

تأثیر غلظت‌های مختلف مالتودکسترین و پلی وینیل پیرولیدون بر پایداری ترکیبات مؤثره‌ی ریزپوشانی شده‌ی زعفران با روش خشک کن پاششی

آزاده کمالی^{۱*}، پروین شرابی^۲، راضیه نیازمند^۳، سودابه عین افشار^۲

۱- دانش آموخته کارشناسی ارشد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد دامغان *مسئول مکاتبات (azadehkamali90@yahoo.com)

۲- استادیار بخش تحقیقات فنی و مهندسی مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی استان خراسان رضوی

۳- گروه شیمی مواد غذایی، پژوهشکده‌ی علوم و صنایع غذایی

چکیده

تاریخ دریافت: ۹۱/۰۸/۰۷

تاریخ پذیرش: ۹۱/۱۰/۲۳

واژه‌های کلیدی

پلی وینیل پیرولیدون

خشک کن پاششی

ریزپوشانی

زعفران

مالتودکسترین

این پژوهش با هدف بررسی تأثیر غلظت‌های مختلف مالتودکسترین و پلی وینیل پیرولیدون (به عنوان مواد دیواره) بر میزان حفاظت مواد مؤثره‌ی زعفران (کروسین، سافرانال و پیکروکروسین) ریزپوشانی شده با خشک کن پاششی انجام گرفت. بدین منظور، ابتدا فرآیند استخراج ترکیبات رنگی زعفران به صورت خالص انجام عصاره‌ی آبی حاصله، به وسیله‌ی خشک کن انجمادی خشک شد. سپس محلول‌های ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد مواد دیواره (حاوی ۲۵۰ میلی گرم عصاره‌ی آبی خشک شده‌ی انجمادی زعفران) تهیه و با خشک کن پاششی خشک شدند. پس از تعیین خصوصیات ریزکپسول‌های حاصل (مقدار ترکیبات رنگ، عطر و طعم باقیمانده، راندمان ریزپوشانی، رطوبت، دانسیته‌ی توده، ریزساختار و قطر ذرات)، سرعت رهائش مواد مؤثره طی ۴۵ روز نگهداری در رطوبت نسبی ۵۲/۸۹±۰/۲۲ مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان داد که در مورد کروسین، ماده‌ی دیواره‌ی مالتودکسترین و در مورد سافرانال و پیکروکروسین، ماده‌ی دیواره‌ی پلی وینیل پیرولیدون اثر حفاظتی بهتری داشتند. با افزایش غلظت مواد دیواره از ۵ به ۱۵ درصد، مقدار مواد مؤثره کاهش یافت. ریزکپسول‌های تهیه شده کروی شکل و دارای سطح تقریباً صاف بودند و ریزکپسول‌های حاوی مالتودکسترین ذرات بزرگتری را نسبت به پلی وینیل پیرولیدون تولید نمودند. پس از ۴۵ روز نگهداری، ماده‌ی دیواره‌ی پلی وینیل پیرولیدون با غلظت ۵ درصد، بیشترین حفاظت را در مورد مواد مؤثره ایجاد کرد.

مقدمه

عنوان یک محصول با ارزش، جایگاه ویژه‌ای در بین محصولات کشاورزی به خود اختصاص داده است. از سوی دیگر نگرانی‌های ناشی از مصرف ترکیبات سنتزی به لحاظ مسائل مربوط به سلامت و ایمنی و نیز محدودیت در حدود مجاز مصرف، مصرف کنندگان مواد غذایی را به استفاده از فرآورده‌های طبیعی در

در راستای توسعه‌ی صادرات غیرنفتی و مبادلات خارجی متکی به صادرات آنها، لازم است پتانسیل‌های جایگزینی به جای نفت (که دیر یا زود پایان خواهد گرفت)، مورد ارزیابی دقیق قرار گیرد. زعفران به

و نیز تولید ترکیبات عطری، تلفیقی از مزه های تلخ، شیرین و یا ترش ایجاد می شود (Lutz, 1930).

عطر و بوی زعفران نیز مربوط به سافرانال ($C_{10}H_{14}O$) می باشد (امیرقاسمی، ۱۳۸۰). میزان سافرانال همانند سایر ترکیبات عطری در کلاله های تازه ی زعفران بسیار ناچیز می باشد، اما پس از اعمال فرآیندهای مختلف بر روی کلاله های تازه، افزایش می یابد (Raina et al., 1996).

روش های مختلفی به منظور پایدارسازی ترکیبات حساس (مانند ترکیبات رنگی) پیشنهاد شده است که از آن جمله می توان به روش ریزپوشانی اشاره نمود (Dziezak, 1998). یک ذره ی ریزپوشانی شده شامل ترکیبات هسته^۱ است که می تواند ماده ای به صورت جامد، مایع یا گاز باشد و یک لایه ی پوشش دهنده ی^۲ نازک که مواد هسته را احاطه می کند (Shahidi & Han, 1993). در فرآیند ریزپوشانی از انواع مختلف کربوهیدرات ها (نشاسته، مالتودکسترین، سیروپ ذرت، دکسترین، ساکارز، دکسترین های حلقوی)، سلولز (کربوکسی متیل سلولز، متیل سلولز، اتیل سلولز، نیتروسلولز، استات سلولز)، صمغ ها (صمغ آکاسیا، آگار، سدیم آلژینات، کاراجینان و...)، چربی ها (واکس، پارافین، بیس واکس، دی گلیسریدها، مونوگلیسریدها، روغن ها و...)، پروتئین ها (گلوتن، کازئین، ژلاتین، آلبومین، هموگلوبین، پپتیدها و...) و پلیمرهایی با درجه ی غذایی (پلی پروپیلن، پلی وینیل استات و...) غالباً به عنوان ماده ی دیواره یا حامل استفاده می شود. مالتودکسترین ها از هیدرولیز جزئی اسیدی یا آنزیمی آرد ذرت تولید می شوند. درجه ی هیدرولیز نشاسته و شکسته شدن آن به مالتودکسترین با واحدی به نام معادل دکستروز^۳ سنجیده می شوند. مالتودکسترین ها به علت توانایی تشکیل شبکه در روش های مختلف ریزپوشانی به عنوان دیواره مورد توجه می باشند (Kaushik & roos, 2007; Lutz, 1930; schrooyen et al., 2001). بالا بودن کارایی ریزپوشانی توسط مالتودکسترین ها، پایین بودن گرانی و محلول آنها

مواد غذایی ترغیب نموده است. به همین دلیل مصرف زعفران علیرغم افزایش قیمت، در صنایع دارویی و غذایی استفاده گسترده ای یافته است (Selim et al., 2000).

زعفران معمولاً به عنوان ادویه ای گران قیمت با خواص رنگ دهی مطلوب، به طور گسترده در سطوح ۱ تا ۲۶۰ پی پی ام در صنایع آشپزی، نانوایی، قنادی و همچنین نوشابه های الکلی و غیرالکلی به کار می رود (Ghorpade et al., 1995). بسیاری از خواص درمانی زعفران به ترکیبات بیولوژیکی موجود، نسبت داده می شود (Rios et al., 1996). در بین این ترکیبات، کاروتنوئیدهای محلول در آب (کروسین و مشتقات گلیکوزیدی کروسیتین) از اهمیت خاصی برخوردار هستند (Van casteren et al., 1997). مدت ماندگاری زعفران به میزان تجزیه ی این ترکیبات وابسته است و مشخص شده است که کروسین به دلیل بالا بودن میزان غیر اشباعیت، بیشتر از سایر رنگدانه های کاروتنوئیدی محلول در آب تجزیه و تخریب می گردد (Raina et al., 1996). پایداری اکسایشی کروسین در مقایسه با سایر کاروتنوئیدهای غیرقطبی به فعالیت آبی و pH بستگی دارد (Raina et al., 1996; Tsimideou & Biliaderis, 1997). کروسین ($C_{44}H_{64}O_{24}$)، عامل اصلی ایجاد رنگ زعفران می باشد (سالاری و همکاران، ۱۳۸۹؛ امیرقاسمی، ۱۳۸۰). در ضمن، ترکیبات کاروتنوئیدی موجود در زعفران تحت تأثیر دما (همتی کاخکی، ۱۳۷۰)، رطوبت، نور و اکسیژن تخریب می گردند و موجب بروز آثار منفی در رنگ، طعم و عطر محصول می شوند (Hosseinpour, 2010; Peter, 2006).

