



ارزیابی خواص کیفی ریزپوشینه‌های تفاله انگور و روغن بزرک پایدار شده با نسبت‌های مختلف مالتودکسترین و صمغ کتیرا

مناف صابری^{۱*}، سولماز صارم نژاد^۲، مصطفی سلطانی^{۳*}، علیرضا فرجی^۴

۱- دانشجوی دکتری، گروه علوم و مهندسی صنایع غذایی، دانشکده داروسازی، علوم پزشکی تهران، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

۲- استادیار گروه علوم و مهندسی صنایع غذایی، دانشکده داروسازی، علوم پزشکی تهران، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

۳- مرکز تحقیقات علوم تغذیه و صنایع غذایی، علوم پزشکی تهران، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

۴- استادیار گروه شیمی آلی، دانشکده شیمی دارویی، علوم پزشکی تهران، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

چکیده

اطلاعات مقاله

تاریخ‌های مقاله:

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۲/۱۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۴/۱۴

کلمات کلیدی:

ریزپوشانی،

تفاله انگور،

روغن بزرک،

مالتودکسترین،

صمغ کتیرا

ریزپوشانی فرایندی جهت محافظت از ترکیبات زیست فعال در برابر شرایط نامساعد محیطی به منظور افزایش پایداری و دسترسی زیستی آن‌ها می‌باشد. با توجه به حضور ترکیبات زیست فعال در تفاله انگور و روغن بزرک، هدف از این پژوهش درون پوشانی روغن بزرک و تفاله انگور سیاه سرده‌ش با نسبت‌های مختلف مالتودکسترین و صمغ کتیرا (۱:۱، ۲:۱ و ۱:۲) با استفاده از خشک‌کن پاششی و بررسی ویژگی‌های کیفی ریزپوشینه‌های تولید شده بود. بر این اساس، ریزپوشینه‌های تولیدی از لحاظ بازده ریزپوشینه، میزان حلالیت و رطوبت، محتوای ترکیبات فنولی، فعالیت آنتی اکسیدانی، برهم کنش مواد دیواره و هسته و ریزساختار مورد ارزیابی قرار گرفتند. مطابق با نتایج، از لحاظ محتوای رطوبت و میزان حلالیت تفاوت معنی‌داری بین ریزپوشینه‌ها وجود نداشت. بالاترین بازده ریزپوشانی، بیشترین محتوای ترکیبات فنولی کل و بیشترین ظرفیت مهار رادیکال DPPH در ریزپوشینه‌ی دارای نسبت ۱:۱ مالتودکسترین و صمغ کتیرا مشاهده شد. بررسی شکل کروی ریزپوشینه‌ها به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که ریزپوشینه‌های دارای دیواره مالتودکسترین و صمغ کتیرا با نسبت ۱:۱ ساختار فشرده‌تر و یکنواخت‌تری داشتند. آنالیز FT-IR نیز شکل‌گیری برهم‌کنش‌های جدید بین مواد دیواره و هسته ریزپوشینه‌ها را تایید کرد. نتایج این پژوهش نشان داد که استفاده از مالتودکسترین و صمغ کتیرا به عنوان ماده دیواره با نسبت ۱:۱، کارایی مناسبی جهت ریزپوشانی تفاله انگور و روغن بزرک دارد.

DOI: 10.22034/FSCT.20.139.201

DOR:20.1001.1.20088787.1402.20.139.14.8

* مسئول مکاتبات:

soltanimstf@gmail.com

۱- مقدمه

در جوامع امروزی، گرایش به تولید و مصرف انواع غذاهای فراسودمند به جهت بالا بردن سلامت افراد یک جامعه از شاخص‌های مهم پیشرفت جوامع محسوب می‌شود و به محصولات حاوی برخی از ترکیبات سلامتی بخش که دارای خواص تغذیه‌ای فراتر از غذاهای پایه که مصرف عمومی یافته‌اند اطلاق می‌شود که نقش مهم آن‌ها افزایش سلامت انسان می‌باشد [۱].

افزودن مواد موثر نباید به گونه‌ای باشد که موجب ایجاد اختلال در متابولیسم مواد غذایی و بروز عوارض جانبی شود. این مواد از نظریولوژیکی باید از ماده غذایی مصرفی قابل دریافت باشند و بتوانند به عنوان بخشی از رژیم غذایی روزانه مصرف شوند و هم چنین بدست آمده از مواد طبیعی باشد و نباید افزودن مواد موثر خصوصیات کیفی مواد غذایی مانند طعم، رنگ و بو را تغییر داده یا کاهش ماندگاری مواد غذایی را منجر شود [۲]. بعضی از این مواد به شدت نسبت به گرما، اکسیداسیون و دیگر عوامل محیطی حساس هستند به همین علت علاوه بر کنترل مقادیر افزوده شده باید به طور یکنواخت در کل ماده غذایی پخش گردند [۳]. از مهم‌ترین این ترکیبات می‌توان به اسیدهای چرب ضروری، ویتامین‌ها، کارتنوئیدها، استرول‌ها و فلاونوئیدها اشاره کرد [۲].

مو با نام علمی (*Vitis vinifera* L.) گیاهی است از تیره *Ampeliaceae* که اکثر گیاه شناسان آن را *Vitaceae* نام گذاری کرده‌اند. خانواده انگور دارای ۱۴ جنس بوده که از آن‌ها ۱۲ جنس زنده و ۲ جنس فسیل و ۷۰۰ گونه دارد. در میان آن‌ها جنس *Vitis* مهمترین و تنها جنسی است که دارای میوه خوراکی، ۶۰ گونه و ۱۰۰۰۰ رقم نام گذاری شده است [۴].

انگور سیاه سردشت (*Vitis viniferae* cv. *Rash*) یکی از واریته‌های انگور است که به صورت طبیعی در مناطق کوهستانی شهرستان سردشت رشد می‌کند این رقم دیررس و دیم بوده و شکل خوشه‌های انگور، مخروطی بوده رنگ ظاهری آبی تا سیاه، طعمی شیرین و معطری داراست [۵]. انگور برداشت شده عمدتاً جهت تولید آب انگور مورد مصرف قرار می‌گیرد و در این میان مقدار زیادی از این محصول ارزشمند بصورت ضایعات از دست می‌رود. تفاله انگور یکی از محصولات جانبی با ارزش کارخانجات تولید آبمیوه و کنسانتره است. مواد پکتیکی، پلیمرهای اصلی تشکیل دهنده دیواره سلولی در تفاله انگور هستند. تفاله انگور سیاه سردشت منبع ارزانی از مقادیر نسبتاً زیادی قند (عمدتاً گلوکز، فروکتوز و ساکارز)، تارتارات، پلی فنول‌ها (عمدتاً آنتوسیانین‌ها، فلاونول‌ها، فلاوانول‌ها، اسیدهای فنولی و رزوراترول)، ویتامین C، بتاکاروتن، فیبر خام، ویتامین E و سیتریک اسید هستند که دارای خواص ضد سرطانی، ضد التهابی، آنتی‌اکسیدانی و ضد ویروسی است که استخراج بهینه آن‌ها می‌تواند مزایای اقتصادی به همراه داشته باشد [۶، ۷].

بزرک با نام علمی *Linum usitatissimum* از تیره کتان *Linaceae* گیاهی است یک ساله که بصورت بوته‌ای رشد کرده، مورفولوژی دانه آن بیضی شکل، صاف و در انتها نوک تیز بوده و منشا آن غرب مدیترانه گزارش شده است [۸، ۹]. روغن دانه بزرک شامل تری گلیسیرید، فسفولیپیدها و مقادیری اسیدهای چرب آزاد می‌باشد. روغن استخراج شده منبع خوب اسیدهای چرب ضروری نظیر (اسید آلفا لینولنیک (امگا۳)، اسید لینولئیک (امگا۶) و اسید اولئیک (امگا۹) می‌باشد [۱۰] و همچنین منبع اسیدهای آمینه ضروری اعم از آرژنین، هیستیدین، گلوتامین، سیستئین، لیگنان (اجزای فیتواستروژنیک)، فیبر رژیمی^۱

¹ Dietary fiber

مواد معدنی و ویتامین‌ها است [۱۱]. روغن دانه بزرک یک منبع گیاهی جایگزین امگا ۳ بوده که حاوی بیش از ۵۰ درصد از مقادیر آلفالینولئیک اسید است. از جمله خواص سلامتی بخش روغن دانه بزرک بواسطه حضور مقادیر بالای امگا ۳ در این روغن می‌توان به نقش مثبت آن‌ها در بهبود بیماری‌های قلبی - عروقی، سرطان‌های سینه، پروستات، پوست و روده بزرگ، مشکلات مفصلی پوکی استخوان، میگرن و انواع سردردها، استرس و برخی بیماری‌های دیگر ذکر کرد [۱۲].

