

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

آزاده کمالی^{1*}، پروین شرابی²، راضیه نیازمند³، سودابه عین افشار²

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

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

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

چکیده

تاریخ دریافت: 91/08/07

تاریخ پذیرش: 91/10/23

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 5، 10 و 15 درصد مواد دیواره (حاوی 250 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 45 روز نگهداری در رطوبت نسبی $52/89 \pm 0/22$ 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 5 به 15 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 45 روز نگهداری، ماده‌ی دیواره‌ی پلی وینیل پیرولیدون با غلظت 5 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، 1380). 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 ی 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 هسته¹ است که می تواند ماده های به صورت جامد، مایع یا گاز باشد و یک لایه ی پوشش دهنده ی² 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 دکستروز³ 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 1 تا 260 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، 1389؛ امیرقاسمی، 1380). در ضمن، ترکیبات کاروتنوئیدی موجود در زعفران تحت تأثیر دما (همتی کاخکی، 1370)، رطوبت، نور و اکسیژن تخریب می گردند و موجب بروز آثار منفی در رنگ، طعم و عطر محصول می شوند (Hosseinpour, chermahini e al., 2010; Peter, 2006).

طعم تلخ زعفران مربوط به گلیکوزید بی رنگ به نام پیکروکروسین ($C_{16}H_{26}O_7$) است (سالاری و همکاران، 1389؛ امیرقاسمی، 1380). 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)

Yurdagel و Ersus (2007) رنگدانه‌های آنتوسیانینی حاصل از هویج سیاه⁹ را به وسیله‌ی خشک‌کن پاششی ریزپوشانی کردند. استفاده از دماهای ورودی و خروجی بالاتر در خشک‌کن پاششی، باعث اتلاف بیشتر آنتوسیانین طی فرآیند خشک کردن شد. Parrarud و Pranee (2010) رنگدانه‌ی کلروفیلی حاصل از برگ پاندان¹⁰ را با استفاده از خشک‌کن پاششی ریزپوشانی کردند. نتایج نشان داد که پودر حاصل از نشاسته‌ی اصلاح شده، کروی و صاف بود؛ در حالی‌که پودر حاصل از صمغ عربی و مالتودکسترین سطحشان چروکیده بود. Kanakdande و همکاران (2007)، اولئورزین زیره‌ی سبز را با خشک‌کن پاششی و مواد دیواره‌ی مختلف (صمغ عربی، مالتودکسترین، نشاسته‌ی تغییر یافته و ترکیب سه‌تایی این مواد) ریزپوشانی نمودند. در بین مواد دیواره، مخلوط صمغ عربی-مالتودکسترین-نشاسته‌ی تغییر یافته با نسبت‌های به ترتیب 4/6، 1/6 و 1/6، بیشترین اثر را نسبت به سایر مواد دیواره و ترکیب‌ها داشت. Krishnan و همکاران (2005)، پژوهشی بر روی ریزپوشانی اولئورزین هل به وسیله‌ی خشک‌کن پاششی انجام دادند. مخلوط صمغ عربی-مالتودکسترین-نشاسته‌ی تغییر یافته به عنوان مواد دیواره، بهترین حالت حفاظت‌کنندگی را از ماده‌ی معطره‌ی هل حاصل کردند.

تأثیر انواع مختلف مالتودکسترین (شربت جامد گلوکز، فیلدوز¹¹ و پاسیلی¹²) و روش‌های مختلف خشک کردن (انجمادی و پاششی) بر خصوصیات حسی و فیزیکیوشیمیایی طعم دوربان¹³ ریزپوشانی شده، در سال 1999 بررسی شد. نتایج نشان داد که روش خشک کردن انجمادی و استفاده از شربت جامد گلوکز به عنوان ماده‌ی دیواره باعث حفظ بهتر خصوصیات فیزیکیوشیمیایی (رطوبت، چربی، میزان

