

Research Article

Agricultural Engineering, 47(3) (2024) 391-409

ISSN (P): 2588-526X

DOI: 10.22055/agen.2024.47240.1734

ISSN (E): 2588-5944

Optimization of preparation conditions and characterization of micropowder of sour tea extract containing anthocyanin by spray drying method

P. Afshari¹, N. Shahgholian^{2*} and H. Zaki Dizaji³

1. Graduated M.Sc. student, Department of Biosystems Engineering, Faculty of Agriculture, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.
2. Assistant professor, Department of Biosystems Engineering, Faculty of Agriculture, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.
3. Associate professor, Department of Biosystems Engineering, Faculty of Agriculture, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.

Received: 22 June 2024 Accepted: 4 August 2024 *Corresponding Author: n.shahgholian@scu.ac.ir

Abstract

Introduction: Drying is one of the most economical ways to preserve food and is used to increase its shelf-life. Microencapsulation protects sensitive foods from adverse environmental conditions (such as the effect of moisture and oxygen) and reduces food quality fluctuations. The principle of microencapsulation via spray drying is to prepare an emulsion or suspension and spray it in the hot air of the drying chamber. Plant pigments, such as anthocyanins, have been considered, but they are unstable under processing conditions. Hibiscus sabdariffa (sour tea) is a resistant herbaceous shrub and annual or perennial plant that contains anthocyanins. More than 300 types of sour tea are found in tropical and subtropical regions worldwide. Gum Arabic and maltodextrin are used as carrier materials to maintain the stability and functional characteristics of the powder prepared by spraying. Owing to its high solubility, low viscosity, and suitable emulsifying properties, gum Arabic is a carrier of interest in the spray drying process. Maltodextrin is a partial hydrolysis product of starch and oligosaccharides and has become one of the most important and widely used carrier compounds in spray drying because of its high solubility and low viscosity. Because anthocyanins are soluble in water, they are compatible with formulations containing maltodextrin, gum arabic, and starch. The main goal of this research was to investigate the microencapsulation of sour tea extract using a spray drying method for the development of stable anthocyanin formulations because this method is scalable.

Materials and Methods: Sour tea was prepared from the gardens of Karun city, Khuzestan province, Iran, in 2023. To prepare the sour tea plant, the sepals were first washed with distilled water and dried in an oven for 15 hours at a temperature of 40° C. The sepals were then powdered using a hand mill. After passing through a sieve with a mesh size of 150 micrometers, the prepared powder was extracted using 50% ethanol. The extract was passed through a paper filter and centrifuged in a refrigerated centrifuge (10 minutes, 3780 g). Extraction was performed from sour tea, and after the concentration stage, it was combined with gum arabic and maltodextrin as carriers. The carrier material including the binary solution of gum arabic and maltodextrin in a specific ratio dissolved in 1000 ml of warm distilled water (at a temperature of about 70 °C) and stirred overnight on a magnetic stirrer at 4 °C were kept. The ratio of the extract to the wall material was varied (1, 2, and 3% by weight). In this study, the inlet air temperature, inlet air flow, and inlet feed temperature to the dryer were considered constant, and the inlet air was sent to the dryer at a constant temperature of 160 °C. The feed and air flow rate were 70% (respectively equivalent to 3 L/min and 25 m³/h), and the nozzle opening and closing time intervals were 3 and 1 s, respectively. In order to optimize the preparation of the powder, the response surface methodology (RMS) with a central composite design (CCD) was used to obtain a mathematical model to predict the process behavior. The effects of independent



variables, including the amount of wall material (4, 7 and 10%) and sour tea extract (1, 2 and 3%), on dependent variables, such as total anthocyanin (TAC), surface anthocyanin (SAC), and encapsulation efficiency (EE), were investigated. Moisture content, solubility index, bulk density, tapped and particle density, flowability, porosity, and morphology were also investigated in the powder samples.

Conclusion: The obtained data were modeled using the Design Expert 11 software. The data analysis showed that the best model for estimating the surface anthocyanin and anthocyanin encapsulation rate was the third-order model with coefficients of explanation of 0.8853 and 9205. After final optimization, the SAC value was 0.49, TAC was 4.371 mg/liter, EE was 42.27%, moisture content was 3.92, solubility index was 45.47%, bulk density was 0.98, tapped density was 1.03, and particle density was 2.28 g/cm³. Hausner and carr index confirmed the excellent flowability of the powders. The optimal wall and core materials were 66.6% and 1.63%, respectively. Scanning electron microscopy images showed that the powder particles were micrometer in size and almost spherical. Powders containing a high percentage of gum Arabic showed relatively greater shrinkage and indentation than powders containing high maltodextrin content.

Keywords: *Microencapsulation, Spray drying, Anthocyanin, Hibiscus Sabdarifa, Flowability, SEM (Morphology)*

بهینه‌یابی شرایط تهیه و مشخصه‌یابی میکروپودر عصاره چای ترش حاوی آنتوسیانین به روش خشک کردن پاششی

پرهام افشاری^۱، نرگس شاهقلیان^{۲*} و حسن ذکی دیزجی^۳

۱- دانش‌آموخته کارشناسی ارشد، گروه مهندسی بیوسیستم، دانشکده کشاورزی، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران

۲- استادیار گروه مهندسی بیوسیستم، دانشکده کشاورزی، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران

۳- دانشیار گروه مهندسی بیوسیستم، دانشکده کشاورزی، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران

چکیده	تاریخچه مقاله
<p>خشک کردن از اقتصادی ترین روش های نگهداری مواد غذایی است که به منظور افزایش عمر مفید آنها استفاده می‌شود. ریزپوشانی، مواد غذایی حساس را در برابر شرایط نامطلوب محیطی (مانند اثر رطوبت و اکسیژن) محافظت کرده و باعث کاهش نوسان کیفیت مواد غذایی می‌شود. اساس ریزپوشانی به روش خشک کردن پاششی شامل تهیه امولسیون یا سوسپانسیون و پاشش آن در هوای گرم محفظه خشک کن است. گروه رنگدانه‌های گیاهی آنتوسیانین، به طور ویژه مورد توجه قرار گرفته‌اند، اما در برابر شرایط فرآوری ناپایدارند. هدف اصلی این پژوهش، بررسی ریزپوشانی عصاره چای ترش به روش خشک کردن پاششی، به عنوان یک روش مقیاس پذیر برای توسعه فرمولاسیون‌های پایدار آنتوسیانین بود. عصاره‌گیری از چای ترش انجام شد و پس از طی مرحله تغلیظ، با صمغ عربی و مالتودکسترین به عنوان مواد حامل ترکیب شد. به منظور بهینه‌یابی تهیه پودر از عصاره آماده شده، از روش سطح پاسخ با طرح مکعب مرکزی استفاده شد، تایک مدل ریاضی برای پیش‌بینی رفتار فرآیند بدست آمد. اثر متغیرهای مستقل شامل مقدار ماده دیواره (۴، ۷ و ۱۰ درصد) و عصاره چای ترش (۱، ۲ و ۳ درصد) بر متغیرهای وابسته مانند آنتوسیانین کل، آنتوسیانین سطحی و میزان کارایی درون پوشانی بررسی شد. محتوای رطوبت، شاخص حلالیت، چگالی توده، ضربه و ذره، جریان پذیری و تخلخل نیز در نمونه پودرها بررسی شد. داده‌های به دست آمده با استفاده از نرم افزار ۱۱ Design Expert مدل سازی شد. تحلیل داده‌ها نشان داد که بهترین مدل برای برآورد آنتوسیانین سطحی و میزان درون پوشانی آنتوسیانین به ترتیب مدل درجه سوم با ضریب تبیین ۰/۸۸۵۳ و ۰/۹۲۰۵ بوده است. پس از بهینه‌یابی نهایی، مقدار SAC ۰/۴۹ و TAC ۴/۳۷۱ میلی‌گرم بر لیتر، EE ۴۲/۲۷ درصد، محتوای رطوبت ۳/۹۲ و شاخص حلالیت ۴۵/۴۷ درصد، چگالی توده ۰/۹۸، چگالی ضربه ۱/۰۳ و چگالی ذره ۲/۲۸ گرم بر سانتی‌متر مکعب بدست آمد. شاخص کار و هازنر جریان-پذیری عالی پودرها را تایید کرد. مقادیر بهینه ماده دیواره ۶/۶۶٪ و ماده موثره ۱/۶۳٪ بدست آمد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روشی نشان داد که ذرات پودر در ابعاد میکرومتر و با شکل تقریباً کروی بودند. مورفولوژی پودرهای حاوی درصد بالاتر از</p>	<p>دریافت: ۱۴۰۳/۰۴/۰۲ پذیرش نهایی: ۱۴۰۳/۰۵/۱۴</p> <p>کلمات کلیدی: ریزپوشانی، خشک کن پاششی، آنتوسیانین، <i>Hibiscus sabdariffa</i>، جریان پذیری، مورفولوژی</p> <p>* عهده دار مکاتبات: Email: n.shahgholian@scu.ac.ir</p>

صمغ عربی، چروکیدگی و فرورفتگی بیشتری در مقایسه با پودرهای با مقادیر بالاتر هالتودکسترین داشتند.