آگاهی از فواید بالقوه اسیدهای چرب غیر اشباع امگا ۳ علاقه به غنی‌سازی مواد غذایی با این چربی‌ها را قوت بخشیده، با این حال، ورود اسیدهای چرب امگا ۳ در فراورده‌های غذایی سبب بروز چالش‌های عمده‌ای در فرمولاسیون شده است. بسیاری از چربی‌ها نسبت به گرما، نور و اکسیژن حساس بوده و به سرعت اکسید می‌شوند. اکسیداسیون اسیدهای چرب یکی از عوامل اصلی فساد ماده غذایی است و می‌تواند بر طعم، عطر، بافت، مدت زمان ماندگاری و رنگ ماده غذایی تاثیر گذارد که این امر استفاده از منابع حاوی اسیدهای چرب امگا ۳ در غنی سازی فراورده‌های غذایی محدود می‌سازد [۱۳]. مشکل اصلی در رابطه با مصرف اسیدهای چرب چند غیر اشباع امگا ۳ چه از نظر دارویی و چه از نظر غذایی حساسیت بالای آن‌ها نسبت به اکسیداسیون است. سوبستراهای اصلی برای واکنش اکسیداسیون چربی اسیدهای چرب غیر اشباع با یک یا چند پیوند دوگانه هستند [۱۴]. با توجه به اینکه ترکیبات فنولی و اسیدهای چرب امگا ۳ در صورت استفاده بصورت مستقیم در داخل فراورده‌های غذایی می‌توانند اثرات طعمی و حسی نامطلوب روی فراورده داشته باشد لذا استفاده از فناوری ریزپوشانی برای حفاظت از این ترکیبات داخل محصول ضروری است.

ریزپوشانی تکنیکی است که در آن مواد هسته مرکزی (ترکیبات غذایی، اسانس گیاهان دارویی، آنزیم‌ها، سلول‌ها، نانو داروها، میکروارگانیزم‌ها، مواد حساس به دما و ...) در داخل غشاء نازکی (ترکیبات بیوپلیمری نظیر کربوهیدرات‌ها، چربی‌ها و پروتئین‌ها) قرار می‌گیرند که این امر سبب کاهش میزان واکنش پذیری هسته با عوامل محیطی، کاهش سرعت انتقال مواد درون هسته به محیط بیرونی، بالابردن امکان جابه جایی و انتقال آسان‌تر، رهاسازی کنترل شده مواد در زمان مورد نظر، پوشاندن طعم هسته، پراکندگی یکنواخت هسته در سراسر مخلوط و جلوگیری از ایجاد واکنش بین اجزای هسته و سایر اجزای مواد غذایی اشاره کرد [۱۵]. همچنین از این روش می‌توان جهت افزایش پایداری ترکیبات زیست فعال و محافظت آن‌ها در برابر شرایط نامساعد محیطی به منظور افزایش دسترسی زیستی استفاده نمود [۱۶].

روش‌های متنوعی برای فرایند ریزپوشانی وجود دارد که در دو دسته اصلی روش‌های مکانیکی و روش‌های شیمیایی قرار می‌گیرند. از روش‌های مکانیکی می‌توان به خشک کردن پاششی^۱، سرد کردن پاششی^۲، خشک کردن انجمادی^۳، پوشش دادن به روش بستر سیال^۴ و اکستروژن^۵ و از روش-های شیمیایی می‌توان به محبوس کردن در لیپوزوم^۶، امولسیون یا سیستم دو فاز توده‌ای شدن را نام برد [۱۷].

خشک کردن پاششی معمولاً از طریق حل کردن، امولسیون کردن یا پراکنده کردن هسته در یک محلول آبی از مواد حامل و سپس ریز کردن^۷ و پاشش مخلوط حاصل به درون یک محفظه حاوی گاز داغ صورت می‌گیرد. کپسول‌های خشک شده به روش پاششی به دلیل تخلخل و حلالیت

1- Spray-drying

2- Spray-chilling/cooling

3- Freeze drying

4- Fluid bed coating

5- Extrusion

6- Liposome entrapment

7- Atomize

بالای دیواره، عامل فعال خود را بلافاصله پس از افزودن آب آزاد می‌کنند. لیکن، اخیراً با استفاده از پوشش دهنده-های هیدروفوب و یا موادی که اتصالات عرضی ایجاد می-کنند (پروتئین‌های دناتوره، پروتئین‌ها یا بیوپلیمرهایی با اتصالات عرضی)، امکان آزاد شدن تدریجی مواد فعال در آب فراهم شده است [۱۸].

انتخاب دیواره مناسب برای رسیدن به درون پوشانی موفق ضروری است. در ریزپوشانی مواد حساس اغلب از دیواره کربوهیدراتی استفاده می‌شود که این به دلیل قابلیت بالا در جذب ترکیبات فرار و همچنین اتصال محکم به آن‌ها حین فرآیند است [۱۹]. در این پژوهش، از مالتودکسترین و کتیرا به عنوان ماده حامل استفاده شد. مالتودکسترین‌ها که الیگومرها یا پلیمرهای D-گلوکز با پیوندهای آلفا ۱ به ۴ هستند و معمولاً معادل دکستروز کمتر از ۲۰ دارند. همچنین کربوهیدرات‌های کاملاً انحلال‌پذیر با دانسیته حجمی پائین، جاذب الرطوبه و دارای ویسکوزیته بالا بوده، که این ویژگی نقش بسیار مهمی در خواص کاربردی آنها دارد [۲۰]. از جمله مواد حامل رایج مورد استفاده در خشک‌کن‌های پاششی مالتودکسترین‌ها هستند. این ترکیب توانایی ایجاد شبکه در فرایندهای مختلف ریزپوشانی را داشته و همچنین بازده ریزپوشانی به‌دست آمده توسط این ترکیب بالا گزارش شده است [۲۱]. مالتودکسترین ویسکوزیته پایینی راحتی در غلظت‌های بالا داشته و قیمت پایینی دارد. در دسترس بودن آن‌ها، از عوامل مهم در استفاده از این ترکیبات در فرایندهای مختلف ریزپوشانی بوده و شکل ظاهری این ترکیبات، پودر سفید رنگ است [۲۲]. مالتودکسترین فاقد خصوصیات بین سطحی مورد نیاز جهت راندمان بالای کپسوله کردن می‌باشد. بنابراین جهت رفع این مشکل، معمولاً در ترکیب با مواد بیوپلیمری دیگری همچون صمغ‌ها، نشاسته‌های اصلاح شده و پروتئین‌ها مانند کازئینات سدیم و کنسانتره آب پنیر مورد استفاده قرار می-

گیرد [۲۳]. کتیرا هیدروکلوئیدی با کیفیت است که از نظر ساختمان شیمیایی، یک کربوهیدرات آبدوست غیر یکنواخت و بسیار منشعب است. کتیرا متشکل از دو جزء اصلی تحت عنوان تراگاکانتین اسید^۱ یا باسورین^۲ و تراگاکانتین^۳ است. باسورین ۷۰ - ۶۰ درصد از کل صمغ را به خود اختصاص داده و جزء نامحلول در آب می‌باشد که قابلیت تورم و تشکیل ژل را دارد. جزء دیگر یا تراگاکانتین نیز، در آب حل شده و منجر به ایجاد محلول کلوئیدی می-شود. باسورین یک جزء اسیدی است که بر اثر هیدرولیز اسیدی، قندهایی نظیر دی - زایلوز، ال - فوکوز دی گالاکتورونیک اسید و مقدار کمی ال - رامنوز تولید می‌کند. جزء اسیدی این مولکول نیز در ارتباط با کاتیون‌های کلسیم، منیزیم و پتاسیم می‌باشد. خواص صمغ کتیرا به مقدار زیادی به باسورین ارتباط دارد. تراگاکانتین، به عنوان جزء پلی ساکارید خنثی محسوب می‌شود که ساختار آن متشکل از واحدهای متوالی دی- گالاکتوز است و زنجیره‌های منشعب ال- آرابینوز به آن متصل می‌باشد، همچنین گروه‌های متوکسیل نیز به مقدار قابل توجهی در ساختار آن حضور دارند [۲۴]. گزارش‌های متعددی در مورد استفاده از مالتودکسترین برای درون پوشانی ترکیبات زیست فعال موجود هستند [۲۵، ۲۶].

فارق و همکاران (۲۰۱۸) ترکیبات فنولیک انگور را به کمک کنسانتره پروتئین آب پنیر و مالتودکسترین به عنوان ماده حامل ریزپوشانی نمودند. بالاترین راندمان پوشینه سازی در نسبت ۶۰/۴۰ کنسانتره پروتئین آب پنیر به مالتودکسترین حاصل شد و کمترین سایز ریزپوشینه (۸۲/۲۶ نانومتر) در نمونه‌ای که از پروتئین آب پنیر تنها به عنوان حامل استفاده شده بود، مشاهده گردید. همچنین کپسول‌های حاوی ۱۰ درصد پروتئین‌های آب پنیر رهایش

1- Tragacanthic acid

2- Bassorin

3- Tragacanthic

با تفاله انگور سیاه سردشت که حاوی مقادیر بالایی از آنتی-اکسیدان‌های طبیعی می‌باشد می‌تواند در به تاخیر انداختن واکنش اکسیداسیون روغن بزرک موثر باشد. در عین حال میکروکپسول‌های حاوی ترکیبات فنلی موجود در تفاله انگور (اپی کاتچین، کاتچین، گالیک اسید، پروسیانیدین‌ها و اسیدهای فنلیک) و اسید چرب امگا ۳ ضروری موجود در روغن بزرک (آلفا لینولنیک اسید) می‌توانند در فرمولاسیون فرآورده‌های غذایی فراسودمند مورد استفاده قرار گیرند. هدف از این پژوهش ارزیابی و مقایسه توانایی نسبت‌های مختلف دو نوع از مواد دیواره (صمغ کتیرا و مالتودکسترین) برای ریزپوشانی همزمان تفاله انگور سیاه سردشت و روغن بزرک با استفاده از روش خشک کن پاششی می‌باشد. خواص ساختاری و مورفولوژیکی ریزپوشینه‌ها به وسیله آنالیزهای FT-IR و SEM مورد مطالعه قرار گرفتند.