حتی در غلظت‌های 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 پیرولیدون¹، به دلیل توانایی تشکیل فیلم، حلالیت آبی خوب و توانایی ایجاد شکل آمورف در مسیر آب زدایی و خشک کردن، می‌تواند به عنوان ماده‌ی دیواره برای ریزپوشانی انتخاب شود. همچنین، این ماده به محض آب زدایی و خشک کردن، کریستالیزه (متبلور) نمی‌شود و از این لحاظ ماده‌ی دیواره‌ی مناسبی است زیرا در نتیجه‌ی کریستالیزاسیون ماتریس، ترکیبات ریزپوشانی شده ممکن است از بین بروند (Selim et al., 2000). ایمنی و زیست سازگاری پلی‌وینیل پیرولیدون نیز در مطالعات زیستی عمومی گزارش شده است (Xu et al., 2010).

ریزپوشانی به روش‌های مختلفی مانند خشک کردن پاششی²، پوشش دهی بستر سیال³، اکستروژن⁴، خشک کردن انجمادی⁵، محصور سازی لیپوزومی⁶، سرد کردن پاششی⁷ و روش تبلور (کو کریستالیزاسیون)⁸ و غیره انجام می‌شود. خشک کردن پاششی به عنوان یکی از رایج ترین و متداول ترین روش‌های ریزپوشانی است که هزینه‌ی خشک کردن به وسیله‌ی آن، 30 تا 50 برابر کمتر از خشک کردن انجمادی است. خشک کردن پاششی با افزایش سطح، باعث افزایش اکسایش می‌شود. بنابراین، اگر ماده‌ی دیواره به اندازه کافی ضخیم و متراکم (غلیظ) نباشد، نمی‌تواند مانع خوبی در برابر اکسیژن باشد (Desobry et al., 1997). مزایای استفاده از خشک‌کن پاششی عبارتند از: هزینه‌ی عملیاتی پایین، کیفیت بالای کپسول‌ها، بازده خوب، حلالیت سریع کپسول‌ها، اندازه‌ی کوچک، پایداری بالای کپسول‌ها (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 1000 میلی‌لیتری آلومینیوم پوشانده شد تا از ورود نور و تخریب ترکیبات رنگی جلوگیری شود و 12 گرم زعفران ساییده شده در هاون چینی، به آن منتقل شد. سپس 500 میلی‌لیتر آب مقطر به آن افزوده و به مدت 16 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 (4000 efficient, Germany) تحت دمای 55 درجه‌ی سلسیوس تا حد آبیگیری 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 19 ساعت در فریزر با دمای 70- درجه‌ی سلسیوس نگهداری و سپس به خشک‌کن انجمادی (Operon FDB-5503, Korea) منتقل شد. نمونه‌ها (حدود 200 میلی‌لیتر) در خشک‌کن انجمادی در دمای 55- درجه‌ی سلسیوس با فشار 0/15 میلی متر جیوه طی 20 ساعت خشک شدند. نمونه‌های خشک شده تا زمان انجام آزمایشات بعدی، در تاریکی و دمای 18- درجه‌ی سلسیوس نگهداری شدند (Selim et al., 2000). مقدار کروسین، سافرانال و پیکروکروسین در عصاره‌ی آبی خشک شده‌ی انجمادی، به ترتیب 223/03 و 70/35 و 141/99 بود.

فرآیند تهیه‌ی ریزکپسول

ابتدا محلول‌های آبی 10.5 و 15 درصد از پلی وینیل پیرولیدون و مالتودکسترین تهیه شدند. پس از افزودن 250 میلی‌گرم از عصاره آبی خشک شده‌ی انجمادی به هر محلول، محلول‌ها به صورت جداگانه به مدت 0/5 ساعت با همزن مغناطیسی، همزده شدند. pH محلول‌ها با هیدروکسید سدیم 0/1 نرمال، حدود 7 تنظیم شد تا اثر تغییرات pH بر روی کروسین 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 (5، 10 و 15 درصد وزنی/حجمی) بر پایداری ترکیبات مؤثره‌ی ریزپوشانی شده‌ی زعفران با روش خشک‌کن پاششی؛ و بررسی پایداری مواد مؤثره‌ی ریزپوشانی شده‌ی زعفران طی 45 روز نگهداری در دمای محیط و رطوبت نسبی 52 درصد انجام پذیرفت.