مقدمه

چای ترش (یا چای مالمیر، چای سرخ، چای قرمز، چای روزل، تمر گجرات، چای تمر) با نام علمی *Hibiscus sabdariffa* (هیبیسکوس سابداریفا) از خانواده مالوآسه، یک درختچه علفی مقاوم و گیاهی یک ساله یا چندساله است (۴ و ۱۸ و ۲۵). بیش از ۳۰۰ گونه از چای ترش در سراسر جهان در مناطق گرمسیر و نیمه‌گرمسیر یافت می‌شود. موطن اصلی این گیاه غرب آفریقا است و امروزه در سطح وسیعی در غرب آفریقا، آسیا، استرالیا از هند تا مالزی، اتریش، آمریکای مرکزی و بسیاری از کشورهای گرمسیر کشت می‌شود (۲۵ و ۲۷). در ایران در حال حاضر اغلب در استان‌های خوزستان و سیستان و بلوچستان کشت می‌شود. گل‌دهی بوته چای ترش در اواخر شهریور یا اوایل مهرماه بوده و کاسبرگ‌ها در آبان و آذر آماده برداشت هستند. اولین میوه‌ها سه هفته بعد از گل‌دهی آماده برداشت می‌شوند. قبل از این که هرگونه بافت چوبی در کاسبرگ پدید آید، باید چیده شوند (۶). مهم‌ترین بخش گیاه چای ترش، کاسبرگ‌ها هستند که با خارج کردن گلبرگ‌ها از کپسول‌های حاوی دانه‌ها به دست می‌آیند (۲۷). چای ترش یکی از محصولات مهم دارویی است که در بسیاری از مناطق دنیا به صورت نوشیدنی گرم یا سرد مصرف دارد و در صنایع غذایی در ترکیبات مربا، بستنی، شکلات و به عنوان طعم‌دهنده استفاده می‌شود (۲۵). رنگدانه‌های طبیعی گیاهی به طور ویژه مورد توجه و مصرف در صنعت قرار گرفته‌اند. رنگدانه آنتوسیانین در منابع گیاهی مختلف موجود است، اما در برابر شرایط فرآوری ناپایدار است (۱۸ و ۳۱).

خشک‌کردن از قدیمی‌ترین، متداول‌ترین و اقتصادی‌ترین روش‌های نگهداری مواد غذایی و محصولات کشاورزی است که به منظور کاهش درصد فساد و افزایش عمر مفید آنها از اهمیت زیادی برخوردار است. کیفیت

نهایی محصول تولید شده به عنوان یکی از شاخص‌های بسیار مهم در فرآیند خشک‌کردن باید مورد توجه قرار گیرد. تعیین و کنترل شاخص‌های کیفی محصول می‌تواند در نگهداری و بازاریابی محصول نهایی بسیار موثر باشد. (۳۵).

اساس ریزپوشانی به روش خشک‌کردن پاششی شامل تهیه امولسیون یا سوسپانسیونی از مواد هسته و دیواره و پاشش آن در هوای گرم محفظه خشک‌کن است. جریان ورودی مایع از طریق یک نازل به داخل جریان بخار داغ پاشیده و بخار می‌شود. اندازه قطرات، بسته به نازل می‌تواند از ۲۰ تا ۱۸۰ میکرومتر باشد. با تبخیر حلال، قطرات هسته در شبکه جامدی از ماده دیواره محبوس شده و به این ترتیب ریزکپسول‌ها تشکیل می‌شوند (۲۰). محصول تولید شده در مقایسه با سایر روش‌های خشک‌کردن برای تهیه مواد پودری، حاوی ذرات ریزتر و توزیع اندازه ذره‌ای یکنواخت‌تر، ظاهر و بافت بهتر، تراکم پذیری مناسب، دانسیته توده‌ای، قابلیت پراکندگی و محلولیت مطلوب‌تر است (۲۹ و ۳۴). در این نوع خشک‌کن سطح انتقال حرارت و جرم به حداکثر خود رسیده و سرعت انتقال رطوبت از ماده به میزان بالایی می‌رسد (۲۶). به دلیل زمان بسیار کوتاه فرایند و عدم افزایش دمای محصول به بیش از ۱۰۰ درجه سلسیوس، ارزش تغذیه‌ای و کیفیت محصول حفظ می‌شود (۵). کوتاه بودن زمان و تبخیر سریع آب، درجه حرارت مواد هسته را زیر ۴۰ درجه سلسیوس حفظ می‌کند. توجه به این ویژگی، امکان خشک‌کردن مواد بسیار حساس به گرما و تولید ذرات کروی را فراهم می‌کند. ریزپوشانی، مواد غذایی حساس را در برابر شرایط نامطلوب محیطی محافظت کرده و باعث کاهش نوسان کیفیت مواد غذایی می‌شود.

اگرچه ترکیبات متفاوت، به طور گسترده برای ریزپوشانی در صنایع داروسازی مورد استفاده قرار گرفته‌اند،

مواد و روش‌ها

تجهیزات و دستگاه‌ها شامل ارلن، بشر، لوله‌های آزمایش، خشک‌کن پاششی آزمایشگاهی همسو (مدل آدیکو ساخت ایران مجهز به نازل ۰/۵ میلی متری)، اسپکتروفتومتر UV-Vis (مدل Shimadzu، ژاپن)، آون (مدل، ایران)، آسیاب (Desini مدل 2828 Regina KD)، سانتریفوژ یخچال‌دار (سیگما، آلمان)، بریکس سنچ، روتاری اوپراتور (هیدولف آلمان)، خشک‌کن انجمادی (Christ مدل alpha-1-2-Ioplus آلمان)، pH متر (914-Metrohm). مواد اولیه شامل صمغ عربی و مالتودکسترین از شرکت گلشهد، ایران تهیه شد.

تهیه عصاره ریزپوشانی شده

چای ترش، از باغ‌های استان خوزستان، شهرستان کارون در سال ۱۴۰۱ تهیه شد. برای آماده‌سازی گیاه ترش برای استخراج عصاره، ابتدا کاسبرگ‌های گیاه با آب مقطر شسته شده و در آون به مدت ۱۵ ساعت و در دمای ۴۰ درجه سلسیوس خشک شدند. سپس کاسبرگ‌ها با آسیاب دستی پودر شدند. پودر تهیه شده پس از عبور از الک با اندازه مش ۱۵۰ میکرومتر، با استفاده از محلول اتانول ۵۰٪، عصاره‌گیری شد (نسبت ۱ به ۴). سپس عصاره از فیلتر کاغذی عبور داده شد و در سانتریفوژ یخچال‌دار (به مدت ۱۰ دقیقه، ۳۷۸۰ g)، سانتریفوژ شد (۳۸). بریکس اندازه‌گیری شده برای چای ترش به همراه اتانول ۵۰٪ قبل از تغلیظ عدد ۲۳ بود. بعد از ۲۴ ساعت عصاره از صافی عبور داده شد. عصاره برای تغلیظ شدن در دستگاه روتاری قرار داده شد و به مدت ۴ ساعت در دمای ۵۵ درجه سلسیوس به یک سوم وزن ابتدایی رسانده شد. بریکس عصاره تغلیظ شده ۲۹ قرائت شد.

مواد حامل شامل محلول دوتایی صمغ عربی و مالتودکسترین در نسبت مشخص (۱ به ۴) در ۱۰۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر گرم (با دمای حدود ۷۰ درجه سلسیوس)، حل شد و روی همزن مگنت‌دار همزده شد و به مدت یک‌شبانه روز در ۴ درجه سلسیوس نگهداری شدند. نسبت میزان عصاره به دیواره متغیر (۱ و ۲ و ۳ درصد وزنی) در نظر گرفته شد. برای اطمینان از همگن شدن، از دستگاه هموژنایزر دورانی هیدولف با سرعت ۱۸۰۰۰ rpm به مدت ۱۰ دقیقه استفاده شد. از

اما برای استفاده در صنعت مواد غذایی مناسب نیستند، زیرا بسیاری از این مواد برای کاربردهای غذایی به عنوان مواد به طور کلی ایمن (GRAS)^۱ شناخته نشده‌اند (۳۸). مهم‌ترین معیار برای انتخاب ماده‌ی دیواره، عملکرد ریزپوشانی است. ریزپوشانی آنتوسیانین‌ها غالباً با استفاده از پلی‌ساکاریدهای مختلف صورت گرفته است (۳۰). صمغ آکاسیا که معمولاً صمغ عربی نامیده می‌شود، در ریزپوشانی ترکیبات حساس کاربرد دارد (۲ و ۹ و ۱۲ و ۱۴ و ۳۶). صمغ عربی به دلیل حلالیت بالا، گرانیزی پایین و ویژگی‌های امولسیون‌کنندگی مناسب از حامل‌های مورد توجه در فرایند خشک کردن پاششی است (۲۰). مالتودکسترین محصول هیدرولیز جزئی نشاسته و الیگوساکاریدی است که به دلیل حلالیت بالا و ویسکوزیته پائین، به یکی از مهم‌ترین و پرکاربردترین ترکیبات حامل مورد استفاده در فرایند خشک کردن پاششی تبدیل شده است (۸ و ۲۴ و ۲۶). با توجه به این که انواع مختلف آنتوسیانین محلول در آب هستند، با فرمولاسیون‌های حاوی مالتودکسترین، صمغ عربی و نشاسته سازگارند (۳۳).

پژوهش حاضر به منظور ریزپوشانی آنتوسیانین موجود در چای ترش به روش خشک کردن پاششی، جهت توسعه فرمولاسیون‌های پایدار آنتوسیانین، انجام شد. صمغ عربی و مالتودکسترین به عنوان مواد حامل برای ریزپوشانی چای ترش به عنوان مواد دیواره‌ای اقتصادی و به صرفه جهت توسعه فرمولاسیون‌های مقیاس‌پذیر و پایدار تجاری استفاده شد. در شرایط متفاوت (مقادیر متغیر از ماده دیواره و عصاره) ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی پودر تهیه شده با هدف بهینه‌یابی شرایط موثر بر فرآیند ریزپوشانی چای ترش بررسی شد. برای دستیابی به یک مدل مطلوب از روش سطح پاسخ استفاده شد که در فراهم کردن اطلاعات کافی در مورد اثرات متغیرها و اثرات خطای آزمایش حتی با تعداد کمی از آزمایش‌ها کارایی و انعطاف لازم را دارد (۲۸).