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- تهیه تفاله انگور و روغن بزرک

به منظور انجام این پژوهش، انگور سیاه سردشت رقم خوشناو از مرکز تحقیقات کشاورزی آذربایجان غربی تهیه و برای مطالعات بیشتر به آزمایشگاه گروه هرباریو دانشکده علوم دارویی دانشگاه علوم پزشکی آزاد اسلامی تهران انتقال داده شد. پس از آب‌گیری نمونه‌ها، تفاله حاصله با استفاده از خشک‌کن انجمادی (Dorsa-DFR-02) خشک شده و مورد آنالیز شیمیایی قرار گرفت. روغن بزرک از مرکز تخصصی تولید روغن‌های گیاهی شرکت آدونیس گل دارو تهیه شد.

۲-۱-۱- تهیه عصاره

به منظور انجام آزمون‌های شیمیایی، از تفاله‌های انگور عصاره تهیه شد. یک گرم از نمونه‌ها با ۱۰۰ میلی لیتر اتانول ۶۰ درصد ترکیب شد و در محیط فاقد نور به مدت ۳۰ دقیقه تحت همزدن مداوم با همزن مغناطیسی (Heidolph,

۸۳ درصد ترکیبات فنولیک را نشان دادند [۲۷]. در تحقیقات انجام شده توسط لاولی و هارشا (۲۰۱۸) هیدروژن آلزینات برای ریزپوشینه‌های فنولیک‌های پوست انگور به عنوان عامل رهایش وابسته به pH استفاده شد. از کلرید کلسیم به عنوان یک عامل سفت کننده استفاده شد. در pH معادل ۴/۱ ریزپوشینه‌ها سالم بودند و ۱۳ درصد فنولیک‌های کل از ریزپوشینه‌ها آزاد شدند و درصد رهایش ترکیبات فنولیک وابسته به نوع ساختار شیمیایی ترکیب بود. پروسیانیدین B1 ۷۴ درصد، کاتچین و اپی کاتچین ۵۰ درصد آزادسازی داشتند. در حالی که رهایش آنتوسیانین و فلاونول کمتر از ۱۱ درصد بود. در pH برابر ۷/۴ ریزپوشینه‌ها حل شده و محلول ویسکوزی را ایجاد نمودند [۲۸]. مهدوی و همکاران (۲۰۱۶) به بهینه‌سازی ریزپوشانی آنتوسیانین‌ها با مالتو دکسترین، صمغ عربی و ژلاتین با روش خشک کردن انجمادی بررسی قرار دادند. بر اساس نتایج بالاترین بازدهی و بهترین کیفیت پودر مربوط به ترکیب دیواره‌های مالتو دکسترین و صمغ عربی با نسبت ۳۵ درصد هسته به دیواره و نسبت ۳ به ۱ دیواره‌ها و راندمان ۹۴/۳۹ درصد بود [۲۹]. گالاردو و همکاران (۲۰۱۳) ریزپوشانی روغن بزرک را با استفاده از فرایند خشک‌کن پاششی و نسبت‌های متفاوت صمغ عربی، مالتو دکسترین، متیل سلولز، ایزوله پروتئین آب پنیر با هدف دستیابی به فرمولاسیون‌های مختلف با راندمان ریزپوشینه سازی بالا مورد بررسی قرار دادند. بر طبق نتایج بدست آمده، ریزپوشینه‌های فرموله شده با ۱۰۰ درصد صمغ عربی و ریزپوشینه حاوی مخلوط صمغ عربی، مالتو دکسترین و ایزوله پروتئین آب پنیر بالاترین محافظت در برابر اکسیداسیون و راندمان ریزپوشانی بالای ۹۰ درصد را ارائه دادند [۳۰].

روغن بزرک حاوی مقادیر بالایی از اسید چرب امگا ۳ بوده که به علت غیر اشباع بودن ترکیب یاد شده حساسیت بالایی در برابر اکسیداسیون دارد. لذا استفاده همزمان روغن بزرک

والان گالیک اسید در هر ۱۰۰ گرم ماده خشک گزارش شد [۳۳].

۲-۱-۴- اندازه گیری ظرفیت مهار رادیکال DPPH عصاره

۱۰۰ میکرولیتر عصاره با ۳ میلی لیتر محلول متانولی DPPH مخلوط شد و به مدت ۳۰ دقیقه در تاریکی و در دمای اتاق نگهداری شد. بعد از گذشت زمان مورد نظر جذب در ۵۱۵ نانومتر توسط اسپکتروفتومتر (Uinico, UV/Vis 4802, United states) خوانده شد. مقدار عصاره (میلی گرم بر میلی لیتر) لازم برای مهار ۵۰ درصد از DPPH (IC50) با استفاده از نمودار غلظت در برابر درصد مهار تعیین شد و از ۰/۱ میلی لیتر متانول و ۳/۹ میلی لیتر محلول متانولی DPPH به عنوان شاهد استفاده گردید [۳۴].

۲-۲- تولید ریز پوشینه

محلول های آبی مالتودکسترین و صمغ کتیرا در نسبت های مختلف به طور مجزا بوسیله اختلاط با آب مقطر با استفاده از همزن مغناطیسی آماده شدند. عملیات هم زدن و تهیه محلول ها در مدت زمان ۳۰ دقیقه و به کمک همزن مغناطیسی انجام گرفت. سپس برای اطمینان یافتن از اشباعیت کامل بیوپلیمرها، دیواره ها از یک روز قبل از درون پوشانی آماده و به مدت ۲۴ ساعت در یخچال نگهداری شدند. مراحل تولید به شرح شکل شماره ۱ و مطابق جدول شماره ۱ انجام شد [۳۵].

Germany) قرار گرفت. مخلوط حاصل در سانتیفریوژ (۴۵۰۰ x، ۲۰ دقیقه) (Pole ideal tajhiz, Iran) قرار داده شد و از فاز رویی برای انجام آنالیزها استفاده شد [۳۱].

۲-۱-۲- آنالیز ترکیبات فنولی تفاله انگور

عصاره با فیلتر نایلونی ۰/۴۵ میکرون صاف گردید و به HPLC (Waters, Alliance system, USA) تزریق و برای آنالیز از ستون فاز معکوس RP18 و آشکارساز UV در ۲۱۰ نانومتر استفاده شد. فاز متحرک شامل حلال A (آب کاملاً اسیدی شده با اسید فسفریک ۱ درصد) و حلال B (استونیتریل) از روش گرادیان و با ۹۰ درصد حلال A کار شروع شد و سپس به صورت زیر تنظیم گردید:

۶۰ درصد حلال A در ۵ دقیقه سپس ۹۰ درصد حلال B در ۴۵ دقیقه و حجم تزریق ۱۰ میکرولیتر و دبی جریان ۰/۵ میلی لیتر در دقیقه. دمای اتاق برای انجام آزمایش، ۲۵ درجه سانتیگراد در نظر گرفته شد و همچنین از نرم افزار Chrome gate برای آنالیز استفاده گردید [۳۲].