مواد و روش‌ها

مواد اولیه

نمونه‌ی زعفران (*Crocus sativus, L.*) از شرکت سافرون سافرون (مشهد، ایران) تهیه گردید. مقادیر کروسین، سافرانال و پیکروکروسین برای نمونه‌های با کیفیت ممتاز به ترتیب بالاتر از 200، 20 و 85 واحد تعیین شده است (استاندارد ملی ایران، شماره‌ی 1-259، 1385). زعفران مورد مطالعه در این پژوهش دارای کیفیت ممتاز و مقادیر کروسین، سافرانال و پیکروکروسین به ترتیب 226/31، 54/13 و 117/26 بود. پلی وینیل پیرولیدون (PVP, average mol 40 (wt 40,000 Da)، مالتودکسترین با درجه‌ی هیدرولیز 16/5 تا 19/5 (MD, dextrose equivalent 16.5-)

پوشانده شد تا از ورود نور و تخریب رنگدانه‌ها جلوگیری شود. 0/5 گرم نمونه‌ی ساییده شده با ترازو با دقت 0/001 گرم وزن شد. پس از انتقال به بالن 1000 میلی‌لیتری، حدود 900 میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه شد. یک عدد مگنت بزرگ در بالن انداخته و محلول حدود 1 ساعت توسط همزن مغناطیسی (Iran L.T.108، دور از نور همزده شد (سرعت همزدن 1000 دور در دقیقه). بعد از به حجم رساندن و یکنواخت کردن، به وسیله‌ی پیپت 20 میلی‌لیتری، 20 میلی‌لیتر از محلول به بالن ژوژه‌ی 200 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 200 تا 700 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 (1)

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

$A_{1cm}^{1\%}(440nm)$: جذب در حدود 440 نانومتر
 λ_{max} (کروسین)، $A_{1cm}^{1\%}(330nm)$: جذب در حدود 330 نانومتر (λ_{max} سافرانال)،
 $A_{1cm}^{1\%}(257nm)$: جذب در حدود 257 نانومتر
 λ_{max} (پیکروکروسین)، $A =$ جذب خوانده شده، $H =$ رطوبت 0/5 گرم زعفران (ISO 3632-2, 2010).

تعیین دانسیته‌ی توده¹

پس از انتقال 20 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 180 درجه‌ی سانتی‌گراد، دمای هوای خروجی 71 درجه‌ی سانتی‌گراد، سرعت جریان هوا 600 لیتر در ساعت و سرعت پمپ خوراک دهی 10 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 45 روز در دمای محیط (25 درجه‌ی سانتی‌گراد) و رطوبت نسبی $52/89 \pm 0/22$ درصد نگهداری شدند. برای تهیه رطوبت نسبی مورد نظر از محلول اشباع نمک نیترات منیزیم استفاده شد (Greenspan, 1977). طی 45 روز نگهداری در دمای محیط (25 درجه‌ی سلسیوس)، هر 15 روز یک بار نمونه‌برداری انجام شد و مقدار ترکیبات رنگ، عطر و طعم (به ترتیب شامل کروسین، سافرانال و پیکروکروسین) اندازه گیری گردید.

تعیین میزان رطوبت

مقدار رطوبت نمونه‌ها با استفاده از دستگاه سنجش رطوبت به روش مادون قرمز (Moisture Analyzer & MX-50, Japan) اندازه گیری شد. دمای مورد استفاده در این آزمون 105 ± 1 درجه‌ی سانتی‌گراد می‌باشد (نجف نجفی، 1389).