1- Generally Recognized As Safe

موجود در DPPH در ۵۱۲ نانومتر جذب دارند. هر چه بر مقدار ماده آنتی‌اکسیدان افزوده شود DPPH بیشتری مصرف شده و رنگ بنفش بیشتر به سمت زرد میل می‌کند. شش هزارم درصد رادیکال آزاد DPPH در متانول تهیه شد، سپس به لوله‌های آزمایش حامل متانول و نمونه با غلظت‌های مختلف یک میلی‌لیتر از محلول فوق اضافه شد. بعد از مخلوط شدن به شکل گردابی به مدت ۱۵ دقیقه، جذب آن‌ها در طول موج ۵۱۲ نانومتر در برابر شاهد قرائت شد، درصد مهارکنندگی رادیکال آزاد بر حسب رابطه (۲) محاسبه شد.

$$\% A = A_C - A_S / A_C \times 100 \quad (2)$$

که در آن A درصد مهارکنندگی رادیکال آزاد DPPH، A_C جذب نوری شاهد و A_S جذب نوری نمونه است (۳ و ۲۹).

اندازه‌گیری آنتوسیانین کل

اندازه‌گیری آنتوسیانین کل، به روش اختلاف pH (AOAC, 2006) انجام شد. عصاره خشک شده به روش انجامی در آب دیونیزه به مقدار ۱ mg/mL حل شد. سپس ۰/۵ میلی‌لیتر از عصاره بازسازی شده، جداگانه با ۳ میلی‌لیتر از دو محلول بافری رقیق شد: بافر اول دارای pH ۱ و دیگری دارای pH ۱۴/۵ بود که به ترتیب شامل بافر ۰/۰۲۵ مولار کلرید پتاسیم و بافر ۰/۴ مولار استات سدیم است. پس از ۱۵ دقیقه از زمان تهیه بافرها، حداکثر جذب نمونه‌ها در طول موج ۶۰۰ و ۵۱۵ نانومتر توسط دستگاه اسپکتروفوتومتر UV/Vis قرائت شد. جذب هر نمونه در سه تکرار قرائت شد. ترکیب اصلی در چای ترش، آنتوسیانین ۳-گلیکوزید در نظر گرفته شد (۲۲ و ۱۶).

ابتدا بر اساس رابطه (۳) جذب کلی محاسبه شد که در آن A_{510} جذب نمونه در طول موج ۵۱۵-۵۱۰ نانومتر و A_{700} جذب در طول موج ۷۰۰ نانومتر در pH های ۴/۵ و ۱ است.

$$A = (A_{510 \text{ pH } 1.0} - A_{700 \text{ pH } 1.0}) - (A_{510 \text{ pH } 4.5} - A_{700 \text{ pH } 4.5})$$

سپس، غلظت مونومری رنگدانه آنتوسیانین (مقدار آنتوسیانین کل بر حسب (mg/L)) در نمونه اصلی با استفاده از رابطه (۴) محاسبه شد. در این معادله، DF فاکتور رقت

خوراک تولیدی (در تعادل با دمای اتاق)، بلافاصله برای تولید پودر استفاده شد.

در این پژوهش، دمای هوای ورودی، فلوی هوای ورودی و دمای خوراک ورودی به خشک‌کن، ثابت در نظر گرفته شد هوای ورودی در دمای ثابت ۱۶۰ درجه سلسیوس به خشک‌کن ارسال شد. دبی خوراک و هوا ۷۰ درصد (به ترتیب معادل ۳ لیتر بر دقیقه و ۲۵ مترمکعب بر ساعت) در نظر گرفته شد و فواصل زمانی باز و بسته شدن نازل به ترتیب ۳ و ۱ ثانیه در نظر گرفته شد. دمای تقریبی خروجی خشک‌کن، ۹۸ درجه سلسیوس بود. برای جلوگیری از فرآیند تجزیه آنتوسیانین، ریزکپسول‌ها جمع‌آوری و در ظروف محافظت شده از نور با فویل آلومینیومی در دمای ۴ درجه سلسیوس نگهداری شدند. این ظروف تا زمان آنالیز، برای جلوگیری از جذب رطوبت در کیسه‌های پلی‌اتیلن. قرار گرفتند.

بازده فرآیند (راندمان بر مبنای وزن خشک) و کپسولاسیون

بازده کپسوله^۱ به مقدار کل مواد محصور شده (مواد هسته + دیواره) به دست آمده، نسبت به مواد اولیه اشاره دارد. بازده فرآیند با محاسبه نسبت کل پودر پس از خشک کردن به وزن کل مواد جامد موجود در سوسپانسیون پیش از خشک کردن بدست آمد و معمولاً به صورت درصد با رابطه (۱) بیان می‌شود که در آن M_p جرم محصول نهایی محصور شده و M_i جرم جامدات در خوراک اولیه است (۲۱ و ۲۹).

$$EY (\%) = (M_p / M_i) * 100 \quad (1)$$

خواص شیمیایی پودر تهیه شده

قدرت مهارکنندگی رادیکال آزاد

ظرفیت آنتی‌اکسیدانی عصاره خالص با استفاده از روش DPPH^۲، تعیین شد. مقدار ۱۰ گرم نمونه با دقت یکصدم گرم استفاده شد. جذب یادداشت شده در سه تکرار توسط اسپکتروفوتومتر UV/Vis گزارش شد. DPPH ترکیبی بنفش رنگ و واجد گروه‌های فنیل است که به راحتی به رادیکال تبدیل شده و منبع رادیکال آزاد می‌شود. رادیکال‌های آزاد

1- Encapsulation Yield: EY

2- (2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl)

خواص فیزیکی پودر محتوای رطوبت

میزان ۱۰۰ میلی گرم پودر تولیدی در هر مرحله از آزمایش، در یک پتری دیش با قطر ۸ سانتی متر، در آون با روش AOAC شماره ۹۳۴,۰۶ تحت دمای ۷۰ درجه سلسیوس به مدت ۶ ساعت خشک شد و میزان رطوبت هر کدام محاسبه شد (رابطه ۶).

$$MC (\%) = \frac{MF}{Mi} \times 100 \quad (6)$$

M_i وزن خالص نمونه پودر قبل و M_f وزن خالص نمونه پودر بعد از خشک کردن است (۳۰).

شاخص حلالیت

مقدار ۰/۵ گرم از پودر تهیه شده و ۲۰ میلی لیتر آب مقطر در لوله سانتریفیوژ ریخته شد. سوسپانسیون جامد-مایع با اولتراتوراکس مخلوط شد (۱۸۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۳۰ ثانیه)، لوله‌ها در یک حمام ترموستاتیک در دمای ۸۰ درجه سلسیوس به مدت ۳۰ دقیقه غوطه ور و هر ۱۰ دقیقه یک بار همگن شد. سپس نمونه‌های سرد شده، به مدت ۱۵ دقیقه در ۲۶۰۰ g سانتریفیوژ شدند. مایع رویی با یک پیست برداشته شده، در یک پتری دیش (که از قبل خشک و توزین شده)، قرار داده شد و به مدت ۲۴ ساعت در فر با دمای ۱۰۵ درجه سلسیوس قرار داده شد تا جرم تبخیر بدست آید. باقی مانده رسوب لوله‌های سانتریفیوژ، وزن شد. شاخص حلالیت (SI) طبق رابطه (۷) محاسبه شد (۳۰).

$$SI = \frac{MRE}{MA} \times 100 \quad (7)$$

که در آن MA، جرم نمونه و MRE جرم نمونه باقیمانده تبخیر است.

چگالی توده، ضربه و ذره

چگالی توده ρ_B (رابطه ۸)، از پارامترهای مهم در کنترل کیفیت است و به صورت وزن ذرات در واحد حجم، تعریف می شود:

$$\rho_B = \frac{\text{powder weight (g)}}{\text{powder volume (ml)}} \quad (8)$$

در چگالی ضربه ρ_T ، ۱۰ گرم نمونه توزین و در یک

مناسب است. MW وزن مولکولی سیانیدین ۳-گلیکوزید (Cyd-3-glu) به عنوان آنتوسیانین شاخص (معادل g/mol) ۴۴۹/۲ است. طول سل ۱ (l) و ضریب خاموشی ۲۶۹۰ (ε) در نظر گرفته شد (۱۱ و ۳۰).

$$ANC (\text{mg/L}) = (A \times MW \times DF \times 1000) / (\epsilon \times l) \quad (4)$$

سنجش کارایی درون پوشانی (EE)^۱

راندمان ریزپوشانی EE بر مقدار مواد هسته‌ای که با موفقیت در پوسته‌ها محصور شده است، در مقایسه با مقدار اولیه مواد هسته مورد استفاده، تمرکز می کند. با درک کپسولاسیون و بازده، محققان و تولیدکنندگان می توانند فرآیندها را برای دستیابی به راندمان درون پوشانی بالا و به حداکثر رساندن محصول نهایی بهینه کنند.

الف- محتوای آنتوسیانینی کل در میکروذرات (TAC)^۲ ۱۰۰ میلی گرم نمونه پودر به ۱ میلی لیتر آب مقطر افزوده شد. نمونه در هاون کوبیده شد تا ساختار میکروذرات به هم بریزد و بشکند. ۱۰ میلی لیتر اتانول ۹۶ درصد به مدت ۵ دقیقه برای استخراج استفاده شد. ماده فیلتر شده جمع آوری و آنتوسیانین کل محاسبه شد.

ب- آنتوسیانین سطحی در میکروذرات (SAC)^۳

۱۰۰ میلی گرم از نمونه پودر با ۱۰ میلی لیتر اتانول ۹۶٪ مخلوط شد. پس از ۲۰ ثانیه ورتکس و ۳ دقیقه سانتریفیوژ (g) ۱۲۷۷ محلول رویی جمع آوری و با فیلتر ۰/۴۵ میکرومتری فیلتر شد. ماده فیلتر شده جمع آوری و میزان آنتوسیانین سطحی طبق رابطه ۵، محاسبه شد (۱۵ و ۲۴ و ۳۰). میزان آنتوسیانین نگهداری شده در ساختار میکروذرات مطابق رابطه (۵) محاسبه شد:

$$EE = (TAC - SAC) \times 100 / TAC \quad (5)$$

که در آن TAC میزان آنتوسیانین کل و SAC میزان آنتوسیانین سطحی است.