طعم تلخ زعفران مربوط به گلیکوزید بی رنگ به نام پیکروکروسین ($C_{16}H_{26}O_7$) است (سالاری و همکاران، ۱۳۸۹؛ امیرقاسمی، ۱۳۸۰). در زعفران به تدریج با تجزیه ی پیکروکروسین از شدت تلخی کاسته می شود و همراه با این کاهش تدریجی به علت افزایش قندهای حاصل از تجزیه ی رنگدانه ها و پیکروکروسین

1- Nucleus compounds

2- Coating layer

3- Dextrose equivalent (DE)

Ersus و Yurdagel (۲۰۰۷) رنگدانه های آنتوسیانینی حاصل از هویج سیاه^۹ را به وسیله خشک کن پاششی ریزپوشانی کردند. استفاده از دماهای ورودی و خروجی بالاتر در خشک کن پاششی، باعث اتلاف بیشتر آنتوسیانین طی فرآیند خشک کردن شد. Parrarud و Pranee (۲۰۱۰) رنگدانه ی کلروفیلی حاصل از برگ پاندان^{۱۰} را با استفاده از خشک کن پاششی ریزپوشانی کردند. نتایج نشان داد که پودر حاصل از نشاسته ی اصلاح شده، کروی و صاف بود؛ در حالی که پودر حاصل از صمغ عربی و مالتودکسترین سطحشان چروکیده بود. Kanakdande و همکاران (۲۰۰۷)، اولئورزین زیره ی سبز را با خشک کن پاششی و مواد دیواره ی مختلف (صمغ عربی، مالتودکسترین، نشاسته ی تغییر یافته و ترکیب سه تایی این مواد) ریزپوشانی نمودند. در بین مواد دیواره، مخلوط صمغ عربی-مالتودکسترین-نشاسته ی تغییر یافته با نسبت های به ترتیب ۴/۶، ۱/۶ و ۱/۶، بیشترین اثر را نسبت به سایر مواد دیواره و ترکیبها داشت. Krishnan و همکاران (۲۰۰۵)، پژوهشی بر روی ریزپوشانی اولئورزین هل به وسیله ی خشک کن پاششی انجام دادند. مخلوط صمغ عربی-مالتودکسترین-نشاسته ی تغییر یافته به عنوان مواد دیواره، بهترین حالت حفاظت کنندگی را از ماده ی معطره ی هل حاصل کردند.

تأثیر انواع مختلف مالتودکسترین (شربت جامد گلوکز، فیلدوز^{۱۱} و پاسیلی^{۱۲}) و روش های مختلف خشک کردن (انجمادی و پاششی) بر خصوصیات حسی و فیزیکیوشیمیایی طعم دوربان^{۱۳} ریزپوشانی شده، در سال ۱۹۹۹ بررسی شد. نتایج نشان داد که روش خشک کردن انجمادی و استفاده از شربت جامد گلوکز به عنوان ماده ی دیواره باعث حفظ بهتر خصوصیات فیزیکیوشیمیایی (رطوبت، چربی، میزان

حتی در غلظت های بالا، در دسترس بودن آنها در اوزان مولکولی مختلف و پایین بودن قیمت آنها، از عوامل مهم در استفاده از این ترکیبات در ریزپوشانی است (Apintanapong & Noomhorm, 2003).

پلی وینیل پیرولیدون^۱، به دلیل توانایی تشکیل فیلم، حلالیت آبی خوب و توانایی ایجاد شکل آمورف در مسیر آب زدایی و خشک کردن، می تواند به عنوان ماده ی دیواره برای ریز پوشانی انتخاب شود. همچنین، این ماده به محض آب زدایی و خشک کردن، کریستالیزه (متبلور) نمی شود و از این لحاظ ماده ی دیواره ی مناسبی است زیرا در نتیجه ی کریستالیزاسیون ماتریس، ترکیبات ریزپوشانی شده ممکن است از بین بروند (Selim et al., 2000). ایمنی و زیست سازگاری پلی وینیل پیرولیدون نیز در مطالعات زیستی عمومی گزارش شده است (Xu et al., 2010).

ریزپوشانی به روش های مختلفی مانند خشک کردن پاششی^۲، پوشش دهی بستر سیال^۳، اکستروژن^۴، خشک کردن انجمادی^۵، محصور سازی لیپوزومی^۶، سرد کردن پاششی^۷ و روش تبلور (کوکریستالیزاسیون)^۸ و غیره انجام می شود. خشک کردن پاششی به عنوان یکی از رایج ترین و متداول ترین روش های ریزپوشانی است که هزینه ی خشک کردن به وسیله ی آن، ۳۰ تا ۵۰ برابر کمتر از خشک کردن انجمادی است. خشک کردن پاششی با افزایش سطح، باعث افزایش اکسایش می شود. بنابراین، اگر ماده ی دیواره به اندازه کافی ضخیم و متراکم (غلیظ) نباشد، نمی تواند مانع خوبی در برابر اکسیژن باشد (Desobry et al., 1997). مزایای استفاده از خشک کن پاششی عبارتند از: هزینه ی عملیاتی پایین، کیفیت بالای کپسول ها، بازده خوب، حلالیت سریع کپسول ها، اندازه ی کوچک، پایداری بالای کپسول ها (Madene et al., 2006).

9- Black carrot (*Daucus Carota L.*)
10- Pandan (*Pandanus amaryllifolius*)
11- Fieldose PHS-15
12- Pasilli
13- Durian

1- Polyvinylpyrrolidone(PVP)
2- Spray drying
3- Fluidized bed coating
4- Extrusion
5- Lyophilization (Freeze drying)
6- Liposome entrapment
7- Spray chilling
8- Cocrystallization

19.5)، هگزان و دیگر مواد شیمیایی با درجه‌ی تجزیه‌ی از شرکت‌های سیگما و مرک خریداری شدند.

فرآیند استخراج مواد مؤثره‌ی زعفران به صورت خالص (عصاره‌ی آبی خشک شده‌ی انجمادی)

قبل از انجام آزمون، اطراف بالن ۱۰۰۰ میلی‌لیتری آلومینیوم پوشانده شد تا از ورود نور و تخریب ترکیبات رنگی جلوگیری شود و ۱۲ گرم زعفران ساییده شده در هاون چینی، به آن منتقل شد. سپس ۵۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن افزوده و به مدت ۱۶ ساعت با همزن مغناطیسی (L.T.108, V.220, HZ.50, Iran Laborota) همزده شد. محلول تحت خلاء صاف گردید و با تبخیر کننده‌ی دوار تحت خلاء (Laborota 4000 efficient, Germany) تحت دمای ۵۵ درجه‌ی سلسیوس تا حد آبگیری کامل تغلیظ گردید. جهت جلوگیری از کف کردن و همچنین جهت رسیدن به دمای مناسب برای ورود به خشک‌کن انجمادی، محلول تغلیظ شده به مدت ۱۹ ساعت در فریزر با دمای ۷۰- درجه‌ی سلسیوس نگهداری و سپس به خشک‌کن انجمادی (Operon FDB-5503, Korea) منتقل شد. نمونه‌ها (حدود ۲۰۰ میلی‌لیتر) در خشک‌کن انجمادی در دمای ۵۵- درجه‌ی سلسیوس با فشار ۰/۱۵ میلی متر جیوه طی ۲۰ ساعت خشک شدند. نمونه‌های خشک شده تا زمان انجام آزمایشات بعدی، در تاریکی و دمای ۱۸- درجه‌ی سلسیوس نگهداری شدند (Selim et al., 2000). مقدار کروستین، سافرانال و پیکروکروسین در عصاره‌ی آبی خشک شده‌ی انجمادی، به ترتیب ۲۲۳/۰۳ و ۷۰/۳۵ و ۱۴۱/۹۹ بود.