تعیین مقدار مواد مؤثره‌ی زعفران

مقدار کروسین، سافرانال و پیکروکروسین بر مبنای ثبت تغییرات حاصل از چگالی نوری در طول موج 200 تا 700 نانومتر در دمای متوسط تعیین گردید. برای این منظور، ابتدا اطراف بالن‌های ژوژه‌ی 200 و 1000 میلی‌لیتری ورق آلومینیوم

رابطه (2)

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

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، 1385).

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 (3)

$$100 \times \frac{\text{مقدار کروسین در ریزکپسول های تهیه شده}}{\text{مقدار کروسین در عصاره ی آبی خشک شده ی انجمادی}} = \text{راندمان ریزپوشانی (درصد)}$$

در مورد محاسبه‌ی راندمان ریزپوشانی سافرانال و پیکروکروسین نیز مقادیر این دو ماده‌ی مؤثره، در فرمول جایگزین شدند (نجف نجفی، 1389).

مشاهده‌ی ریزساختار ریزکپسول‌ها

برای مشاهده‌ی ریزساختار ریزکپسول‌های تهیه شده، از میکروسکوپ الکترونی روبشی¹ (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 2 دقیقه). نمونه‌های آماده شده به درون دستگاه منتقل شدند. پس از تابیده شدن شعاعی از الکترونهای پرشتاب با ولتاژ 10 کیلوولت به نمونه‌ها، تصویر بر اساس شعاع الکترونی برگشتی از نمونه‌ها به دست آمد (تصویر برداری با بزرگنمایی 5000 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 50 میلی‌لیتر از آن به مدت تقریباً 2 دقیقه توسط دستگاه فراصوت² (Labofuge 200, Heraeus Sepatech, Germany) با فرکانس 24 کیلوهرتز و شدت 20 درصد امواج فراصوت هم زده شد سپس به کمک دستگاه سنجش قطر ذرات به روش شکست نور لیزر³ (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 5 درصد ($p < 0/05$) مقایسه شدند.

نتایج و بحث

تأثیر نوع ماده‌ی دیواره بر ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده در جدول 1 نشان داده شده است. نتایج نشان داد که تأثیر نوع ماده‌ی دیواره بر تمام ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده، معنی‌دار بود ($p < 0/05$). میزان رطوبت ریزکپسول‌های تهیه شده با مواد دیواره مالتودکسترین و پلی وینیل‌پیرولیدون به ترتیب 6/06 و 8/16 درصد بود. احتمالاً اختلاف در تعداد گروه‌های پیوند دهنده با آب در مولکول‌های مالتودکسترین و پلی‌وینیل‌پیرولیدون باعث تفاوت در میزان رطوبت شده است (نجف نجفی، 1389). همچنین پلی‌وینیل‌پیرولیدون 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 (379/00 کیلوگرم بر متر مکعب) نسبت به ریزکپسول‌های دارای پلی‌وینیل‌پیرولیدون (243/00 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 (168/91 در مقایسه با 168/72)، که این حاکی از اثر حفاظتی بهتر مالتودکسترین بر ماده‌ی موثره‌ی 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 1- اثر مستقل نوع ماده‌ی دیواره بر ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده*

ویژگی	مالتودکسترین	پلی وینیل پیرولیدون
رطوبت (درصد بر اساس وزن مرطوب)	6/06 b	8/16 a
کروسین (حداقل قدرت رنگی محلول 1 درصد در طول موج 440 نانومتر بر اساس ماده خشک)	168/91 a	168/72 b
سافرانال (مقدار سافرانال محلول 1 درصد در طول موج 330 نانومتر بر اساس ماده خشک)	30/63 b	30/93 a
پیکروکروسین (حداقل تلخی محلول 1 درصد در طول موج 257 نانومتر بر اساس ماده خشک)	59/78 b	63/94 a
راندمان ریزپوشانی کروسین (درصد)	75/73 a	75/64 b
راندمان ریزپوشانی سافرانال (درصد)	43/54 b	43/97 a
راندمان ریزپوشانی پیکروکروسین (درصد)	42/10 b	45/03 a
دانسیته‌ی توده (کیلوگرم/مترمکعب)	379/00 a	243/00 b