4- Bulk density
5- Tapped density

1- Encapsulation Efficiency
2- Total Antocyanin Content
3- Surface Antocyanin Content

تخلخل

چگالی مطلق (abs) در پیکنومتر با استفاده از اتانول ۹۹ درصد به عنوان مایع غیرقابل اختلاط تعیین شد. تخلخل توسط رابطه (۱۳) محاسبه شد.

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_B}{\rho_{Abs}} \quad (13)$$

که در آن ε به عنوان تخلخل، ρ_B و ρ_{Abs} به ترتیب معرف چگالی توده و ذره هستند (۲۴).

مورفولوژی پودر

برای مطالعه مورفولوژیکی پودرهای کپسوله‌شده (در غلظت بهینه)، میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM اسکیننگ مدل Leo 1455 Vp ساخت کشور آلمان با ولتاژ شتاب دهنده ۲۰ کیلو ولت استفاده شد. بدین منظور، پس از قرارگیری مستقیم نمونه‌های پودری روی سطح آلومینیومی، یک پوشش نازک (۲۰۰ نانومتری) از طلا در حلاء برای ارزیابی مورفولوژی ریزساختاری آنها اعمال شد (۳ و ۳۲).

بررسی آماری

هدف از آزمایش‌های بهینه‌سازی، به دست آوردن یک مدل ریاضی برای پیش‌بینی رفتار فرآیند است. برای این منظور در این تحقیق از روش سطح پاسخ^۵ با طرح آزمایش مرکب مرکزی^۶ جهت یافتن اثر متغیرهای مستقل شامل مقدار استفاده ماده دیواره (سه سطح ۴، ۷ و ۱۰ درصد) و درصد عصاره چای ترش (سه سطح ۱، ۲ و ۳ درصد) بر متغیرهای وابسته چای ترش استفاده شد. این طرح شامل ۱۳ آزمایش و ۵ نقطه مرکزی برای تخمین بهتر خطای آزمایش است. جدول (۱) مشخصات مربوط به این طرح آزمایشی را نشان می‌دهد. داده‌های به دست آمده در این طرح با استفاده از نرم افزار ۱۱ Design Expert مدل‌سازی شده و منحنی سطح پاسخ مجزا و سه بعدی جهت بررسی رابطه میان پاسخ و متغیرهای مستقل استخراج شد. جهت تعیین نقطه بهینه از روش بهینه‌یابی عددی نرم افزار مذکور استفاده گردید رابطه (۱۴) مدل تعریف شده برای هر پاسخ است. در این رابطه Y

سیلندر مدرج ۱۰۰ میلی‌لیتری قرار گرفت. یک لرزش ثابت به مدت ۳ دقیقه روی یک ویراتور انجام شد. در چگالی ذره ρ_a یک گرم از پودر وزن شده در یک لوله سانتریفیوژ مدرج ۱۰ میلی‌لیتری قرار داده شد. لوله با ۵ میلی‌لیتر اتر نفت پر شده و پس از بستن درپوش به مدت ۱ دقیقه به شدت تکان داده شد تا تمام ذرات به طور مساوی پراکنده شوند. حجم کل اتر نفت حاوی پودر معلق پس از شستشوی تمام ذرات پودر دیواره لوله با ۱ میلی‌لیتر نفت اتر اضافی (مجموع ۶ میلی‌لیتر) اندازه‌گیری شد. چگالی ذرات طبق رابطه (۹) تعیین شد (۲۰).

$$\rho_{abs} = \frac{\text{sample weightn(g)}}{\text{total volume (ml)}} \quad (9)$$

جریان‌پذیری، پیوستگی و هوای بینابینی^۲

جریان‌پذیری پودرها با استفاده از شاخص کار^۳ و انسجام و پیوستگی پودرها با استفاده از نسبت هازنر^۴ ارزیابی شد. نسبت هازنر نیز با جریان‌پذیری پودرها مرتبط است. هوای بینابینی، تفاوت بین حجم یک وزن معین پودر و حجم همان وزن پودر پس از فشردگی آن است. نسبت هازنر و شاخص کار معیاری از جریان‌پذیری پودرها است (۱).

شاخص کار، نسبت هازنر و هوای بینابینی به ترتیب با استفاده از روابط (۱۰)، (۱۱) و (۱۲) محاسبه شد.

$$CI (\%) = \frac{\rho_T - \rho_B}{\rho_T} \times 100 \quad (10)$$

$$HR = \frac{\rho_T}{\rho_B} \quad (11)$$

$$IA = \left(\frac{1}{\rho_T} + \frac{1}{\rho_B} \right) \times 10^6 \quad (12)$$

که در آن IA محتوای هوای میان‌بافتی بر حسب سانتی متر مکعب بر ۱۰۰ گرم پودر است، ρ_T و ρ_B به ترتیب چگالی ظاهری ضربه‌خورده و توده (ضربه‌نخورده) بر حسب گرم بر سانتی‌متر مکعب هستند (۱۹ و ۲۴ و ۳۲).

1- Absolute (particle) density

3- Interstitial Air

4- Carr Index

5- Hausner Ratio

5- Response Surface Method (RSM)

6- Central Composite Design (CCD)

جدول (۱) سطوح متغیرهای مستقل، بصورت حقیقی و کدشده

Table (1) Levels of independent variables in real and coded form

سطوح پارامتر Levels			واحد	پارامتر	متغیر
+1	0	-1	Unit	Parameter	Variable
10	7	3	%	ماده دیواره	A
				Wall material	
3	2	1	%	ماده موثره	B
				Active ingredient	

تحلیل واریانس مدل‌های رگرسیونی مقادیر آنتوسیانین در پودرهای تهیه شده

مدل رگرسیونی ارتباط بین متغیرهای مستقل و وابسته در پیش‌بینی روند مقادیر پاسخ در سطح اطمینان ۹۵ درصد، به صورت معادله درجه ۳ بدست آمد. بزرگ بودن مقادیر R^2 و نزدیک به یک بودن، مطلوب‌تر است. ضریب تغییرات (CV) نسبت خطای استاندارد برآورد شده به میانگین مقدار پاسخ مشاهده شده است و تکرارپذیری مدل را نشان می‌دهد. در مدل تکرارپذیری ضریب تغییرات کمتر از ده درصد است (۲۸). بنابراین مدل پیشنهادی در این پژوهش با ضریب تغییرات ۷/۷۱ درصد برای محاسبه میزان آنتوسیانین کل، قابلیت تکرارپذیری دارد. ضریب تغییرات در مورد آنتوسیانین سطحی و درصد ریزپوشانی طبق جدول (۲) بیش از این مقدار گزارش شد.

در این پژوهش مقادیر ضریب تبیین در محاسبه آنتوسیانین کل ۰/۸۷۷۹ گزارش شد که نشان‌دهنده توافق نسبی داده‌های آزمایشگاهی به دست آمده با داده‌های پیش‌بینی شده توسط مدل است. ضریب تبیین در مورد آنتوسیانین سطحی ۰/۹۲۰۵ و درصد ریزپوشانی ۰/۸۳۳۵ گزارش شد (جدول ۲). نتایج نشان داد که دقت اندازه‌گیری برای محاسبه میزان آنتوسیانین سطحی نسبت به دو پاسخ دیگر بیشتر بوده و مدل تبیین بهتری را ارائه می‌دهد.

با استفاده از مدل می‌توان درصد افزایش و کاهش مقادیر

پاسخ پیش‌بینی شده، b_0 ضریب ثابت، b_1 اثرات خطی، b_{ii} اثر مربعات و b_{ij} اثرات متقابل و x_i, x_j متغیرهای مستقل کدبندی شده هستند. ضرایب مدل با استفاده از روش حداقل مربعات که یک روش رگرسیونی چندگانه است، محاسبه شد. پس از به دست آوردن ضرایب رگرسیونی، پاسخ تخمین زده شده را می‌توان از رابطه (۱۴) محاسبه نمود.

$$Y = b_0 + \sum b_i x_i + \sum b_{ii} x_i^2 + \sum b_{ij} x_i x_j \quad (14)$$

معنی داری ضرایب مدل با استفاده از آنالیز واریانس برای هر پاسخ تعیین شد. کفایت مدل با استفاده از R^2 آزمون برازش مورد بررسی قرار گرفت. در یک مدل مناسب، R^2 باید بالا (> 0.8) و آزمون عدم برازش غیر معنی‌دار باشد (۲۸).

نتایج و بحث

راندمان تهیه پودرها

با توجه به نتایج حاصله راندمان دستگاه خشک‌کن در شرایط متفاوت متغیرهای ورودی دستگاه و فرمولاسیون حد اکثر ۵۵ درصد بود. در واقع محدودیت دستگاهی بیش از این مقدار را میسر نساخت و در منابع مختلف و دستگاه‌های خارجی نیز نتایج مشابهی گزارش شده است (۲ و ۲۱ و ۲۹). عوامل متعددی بر بازده فرآیندهای ریزپوشانی موثرند. در اینجا برخی از ملاحظات کلیدی وجود دارد: ویژگی‌های مواد دیواره می‌تواند بر عملکرد تأثیر بگذارد. به عنوان مثال، برخی از مواد دیواره ممکن است مستعد چسبندگی یا تجمع باشند که منجر به از بین رفتن کپسول در طول پردازش می‌شود. عواملی مانند دما، فشار، زمان اختلاط و هم‌زدن نیز می‌توانند بر راندمان کپسولاسیون و در نهایت بازده تأثیر بگذارند (۲ و ۲۱ و ۲۹). مقدار ظرفیت کل آنتی‌اکسیدانی عصاره رقیق شده چای ترش ۲۷/۴۱٪ و مقدار آنتوسیانین نمونه ۰/۷۱۹ میکرومول در هر گرم بدست آمد. در ادامه به بررسی دیگر پارامترها پرداخته می‌شود.