فرآیند تهیه‌ی ریزکپسول

ابتدا محلول‌های آبی ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد از پلی وینیل پیرولیدون و مالتودکسترین تهیه شدند. پس از افزودن ۲۵۰ میلی‌گرم از عصاره آبی خشک شده‌ی انجمادی به هر محلول، محلول‌ها به صورت جداگانه به مدت ۰/۵ ساعت با همزن مغناطیسی، همزده شدند. pH محلول‌ها با هیدروکسید سدیم ۰/۱ نرمال، حدود ۷ تنظیم شد تا اثر تغییرات pH بر روی کروستین نادیده

توده‌ای شدن، ساختار و ... و حسی (آروما، ظاهر و ...) می‌گردد (Che man et al., 1999).

یکی از فاکتورهای مهم و عمده در تجارت محصولات مختلف، کیفیت مطلوب و ارائه‌ی مناسب آن می‌باشد، لذا محصول زعفران نیز از این امر مستثنی نیست. متأسفانه به استثنای تحقیقات اندکی که در سال‌های اخیر در جهت افزایش کمیت و کیفیت این محصول انجام گرفته است، شاید به جرأت بتوان گفت که روش‌های تولید و فرآوری آن از قرن‌ها پیش دست نخورده باقی مانده است. بنابراین با توجه به اهمیت و نقش زعفران در وضعیت اقتصادی و اجتماعی کشور و در افزایش صادرات غیر نفتی، انجام تحقیقات نوین در خصوص فرآوری آن امری ضروری به نظر می‌رسد.

نظر به اهمیت موضوع، پژوهش حاضر با اهداف بررسی تأثیر نوع ماده‌ی دیواره (مالتودکسترین و پلی وینیل پیرولیدون) بر پایداری ترکیبات مؤثره‌ی ریزپوشانی شده‌ی زعفران با روش خشک‌کن پاششی؛ بررسی تأثیر غلظت ماده‌ی دیواره (۵، ۱۰ و ۱۵ درصد وزنی/حجمی) بر پایداری ترکیبات مؤثره‌ی ریزپوشانی شده‌ی زعفران با روش خشک‌کن پاششی؛ و بررسی پایداری مواد مؤثره‌ی ریزپوشانی شده‌ی زعفران طی ۴۵ روز نگهداری در دمای محیط و رطوبت نسبی ۵۲ درصد انجام پذیرفت.

مواد و روش‌ها

مواد اولیه

نمونه‌ی زعفران (*Crocus sativus, L.*) از شرکت سافرون سافرون (مشهد، ایران) تهیه گردید. مقادیر کروستین، سافرانال و پیکروکروسین برای نمونه‌های با کیفیت ممتاز به ترتیب بالاتر از ۲۰۰، ۲۰ و ۸۵ واحد تعیین شده است (استاندارد ملی ایران، شماره‌ی ۱-۲۵۹، ۱۳۸۵). زعفران مورد مطالعه در این پژوهش دارای کیفیت ممتاز و مقادیر کروستین، سافرانال و پیکروکروسین به ترتیب ۲۲۶/۳۱، ۵۴/۱۳ و ۱۱۷/۲۶ بود. پلی وینیل پیرولیدون (۴۰ average mol PVP, wt 40,000 Da)، مالتودکسترین با درجه‌ی هیدرولیز (۱۶/۵ تا ۱۹/۵ dextrose equivalent 16.5-) MD،

پوشانده شد تا از ورود نور و تخریب رنگدانه‌ها جلوگیری شود. ۰/۵ گرم نمونه‌ی ساییده شده با ترازو با دقت ۰/۰۰۱ گرم وزن شد. پس از انتقال به بالن ۱۰۰۰ میلی‌لیتری، حدود ۹۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه شد. یک عدد مگنت بزرگ در بالن انداخته و محلول حدود ۱ ساعت توسط همزن مغناطیسی (Iran L.T.108, دور از نور همزده شد (سرعت همزدن ۱۰۰۰ دور در دقیقه). بعد از به حجم رساندن و یکنواخت کردن، به وسیله‌ی پیپت ۲۰ میلی‌لیتری، ۲۰ میلی‌لیتر از محلول به بالن ژوژه‌ی ۲۰۰ میلی‌لیتری انتقال داده شد و با آب مقطر تا خط نشانه، به حجم رسانیده شد. محلول به وسیله‌ی پمپ خلاء دور از نور و به سرعت صاف گردید تا محلول شفاف‌ی به دست آید. طیف سنج (Spectronic unicam Genesysim8, American) بر روی طول موج ۲۰۰ تا ۷۰۰ نانومتر تنظیم شد و سپس تغییر جذب محلول صاف شده با استفاده از آب مقطر به عنوان مایع شاهد ثبت شد. مقادیر کروسین، سافرانال و پیکروکروسین از فرمول زیر محاسبه شد:

رابطه (۱)

$$A_{1cm}^{1\%}(\lambda_{max}) = \frac{A * 10000}{0.5 \times (100 - H)}$$

$A_{1cm}^{1\%}(440\text{nm})$: جذب در حدود ۴۴۰ نانومتر (λ_{max} کروسین)، $A_{1cm}^{1\%}(330\text{nm})$: جذب در حدود ۳۳۰ نانومتر (λ_{max} سافرانال)، $A_{1cm}^{1\%}(257\text{nm})$: جذب در حدود ۲۵۷ نانومتر (λ_{max} پیکروکروسین)، $A =$ جذب خوانده شده، $H =$ رطوبت ۰/۵ گرم زعفران (ISO 3632-2, 2010).

تعیین دانسیته‌ی توده^۱

پس از انتقال ۲۰ گرم نمونه (مطابق استاندارد انگلستان) به داخل استوانه‌ی مدرج، پس از ضربه زدن برای فشرده شدن، حجم مربوطه از استوانه مدرج قرائت شد. طبق فرمول زیر و با سه تکرار محاسبه انجام شد:

گرفته شود. سپس محلول‌های تهیه شده با خشک‌کن پاششی (mini spray dryer, Duchi, Switzerland) Model B-191, خشک شدند. شرایط خشک‌کن پاششی به این شرح بود: دمای هوای ورودی ۱۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد، دمای هوای خروجی ۷۱ درجه‌ی سانتی‌گراد، سرعت جریان هوا ۶۰۰ لیتر در ساعت و سرعت پمپ خوراک دهی ۱۰ میلی‌لیتر بر دقیقه.

بررسی پایداری مواد مؤثره‌ی زعفران

بدین منظور ابتدا ریزکپسول‌های تهیه شده و نمونه‌ی شاهد در فیلم‌های پلاستیکی از جنس پلی‌اتیلن با دانسیته‌ی پایین بسته بندی شدند. سپس به منظور بررسی اثر حفاظت‌کنندگی دیواره‌ها بر میزان کاهش کروسین، سافرانال و پیکروکروسین، نمونه‌ها به مدت ۴۵ روز در دمای محیط (۲۵ درجه‌ی سانتی‌گراد) و رطوبت نسبی ۵۲/۸۹±۰/۲۲ درصد نگهداری شدند. برای تهیه رطوبت نسبی مورد نظر از محلول اشباع نمک نیترات منیزیم استفاده شد (Greenspan, 1977). طی ۴۵ روز نگهداری در دمای محیط (۲۵ درجه‌ی سلسیوس)، هر ۱۵ روز یک بار نمونه‌برداری انجام شد و مقدار ترکیبات رنگ، عطر و طعم (به ترتیب شامل کروسین، سافرانال و پیکروکروسین) اندازه‌گیری گردید.

