulsifying drug delivery systems. Adv. Drug Deliv 1997; 25: 47-58.

24. Carig DQM, Barker SA, Banning D, Booth SW. An investigation into the mechanisms of self-emulsification using particle size analysis and low frequency dielectric spectroscopy. Int. J. Pharm 1995; 114(1): 103-110.

25. Weiszhár Z, Czucz J, Revesz C, Rosivall L, Szebeni J, Rozsnyay Z. Complement activation by polyethoxylated pharmaceutical surfactants: Cremophor-EL, Tween-80 and Tween-20. Eur J Pharm Sci 2012; 45(4):. 492-8.

26. Furusawa K, Sato A, Shirai J, Nashima T. Depletion Flocculation of Latex Dispersion in Ionic Micellar SystemsJ. J Colloid Interf Sci 2002; 253: 273-8.

27. Leal-Calderon F, Homer S, Goh A, Lundin L. W/O/W emulsions with high internal droplet volume fraction. Food Hydrocolloid 2012; 27: 30-41.

28. Wulff-Pe´rez M, Torcello-Go´mez A, Ga´ lvez-Ruı´z MJ, Martı´n-Rodrı´guez A. Stability of emulsions for parenteral feeding: Preparation and characterization of o/w nanoemulsions with natural oils and Pluronic f68 as surfactant. Food Hydrocolloid 2009; 23: 1096- 1102.

29. Miller C. In: Solubilization in Surfactant Systems. In Birdi KS. Handbook of Surface and Colloid Chemistry. CRC press; 2009. p 415-438.

30. Ariyaprakai S, Dungan SR. Solubilization in monodisperse emulsions. J Colloid Interf Sci 2007; 314: 673-82.

31. Krstonos˘ic V, Dokic L, Dokic P, Dapc˘evic T. Effects of xanthan gum on physicochemical properties and stability of corn oilin-water emulsions stabilized by polyoxyethylene (20) sorbitan monooleate. Food Hydrocolloid 2009; 23: 2212–18.

32. Friberg S, Jansson P. Surfactant association structure and emulsion stability. J Colloid Interf Sci 1976; 55(3): 614-23.

33. Kabalnov AS, Shchukin E. Ostwald ripening theory: applications to fluorocarbon emulsion stability. Adv. Colloid Interface Sci 1992; 38: 69-97.

34. Derkach SR. Rheology of emulsions. Adv. Colloid Interface Sci 2009; 151: 1-23.

35. Jiang L, Basri M, Omar D, Rahman M, Salleh A, Rahman R. Physicochemical Characterization of Nonionic Surfactants in oil-in-water (O/W) Nano-emulsions for New Pesticide Formulations. Inst. Appl. Sci Tech 2011; 1(5): 131-42.

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]

Production and Evaluation of Vitamin E based Nanoemulsion by Spontaneous Method

Niknia N[1], Ghanbarzadeh B[2], Hamishekar H[3], Rezayi Mokarram R[4] , Mortazaviyan AM[5]*

1- M. Sc. in Food Sciences and Technology, Faculty of Agriculture, University of Tabriz, Tabriz, Iran.

*2-*Corresponding author: Associated Prof, Dept.of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, University of Tabriz, Tabriz, Iran, E-mail: Ghanbarzadeh@tabrizu.ac.ir*

3- Assistant Prof, Drug Applied Research Center, Medical Research and Development Complex, Tabriz University of Medical Sciences, Tabriz, Iran

4- Assistant Professor of Department of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, University of Tabriz, Tabriz, Iran

5- Associate prof, Dept. of Food Sciences and Technology, National Nutrition and Food Technology Research Institute, Shahid Beheshti University of Medical Science, Tehran, Iran

Received 23 May, 2013 **Accepted 11 Sept, 2013**

Background and Objectives: Oil-in-water nano-emulsions (NEs) are increasingly used as delivery systems to encapsulate lipophilic bioactive components in functional foods. NEs are usually produced using high-energy methods, which can limit production in Iran because of a lack of suitable equipment. The present study investigated the production of NEs using the low energy method of spontaneous emulsification.

Materials and Methods: The effect of oil composition was first determined for Tween 80 and Tween 20 by changing the surfactant-to-oil ratio (SOR) from 10% to 83% at fixed increments in the continuous phase (16.7% w/w oil phase). The effect of the length of the continuous phase and temperature on production of NEs was investigated for different amounts of initial water (28.6% and 50% w/w oil phase) for both Tweens; the effect of temperature change was only tested for Tween 80. The prepared samples were tested for turbidity, stability, rheological properties, and dilution.

Results: Optimum NEs formed at a SOR of 16% for Tween 80. In this method, surfactant type had an appreciable effect on the production of NEs. It was found that SOR had a major effect on production of NEs. There was no effect for the continuous phase or temperature on production and particle size. The NEs were stable (no change in size) at ambient temperatures (20°C) for one month. A concentration of about 0.003% NE was determined to be the optimal addition for beverages without changing their optical and rheological properties.

Conclusions: In the optimum formulation (OF), changes in temperature and oil phase did not affect the production of NEs and the OF was stable for 30 d.

Keywords: Nano-emulsion, Vitamin E acetate, Spontaneous emulsification, Tween 80, Tween 20

[Downloaded from nsft.sbmu.ac.ir on 2026-11-07]