افشاری و همکاران: بهینه‌یابی شرایط تهیه و مشخصه‌یابی...

بزرگ‌تر از پنج صدم، رابطه را بازنویسی کرد. مدل رگرسیونی ارتباط بین متغیرهای مستقل و متغیر وابسته (مقدار SAC) به صورت معادله درجه ۳ با ضریب تبیین $R^2 = 0.9205$ بدست آمد.

درصد افزایش و کاهش با توجه به ضرایب فاکتورها بیشترین معنی‌داری در میزان SAC متأثر از اثر مربعی درصد ماده دیواره و سپس اثر خطی درصد عصاره است و اثرات متقابل (درصد ماده دیواره و درصد ماده موثره) غیرمعنی‌دار بودند.

پاسخ را در شرایط مختلف تشخیص داد. جدول (۳) ضرایب معادلات مدل رگرسیونی ارتباط بین متغیرهای مستقل (درصد ماده دیواره و میزان عصاره چای ترش) و متغیرهای وابسته (به ترتیب برای مقدار TAC، SAC و EE) را در قالب معادله درجه ۳ نشان می‌دهد. با استفاده از مدل (جدول ۳) بر اساس نتایج حاصل از آنالیز ANOVA و مقادیر p-value مشخص شد که مقدار TAC با مرتبه دوم به متغیر درصد ماده دیواره وابسته است. با توجه به ضرایب فاکتورها بیشترین تاثیر میزان TAC ناشی از اثر مربعی درصد ماده دیواره و سپس اثر متقابل (درصد ماده دیواره و مربع درصد ماده موثره) است که البته صرفاً اثر مربعی درصد ماده دیواره معنی‌دار است. بنابراین می‌توان با حذف ضرایب با p-value

جدول (۲) تحلیل واریانس مدل رگرسیونی برای مقدار TAC، SAC و EE

Table (2) Variance analysis of the regression model for the TAC, SAC, and EE value

(Dependent variables) متغیرهای وابسته			
	(EE%)	(SAC)	(TAC)
StD	7.3	0.3139	0.3041
Mean	55.85	1.79	3.94
C.V.%	13.07	17.53	7.71
R ²	0.8853	0.9205	0.8779
(Dependent variables) متغیرهای وابسته			
	P-Value (EE)	P-Value (SAC)	P-Value (TAC)
مدل (درجه سوم) Model (third degree)	0.0392*	0.0167*	0.045 *
A: ماده دیواره	0.1748	0.1916	0.7267
B: ماده موثره	0.0160*	0.0133*	0.5125
AB	0.2801	0.1819	0.7910
A ²	0.0556*	0.0167*	0.0193*
B ²	0.5540	0.4130	0.2709
A ² B	0.1661	0.1944	0.6202
A B ²	0.7653	0.4137	0.1418
(Lack of fit)	0.2046	0.2258	0.7626

را به ازای تغییر ماده دیواره و ماده موثره نشان می‌دهد. روند تغییرات پاسخ (مقدار SAC)، با افزایش درصد ماده دیواره، ابتدا افزایشی بود و سپس روند کاهشی نشان داد. سطح پاسخ برای مقدار EE به ازای تغییر ماده دیواره و ماده موثره نشان می‌دهد که با افزایش درصد ماده موثره، مقدار EE روند افزایشی پیدا می‌کند.

بدلیل پدیده رقیق‌سازی، افزایش میزان حامل‌ها باعث کاهش ترکیبات زیست فعال در پودر شده و در نتیجه میزان آنتوسیانین کل کاهش می‌یابد. میزان کارایی ریزپوشانی (مقدار EE) به پتانسیل ماده دیواره در حفظ مواد هسته‌ای درون کپسول‌ها اشاره دارد. همچنین میزان مقدار EE با عمر ماندگاری ماده محصور شده درون دیواره مرتبط است. یک ریزپوشانی موفق منجر به تولید ریزپوشانی با حداقل مواد سطحی بر ذرات ریزکپسول و حداکثر حفظ مواد هسته‌ای می‌شود. نوگین و همکاران^۱ (۲۰۲۱) تاثیر شرایط را بر برخی خواص شیمیایی پودر تهیه شده از روش ریزپوشانی آنتوسیانین‌های چای ترش بررسی کردند. آزمایش در قالب طرح کامل فاکتوریل با دو متغیر دمای ورودی (۱۵۰، ۱۶۰ و ۱۷۰ درجه سلسیوس) و نسبت جرمی مالتودکسترین به آنتوسیانین (۱:۵۰، ۱:۶۰، ۱:۷۰، ۱:۸۰، ۱:۹۰ و ۱:۱۰۰) با هدف بررسی تأثیر شرایط خشک‌کن پاششی بر محتوای فنلی، آنتوسیانین و فعالیت آنتی‌اکسیدانی انجام شد. نتایج نشان داد که افزایش نسبت ماده حامل، به طور قابل توجهی باعث کاهش محتوای آنتی‌اکسیدانی شده و افزایش راندمان کپسولاسیون (85%) در نمونه‌های تهیه شده با نسبت ۱:۱۰۰ از مالتودکسترین به آنتوسیانین گزارش شد (۳۰). در یک بررسی پایدارسازی حرارتی عصاره آنتوسیانین گلبرگ زعفران با استفاده از روش ریزپوشانی و کاربرد آن در مدل غذایی (بافر اسید سیتریک ۲۰ مولار حاوی ۰/۰۱ درصد کلرید کلسیم و ۸ درصد عصاره آنتوسیانینی)، بررسی شد و کارایی ریزپوشانی همه دیواره‌ها بیشتر از

جدول (۳) ضرایب مدل‌های رگرسیونی ارتباط بین متغیرهای مستقل و پاسخ‌ها

Table (3) Coefficient of regression model of the relationship between independent variables and responses

Model	Response		
	TAC (mg/l)	SAC (mg/l)	EE (%)
β_0	+4.34	+2.18	+49.53
β_1	-0.079	-0.335	+8.16
β_2	-0.1515	-0.832	+18.44
β_3	+0.042	+0.243	-4.42
β_4	-0.6214	-0.667	+10.91
β_5	-0.2264	-0.168	+2.78
β_6	-0.139	+0.407	-10.25
β_7	-0.459	-0.243	+1.99

$$Y = \beta_0 + \beta_1 A + \beta_2 B + \beta_3 AB + \beta_4 A^2 + \beta_5 B^2 + \beta_6 A^2B + \beta_7 AB^2$$

A: Wall material % and B: ANC Extract %

تحلیل نمودارهای سه بعدی سطوح پاسخ و نمودارهای آشفتگی

در شکل (۱-a) نمودار آشفتگی نشان می‌دهد که با افزایش ماده دیواره و عصاره (A و B)، مقدار TAC ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد. در شکل (۱) مشاهده می‌شود که شیب و انحنای منحنی (A) نسبت منحنی (B) بیشتر است، که نشان می‌دهد پاسخ، نسبت به پارامتر ماده دیواره (A) حساس‌تر بوده است. شکل (۲-a) نشان می‌دهد که با افزایش میزان ماده دیواره (A)، مقدار SAC ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد. این در حالی است که تاثیر روند افزایش ماده موثره (B)، بر مقدار SAC در مجموع کاهشی است. نمودار آشفتگی در شکل (۳-a) نشان می‌دهد که با افزایش ماده دیواره (A) مقدار EE ابتدا کاهش و سپس افزایش پیدا می‌کند و با افزایش ماده موثره (عصاره) (B)، مقدار EE افزایش می‌یابد.

همراستا با نتایج نمودارهای آشفتگی، در نمودارهای سه بعدی مقدار متغیر وابسته، در راستای محور Z نمایش داده می‌شود که معادل خطوط هم‌تراز در نمودار دو بعدی کانتور پلات است [۵]. شکل (۱-b)، (۲-b) و شکل (۳-b) به ترتیب سطح پاسخ مقادیر TAC، SAC و EE

رگرسیون درجه سوم برای شاخص حلالیت نمونه نشان داد که مدل پیشنهادی در پیش‌بینی روند شاخص حلالیت با متغیر مستقل ماده دیواره در سطح ۵ درصد معنی‌دار است. نمودار سطح پاسخ (در جدول ۴-b)، نیز نشان داد که با افزایش ماده دیواره (A)، مقدار شاخص حلالیت روند کاهشی داشته و با افزایش ماده موثره (B) مقدار شاخص حلالیت افزایش می‌یابد. با افزایش درصد ماده دیواره، شاخص حلالیت روند افزایشی پیدا می‌کند همچنین با افزایش توام ماده دیواره و ماده موثر، شاخص حلالیت ابتدا افزایش یافته و سپس کاهشی می‌شود. افزایش غلظت حامل باعث افزایش انحلال‌پذیری پودر شده است که علت آن به ویژگی‌های فیزیکی مناسب و انحلال‌پذیری بالای ماده حامل برمی‌گردد. از دلایل کاربرد گسترده مالتودکسترین در خشک کردن پاششی انحلال‌پذیری مناسب آن است.

۹۶٪ گزارش شد و تفاوت معنی‌داری بین ریزکپسول‌های تهیه شده با استفاده از مواد دیواره‌ای مختلف (صمغ عربی، صمغ فارسی، مالتودکسترین و پودر آب پنیر)، مشاهده نشد (۳۳). همچنین دا روزا و همکاران^۱ (۲۰۱۸) عصاره آنتوسیانینی استخراجی از بلوبری را با استفاده از مالتودکسترین و نشاسته ذرت با غلظت ماده دیواره ۱۸٪ ریزپوشانی کردند و پایداری آن را بررسی نمودند که کارایی ریزپوشانی نمونه‌ها ۷۴/۴-۸۵/۲۲٪ بود (۱۰). کارایی ریزپوشانی آنتوسیانین ریزپوشانی شده با مشتقات کیتوزانی در محدوده ۴۴-۱۶٪ گزارش شده است (۱۵). تفاوت در گزارش کارایی ریزپوشانی در مواد مربوط به محتوای مواد هسته‌ای متفاوت است.