تعیین میزان رطوبت

مقدار رطوبت نمونه‌ها با استفاده از دستگاه سنجش رطوبت به روش مادون قرمز (Moisture Analyzer & MX-50, Japan) اندازه‌گیری شد. دمای مورد استفاده در این آزمون ۱۰۵±۱ درجه‌ی سانتی‌گراد می‌باشد (نجف نجفی، ۱۳۸۹).

تعیین مقدار مواد مؤثره‌ی زعفران

مقدار کروسین، سافرانال و پیکروکروسین بر مبنای ثبت تغییرات حاصل از چگالی نوری در طول موج ۲۰۰ تا ۷۰۰ نانومتر در دمای متوسط تعیین گردید. برای این منظور، ابتدا اطراف بالن‌های ژوژه‌ی ۲۰۰ و ۱۰۰۰ میلی‌لیتری ورق آلومینیوم

رابطه (۲)

$$\rho_b = \frac{m}{v_b}$$

ρ_b = دانسیته‌ی توده (ظاهری) بر حسب کیلوگرم/مترمکعب، m = جرم توده بر حسب کیلوگرم، v_b = حجم مربوط به توده‌ی جرم ماده‌ی غذایی بر حسب مترمکعب (رضوی و اکبری، ۱۳۸۵).

راندمان ریزپوشانی مواد مؤثره‌ی زعفران (کروسین، سافرانال و پیکروکروسین)

برای تعیین راندمان ریزپوشانی کروسین، خارج قسمت مقدار کروسین در ریزکپسول‌های تهیه شده به مقدار کروسین در عصاره‌ی آبی خشک شده‌ی انجمادی، مطابق رابطه‌ی ذیل محاسبه شد:

رابطه (۳)

$$100 \times \frac{\text{مقدار کروسین در ریزکپسول‌های تهیه شده}}{\text{مقدار کروسین در عصاره‌ی آبی خشک شده‌ی انجمادی}} = \text{راندمان ریزپوشانی (درصد)}$$

در مورد محاسبه‌ی راندمان ریزپوشانی سافرانال و پیکروکروسین نیز مقادیر این دو ماده‌ی مؤثره، در فرمول جایگزین شدند (نجف نجفی، ۱۳۸۹).

مشاهده‌ی ریزساختار ریزکپسول‌ها

برای مشاهده‌ی ریزساختار ریزکپسول‌های تهیه شده، از میکروسکوپ الکترونی روبشی^۱ (LEO 1450, VP, Germany) استفاده شد. بدین منظور، مقدار کمی از نمونه به طور کاملاً تصادفی بر روی صفحه‌ی مخصوص قرار گرفت. سپس نمونه‌ها توسط دستگاه پوشش دهنده با یک لایه‌ی نازک (به ضخامت نانومتری) از جنس طلا-پالادیوم، پوشش داده شدند (به مدت حدوداً ۲ دقیقه). نمونه‌های آماده شده به درون دستگاه منتقل شدند. پس از تابیده شدن شعاعی از الکترون‌های پرشتاب با ولتاژ ۱۰ کیلوولت به نمونه‌ها، تصویر بر اساس شعاع الکترونی برگشتی از نمونه‌ها به دست آمد (تصویر برداری با بزرگنمایی ۵۰۰۰ برابر انجام شد).

تعیین قطر ذرات به روش شکست نور لیزر

برای سنجش قطر ذرات ریزکپسول‌های تولید شده از روش شکست نور لیزر استفاده شد (Parrarud&Pranee, 2010). ابتدا محلولی از ریزکپسول‌های تولید شده به صورت دیسپرسیون در هگزان تهیه شد. بدین منظور حدود ۵۰ میلی‌لیتر از آن به مدت تقریباً ۲ دقیقه توسط دستگاه فراصوت^۲ (Labofuge 200, Heraeus Sepatech, Germany) با فرکانس ۲۴ کیلوهرتز و شدت ۲۰ درصد امواج فراصوت هم زده شد سپس به کمک دستگاه سنجش قطر ذرات به روش شکست نور لیزر^۳ (SAL, D-2101, Shimadzu, Japan) به صورت مستقیم و توسط نرم افزار دستگاه، داده‌ها ثبت گردید.

تجزیه و تحلیل آماری

کلیه‌ی آزمایشات در قالب طرح کاملاً تصادفی با استفاده از آزمایش فاکتوریل با سه تکرار انجام شد. میانگین‌ها با نرم افزار MStatC و بر اساس آزمون دانکن در سطح ۵ درصد ($p < 0.05$) مقایسه شدند.

نتایج و بحث

تأثیر نوع ماده‌ی دیواره بر ویژگی‌های فیزیکیوشیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده در جدول ۱ نشان داده شده است. نتایج نشان داد که تأثیر نوع ماده‌ی دیواره بر تمام ویژگی‌های فیزیکیوشیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده، معنی‌دار بود ($p < 0.05$). میزان رطوبت ریزکپسول‌های تهیه شده با مواد دیواره مالتودکسترین و پلی وینیل پیرولیدون به ترتیب ۶/۰۶ و ۸/۱۶ درصد بود. احتمالاً اختلاف در تعداد گروه‌های پیوند دهنده با آب در مولکول‌های مالتودکسترین و پلی وینیل پیرولیدون باعث تفاوت در میزان رطوبت شده است (نجف نجفی، ۱۳۸۹). همچنین پلی وینیل پیرولیدون به محض آب زدایی و خشک کردن، کریستالیزه (متبلور) نمی‌شود، بنابراین ریزکپسول‌های دارای این نوع ماده‌ی دیواره رطوبت بیشتری دارند (Selim et al., 2000).

2-Ultrasonic

3- Laser diffraction particle size analyzer

1-Scanning Electron Microscope (SEM)

شد. دانسیته‌ی توده‌ی ریزکپسول‌های حاوی مالتودکسترین (۳۷۹/۰۰ کیلوگرم بر متر مکعب) نسبت به ریزکپسول‌های دارای پلی‌وینیل‌پیرولیدون (۲۴۳/۰۰ کیلوگرم بر مترمکعب) بیشتر بود. بنابراین، در جرم‌های مساوی، به دلیل تخلخل کمتر، ریزکپسول‌های تشکیل شده با مالتودکسترین حجم کمتری را نسبت به ریزکپسول‌های تهیه شده با پلی‌وینیل‌پیرولیدون اشغال خواهند نمود.

مقدار کروسین ریزکپسول‌های تهیه شده با ماده‌ی دیواره‌ی مالتودکسترین در مقایسه با ماده‌ی دیواره‌ی پلی‌وینیل‌پیرولیدون تا حدودی بیشتر بود (۱۶۸/۹۱ در مقایسه با ۱۶۸/۷۲)، که این حاکی از اثر حفاظتی بهتر مالتودکسترین بر ماده‌ی مؤثره‌ی کروسین است. در مورد سافرانال و پیکروکروسین، ماده‌ی دیواره‌ی پلی‌وینیل‌پیرولیدون اثر حفاظتی بیشتری را نشان داد و نتایج مشابهی نیز در راندمان این مواد مؤثره حاصل