* اعداد دارای حروف مشترک در هر ردیف از لحاظ آماری تفاوت معنی داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن، $p < 0/05$)

دیواره از 5 به 15 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 (250 میلی‌گرم) می‌باشد. با افزایش غلظت مواد دیواره از 5 به 15 درصد و کاهش مقادیر مواد مؤثره، راندمان ریزپوشانی این مواد مؤثره نیز کاهش یافت. با افزایش غلظت مواد دیواره از 5 به 15 درصد، مقادیر دانسیته‌ی توده افزایش یافت. احتمال می‌رود این روند به علت تأثیر افزایش غلظت مواد دیواره در آبگیری یکسان باشد.

اثر غلظت ماده‌ی دیواره بر ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده در جدول 2 نشان داده شده است. نتایج نشان داد که تأثیر غلظت ماده‌ی دیواره بر تمام ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده، معنی‌دار بود ($p < 0/05$). با افزایش غلظت مواد دیواره از 5 به 15 درصد، روند منظمی در میزان رطوبت یافت نشد طوری که از غلظت 5 به 10 درصد، کاهش رطوبت و از غلظت 10 به 15 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

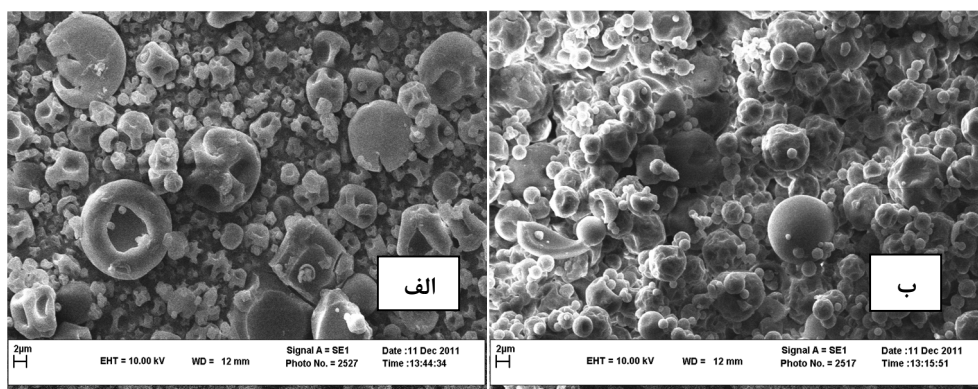
جدول 2- اثر مستقل غلظت ماده دیواره بر ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول‌های تولید شده*

غلظت ماده			ویژگی های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول های تولید شده
15 درصد	10 درصد	5 درصد	
7/44 b	6/30 c	7/59 a	رطوبت (درصد بر اساس وزن مرطوب)
163/75c	167/10 b	175/59 a	کروسین (حداقل قدرت رنگی محلول آدرصد در طول موج 440 نانومتر بر اساس ماده خشک)
17/12 c	26/50 b	48/71 a	سافرانال (مقدار سافرانال محلول آدرصد در طول موج 330 نانومتر بر اساس ماده خشک)
34/20 c	49/84 b	101/53 a	پیکروکروسین (حداقل تلخی محلول آدرصد در طول موج 257 نانومتر بر اساس ماده خشک)
73/42 c	74/92 b	78/72 a	راندمان ریزپوشانی کروسین (درصد)
24/34 c	37/68 b	69/25 a	راندمان ریزپوشانی سافرانال (درصد)
24/09 c	35/10 b	71/50 a	راندمان ریزپوشانی پیکروکروسین (درصد)
324/00 a	315/00 b	294/00 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 1 آورده شده است.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی با بزرگنمایی 5000x برای ریزکپسول‌های حاوی 15 درصد