۲-۱-۳- اندازه گیری مقدار کل ترکیبات فنولی عصاره

۳۰۰ میکرولیتر عصاره با ۱۰۰ میکرولیتر معرف فولین سیوکالتیو برای ۵ دقیقه مخلوط شد. در ادامه ۳۰۰ میکرولیتر از سدیم کربنات اشباع به آن افزوده شد و مخلوط به مدت ۳۰ دقیقه در دمای اتاق نگهداری شد. سپس در ۷۵۰ نانومتر توسط اسپکتروفتومتر (Uinico, UV/Vis 4802, United states) قرائت شد و نتیجه بر حسب میلی گرم اکی

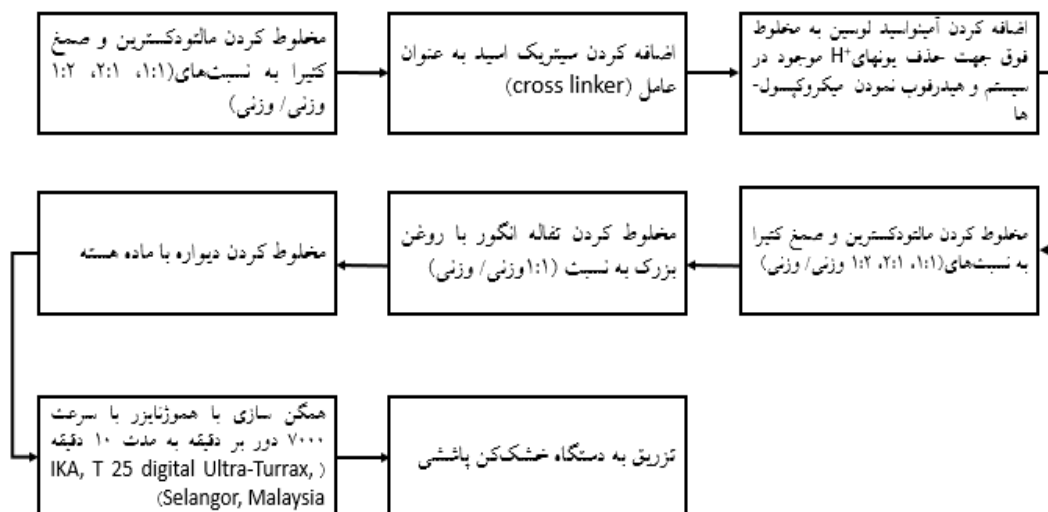


Figure 1- Microcapsules production steps

برای این منظور ابتدا ۰/۳ گرم از هر نمونه با ۳۰ میلی لیتر آب دیونیزه مخلوط گردید و با استفاده از سود ۰/۱ نرمال و لاکتیک اسید به pH ۴/۳، ۵/۵ و ۷ رسانده شد و برای جداسازی فاز رویی در سانتریفیوژ (۷۰۰۰×، ۱۷ دقیقه) (Unico, UV/Vis 4802, United states) قرار داده شد. در ادامه ۵۰۰ میکرولیتر از سوپرناتانت با ۵۰۰ میکرولیتر معرف فولین سیوکالتیو و ۳۰۰ میکرولیتر سدیم کربنات اشباع مخلوط شد و پس از گذشت ۳۰ دقیقه جذب در ۷۶۰ نانومتر بر حسب معادل گالیک اسید در ۱۰۰ گرم ماده خشک قرائت شد [۳۶].

۲-۴-۲- اندازه گیری فعالیت آنتی اکسیدانی ریزپوشینه

۱۰ میکرولیتر از سوپرناتانت به دست آمده از مرحله قبل با ۳/۹ میلی لیتر محلول متانولی DPPH مخلوط و پس از ۳۰ دقیقه نگهداری در دمای اتاق و تاریکی، جذب در ۵۱۵ نانومتر خوانده شد. مقدار نمونه (میلی گرم بر میلی لیتر) لازم برای مهار ۵۰ درصد از DPPH (IC₅₀) با استفاده از نمودار غلظت در برابر درصد مهار تعیین شد و از ۰/۱ میلی-لیتر متانول و ۳/۹ میلی لیتر محلول متانولی DPPH به عنوان شاهد استفاده گردید [۳۴].

Table 1 - Microcapsule composition

Formula	1	2	3
Grape extract (g)	0.125	0.125	0.125
Flaxseed oil (g)	0.125	0.125	0.125
Citric acid (g)	3.5	3.5	3.5
Gum tragacanth (g)	0.5	0.5	1
Maltodextrin (g)	0.5	1	0.5
Branched chain amino acid (g)	4.7	4.7	4.7
Tween 20 (μl)	20	20	20

۲-۴-۲- تست‌های کنترل کیفی ریز پوشینه

۲-۴-۱- اندازه گیری مقدار کل ترکیبات فنولی ریزپوشینه

۲-۴-۳- بازده ریزپوشینه‌ها

اندازه‌گیری بازدهی ریزپوشینه‌ها بر اساس وزن کل محصول به وزن خوراک داده شده به سیستم خشک‌کن پاششی (Buchi mini spray dryer B290, Switzerland) دارای نازل اتمایزر دوگانه به قطر ۰/۷ میلی‌متر، دمای هوای ورودی ۱۴۰°C، هوای خروجی ۷۰°C، سرعت جریان هوا ۴۰ متر مکعب بر ساعت و سرعت جریان خوراک‌دهی ۵ میلی‌لیتر بر دقیقه) بوده و از معادله زیر برای محاسبات استفاده گردید [۳۵].

$$y = \frac{\text{جرم ریزپوشانی به گرم}}{\text{جرم کل محلول ورودی به دستگاه به گرم}} \times 100$$

۲-۴-۴- میزان رطوبت

نمونه‌های ریزپوشینه‌های تهیه شده در آون (Shimaz co, Iran) تحت دمای ۱۰۵°C تا رسیدن به وزن ثابت نگهداری شد و میزان رطوبت محاسبه گردید [۳۷].

۲-۴-۵- میزان حلالیت

۵/۰ گرم از هر نمونه ریزپوشینه با ۵ میلی‌لیتر آب مقطر در دمای اتاق روی همزن مغناطیسی (Heidolph, Germany) در ۲۲۰ rpm به مدت ۳۰ دقیقه قرار گرفت سپس در ۱۴۰۰ rpm به مدت ۵ دقیقه سانتریفیوژ (Pole ideal tajhiz, Iran) شد. رسوب حاصله به ظروف از قبل توزین شده و به وزن ثابت رسیده منتقل گردید و تا رسیدن به وزن ثابت در آون (Shimaz co, Iran) ۱۰۵°C قرار گرفت [۳۸].

$$\text{وزن ریزپوشانی حل شده و خشک شده} \times 100 = \frac{\text{وزن اولیه پودر ریزپوشانی}}{\text{درصد حلالیت}}$$

۲-۴-۶- برهم کنش مواد دیواره، هسته و هسته با دیواره با FTIR

برای تعیین اثر متقابل و برهم کنش بین دیواره‌ها و هسته از FTIR (Bruker Tensor 27) در دامنه عدد موجی cm^{-1} ۴۰۰۰-۴۰۰ استفاده شد [۳۹].

۲-۴-۷- بررسی ریز ساختار ریزپوشینه‌ها با SEM^۲:

جهت بررسی ریز ساختار نمونه‌ها و نحوه توزیع ذرات، نمونه‌ها با یک لایه نازک و رسانا از جنس طلا پوشش داده شد و سپس با استفاده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (EM-8000, KYKY, China) در یک ولتاژ شتاب دهنده از ۱۰ تا ۲۰ کیلو وات مشاهدات انجام شد [۴۰].

۲-۵- آنالیز آماری

در این پژوهش تاثیر نسبت‌های مختلف مالتودکسترین و صمغ عربی بر خواص کیفی ریزپوشینه‌ها بر اساس طرح کاملاً تصادفی با سه تکرار مورد بررسی قرار گرفت. آنالیز واریانس و مقایسه میانگین‌ها به ترتیب با روش ANOVA و آزمون چند دامنه‌ای دانکن توسط نرم‌افزار IBM SPSS Statistics (نسخه ۲۳) انجام گرفت. برای مقایسه‌ی میانگین از روش حداقل مربعات میانگین در سطح احتمال ۵٪ استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- شناسایی ترکیبات فنلی تفاله انگور سیاه سردشت با کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا

جدول ۲ ترکیبات فنلی موجود در تفاله انگور سیاه سردشت را نشان می‌دهد. بیشترین مقدار مربوط به گالیک اسید سپس کافئیک اسید، فرولیک اسید و سالیسیلیک اسید بود. Cui و همکاران (۲۰۲۳) به بررسی تاثیر انفجار بخار بر ترکیبات فنلی و فیبر رژیمی تفاله انگور پرداختند که بیشترین میزان این ترکیبات مربوط به گالیک اسید، سیرینجیک اسید، وانیلیک اسید و کافئیک اسید بود [۴۱]. Rodrigues و

۱- اسپکترومتري مادون قرمز تبدیل فوريه

۲- میکروسکوپ الکترونی روبشی

۳ نمونه پودر ریزپوشانی شده انگور سیاه سردشت و روغن بزرک از نظر مقدار رطوبت مورد بررسی قرار گرفت. نسبت دیواره‌های مالتودکسترین به صمغ کتیرا به ترتیب ۱:۱، ۱:۲ و ۲:۱ بود. با توجه به جدول با اینکه بیشترین رطوبت مربوط به نمونه ریزپوشینه شده فرمول ۲ (۴/۸۶ درصد) بود ولی از نظر آماری با دو نمونه دیگر تفاوت معنی داری نداشت. با توجه به اینکه بر طبق نتایج بدست آمده از پژوهش‌های مرتبط صورت گرفته مبنی بر تعیین محتوای رطوبتی قابل قبول برای محصولات خشک شده با خشک کن پاششی کمتر از ۵ درصد (وزنی/وزنی) است، بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که تمامی نمونه‌های تولید شده در این مطالعه دارای سطوح مناسبی از رطوبت هستند [۴۵]. در پژوهش صورت گرفته توسط مهدوی و همکاران (۲۰۱۶) نیز نشان دادند که عصاره آنتوسیانینی استخراج شده زرشک ریزپوشینه شده با دیواره مالتودکسترین (۳/۰۷ درصد) و مالتودکسترین و صمغ عربی (۳/۴۷ درصد) تفاوت معنی داری از لحاظ محتوای رطوبتی نداشتند [۴۶]. همچنین طبق نتایج ارائه شده، نسبت‌های مختلف مالتودکسترین و صمغ کتیرا تاثیر معنی‌داری بر حلالیت و بازده ریزپوشینه‌ها نداشت. شریفی و همکاران (۲۰۱۵) نیز به عدم تاثیر معنی داری افزایش درصد مالتودکسترین بر افزایش حلالیت پودرها اشاره کردند [۴۷]. نتایج حاصل از این پژوهش نشان داد بازده درون پوشانی تفاله انگور و روغن بزرک در محدوده ۶۹-۷۸ درصد بوده و به طور معنی‌داری وابسته به نسبت‌های مختلف مالتودکسترین و صمغ عربی می‌باشد. بطوریکه ریزپوشینه تهیه شده با نسبت ۱:۱ مالتودکسترین به صمغ