جدول ۱- اثر مستقل نوع ماده‌ی دیواره بر ویژگی‌های فیزیکی‌شیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده*

| ویژگی | مالتودکسترین | پلی وینیل پیرولیدون |
|---|--------------|---------------------|
| رطوبت (درصد بر اساس وزن مرطوب) | ۶/۰۶ b | ۸/۱۶ a |
| کروسین (حداقل قدرت رنگی محلول ۱درصد در طول موج ۴۴۰ نانومتر بر اساس ماده‌خشک) | ۱۶۸/۹۱ a | ۱۶۸/۷۲ b |
| سافرانال (مقدار سافرانال محلول ۱درصد در طول موج ۳۳۰ نانومتر بر اساس ماده خشک) | ۳۰/۶۳ b | ۳۰/۹۳ a |
| پیکروکروسین (حداقل تلخی محلول ۱درصد در طول موج ۲۵۷ نانومتر بر اساس ماده‌خشک) | ۵۹/۷۸ b | ۶۳/۹۴ a |
| راندمان ریزپوشانی کروسین (درصد) | ۷۵/۷۳ a | ۷۵/۶۴ b |
| راندمان ریزپوشانی سافرانال (درصد) | ۴۳/۵۴ b | ۴۳/۹۷ a |
| راندمان ریزپوشانی پیکروکروسین (درصد) | ۴۲/۱۰ b | ۴۵/۰۳ a |
| دانسیته‌ی توده (کیلوگرم/مترمکعب) | ۳۷۹/۰۰ a | ۲۴۳/۰۰ b |

* اعداد دارای حروف مشترک در هر ردیف از لحاظ آماری تفاوت معنی داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن، $p < 0.05$)

دیواره از ۵ به ۱۵ درصد، مقدار مواد مؤثره (کروسین، سافرانال و پیکروکروسین) کاهش یافت. این کاهش به دلیل افزایش غلظت مواد دیواره در مقادیر یکسان از عصاره‌ی آبی خشک شده‌ی انجمادی (۲۵۰ میلی‌گرم) می‌باشد. با افزایش غلظت مواد دیواره از ۵ به ۱۵ درصد و کاهش مقادیر مواد مؤثره، راندمان ریزپوشانی این مواد مؤثره نیز کاهش یافت. با افزایش غلظت مواد دیواره از ۵ به ۱۵ درصد، مقادیر دانسیته‌ی توده افزایش یافت. احتمال می‌رود این روند به علت تأثیر افزایش غلظت مواد دیواره در آگیری یکسان باشد.

اثر غلظت ماده‌ی دیواره بر ویژگی‌های فیزیکی‌شیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده در جدول ۲ نشان داده شده است. نتایج نشان داد که تأثیر غلظت ماده‌ی دیواره بر تمام ویژگی‌های فیزیکی‌شیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده، معنی‌دار بود ($p < 0.05$). با افزایش غلظت مواد دیواره از ۵ به ۱۵ درصد، روند منظمی در میزان رطوبت یافت نشد طوری که از غلظت ۵ به ۱۰ درصد، کاهش رطوبت و از غلظت ۱۰ به ۱۵ درصد، افزایش رطوبت مشاهده شد. میزان رطوبت نهایی ریزکپسول‌ها تحت تأثیر عوامل مختلفی همانند دربندی صحیح ظروف نگهداری و دمای محیط نگهداری می‌باشد. با افزایش غلظت مواد

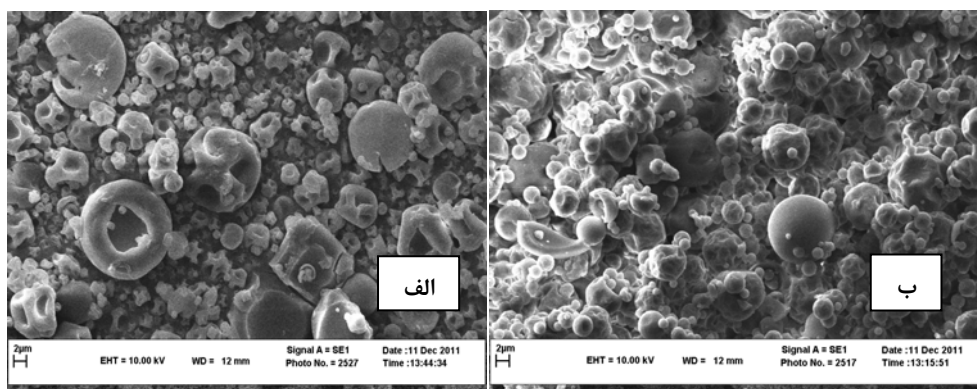
جدول ۲- اثر مستقل غلظت ماده دیواره بر ویژگی‌های فیزیکی‌شیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده*

| غلظت ماده | | | ویژگی‌های فیزیکی‌شیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده |
|-----------|----------|----------|---|
| ۱۵ درصد | ۱۰ درصد | ۵ درصد | |
| ۷/۴۴ b | ۶/۳۰ c | ۷/۵۹ a | رطوبت (درصد بر اساس وزن مرطوب) |
| ۱۶۳/۷۵c | ۱۶۷/۱۰ b | ۱۷۵/۵۹ a | کروسین(حداقل قدرت رنگی محلول ۱درصد در طول موج ۴۴۰ نانومتر بر اساس ماده‌خشک) |
| ۱۷/۱۲ c | ۲۶/۵۰ b | ۴۸/۷۱ a | سافرانال (مقدار سافرانال محلول ۱درصد در طول موج ۳۳۰ نانومتر بر اساس ماده‌خشک) |
| ۳۴/۲۰ c | ۴۹/۸۴ b | ۱۰۱/۵۳ a | پیکروکروسین (حداقل تلخی محلول ۱درصد در طول موج ۲۵۷ نانومتر بر اساس ماده‌خشک) |
| ۷۳/۴۲ c | ۷۴/۹۲ b | ۷۸/۷۲ a | راندمان ریزپوشانی کروسین (درصد) |
| ۲۴/۳۴ c | ۳۷/۶۸ b | ۶۹/۲۵ a | راندمان ریزپوشانی سافرانال (درصد) |
| ۲۴/۰۹ c | ۳۵/۱۰ b | ۷۱/۵۰ a | راندمان ریزپوشانی پیکروکروسین (درصد) |
| ۳۲۴/۰۰ a | ۳۱۵/۰۰ b | ۲۹۴/۰۰ c | دانسیته ی توده (کیلوگرم/مترمکعب) |

* اعداد دارای حروف مشترک در هر ردیف از لحاظ آماری تفاوت معنی داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن، $p < 0.05$)

مالتودکسترین و پلی‌وینیل پیرولیدون در شکل ۱ آورده شده است.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی با بزرگنمایی ۵۰۰۰X برای ریزکپسول‌های حاوی ۱۵درصد



شکل ۱- مشاهدات میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) با بزرگنمایی ۵۰۰۰X ریزکپسول‌های بدست آمده از خشک کردن پاشی حاوی الف) ۱۵درصد مالتودکسترین و ب) ۱۵درصد پلی‌وینیل پیرولیدون

با سطح صاف تر و دارای چین و چروک های کمتری نسبت به ریزکپسول‌های تهیه شده با پلی وینیل پیرولیدون بودند، در حالی که سطح ریزکپسول‌های حاوی پلی وینیل پیرولیدون دارای چین و چروک بیشتر و حفرات عمیق بودند. این اختلافات در شکل ظاهری و کیفیت سطحی ریزکپسول‌ها می‌تواند ناشی از تفاوت بین قدرت پوشاندگی و ساختار فضایی مالتودکسترین و پلی‌وینیل پیرولیدون باشد. وجود فرورفتگی و ایجاد حفرات عمیق در سطح ریزکپسول‌های دارای پلی‌وینیل پیرولیدون احتمالاً

ترکیب دیواره، روش خشک کردن، شرایط اتومایزه کردن و سرعت خشک شدن به ویژه در مراحل اولیه می‌توانند بر ویژگی‌های سطحی ریزساختار مواد ریزپوشانی شده تأثیر بگذارند (Lee&Rosenberg, ۱۳۸۹، نجف نجفی؛ ۲۰۰۰). چنان که ملاحظه می‌گردد ریزکپسول‌های حاصل، کروی شکل و دارای سطح تقریباً صافی بودند. همچنین، مقایسه‌ی تصاویر الکترونی نشان داد که نوع ماده‌ی دیواره نیز بر ساختار فیزیکی ریزکپسول‌ها مؤثر است. چنان‌که ملاحظه می‌شود ریزکپسول‌های حاوی مالتودکسترین، کروی تر

پلی وینیل پیرولیدون با غلظت ۱۵ درصد) در جدول ۳ نشان داده شده است. متوسط اندازه‌ی ذرات (میکرومتر) ریزکپسول‌های تهیه شده با مواد دیواره‌ی مالتودکسترین و پلی وینیل پیرولیدون با غلظت ۱۵ درصد به ترتیب ۱۶/۸۴ و ۱۰/۹۰ به دست آمد. اندازه‌ی ذرات ریزکپسول به شکل مؤثری به نوع ماده‌ی دیواره وابسته است. ریزکپسول‌های حاوی مالتودکسترین (به عنوان مواد دیواره)، نسبت به ریزکپسول‌های حاوی پلی وینیل پیرولیدون ذرات بزرگتری را تولید نمودند. محدوده‌ی اندازه‌ی ذرات حاصل از خشک‌کن پاششی ۱۰ تا ۴۰۰ میکرومتر گزارش شده است (Zuidam & Shimoni, 2010).