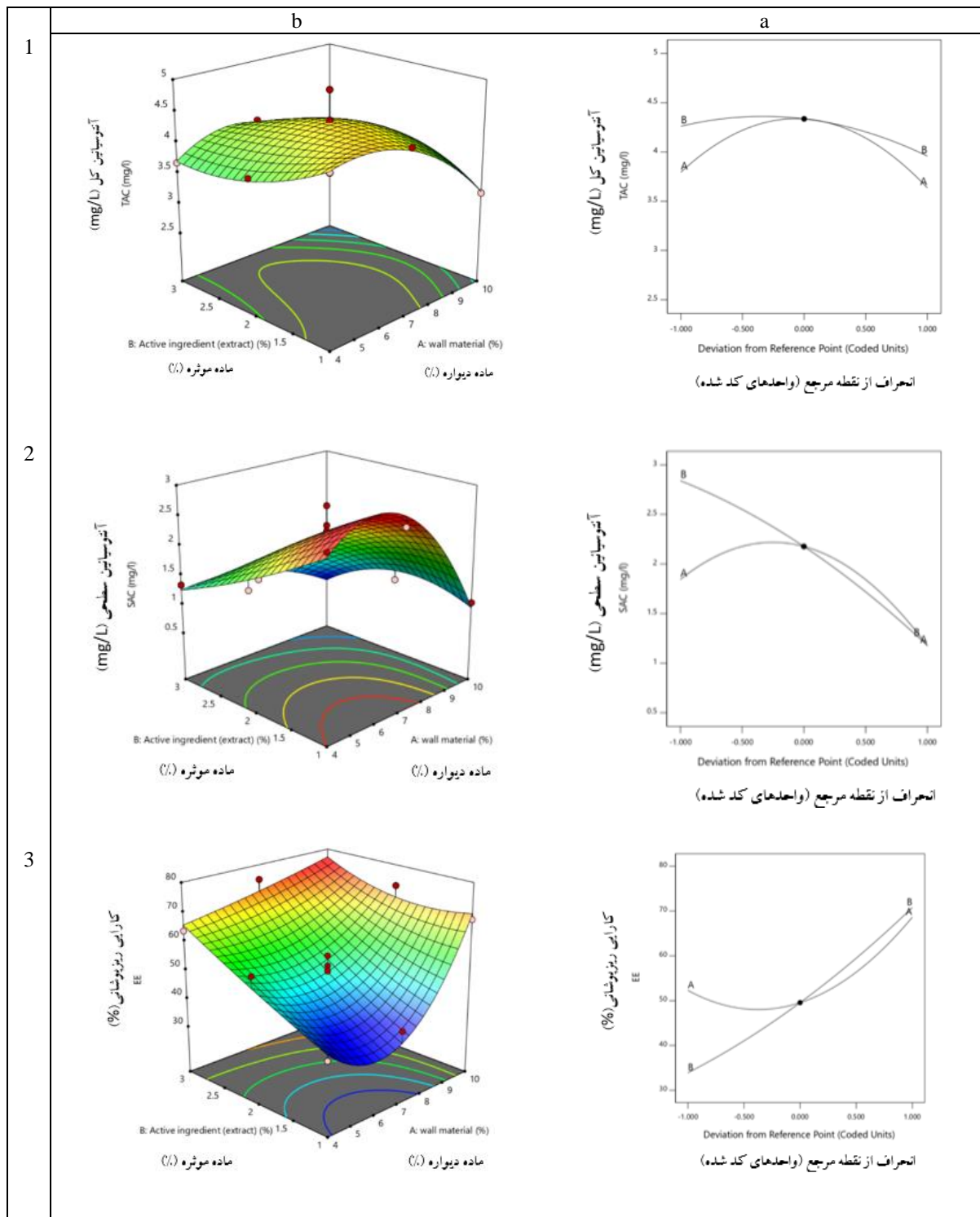
درصد رطوبت در پودرهای تهیه شده

میانگین درصد رطوبت در پودرها $0/2714 \pm 3/47$ درصد و ضریب تغییرات ۷/۸۲ درصد بدست آمد. مدل رگرسیونی ارتباط بین متغیرها به صورت معادله درجه ۳ با ضریب تبیین $0/9843$ بدست آمد (MC در جدول ۴-a). تحلیل واریانس مدل رگرسیونی درجه سوم برای درصد رطوبت نشان داد که مدل پیشنهادی در پیش‌بینی روند درصد رطوبت با متغیرهای مستقل انتخابی در سطح احتمال ۱ درصد معنی‌دار است. افزایش غلظت حامل باعث کاهش مقدار رطوبت پودر شده است، زیرا غلظت ماده حامل باعث تشکیل لایه‌ای نازک در اطراف ذرات ماده شده و از جذب آب توسط آنها جلوگیری می‌کند. مالتودکسترین از تشکیل پیوندهای هیدروژنی بین مولکول‌های آب و مواد جلوگیری می‌کند و باعث کاهش مقدار رطوبت می‌شود (۲۶).

تحلیل شاخص حلالیت پودرها

میانگین شاخص حلالیت پودرها $1/58 \pm 45/94$ درصد و ضریب تغییرات ۳/۴۴ درصد با ضریب تبیین $0/8742$ بدست آمد. در مدل رگرسیونی به صورت (SI در جدول ۴-a) بدست آمد. تحلیل واریانس مدل

1- da Rosa et al.

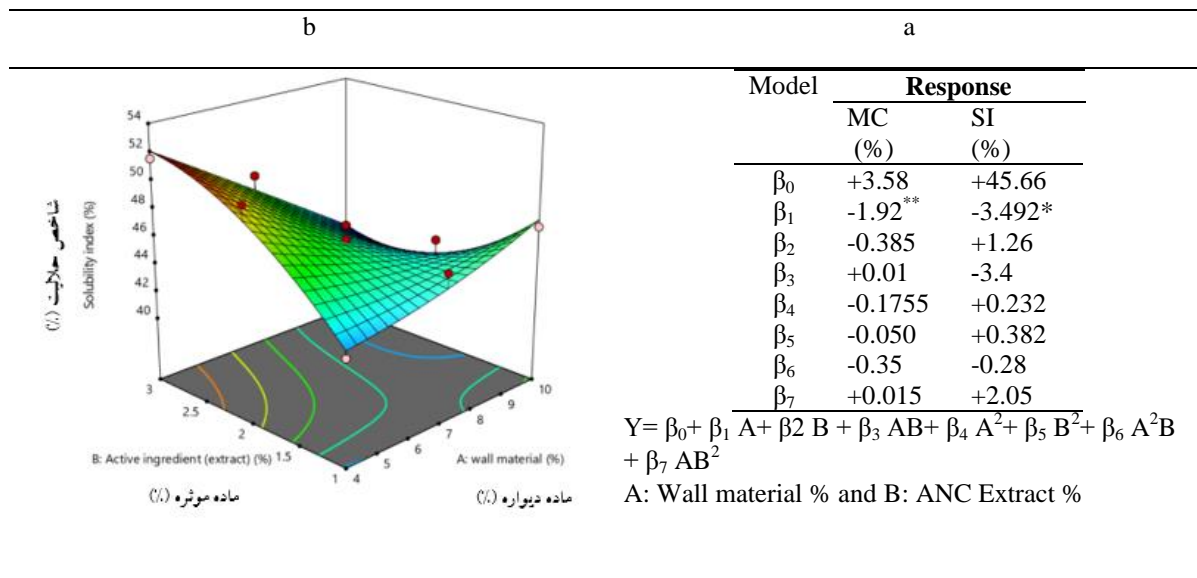


شکل (۱) نمودار آشفتگی (a) و سطح پاسخ (b) مقدار TAC (۱)، SAC (۲) و EE (۳) به ازای تغییر ماده دیواره و ماده موثره
 Figure (1) Perturbation diagram (a) and Response level (b) of TAC (1), SAC (2) and EE (3) value per change of wall and effective material

افشاری و همکاران: بهینه‌یابی شرایط تهیه و مشخصه‌یابی...

جدول (۴) (a-ε) ضرایب مدل‌های رگرسیونی ارتباط بین متغیرهای مستقل و پاسخ‌ها (درصد رطوبت و شاخص حلالیت) و (b-ε) سطح پاسخ شاخص حلالیت به ازای تغییر متغیرهای مستقل

Table (4-a) Coefficient of regression model of the relationship between independent variables and responses & (4-b) Response level of solubility index for changing independent variables



(MC): محتوای رطوبت (SI): شاخص حلالیت

چگالی

میانگین مقادیر چگالی توده، ضربه و ذره در جدول (۵) نشان داده شده است. میانگین چگالی توده پودر، کمتر از چگالی آب بوده و به دلیل تفاوت در میزان تخلخل در توده پودر ضریب تبیین پایین است. با توجه به اینکه حامل باعث تشکیل پوسته در سطح ذرات می‌شود، افزایش مقدار حامل باعث افزایش میزان هوای حبس شده در ذرات می‌شود و از آن جهت که هوا دانسیته کمتری دارد، دانسیته توده پودر کاهش می‌یابد. در حالیکه به ترتیب با ضربه زدن به پودر، چگالی بیشتر شده و چگالی ذره که معرف چگالی ذرات خالص است بیشتر بوده و از بالاترین ضریب تبیین برخوردار است و دارای دقت بیشتری در محاسبه است. این نتایج با سایر پژوهش‌های مشابه همسویی دارد (۱۹ و ۳۲). اندازه ذره عامل موثر در دانسیته ضربه‌ای می‌باشد. اگر اندازه ذرات درشت‌تر باشد در اثر ضربه، حجم تغییر زیادی پیدا نمی‌کند، بنابراین دانسیته ضربه‌ای کوچک‌تر می‌شود. هرچه اندازه ذرات ریزتر

باشد چون ذرات ریز می‌توانند در منافذ بین ذرات جا گیرند، در نتیجه خلل و فرج کاهش یافته و حجم نیز به تبع آن کاهش می‌یابد و بنابراین دانسیته ضربه‌ای بیشتر می‌شود. از طرفی افزایش غلظت حامل نیز با افزایش ویسکوزیته خوراک موجب تولید قطرات درشت‌تری درون محفظه شده و در نهایت درشت‌تر و خشک و سبک می‌شوند. جیناپونگ و همکاران^۱ (۲۰۰۸) که به بررسی و تولید پودر شیر سویا فوری به روش اولترافیلتراسیون، خشک کردن پاششی و تجمع بستر سیال پرداخته‌اند، نتایج مشابهی گزارش کردند (۱۹).