شکل 1- مشاهدات میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) با بزرگنمایی 5000x ریزکپسول‌های بدست آمده از خشک کردن پاششی حاوی الف) 15 درصد مالتودکسترین و ب) 15 درصد پلی‌وینیل پیرولیدون

با سطح صاف تر و دارای چین و چروک های کمتری نسبت به ریزکپسول‌های تهیه شده با پلی‌وینیل پیرولیدون بودند، در حالی که سطح ریزکپسول‌های حاوی پلی‌وینیل 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, 1389، نجف نجفی؛ 2000). 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 15 درصد) در جدول 3 نشان داده شده است. متوسط اندازه‌ی ذرات (میکرومتر) ریزکپسول‌های تهیه شده با مواد دیواره‌ی مالتودکسترین و پلی وینیل پیرولیدون با غلظت 15 درصد به ترتیب 16/84 و 10/90 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 10 تا 400 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، 1389). 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 3- توزیع اندازه‌ی ذرات در برخی از ریزکپسول‌های تهیه شده *

توزیع اندازه‌ی ذرات (میکرومتر)	اندازه‌ی ذرات (میکرومتر)	نوع ماده‌ی دیواره
10 درصد از ذرات قطری کمتر از $5/71 \mu\text{m}$ دارند.	16/84 a	مالتو دکسترین با غلظت 15 درصد
50 درصد از ذرات قطری کمتر از $20/10 \mu\text{m}$ دارند.		
90 درصد از ذرات قطری کمتر از $45/04 \mu\text{m}$ دارند.		
10 درصد از ذرات قطری کمتر از $1/81 \mu\text{m}$ دارند.	10/90 b	پلی وینیل پیرولیدون با غلظت 15 درصد
50 درصد از ذرات قطری کمتر از $13/57 \mu\text{m}$ دارند.		
90 درصد از ذرات قطری کمتر از $43/28 \mu\text{m}$ دارند.		

* اعداد دارای حروف مشترک از لحاظ آماری تفاوت معنی‌داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن، $p < 0/05$)

(جدول‌های 5 و 6). در مورد روند نامنظم افزایش و یا کاهش سافرانال و پیکروکروسین، نتایج مشابهی در گزارشات دیگر نیز به دست آمده است (بلندی و همکاران، 1388؛ بلندی و همکاران، 1383). 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 ژانگزانترین 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 45 روز نگهداری در دمای 25 درجه سلسیوس و رطوبت نسبی 52 درصد در جدول‌های 4 تا 6 نشان داده شده است. میزان کروسین با افزایش زمان نگهداری، کاهش یافت (جدول 4). 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); قلاسی مود و نوربخش، Tarantilis et al., 1387). (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، 1388). با توجه به جدول 4، پس از 45 روز نگهداری ریزکپسول‌ها در رطوبت نسبی 52 درصد و دمای 25 درجه سلسیوس، ماده‌ی دیواره‌ی پلی وینیل‌پیرولیدون با غلظت 5 درصد، به میزان بیشتری مواد موثره‌ی زعفران (کروسین، سافرانال و پیکروکروسین) را حفظ نمود و ماده‌ی دیواره مالتودکسترین با غلظت 5 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 4- مقدار کروسین (قدرت رنگی)، مقدار سافرانال (عطر) و مقدار پیکروکروسین (تلخی) در ریزکپسول‌های تهیه شده طی 45 روز نگهداری در رطوبت نسبی 52 درصد و دمای 25 درجه سلسیوس*