مربوط به پایین تر بودن خاصیت ویسکوالاستیک این ترکیب در مقایسه با مالتودکسترین است، که قادر به تحمل تنش‌های ناشی از خروج سریع آب در مراحل اولیه‌ی خشک کردن نبوده و باعث ایجاد حفره می‌شود. همچنین این احتمال نیز وجود دارد که ایجاد چین و چروک‌های سطحی و حفرات در سطح ریزکپسول در اثر تنش‌های مکانیکی ناشی از شرایط خشک کردن بر مواد دیواره باشد (نجف نجفی، ۱۳۸۹). تشخیص مکانیسم دقیق و علت اصلی بروز این تغییرات در شکل ظاهری و ویژگی‌های سطحی ریزکپسول‌ها نیاز به تحقیقات و مطالعات گسترده تری دارد.

متوسط اندازه‌ی ذرات (میکرومتر) ریزکپسول‌های تهیه شده با مواد دیواره‌ی مختلف (مالتودکسترین و

جدول ۳- توزیع اندازه‌ی ذرات در برخی از ریزکپسول‌های تهیه شده*

| نوع ماده‌ی دیواره | اندازه‌ی ذرات (میکرومتر) | توزیع اندازه‌ی ذرات (میکرومتر) |
|-------------------------------------|--------------------------|--|
| مالتو دکسترین با غلظت ۱۵ درصد | ۱۶/۸۴ a | ۱۰ درصد از ذرات قطری کمتر از ۵/۷۱ μm دارند. |
| | | ۵۰ درصد از ذرات قطری کمتر از ۲۰/۱۰ μm دارند. |
| | | ۹۰ درصد از ذرات قطری کمتر از ۴۵/۰۴ μm دارند. |
| پلی وینیل پیرولیدون با غلظت ۱۵ درصد | ۱۰/۹۰ b | ۱۰ درصد از ذرات قطری کمتر از ۱۱/۸۱ μm دارند. |
| | | ۵۰ درصد از ذرات قطری کمتر از ۱۳/۵۷ μm دارند. |
| | | ۹۰ درصد از ذرات قطری کمتر از ۴۳/۲۸ μm دارند. |

* اعداد دارای حروف مشترک از لحاظ آماری تفاوت معنی‌داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن، $p < 0.05$)

(جدول‌های ۵ و ۶). در مورد روند نامنظم افزایش و یا کاهش سافرانال و پیکروکروسین، نتایج مشابهی در گزارشات دیگر نیز به دست آمده است (بلندی و همکاران، ۱۳۸۸؛ بلندی و همکاران، ۱۳۸۳). طوری که در برخی از تناوب‌های زمانی و در بعضی از ریزکپسول‌ها، افزایش و یا کاهش سافرانال و پیکروکروسین مشاهده شد. این موضوع به دلیل تأثیر عوامل مختلف و پیچیده در مراحل تبدیل پیکروکروسین به سافرانال می‌باشد. پیکروکروسین ماده‌ای حد واسط می‌باشد که از تجزیه‌ی زاگزانتین حاصل شده و سپس تحت هیدرولیز به سافرانال تبدیل می‌شود. بنابراین میزان آن تحت تأثیر چند واکنش بوده و روند مشخصی را طی نمی‌کند.

تغییرات میزان مواد موثره‌ی موجود در ریزکپسول‌های تهیه شده طی ۴۵ روز نگهداری در دمای ۲۵ درجه سلسیوس و رطوبت نسبی ۵۲ درصد در جدول‌های ۴ تا ۶ نشان داده شده است. میزان کروسین با افزایش زمان نگهداری، کاهش یافت (جدول ۴). با گذشت زمان و افزایش مدت نگهداری زعفران به ویژه تحت شرایط نامناسب، به تدریج میزان دی‌استرهای کروستین کاهش و میزان منواسترها و کروستین آزاد افزایش می‌یابد. این امر موجب کاهش شدت قدرت رنگی می‌شود (Alonoso et al., 1990; Tarantilis et al., ۱۳۸۷, 1994).

با افزایش زمان نگهداری، در میزان سافرانال و پیکروکروسین روند نامنظمی مشاهده گردید

می‌یابد و این روند در ماه‌های بعد نیز تکرار می‌گردد. اثبات این مسئله نیازمند تحقیقات بیشتر در این زمینه می‌باشد (بلندی و همکاران، ۱۳۸۸). با توجه به جدول ۴، پس از ۴۵ روز نگهداری ریزکپسول‌ها در رطوبت نسبی ۵۲ درصد و دمای ۲۵ درجه سلسیوس، ماده‌ی دیواره‌ی پلی وینیل‌پیرولیدون با غلظت ۵ درصد، به میزان بیشتری مواد موثره‌ی زعفران (کروسین، سافرانال و پیکروکروسین) را حفظ نمود و ماده‌ی دیواره‌ی مالتودکسترین با غلظت ۵ درصد در مقام بعدی قرار داشت.

همچنین افزایش و کاهش متوالی در میزان پیکروکروسین (در طول زمان نگهداری) را می‌توان به خاصیت مهارکنندگی احتمالی پیکروکروسین بر تجزیه‌ی زئاگزانتین نسبت داد طوری که در ماه اول میزان پیکروکروسین افزایش می‌یابد و به حدی می‌رسد که مانع تجزیه‌ی زئاگزانتین شده و پس از آن واکنش در جهت تجزیه‌ی پیکروکروسین و تولید سافرانال پیش می‌رود تا حدی که میزان پیکروکروسین کاهش یافته و مجدداً تجزیه‌ی زئاگزانتین در جهت تولید پیکروکروسین افزایش