جریان پذیری، پیوستگی و هوای بینابینی

در نمونه پودری، شاخص کار ۰/۰۱۳۳ بدست آمد. پس بر اساس جدول مخصوص ویژگیهای شاخص کار، مقدار عددی کمتر از ده نمایانگر جریان پذیری عالی پودر است. پیوستگی زیاد در شاخص هازنر به مفهوم جریان-پذیری کم است. از سوی دیگر شاخص هازنر ۰/۱۳۵/

1- Jinapong et al.

ماده دیواره) در تصویر SEM قابل مشاهده است (شکل ۳). پودرهای حاوی درصد بالایی از صمغ عربی (افزایش از مقدار ۱۴ گرم صمغ عربی به ۲۰ گرم صمغ عربی)، چروکیدگی و فرورفتگی نسبتا بالایی نشان دادند. یکی از دلایل، مربوط به ماهیت صمغ عربی است. صمغ عربی به دلیل وجود گروه‌های آبدوست، جاذب الرطوبه است و در مرحله خشک کردن دارای دو مرحله نزولی است. پس از زمان خشک شدن لوله‌های موئین برای انتقال رطوبت از مرکز به سطح، توسط املاح پر شده و آسیب می‌بینند. در نتیجه سطح ذره رطوبت کمی جذب می‌کند و آمورف می‌شود، اما مرکز به دلیل رطوبت بالا در حالت لاستیکی می‌ماند. این تنش‌های کششی بین سطح و هسته، باعث فرورفتگی و چروکیدگی ذرات پودر با نسبت بالاتر از صمغ عربی می‌شود (۱۲ و ۱۴). چالش اصلی که محققان ممکن است با آن مواجه شوند، تنوع قابل توجه در صمغ عربی است، که خواص آن تحت تأثیر عواملی مانند منشاء جغرافیایی و شرایط خاص کشت و برداشت است (۷).

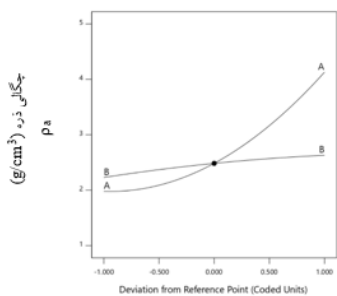
محاسبه شد. اگر نسبت هازنر بین ۱ تا ۱/۱۱ باشد شاخص جریان پذیری عالی است (۳۳)، بنابراین در نمونه پودرهای تهیه شده در این پژوهش، جریان پذیری پودرها عالی بود. چگالی ظاهری کمتر به دلیل افزایش هوای محبوس بین ذرات، نامطلوب است و بنابراین، محصولی مستعد اکسیداسیون تولید می‌کند که باعث کاهش ماندگاری پودرها در طول ذخیره سازی می‌شود (۳۳). بر اساس رابطه (۱۳) میانگین درصد تخلخل، ۵۷ درصد محاسبه شد. اثر غلظت صمغ عربی (۰، ۵، ۱۰ و ۱۵٪) بر خواص کف، سینتیک خشک کردن، و نفوذ رطوبت موثر خشک کردن کف طالبی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که خشک کردن فوم مت پوره طالبی با ۱۰٪ GA دارای چگالی فوم، انبساط کف و پایداری کف بهتر است. پودر تولید شده در غلظت GA بالاتر، جریان پذیری پودر خوب و انسجام کمتری را نشان داد (۲۳).

تصویر میکروسکوپ الکترونی پودر حاوی عصاره آنتوسیانین نتایج SEM

ریزساختار پودر چای ترش با نسبت‌های مختلفی از صمغ عربی و مالتودکسترین (نمونه حاوی ۱۰ و ۷ درصد

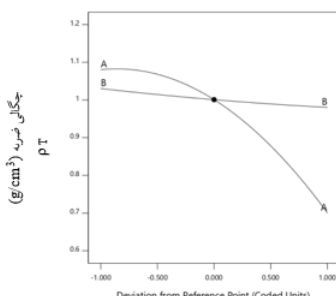
جدول (۵) آمار توصیفی میانگین مقادیر چگالی توده، ضربه و ذره

Table (5) Descriptive statistics average of mass, impact and particle density



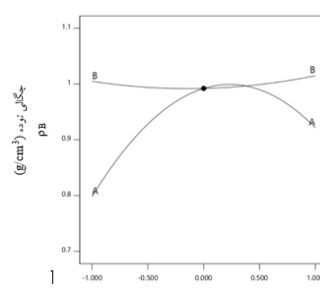
$$\rho_a = 2.72 \pm 0.216$$

$$CV\% = 7.93 \text{ \& } R^2 = 0.9792$$



$$\rho_T = 0.9519 \pm 0.0049$$

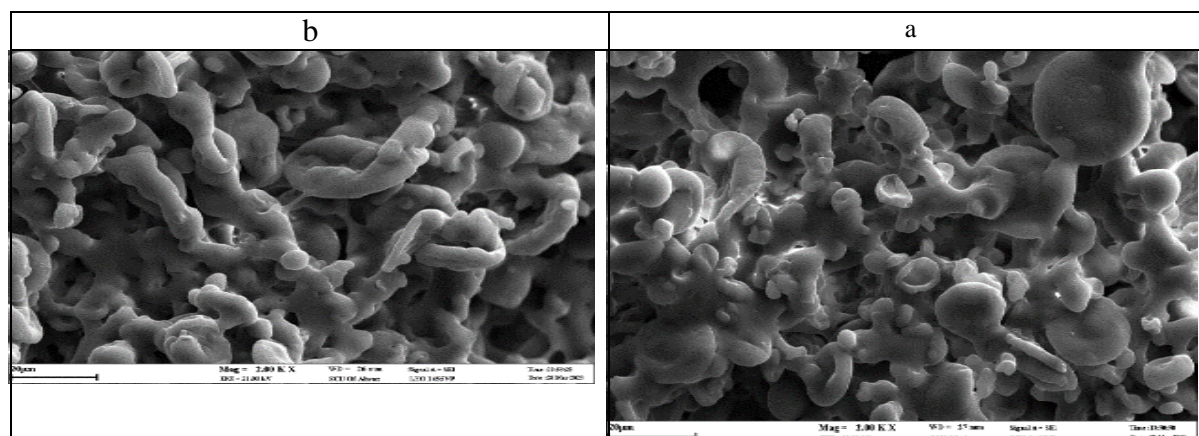
$$CV\% = 6.36 \text{ \& } R^2 = 0.7526$$



$$\rho_B = 0.9392 \pm 0.0597$$

$$CV\% = 6.36 \text{ \& } R^2 = 0.7526$$

افشاری و همکاران: بهینه‌یابی شرایط تهیه و مشخصه‌یابی...



شکل (۳-ا) تصویر میکروسکوپ الکترونی از نمونه پودر حاوی ۷ و (۳-ب) ۱۰ درصد دیواره صمغ عربی-مالتودکسترین در بزرگنمایی ۲ K

Figure (3-a) Electron microscope images of powder sample containing (7%) and (3-b) (10%) gum arabic-maltodextrin wall material in the magnification of 2 K

درصد، شاخص حلالیت ۴۵/۴۷٪، چگالی توده‌ای ۰/۹۸، چگالی ضربه ۱/۰۳ و چگالی ذره ۲/۲۸ گرم بر سانتی‌متر مکعب بدست آمد. همچنین بهینه مقادیر متغیرهای مستقل ماده دیواره ۶/۶۶٪ و ماده موثر (عصاره) ۱/۶۳٪ بدست آمد. محاسبه نسبت هازنر و شاخص کار ثابت کرد که پودر تهیه شده به خوبی قابلیت جریان‌پذیری داشت. در این مقاله توجه اصلی بر کاربردی سازی و مقیاس‌پذیری فرایند بوده که خواصی مانند جریان‌پذیری و چگالی فرآورده نهایی را نیز مورد توجه قرار داد که در مباحث بسته بندی از اهمیت برخوردار است.