همکاران (۲۰۲۳) ترکیبات فنلی عصاره آبی، اتانولی، متانولی، استونی و بوتانولی تفاله انگور را بررسی کردند که بیشترین ترکیبات فنلی در عصاره حاوی ۵۰ درصد استون بود و ترکیبات فنلی شاخص اندازه گیری شده با کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا، گالیک اسید، کلروژنیک اسید، وانیلیک اسید، کافئیک اسید و سینرجیک اسید گزارش شد [۴۲]. بورین و همکاران (۲۰۱۴) ترکیبات زیست فعال تفاله نگور قرمز و سفید را در شرایط متفاوت با استفاده از حلال‌های مختلف استخراج کردند. نتایج نشان داد استخراج با اتانول بالاترین فعالیت آنتی‌اکسیدانی را در مقایسه با دیگر حلال‌ها داشت. نتایج HPLC نشان داد که گالیک اسید و سینامیک اسید ترکیبات فنولی اصلی در تفاله انگور بودند [۴۳]. متینی و همکاران (۱۳۹۷) نیز بیشترین میزان ترکیبات فنلی موجود در پوست انگور قرمز سردشت را گالیک اسید، کاتکین، وانیلیک اسید و سالیسیلیک اسید شناسایی کردند [۴۴].

Table 2-Phenolic compounds present in Sardasht black grape pomace extract

Phenolic compounds	Retention Time (min)	Concentration (mg/100 Dry g GP)
gallic acid	21.387	278.72 ± 0.01
Coffeic acid	34.674	144 ± 0.04
Ferulic acid	42.326	52.3 ± 0.08
Salicylic acid	47.336	35.45 ± 0.03

۳-۲- بررسی خصوصیات پودر ریزپوشانی شده تفاله انگور سیاه سردشت و روغن بزرک

نتایج مربوط به آنالیز برخی خصوصیات فیزیکی پودر ریزپوشانی شده شامل رطوبت، حلالیت، بازده ریزپوشانی در جدول ۳ آورده شده است.

با فرمول ۱، ۲ و ۳ مشاهده شد. علت احتمالی این امر را می‌توان به تاثیر تغییر غلظت یون هیدروژن بر تغییر مکانیسم فرآیند مهار رادیکال DPPH توسط ترکیبات فنلی مرتبط دانست [۴۸]. Tolun (۲۰۲۰) تاثیر ترکیبات مختلف در فرایند ریزپوشانی و رطوبت نسبی بر پایداری عصاره تفاله انگور ریزپوشانی شده را بررسی نمودند. هدف این کار افزایش پایداری ذخیره سازی پلی فنول های به دست آمده از تفاله انگور با استفاده از روش ریزپوشانی مبتنی بر خشک کردن پاششی بود. پایدارترین ریزپوشینه‌ها با مالتودکسترین DE4-7 تهیه شده با افزودن صمغ عربی به مواد دیواره به نسبت ۸:۲ به دست آمد. نرخ از دست دادن محتوای فنولی بسته به ترکیب فنولی در محدوده ۰/۹۳ - ۵/۴۲ درصد بود [۳۵]. در پژوهشی که توسط لاولی و هارشا (۲۰۱۸) انجام گردید، از هیدروژن آلزینات برای درون پوشانی ترکیبات فنولیک پوست انگور به عنوان عامل رهایش وابسته به pH و از کلرید کلسیم به عنوان یک عامل سفت کننده استفاده شد. در pH برابر ۴/۱ ریزپوشینه‌ها سالم بودند و ۱۳ درصد فنولیک‌های کل از ریزپوشینه‌ها آزاد شدند و درصد رهایش ترکیبات فنولیک وابسته به نوع ساختار شیمیایی ترکیب بود. پروسیانیدین B ۱۷۴ درصد، کاتچین و اپی کاتچین ۵۰ درصد آزادسازی داشتند. در حالی که رهایش آنتوسیانین و فلاونول کمتر از ۱۱ درصد بود [۲۸].

۳-۴- فعالیت آنتی اکسیدانی

جدول ۴ نتایج مربوط به تغییرات فعالیت آنتی اکسیدانی و مقایسه میانگین داده‌های مربوط به تغییرات فعالیت آنتی-اکسیدانی تفاله انگور و روغن بزرک درون پوشانی شده با روش خشک‌کن پاششی و نیز دو ماده حامل مالتودکسترین و صمغ کتیرا با نسبت‌های مختلف نشان می‌دهد. فعالیت آنتی اکسیدانی بر پایه قدرت مهار کنندگی رادیکال DPPH ریزپوشینه‌ها مشابه با روند محتوای فنل کل بود. فعالیت آنتی اکسیدانی تفاله انگور سیاه سردشت در حالت محصور

کتیرا بیشترین بازده درون پوشانی را دارا بود. شرایط عملکرد دستگاه خشک‌کن پاششی، نوع حامل و نسبت آن‌ها و همچنین نسبت دیواره به هسته از جمله عوامل تاثیرگذار بر بازده درون پوشانی می‌باشد [۴۵].

Table 3 - Properties of microencapsulated powder of Sardasht black grape pomace and flaxseed oil

Formula	Moisture content (%)	Water solubility index (%)	Encapsulation yield (%)
1	4.17±0.83 ^a	66.58±2.1 ^a	78.56±0.13 ^a
2	4.86±0.35 ^a	67.32±2.1 ^a	74.70±0.12 ^b
3	4.75±0.95 ^a	67.18±2.7 ^a	69.66±0.11 ^c

1- Values are reported as mean ± SD

2- Different lower case the significant difference (P<0.05) between samples

۳-۳- محتوای ترکیبات فنلی

جدول محتوای فنل کل ریزپوشینه‌های تهیه شده با مواد دیواره‌های مختلف در pH ۴/۳، ۵/۵ و ۷ نشان می‌دهد. محتوای فنل کل اولیه تفاله انگور سیاه سردشت قبل از محصور شدن در ریزپوشینه‌ها برابر ۱۶۳۷/۰۸ میلی گرم گالیک اسید در ۱۰۰ گرم ماده خشک بود. محتوای فنل کل همه نمونه‌ها کمتر از مقدار اولیه در تفاله انگور محصور نشده می‌باشد. این بدان معنی است که حتی خشک کردن پاششی به عنوان یک روش خشک کردن منجر به تخریب بخش کمی از ترکیبات فنلی می‌شود. مطابق جدول ۴، بررسی تاثیر pH بر محتوای ترکیبات فنلی نشان داد که در pH برابر ۷، ۵/۵ و ۴/۳ بیشترین پایداری را تفاله انگور و روغن بزرک ریزپوشانی شده با نسبت ۱:۱ مالتودکسترین و صمغ کتیرا دارا بود. این بدان معناست که نسبت ۱:۱ مالتودکسترین به صمغ کتیرا سبب محافظت بیشتر محتویات درون ریزپوشینه‌ها در برابر کاهش pH می‌شود. کاهش pH از ۷ به ۵/۵ و ۴/۳ منجر به کاهش معنی‌دار ترکیبات فنلی در تمامی فرمول‌های ریزپوشینه می‌گردد بطوریکه بالاترین محتوای ترکیبات فنلی در pH برابر ۷ و به ترتیب در نمونه

فعالیت آنتی‌اکسیدانی در تمامی فرمول‌ها گردید. به عبارت دیگر، ترکیبات فنولی درون‌پوشانی شده که به سطح ریزپوشینه‌ها متصل شدند در برابر تبخیر و تخریب فیزیکی یا شیمیایی حساس بوده و در نتیجه به راحتی تجزیه شده و منجر به کاهش فعالیت آنتی‌اکسیدانی ریزپوشینه‌ها می‌گردد [۴۹]. در مطالعه صورت گرفت توسط Cruz-Molina و همکاران (۲۰۲۱) پایداری عصاره چای سبز ریزپوشانی شده با مالتودکسترین در pH و دماهای مختلف مورد بررسی قرار گرفت. طبق نتایج بدست آمده، افزایش pH از ۶ به ۷ سبب افزایش فعالیت مهار کنندگی رادیکال DPPH می‌گردد [۵۰].