ویژگی	نوع ماده دیواره	زمان نگهداری (روز)			
		45	30	15	0
مالتو دکسترین	ماده دیواره	166/83±0/36	167/73±0/21	168/41±0/63	174/50±0/18
		155/44±0/45	157/77±0/26	160/53±0/77	166/73±0/46
		136/50±0/77	136/86±0/30	154/44±0/40	165/50±0/93
مقدار کروسین (قدرت رنگی)	پلی وینیل پیرولیدون	169/78±0/60	170/47±0/14	176/50±0/84	176/67±0/61
		29/81±0/35	30/64±0/08	32/49±0/28	167/48±0/58
		17/50±0/76	20/35±0/68	30/43±0/29	162/00±0/19
شاهد	-	185/37±1/05	190/00±0/19	197/12±0/12	226/31±0/50
مالتو دکسترین	ماده دیواره	42/77±0/17	46/04±0/24	52/19±0/18	48/17±0/25
		25/90±0/23	26/72±0/30	30/16±0/44	27/27±0/57
		18/60±0/06	18/13±0/52	22/32±0/72	16/44±0/13
مقدار سافرانال (عطر)	پلی وینیل پیرولیدون	52/54±0/89	59/71±0/69	62/80±0/26	49/25±0/34
		27/16±0/39	25/04±0/26	34/26±0/16	25/74±0/61
		20/10±0/14	21/49±0/1	21/34±0/25	17/81±0/31
شاهد	-	29/16±0/20	28/21±0/75	30/81±0/53	54/13±0/22
مالتو دکسترین	ماده دیواره	90/23±0/37	94/84±0/70	51/19±0/25	99/49±0/21
		47/02±0/11	48/40±0/83	46/04±0/28	49/05±0/85
		33/66±0/09	32/67±0/57	28/39±0/94	30/81±0/74
مقدار پیکروکروسین (تلخی)	پلی وینیل پیرولیدون	98/20±0/18	83/90±0/22	44/59±0/67	103/58±0/55
		49/39±0/72	59/81±0/47	42/38±0/16	50/64±0/28
		37/82±0/86	43/12±0/39	35/23±0/42	37/60±0/73
شاهد	-	108/74±0/38	111/23±0/43	110/17±0/26	117/26±0/48

* 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

- 1- امیر قاسمی، ت. 1380. زعفران طلای سرخ ایران. موسسه ی نشر آیندگان 13، 14 و 17.
- 2- بلندی، م.، امین لاری م.، کرباسی، ا.، قدوسی، ح.ب.، و مصباحی، غ. 1383. بررسی تأثیر روش های خشک کردن و نور بر ویژگی های شیمیایی زعفران در طول دوره نگه داری. مجله علوم و صنایع کشاورزی، 18: 197-204.
- 3- بلندی، م.، شهیدی، ف.، صداقت، ن.، فرهوش، ر.، و قاسم زاده، ر. 1388. 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، 47: 61-66.
- 4- رضوی، م.ع. و اکبری، ر. 1385. خواص بیوفیزیکی محصولات کشاورزی و مواد غذایی، 34، 35 و 36.
- 5- سالاری، ر.، حبیبی نجفی، م.ب.، کاراژبان، ح.، و وزیر زاده، ب. 1389. ارزیابی تغییرات فیزیکوشیمیایی و میکروبی زعفران طی دوره ی نگهداری یکساله. مجله علوم و فناوری غذایی، 1: 35-43.
- 6- قلاسی مود، ف. و نوربخش، ر. 1387. 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. 1-6.
- 7- مؤسسه ی استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران. 1385. زعفران- ویژگیها (اصلاحیه ی شماره ی 1، تجدید نظر چهارم). استاندارد ملی ایران، شماره ی 1-259.
- 8- نجف نجفی، م. 1389. استفاده از امواج فراصوت در تولید امولسیون و ریزپوشانی ترکیبات مؤثره ی روغن هل (cardamom oil). رساله دکترای تخصصی، دانشگاه فردوسی مشهد، 1، 90، 158، 159 و 160.
- 9- همتی کاخکی، ع. 1370. 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