جدول ۴- مقدار کروسین (قدرت رنگی)، مقدار سافرانال (عطر) و مقدار پیکروکروسین (تلخی) در ریزکپسول‌های تهیه شده طی ۴۵ روز نگهداری در رطوبت نسبی ۵۲ درصد و دمای ۲۵ درجه سلسیوس*

| ویژگی | نوع ماده دیواره | غلظت ماده دیواره | زمان نگهداری (روز) | | | |
|--------------------------|---------------------|------------------|--------------------|-------------|-------------|-------------|
| | | | ۰ | ۱۵ | ۳۰ | ۴۵ |
| مالتو دکسترین | | ۵ | ۱۷۴/۵۰±۰/۱۸ | ۱۶۸/۴۱±۰/۶۳ | ۱۶۷/۷۳±۰/۲۱ | ۱۶۶/۸۳±۰/۳۶ |
| | | ۱۰ | ۱۶۶/۷۳±۰/۴۶ | ۱۶۰/۵۳±۰/۷۷ | ۱۵۷/۷۷±۰/۲۶ | ۱۵۵/۴۴±۰/۴۵ |
| | | ۱۵ | ۱۶۵/۵۰±۰/۹۳ | ۱۵۴/۴۴±۰/۴۰ | ۱۳۶/۸۶±۰/۳۰ | ۱۳۶/۵۰±۰/۷۷ |
| مقدار کروسین (قدرت رنگی) | پلی وینیل پیرولیدون | ۵ | ۱۷۶/۶۷±۰/۶۱ | ۱۷۶/۵۰±۰/۸۴ | ۱۷۰/۴۷±۰/۱۴ | ۱۶۹/۷۸±۰/۶۰ |
| | | ۱۰ | ۱۶۷/۴۸±۰/۵۸ | ۳۲/۴۹±۰/۲۸ | ۳۰/۶۴±۰/۰۸ | ۲۹/۸۱±۰/۳۵ |
| | | ۱۵ | ۱۶۲/۰۰±۰/۱۹ | ۳۰/۴۳±۰/۲۹ | ۲۰/۳۵±۰/۶۸ | ۱۷/۵۰±۰/۷۶ |
| شاهد | | - | ۲۲۶/۳۱±۰/۵۰ | ۱۹۷/۱۲±۰/۱۲ | ۱۹۰/۰۰±۰/۱۹ | ۱۸۵/۳۷±۰/۰۵ |
| مالتو دکسترین | | ۵ | ۴۸/۱۷±۰/۲۵ | ۵۲/۱۹±۰/۱۸ | ۴۶/۰۴±۰/۲۴ | ۴۲/۷۷±۰/۱۷ |
| | | ۱۰ | ۲۷/۲۷±۰/۵۷ | ۳۰/۱۶±۰/۴۴ | ۲۶/۷۲±۰/۳۰ | ۲۵/۹۰±۰/۲۳ |
| | | ۱۵ | ۱۶/۴۴±۰/۱۳ | ۲۲/۳۲±۰/۷۲ | ۱۸/۱۳±۰/۵۲ | ۱۸/۶۰±۰/۰۶ |
| مقدار سافرانال (عطر) | پلی وینیل پیرولیدون | ۵ | ۴۹/۲۵±۰/۳۴ | ۶۲/۸۰±۰/۲۶ | ۵۹/۷۱±۰/۶۹ | ۵۲/۵۴±۰/۸۹ |
| | | ۱۰ | ۲۵/۷۴±۰/۶۱ | ۳۴/۲۶±۰/۱۶ | ۲۵/۰۴±۰/۲۶ | ۲۷/۱۶±۰/۳۹ |
| | | ۱۵ | ۱۷/۸۱±۰/۳۱ | ۲۱/۳۴±۰/۲۵ | ۲۱/۴۹±۰/۰۱ | ۲۰/۱۰±۰/۱۴ |
| شاهد | | - | ۵۴/۱۳±۰/۲۲ | ۳۰/۸۱±۰/۵۳ | ۲۸/۲۱±۰/۷۵ | ۲۹/۱۶±۰/۲۰ |
| مالتو دکسترین | | ۵ | ۹۹/۴۹±۰/۲۱ | ۵۱/۱۹±۰/۲۵ | ۹۴/۸۴±۰/۷۰ | ۹۰/۲۳±۰/۳۷ |
| | | ۱۰ | ۴۹/۰۵±۰/۸۵ | ۴۶/۰۴±۰/۲۸ | ۴۸/۴۰±۰/۸۳ | ۴۷/۰۲±۰/۱۱ |
| | | ۱۵ | ۳۰/۸۱±۰/۷۴ | ۲۸/۳۹±۰/۹۴ | ۳۲/۶۷±۰/۵۷ | ۳۳/۶۶±۰/۰۹ |
| مقدار پیکروکروسین (تلخی) | پلی وینیل پیرولیدون | ۵ | ۱۰۳/۵۸±۰/۵۵ | ۴۴/۵۹±۰/۶۷ | ۸۳/۹۰±۰/۲۲ | ۹۸/۲۰±۰/۱۸ |
| | | ۱۰ | ۵۰/۶۴±۰/۲۸ | ۴۲/۳۸±۰/۱۶ | ۵۹/۸۱±۰/۴۷ | ۴۹/۳۹±۰/۷۲ |
| | | ۱۵ | ۳۷/۶۰±۰/۷۳ | ۳۵/۲۳±۰/۴۲ | ۴۳/۱۲±۰/۳۹ | ۳۷/۸۲±۰/۸۶ |
| شاهد | | - | ۱۱۷/۲۶±۰/۴۸ | ۱۱۰/۱۷±۰/۲۶ | ۱۱۱/۲۳±۰/۴۳ | ۱۰۸/۷۴±۰/۳۸ |

* اعداد ± انحراف استاندارد

تشکر و قدردانی

این پژوهش با حمایت مالی طرح تحقیقاتی بخش تحقیقات فنی و مهندسی مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی استان خراسان رضوی و شرکت اکسیرگل سرخ، انجام پذیرفته است. همچنین جهت

انجام آزمایشات این طرح تحقیقاتی و استفاده از امکانات آزمایشگاهی، پژوهشکده علوم و صنایع غذایی و دانشگاه فردوسی مشهد گروه مهندسی شیمی نیز همکاری های لازم را به عمل آورده اند که بدین وسیله تشکر و قدردانی به عمل می آید.

منابع

- ۱- امیر قاسمی، ت. ۱۳۸۰. زعفران طلای سرخ ایران. موسسه ی نشر آیندگان ۱۳، ۱۴ و ۱۷.
- ۲- بلندی، م.، امین لاری م.، کرباسی، ا.، قدوسی، ح.ب.، و مصباحی، غ. ۱۳۸۳. بررسی تأثیر روش های خشک کردن و نور بر ویژگی های شیمیایی زعفران در طول دوره نگه داری. مجله علوم و صنایع کشاورزی، ۱۸: ۱۹۷-۲۰۴.
- ۳- بلندی، م.، شهیدی، ف.، صداقت، ن.، فرهوش، ر.، و قاسم زاده، ر. ۱۳۸۸. بررسی اثر دما، فعالیت آبی و مدت نگه داری بر شدت رنگ، عطر و تلخی کلاله ی زعفران. مجله علوم و فنون کشاورزی و منابع طبیعی، ۴۷: ۶۱-۶۶.
- ۴- رضوی، م.ع. و اکبری، ر. ۱۳۸۵. خواص بیوفیزیکی محصولات کشاورزی و مواد غذایی، ۳۴، ۳۵ و ۳۶.
- ۵- سالاری، ر.، حبیبی نجفی، م.ب.، کاراژیان، ح.، و وزیر زاده، ب. ۱۳۸۹. ارزیابی تغییرات فیزیکوشیمیایی و میکروبی زعفران طی دوره ی نگهداری یکساله. مجله علوم و فناوری غذایی، ۱: ۳۵-۴۳.
- ۶- فلاسی مود، ف. و نوربخش، ر. ۱۳۸۷. مدلسازی تغییرات قدرت رنگی در زعفران نگهداری شده در منطقه معتدل و خشک، در شرایط نیمه کنترل شده، هجدهمین کنگره علوم و صنایع غذایی. پژوهشکده علوم و صنایع غذایی. مشهد. ۱-۶.
- ۷- مؤسسه ی استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران. ۱۳۸۵. زعفران- ویژگیها (اصلاحیه ی شماره ی ۱، تجدید نظر چهارم). استاندارد ملی ایران، شماره ی ۱-۲۵۹.
- ۸- نجف نجفی، م. ۱۳۸۹. استفاده از امواج فراصوت در تولید امولسیون و ریزپوشانی ترکیبات مؤثره ی روغن هل (cardamom oil). رساله دکترای تخصصی، دانشگاه فردوسی مشهد، ۱، ۹۰، ۱۵۸، ۱۵۹ و ۱۶۰.
- ۹- همتی کاخکی، ع. ۱۳۷۰. گزارش طرح پژوهشی تأثیر روش های مختلف خشکانیدن در کیفیت زعفران. سازمان پژوهشهای علمی و صنعتی ایران. پژوهشکده خراسان.