نشده ۲۶/۲۵ درصد گزارش شد که از فعالیت آنتی‌اکسیدانی ریزپوشینه‌ها بیشتر بود. براساس نتایج تحلیل واریانس به دست آمده در این پژوهش مشخص شد که فعالیت آنتی‌اکسیدانی تفاله انگور و روغن بزرک ریزپوشانی شده به طور معنی داری وابسته به نوع و نسبت حامل به کار رفته جهت درون پوشانی بود. مطابق جدول ۴ به ترتیب بیشترین و کمترین فعالیت آنتی‌اکسیدانی متعلق به نمونه ریزپوشانی شده با نسبت ۱:۱ در pH برابر ۷ (۳/۲۱ درصد) و نمونه ریزپوشانی شده با نسبت ۱:۲ مالتودکسترین به صمغ کتیرادر pH برابر ۴/۳ (۱۰/۹۲ درصد) بود. همچنین تاثیر کاهش pH از ۷ به ۵/۵ و ۴/۳ سبب کاهش معنی دار

Table 4- Total phenolic contents and antioxidant activity of different microcapsule formulas at different pH values

Total phenol content (mg GAE/100g pow)			
Formula	pH 4.3	pH 5.5	pH 7
1	907.91±0.04 ^{Ca}	949.58±0.01 ^{Ba}	1241.25±0.02 ^{Aa}
2	803.75±0.01 ^{Cb}	866.25±0.05 ^{Bb}	991.25±0.02 ^{Ab}
3	616.25±0.01 ^{Cc}	749.58±0.04 ^{Bc}	824.58±0.03 ^{Ac}
Antioxidant activity (IC50%,mg/ml)			
1	8.18±0.51 ^{Ac}	7.09±0.89 ^{Bc}	3.21±0.70 ^{Cc}
2	9.62±1.03 ^{Ab}	7.60±0.57 ^{Bb}	3.93±0.47 ^{Cb}
3	10.92±1.83 ^{Aa}	7.94±0.47 ^{Ba}	4.31±1.00 ^{Ca}

1- Values are reported as mean ± SD

2- Different lower case and upper case the significant difference (P<0.05) between samples and pH, respectively

شده با نسبت ۱:۱ مالتودکسترین به صمغ کتیرا کمترین اندازه ذرات (کمتر از ۱ میکرون) را با توزیع یکنواخت به نمایش گذاشتند. همچنین نبود تو رفتگی و سطح صاف‌تر در سطح ریزپوشینه‌های فرمول ۱ بیانگر کارایی خوب نسبت ۱:۱ مالتودکسترین به صمغ کتیرا بر درون پوشانی تفاله انگور و روغن بزرک در مقایسه با سایر فرمول‌ها است. قطر متوسط برای ریزپوشینه‌های فرمول ۲ و ۳ بیشتر از ۱ میکرون بود و این پارامتر با نسبت برابر مالتودکسترین به

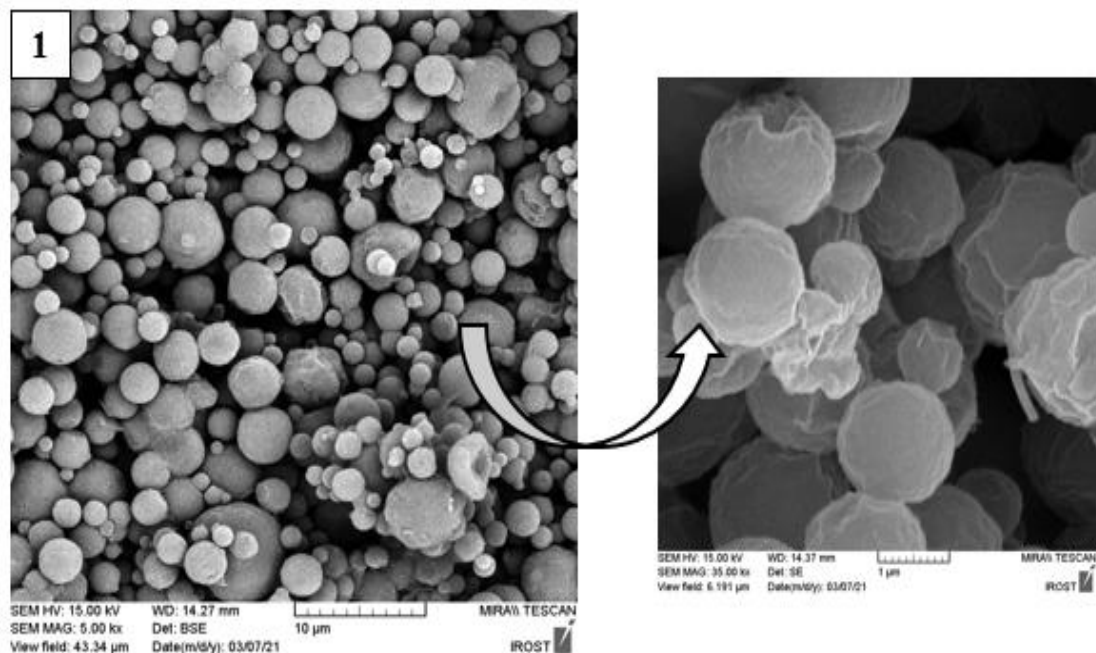
۳-۵- مطالعه مورفولوژی با میکروسکوپ SEM

اندازه، شکل و مورفولوژی ریزپوشینه‌ها در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ارائه شده در شکل ۲ قابل مشاهده هستند. نبود تخلخل و شکاف در سطح ذرات، پوشش کامل ماده هسته توسط مواد دیواره و موفقیت آمیز بودن فرایند درون پوشانی توسط خشک‌کن پاششی را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود، ریزپوشینه‌های پایدار

آب از آن و در نتیجه ایجاد چین و چروک و فرورفتگی در سطوح پودر می‌شود، همانطور که به صورت جزئی در نمونه‌های پژوهش حاضر نیز نمایان شده است [۵۳]. چنین ساختاری را می‌توان عمدتاً به مالتودکستری و صمغ عربی به عنوان یک ماده بی حرکت نسبت داد. در پژوهش صورت گرفته توسط Cruz-Molina و همکاران (۲۰۲۱) عصاره چای سبز توسط دیواره ای از جنس مالتودکستری پوشش داده شد و طبق نتایج ارائه شده در این تحقیق، ریزپوشینه‌های پوشش داده شده با پلی‌ساکارید فرورفتگی‌هایی را در ساختار خود نشان دادند که همراستا با پژوهش حاضر است [۵۰]. Ameri و Maa (۲۰۰۶) نشان دادند که میزان برداشت آب از قطرات، نوع و غلظت مواد دیواره و همچنین نسبت دیواره به هسته از عوامل اصلی تعیین شکل و مورفولوژی ذرات خشک شده به روش خشک‌کن پاششی را تعیین می‌کند [۵۴].

صمغ کتیرا کاهش یافت و با افزایش نسبت مالتودکستری و صمغ کتیرا به واسطه افزایش محتوای کل مواد جامد اندازه ذرات بزرگ‌تر شد. علت احتمالی این امر را می‌توان به افزایش ویسکوزیته خوراک نسبت داد که با افزایش غلظت مواد جامد، افزایش می‌یابد [۴۵]. Hogan و همکاران (۲۰۰۱) و Jinapong و همکاران (۲۰۰۸) نیز به افزایش میانگین قطر ذرات به دنبال افزایش محتوای جامد و افزایش ویسکوزیته خوراک اشاره کردند [۵۲ و ۵۱]. در ارتباط با سطح، هرچه که اندازه ذرات کوچکتر باشد، برهمکنش با محیط و واکنش‌های شیمیایی بیشتری را می‌توان انجام داد. اندازه همچنین به اثربخشی و در دسترس بودن ترکیبات فنلی تثبیت شده در ریزپوشینه مرتبط است [۵۰].