نتیجه‌گیری

بهینه‌یابی شرایط عملیاتی در فرایندهای خشک کردن مانند خشک کردن پاششی برای ریزپوشانی مواد موثره از اهمیت تجاری ویژه‌ای برخوردار است. بدین منظور در این پژوهش، فرایند خشک کردن چای ترش ریز پوشانی شده در مواد دیواره‌ای صمغ عربی و مالتودکسترین، با استفاده از متغیرهای مستقل (درصد ماده دیواره و درصد ماده موثره) بر روی پارامترهای مهم (TAC، SAC، EE، درصد رطوبت، شاخص حلالیت و انواع چگالی (توده)، ضربه و ذره) و شاخص جریان‌پذیری پودر، با استفاده از تکنیک بهینه‌یابی عددی نرم‌افزار Desing Expert ۱۱ انجام شد. بدین منظور، در ابتدا اهداف بهینه‌سازی را مشخص کرده و سپس سطوح پاسخ‌ها و متغیرهای مستقل تنظیم شدند. مطلوبیت در حداکثر مقادیر مربوط به متغیرها و پاسخ‌ها با درجه اهمیت پیشینه تنظیم شد. پس از بهینه‌یابی نهایی، مقدار SAC ۲/۴۹ میلی‌گرم بر لیتر، TAC ۴/۳۷۱ میلی‌گرم بر لیتر، EE ۴۲/۲۷ درصد، محتوای رطوبت ۳/۹۲

References

1. Abdullahpour, A. R., TabatabaeeKolor, R., and Hashemi S. J. 2023. Evaluation of fuel pellets made from the combination of spruce wood sawdust with corn and soybean biomass. *Agricultural Engineering*, 46(3), 273-288 (In persian with english abstract).
2. Adam, H., Siddig, M.A., Siddig, A.A. and Eltahir, N.A. 2013. Electrical and optical properties of two types of Gum Arabic. *Sudan Medical Monitor*, 8(4), 174.
3. Akbarbaglu, Z., Jafari, S.M., Sarabandi, K., Mohammadi, M., Heshmati, M.K. and Pezeshki, A. 2019. Influence of spray drying encapsulation on the retention of antioxidant properties and microstructure of flaxseed protein hydrolysates. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 178, 421-429.
4. Ali, B.H., Wabel, N.A. and Blunden, G. 2005. Phytochemical, pharmacological and toxicological aspects of *Hibiscus sabdariffa* L.: a review. *Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Pharmacological and Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives*, 19(5), 369-375.
5. Alami, M., Shirmohammadi, M., Maqsoodlou, Y., and Khomeiri, M. 2020. The effect of spray drying conditions on the physical, functional and production efficiency of yogurt powder. *Innovation in Food Science and Technology*, 14(2), 93-108 (In Persian).
6. Al-Hamayda, A., Abu-Jdayil, B., Ayyash, M. and Tannous, J. 2023. Advances in microencapsulation techniques using Arabic gum: A comprehensive review. *Industrial Crops and Products*, 205, 117556.
7. Azimi, M.H., Asadi, A., and Haji Mirrahimi, D. 1396 (2016), Sour tea cultivation and production entrepreneurship package, Promotional magazine, Imam Khomeini Education Center, Karaj, (In persian).
8. Bae, E.K., and Lee, S.J. 2008. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using Whey protein and maltodextrin. *Journal of Microencapsulation*, 25(8), 549-560.
9. Daoub, R.M., Elmubarak, A.H., Misran, M., Hassan, E.A. and Osman, M.E., 2018. Characterization and functional properties of some natural Acacia gums. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 17(3), 241-249.
10. da Rosa, J.R., Nunes, G.L., Motta, M.H., Fortes, J.P., Weis, G.C.C., Hecktheuer, L.H.R., Muller, E.I., de Menezes, C.R. and da Rosa, C.S. 2019. Microencapsulation of anthocyanin compounds extracted from blueberry (*Vaccinium* spp.) by spray drying: Characterization, stability and simulated gastrointestinal conditions. *Food hydrocolloids*, 89, 742-748.
11. de Moura, S.C.S.R., da Rocha Tavares, P.E., Germer, S.P.M., Nisida, A.L.A.C., Alves, A.B. and Kanaan, A.S. 2012. Degradation kinetics of anthocyanin of traditional and low-sugar blackberry jam. *Food and Bioprocess Technology*, 5, 2488-2496.
12. Dickinson, E., 2003. Hydrocolloids at interfaces and the influence on the properties of dispersed systems. *Food hydrocolloids*, 17(1), 25-39.
13. Dima, P., Gulbinas, G., Stubbe, P.R., Mendes, A.C. and Chronakis, I.S. 2022. Electrohydrodynamic drying of probiotics. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 82, 103201.
14. Elzain, E.M. and Mariod, A.A. 2018. Analytical techniques for new trends in gum Arabic (GA) research. In *Gum Arabic*, Academic Press. Elsevier. 93-106.
15. Ge, J., Yue, P., Chi, J., Liang, J. and Gao, X. 2018. Formation and stability of anthocyanins-loaded nanocomplexes prepared with chitosan hydrochloride and carboxymethyl chitosan. *Food Hydrocolloids*, 74, 23-31.

16. Horwitz, W. 2010. Official methods of analysis of AOAC International. Volume I, agricultural chemicals, contaminants, drugs/edited by William Horwitz. Gaithersburg (Maryland): AOAC International.
17. Imam Juma, Z., Hashemabadi, S.H. and Ebrahimzadeh Mousavi, S.M.A. 2019. Optimizing parameters of temperature, maltodextrin concentration and atomizer pressure in spray drying of mixed extract of sour tea and rose flower on the qualitative and quantitative characteristics of the powder by response surface method. *Food Industry Engineering Research*, 18(1), pp.155-172.
18. Jabeur, I., Pereira, E., Barros, L., Calhelha, R.C., Soković, M., Oliveira, M.B.P. and Ferreira, I.C. 2017. *Hibiscus sabdariffa* L. as a source of nutrients, bioactive compounds and colouring agents. *Food Research International*, 100, 717-723.
19. Jinapong, N., Supphantharika, M. and Jamnong, P. 2008. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of food engineering*, 84(2), 194-205.
20. Jittanit, W., Niti-Att, S., and Techanuntachaikul, O. 2010. Study of spray drying of pineapple juice using maltodextrin as an adjunct. *Chiang Mai J. Sci*, 37(3), 498-506.
21. Kaveh, Sh., Sadeghi Mahonek, A., Sarabandi, Kh., and Granili, Z. 2018. Spray drying of stevia extract: evaluation of physicochemical, functional and microstructural characteristics. *New technologies in food industry*, 5(4), 637-650 (In Persian).
22. Lee, J., Rennaker, C. and Wrolstad, R.E. 2008. Correlation of two anthocyanin quantification methods: HPLC and spectrophotometric methods. *Food chemistry*, 110(3), pp.782-786.
23. Li, T.S., Sulaiman, R., Rukayadi, Y. and Ramli, S. 2021. Effect of gum Arabic concentrations on foam properties, drying kinetics and physicochemical properties of foam mat drying of cantaloupe. *Food Hydrocolloids*, 116, 106492.
24. Mahdavi, S.A., Jafari, S.M., Assadpoor, E. and Dehnad, D. 2016. Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum Arabic and gelatin. *International journal of biological macromolecules*, 85, 379-385.
25. Mahadevan, N., Shivali, A. and Kamboj, P. 2009. *Hibiscus sabdariffa* Linn: An overview. *Natural Product radiance*, 8 (1), 77-83.
26. Malekizadeh, N., Peyghambardoost, Sh. Olad Ghaffari, A., and Sarabandi, Kh. 2018. The effect of different concentrations of maltodextrin and different temperatures of spray drying on the properties of sumac microcoated extract powder. *Iran Journal of Food Science and Industry Research*, 14(2), 321-334 (In Persian).
27. Mir, Z., Ghanbari, A., Dehmardeh, M., Ramroudi, M., and Asgharipour, M.R. 2022. The effect of tillage systems, management of plant residues and application of potassium fertilizer on yield and some physiological characteristics of sour tea (*Hibiscus sabdariffa* L.). *Agricultural Ecology*, 14(4), 633-647 (In Persian).
28. Montgomery, D.C. and Runger, G.C. 2020. *Applied statistics and probability for engineers*. John Wiley and sons.
29. Mousavi Khalaji, S.E., and Ghandiha, Sh. 2022. Optimization of spray drying parameters for encapsulation of Nettle (*Urtica dioica* L.) extract. *Lwt*, 158, 113149.
30. Nguyen, Q.D., Dang, T.T., Nguyen, T.V.L., Nguyen, T.T.D. and Nguyen, N.N., 2022. Microencapsulation of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) anthocyanins: effects of drying conditions on some physicochemical properties and antioxidant activities of spray-dried powder. *Food science and nutrition*, 10(1), 191-203.

31. Nohi, Shabani, Shahrokh and Zamani Hargolani, F. 2021. The effect of gum arabic concentration and spray drying temperature on the physicochemical properties of Aloe vera powder. *Food Science and Nutrition*, 18, 41-54 (In Persian).
32. Ogolla, J.A., Kulig, B., Bădulescu, L., Okoth, M.W., Esper, G., Breitenbach, J., Hensel, O. and Sturm, B. 2019. Influence of inlet drying air temperature and milk flow rate on the physical, optical and thermal properties of spray-dried camel milk powders. *Food and bioprocess technology*, 12, 751-768.
33. Saberian,, H., and Pasban Nougabi V. 2023. Thermal stabilization of saffron petal anthocyanin extract using microencapsulation method and its application in food model. *Iranian Journal of Food Sciences and Industries*, 19(132), 17-31 (In Persian).
34. Sindi, H.A., Marshall, L.J. and Morgan, M.R., 2014. Comparative chemical and biochemical analysis of extracts of *Hibiscus sabdariffa*, *Food Chemistry*, 164, 23-29.
35. Tavakolipour, H. 2009. Principles of drying of food materials agricultural products. Aeej Press (In Persian).
36. Thombare, N., Mahto, A., Singh, D., Chowdhury, A.R. and Ansari, M.F. 2023. Comparative FTIR characterization of various natural gums: a criterion for their identification. *Journal of Polymers and the Environment*, 31(8), 3372-3380.
37. Wandrey, C., Bartkowiak, A., Harding, S. E. (2009). Materials for Encapsulation In: Zuidam N.J., Nedovic, V.A. (Eds.) *Encapsulation Technologies for Food Active Ingredients and Food Processing*, Springer: Dordrecht, The Netherlands: 31-100.
38. Wrolstad, R.E., Acree, T.E., Decker, E.A., Penner, M.H., Reid, D.S., Schwartz, S.J., Shoemaker, C.F., Smith, D. and Sporns, P. 2005. *Handbook of food analytical chemistry: pigments, colorants, flavors, texture, and bioactive food components*. John Wiley and Sons, Inc.