- 10- Alonoso, G.I., Varon, R., Navaroo, F. & Salinas, M.R. 1990. Auto-oxidation in saffron at 40°C and 75% relative humidity. Food Science, 55: 595-596.
- 11- Apintanapong, M. & Noomhorm, A. 2003. The use of spray-drying to microencapsulated 2-acetyl-1-pyrroline, a major flavour component of aromatic rice. Food science and Technology, 38: 95-102.
- 12- Che man, Y.B., Irwandi, J. & Abdullah, W.J.W. 1999. Effect of different types of maltodextrin and drying methods on physico-chemical and sensory properties of encapsulated durian flavour. Science of Food and Agriculture, 79: 1075-1080.
- 13- Desobry, S.A., Netto, F.M. & Labuza, T.p. 1997. Comparison of Spray-drying, drum drying and freeze-drying for β -carotene encapsulation and preservation. Food science, 6: 1158-1162.
- 14- Dziezak, J.D. 1998. Microencapsulation and encapsulated ingredients. Food Technology, 42: 136-151.
- 15- Ersus, S. & Yurdagel, U. 2007. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota L.*) by spray drier. Food Engineering, 80: 805-812.

- 16- Ghorpade, V.M., Deshpande, S.S. & Salunkhe, D.K. 1995. Food colors. P. 179-233. In Maga J.A., Tu T.A. (ed.) Food additive toxicology.
- 17- Greenspan, L. 1977. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. Research, National Bureau of Standards, 81: 89-96.
- 18- Hosseinpour chermahini, S., Adibah, A., Majid, F., Roji sarmidi, M., Taghizadeh, E. & Saleh nezhad, S. 2010. Impact of saffron as an anti-cancer and anti-tumor herb, 4: 834-840.
- 19- ISO. 2010. Spices-saffron (*Crocus sativus* L.), ISO 3632-2, Part2: Test methods, International Standard.
- 20- Kanakdande, D., Bhosale, R.S. & Singhal, R. 2007. Stability of cumin oleoresin microencapsulated in different combination of gum arabic, maltodextrin and modified starch. Carbohydrate Polymers, 67: 536-541.
- 21- Kaushik, V. & Roos, Y.H. 2007. Limonene encapsulation in freeze-drying of gum arabic-sucrose-gelatin systems. LWT, 40: 1381-1391.
- 22- Krishnan, S., Bhosale, R. & Singhal, R.S. 2005. Microencapsulation of cardamom oleoresin: Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials. Carbohydrate polymers, 61: 95-102.
- 23- Lee, S.J. & Rosenberg, M. 2000. Preparation and some properties of water-insoluble, whey protein-based microcapsules. Microencapsulation, 17: 29-44.
- 24- Lutz, H.E.W. 1930. Picrocrocin, the bitter principle of saffron. Biochem, 226: 97.
- 25- Madene, A., Jacquot, M., Scher, J. & Desobry, S. 2006. Flavour encapsulation and controlled release-a review. Food science and Technology, 41: 1-21.
- 26- Parrarud, S. & Pranee, A. 2010. Microencapsulation of Zn-Chlorophyll pigment from pandan leaf by spray drying and its characteristic. International Food Research, 17: 1031-1042.
- 27- Peter, K.V. 2006. Handbook of herbs and spices. New York.
- 28- Pu, J. 2010. Development of stable microencapsulated astaxanthin powders using extracted astaxanthin from crawfish and shrimp byproducts. A thesis, 13-15.
- 29- Raina, B.L., Agarwal, S.G., Bhatia, A.K. & Gaur, G.S. 1996. Changes in pigments and volatiles of saffron (*Crocus sativus* L.) during processing and storage. Science of Food and Agriculture, 71: 27-32.
- 30- Rios, J.L., Recio, M.C., Giner, R.M. & Manez, S. 1996. An update review of saffron and its active constituents. Phytotherapy research, 10: 189-193.
- 31- Schrooyen, P.M.M., Van Deer Meer, R. & De Kruif, C.G. 2001. Microencapsulation: its application in nutrition. Proceedings of the Nutrition Society, 60: 475-479.
- 32- Selim, K., Tsimidou, M. & Biliaderis, C.G. 2000. Kinetic studies of degradation of saffron carotenoids encapsulated amorphous polymer matrices. Food Chemistry, 71: 199-206.
- 33- Shahidi, F. & Han, X.Q. 1993. Encapsulation of food ingredients. CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 20: 123-157.
- 34- Tarantilis, P. A., Polissiou, M. & Manfait, M. 1994. Separation of picrocrocin, cis-trans crocins and safranal of saffron using HPLC with photodiode - array detection. Chromatogr, 664: 55-61.
- 35- Tsimidou, M. & Biliaderis, C. 1997. Kinetic studies of saffron (*Crocus sativus* L.) quality deterioration. Agricultural and Food Chemistry, 45: 2890-2898.
- 36- Van casteren, M.R., Bissonnette, M.C., Comier, F., Dufresne, C., Ichi, T., Leblanc, J.C., Perreault, D. & Roewer, I. 1997. Spectroscopic characterization of crocetin derivatives from *Crocus sativus* L. and *gardenia jasminoides*. Agricultural and Food Chemistry, 45: 1055-1061.

- 37- Xu, X., Wang, Q., Choi, H.C. & Kim, Y.H. 2010. Encapsulation of iron nanoparticles with pvp nanofibrous membranes to maintain their catalytic activity. *Membrane science*, 348: 231-237.
- 38- Zuidam, N.J. & Shimoni, E. 2010. Overview of microencapsulates for use in food products or processes and methods to make them. P. 3-29. In Zuidam N.J., Nedovic V. A. (ed.) *Encapsulation technologies for active food ingredients and food processing*.

Effect of different concentration of maltodextrin and polyvinylpyrrolidone on stability of saffron's effective compounds microencapsulated by spray drying

A. Kamali^{1*}, P. Sharayei², R. Niazmand³, S. Eynafshar²

1-Graduated MSc. student, Department of Food Science and Technology, Agriculture College, Islamic Azad University, Damghan branch

*Corresponding author (azadehkamali90@yahoo.com)

2-Assistant professor, Agricultural Engineering Research Department, Khorasan Agriculture and Natural Resources Research Center

3-Assistant professor, Department of Food Chemistry, Research Institute of Food Science and Technology

Abstract

The object of this study was to evaluate the influence of the different concentrations of wall materials (maltodextrin, MDX, dextrose equivalent 16.5-19.5 and polyvinylpyrrolidone, PVP40) on the microencapsulated effective compounds of saffron (crocin, picrocrocin and safranal) by means of spray drying method. At the first step, the frozen dried aqueous extract of saffron's effective compounds was prepared. Then, the solutions of 5, 10 and 15 percent of PVP and MDX containing 250 mg of freeze dried aqueous saffron extract were prepared. Afterwards, the prepared solutions were dried with spray dryer. At first the characteristics of microcapsules such as the color, aroma and flavor yield of microencapsulation, microstructure and particle size were tested, then the release speed of effective compounds at 52.89±0.22 humidity condition during 45 days of storage were evaluated. The results showed that the crocin content in microcapsules prepared with MDX, safranal and picrocrocin content in microcapsules prepared with PVP were at the highest. The saffron's effective compounds decreased with increasing wall concentrations. Microcapsules had spherical shape and nearly smooth surface and also microcapsules containing MDX as a wall material produced larger particles rather than microcapsules which were containing PVP. In addition, PVP 5%- as a wall material- contained the most effective compounds of saffron after 45 days storage.

Keywords: Maltodextrin; Microencapsulation; Polyvinylpyrrolidone; Relative humidity; Saffron; Spray dryer