دمای بالا در محفظه خشک‌کن (دمای ورودی 140°C و دمای خروجی 70°C ، قطر نازل 0.7 میلی‌متر، سرعت جریان خوراک دهی 5 میلی‌لیتر در دقیقه) و اندازه قطرات اتمیزه شده که بسیار کوچک هستند منجر به خروج سریع



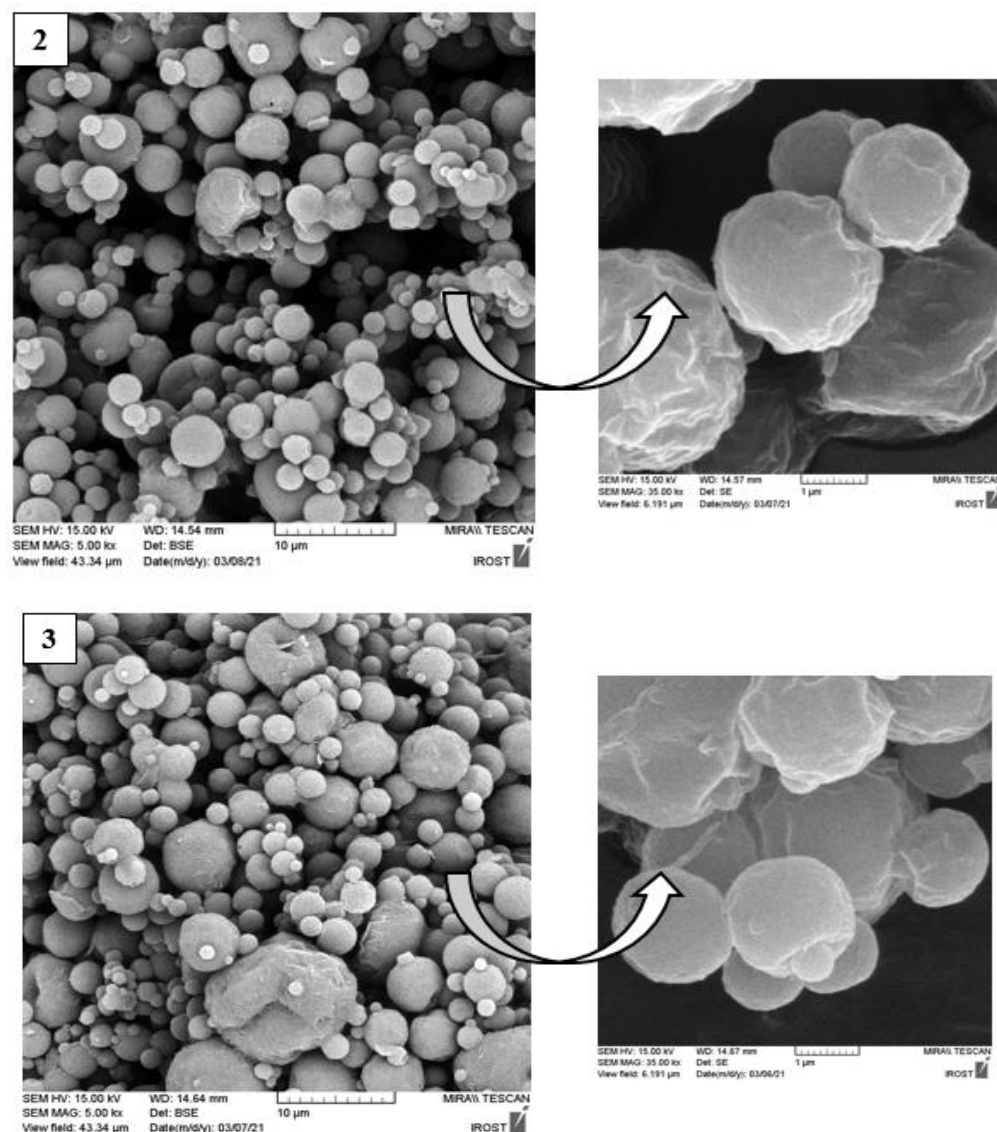


Figure 2- SEM images of Sardasht black grape pomace and flaxseed oil microcapsules [(1): Formula 1, (2): Formula 2 and (3): Formula 3].

حلقه آروماتیک نسبت داده می‌شود که گروه‌های عملگرای رایج در ترکیبات فنولی می‌باشد. ۳۴۱۳ برای باند کششی O-H در مالتودکسترین می‌باشد. طیف‌های تفاله انگور و روغن بزرک دارای یک پیک جذبی یکسان در محدوده ۲۹۷۴-۲۹۲۵ برای باند کششی C-H هستند. پیک ۱۷۵۱ مربوط به باند کششی C-O در صمغ کتیرا و پیک ۱۵۱۲ در آمینواسید لوسین نشانگر باند کششی گروه‌های COO- است. تفاله انگور، اسید آمینه لوسین، مالتودکسترین و صمغ

۳-۶- آنالیز FT-IR

شکل ۳، طیف FT-IR را برای تفاله انگور، روغن بزرک، سیتریک اسید، آمینو اسید لوسین، مالتودکسترین و صمغ کتیرا را نشان می‌دهد. آنالیز FT-IR ریزپوشینه‌ها با مواد دیواره نیز در شکل ۳ آمده است. باند ۳۳۳۵ برای تفاله انگور به کشش O-H گروه هیدروکسیل در گروه کربوکسیل اسیدی (COOH-) بر روی حلقه بنزنی فنولیک اسید مربوط است. باند ۱۶۵۵ به ارتعاشات کششی C-C

کمتر نیز بواسطه برهمکنش‌های جدید میان سیتریک اسید، روغن بزرک، تفاله انگور، مالتودکسترین و صمغ کتیرا می- باشد. در مقایسه با ترکیبات آزاد آن‌ها، مهم ترین تغییرات ریزپوشینه‌ها مربوط به تغییر گروه O-H به سمت فرکانس- های بالاتر بود. این تغییر می‌تواند نشان دهنده تشکیل پیوند هیدروژنی بین اجزا دیواره با هسته باشد که این پیوندها می‌تواند مستقیماً با پایداری ذرات مرتبط باشد [۵۰]. برای ریزپوشینه تولید شده با فرمول ۱، شدت پیک O-H در مقایسه با دو فرمول دیگر بیشتر است که می‌تواند بیانگر خاصیت آنتی‌اکسیدانی بالاتر آن می‌باشد که با نتایج فعالیت آنتی‌اکسیدانی ریزپوشینه‌ها تطابق دارد.

کتیرا دارای یک پیک جذبی یکسان در محدوده ۱۰۵۰-۱۰۳۰ برای باندهای دوگانه C=O یا C=C هستند [۵۵]. شکل ۴، طیف FT-IR برای ریزپوشینه‌ها را نشان می‌دهد. پیک در محدوده ۲۸۰۰-۲۹۵۰ نشان دهنده گروه‌های کربنی زنجیری در ۳ فرمول ریزپوشینه‌ها می‌باشد و از آنجایی که این گروه در روغن بزرک به میزان زیادی وجود دارد می- توان نتیجه گرفت که ریزپوشینه‌ها حاوی روغن بزرک می- باشند. از پیک ۳۰۰۰ به بعد مربوط به گروه O-H و N-H₂ می‌باشد که چون در تفاله انگور و آمینواسید لوسین این دو پیک وجود دارد دلیلی بر حضور ترکیبات فوق در هسته ریزپوشینه‌ها می‌باشد. پیوند شاخص در سیتریک اسید پیوند کربونیل در ۱۷۴۰ بوده که در محدوده ۱۷۲۸-۱۷۲۴ در ۳ فرمول ریزپوشینه نمایان شده و علت کاهش به سمت میدان

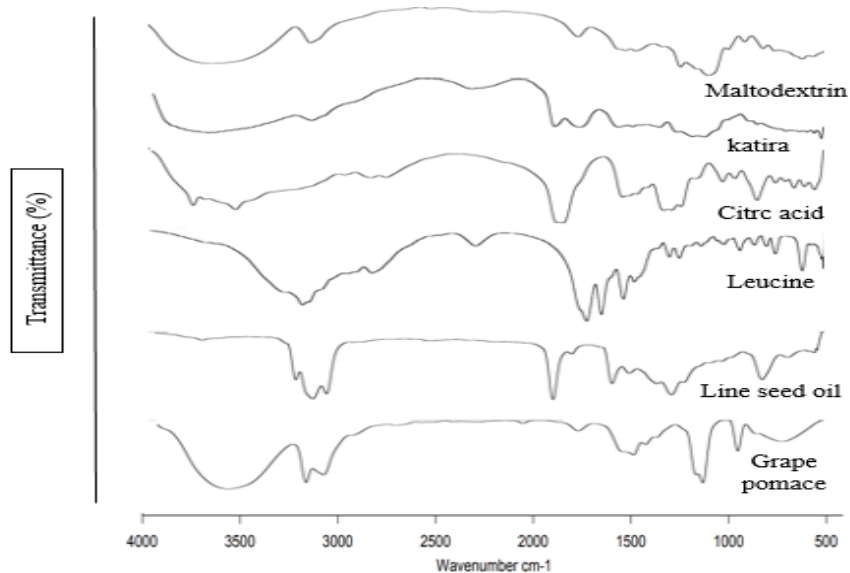


Figure 3- FT-IR spectra of neat powder of wall materials

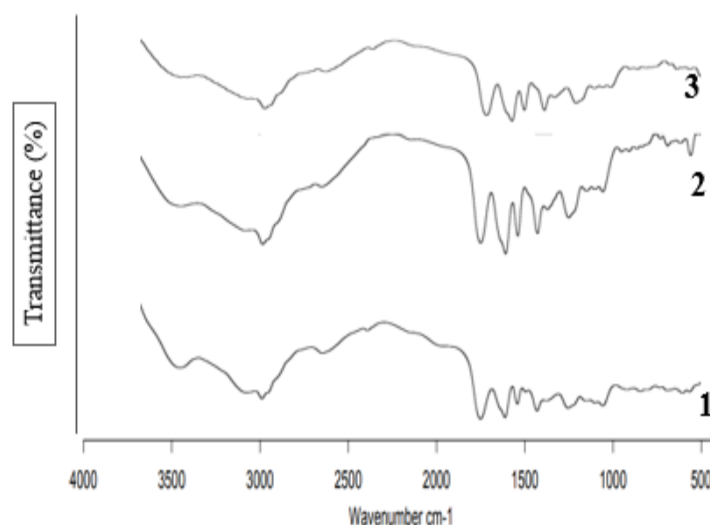


Figure 4- FT-IR spectra of Sardasht black grape pomace and flaxseed oil microcapsules [(1): Formula 1, (2): Formula 2 and (3): Formula 3]

تفاله انگور بهتر عمل کردند که منجر به افزایش فعالیت آنتی‌اکسیدانی ریزپوشینه‌ها شد. تصاویر SEM نشان داد که تولید موفق ریزپوشینه‌ها با مالتودکسترین و صمغ کتیرا امکان پذیر می‌باشد اما بهتر است از نسبت ۱:۱ آن‌ها به منظور دستیابی به ذراتی با اندازه کوچکتر و ظاهری یکنواخت‌تر استفاده نمود. شکل‌گیری برهمکنش‌های جدید بین اجزا تفاله انگور و روغن بزرک با مالتودکسترین و صمغ عربی به وسیله آنالیز FT-IR تایید شد. به طور کلی با مقایسه نسبت‌های مختلف مواد دیواره می‌توان نتیجه گرفت که نسبت ۱:۱ مالتودکسترین به صمغ کتیرا بهترین عامل جهت درون پوشانی و استفاده از آن درون مواد غذایی است.

۵- منابع

[1] Simopoulos, A. P., & De Meester, F. (Eds.). (2009). *A balanced omega-6/omega-3 fatty acid ratio, cholesterol and coronary heart disease*. Karger Medical and Scientific Publishers.

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق کارایی نسبت‌های مختلف دیواره در درون پوشانی تفاله انگور سیاه سردشت و روغن بزرک مورد ارزیابی قرار گرفت. از لحاظ محتوای رطوبت و میزان حلالیت نمونه درون پوشانی شده با نسبت ۲:۱ بیشترین مقادیر را در مقایسه با سایر فرمول‌ها دارا بود اما این میزان از نظر آماری معنی‌دار نبود ($P < 0.05$). همچنین در نمونه فرمول ۱ بیشترین بازده ریزپوشانی مشاهده شد تاثیر کاهش pH بر محتوای ترکیبات فنولی و فعالیت مهار رادیکال DPPH در تمامی نمونه‌ها معنی‌دار بود و منجر به کاهش پارامترهای فوق گردید بطوریکه بیشترین محتوای فنولی کل متعلق به نمونه ریزپوشانی شده با نسبت ۱:۱ دیواره‌ها در pH برابر ۷ بود. در بررسی محتوای فنول کل و فعالیت مهار رادیکال DPPH، نمونه ریزپوشانی شده با نسبت ۱:۱ مالتودکسترین به صمغ کتیرا در حفاظت از ترکیبات فنولی

[2] Alongi, M., & Anese, M. (2021). Re-thinking functional food development through a holistic approach. *Journal of Functional Foods*, 81, 104466.

- [3] Ziani, K., Fang, Y., & McClements, D. J. (2012). Encapsulation of functional lipophilic components in surfactant-based colloidal delivery systems: Vitamin E, vitamin D, and lemon oil. *Food chemistry*, 134(2), 1106-1112.
- [4] Abdel-Wahed, M. S., Hameed, L. A., & Salamjwar, A. (2022). Effect of glutathione and ascorbic acid on some physical characteristics of seedlings of grape plant Halawani cultivar *Vitis vinifera* L. University of Thi-Qar Journal of Agricultural Research, 11(2), 122-130.
- [5] Jalili Marandi, R. (2003). Small fruits. first edition, Academic Jihad of Urmia
- [6] Aspé, E., & Fernández, K. (2011). The effect of different extraction techniques on extraction yield, total phenolic, and anti-radical capacity of extracts from *Pinus radiata* Bark. *Industrial Crops and Products*, 34(1), 838-844.
- [7] Pourali, A., Afrouziyeh, M., & Moghaddaszadeh-ahrabi, S. (2014). Extraction of phenolic compounds and quantification of the total phenol of grape pomace. *Eur J Exp Biol*, 4, 174-176.
- [8] Zuk, M., Richter, D., Matuła, J., & Szopa, J. (2015). Linseed, the multipurpose plant. *Industrial Crops and Products*, 75, 165-177.
- [9] Maherani, B., Barzegar, M., Sahari, M., & Dehghani, H. (2004). Optimizing the extraction conditions of Iranian linseed gum by the answer page method. *Agricultural Sciences and Techniques and Natural Resources*, 8(4).
- [10] Mueller, K., Eisner, P., Yoshie-Stark, Y., Nakada, R., & Kirchhoff, E. (2010). Functional properties and chemical composition of fractionated brown and yellow linseed meal (*Linum usitatissimum* L.). *Journal of Food Engineering*, 98(4), 453-460.
- [11] Padley, F. B., Gunstone, F. D., & Harwood, J. L. (2012). Occurrence and characteristics of oils and fats. Vol. III. *The Lipid Handbook with CD-ROM*. Gunstone FD, Harwood JL, Dijkstra AJ (eds). CRC Press, Inc., Boca Raton, FL, USA, 37-158.
- [12] Fried, R., & Carlton, R. (2022). Flaxseed: Evidence-based Cardiovascular and other Medicinal Benefits. CRC Press.
- [13] Jacobsen, C. (2010). Enrichment of foods with omega-3 fatty acids: a multidisciplinary challenge. *Annals of the New York Academy of Sciences*, 1190(1), 141-150.
- [14] Ottaway, P. B. (Ed.). (2008). *Food fortification and supplementation: Technological, Safety and Regulatory Aspects*. Elsevier.
- [15] Zuidam, N. J., & Shimoni, E. (2010). Overview of microencapsulates for use in food products or processes and methods to make them. *Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing*, 3-29.
- [16] Hesarinejad, M. A., Abdollahi Moghaddam, M. R., Jafarzadeh, M., & Rezaee Oghazi, M. (2021). The study of physicochemical and antioxidant properties of encapsulated *Portulaca oleracea* aqueous extract prepared by spray drying method. *Innovative Food Technologies*, 8 (3), 325-335.
- [17] Akbarlou, S., Alizadeh Khaled Abad, M., Pirs, S., & Mohtarami, F. (2019). Encapsulation of pomegranate seed oil by various carriers and determine its physicochemical characteristics. *JFST*, 85(15), 305-316.
- [18] Miller, D. A., Ellenberger, D., Porfirio, T., & Gil, M. (2022). Spray-drying technology. In *Formulating Poorly Water Soluble Drugs* (pp. 377-452). Cham: Springer International Publishing.
- [19] Halahlah, A., Piironen, V., Mikkonen, K. S., & Ho, T. M. (2022). Polysaccharides as wall materials in spray-dried microencapsulation of bioactive compounds: Physicochemical properties and characterization. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 1-33.
- [20] Zolfaghari, N., & Sheikholeslami, Z. (2022). Production of functional low-sugar muffin containing maltodextrin and ghavoot. *Journal of Food Science and Technology (Iran)*, 18(121), 275-288.
- [21] Li, X., Zhang, Z. H., Qiao, J., Qu, W., Wang, M. S., Gao, X. & Qi, X. (2022). Improvement of betalains stability extracted from red dragon fruit peel by ultrasound-assisted microencapsulation with maltodextrin. *Ultrasonics Sonochemistry*, 82, 105897.
- [22] Esmaeili, F., Hashemiravan, M., Eshaghi, M. R., & Gandomi, H. (2022). Encapsulation of *Arctium lappa* L. root extracts by spray-drying and freeze-drying using maltodextrin and Gum Arabic as coating agents and its application in synbiotic orange-carrot

- juice. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 16(4), 2908-2921. [23] Goula, A. M., & Adamopoulos, K. G. (2012). A new technique for spray-dried encapsulation of lycopene. *Drying Technology*, 30(6), 641-652.
- [24] Sohrabi, Y., & Kiani, H. (2022). Effect of Tragacanth on some Morpho-physiological Characteristics related to Black Cumin (*Nigella sativa* L.) Yield under Drought Stress Conditions. *Journal of Horticultural Science*, 35(4), 631-645.
- [25] Rajabi, H., Ghorbani, M., Jafari, S. M., Mahoonak, A. S., & Rajabzadeh, G. (2015). Retention of saffron bioactive components by spray drying encapsulation using maltodextrin, gum Arabic and gelatin as wall materials. *Food Hydrocolloids*, 51, 327-337.
- [26] Mahdavi, S. A., Jafari, S. M., Assadpoor, E., & Dehnad, D. (2016). Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum Arabic and gelatin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 85, 379-385.
- [27] Farrag, A., El-Messery, T. M., El-Said, M. M., Soliman, T. N., & El-Din, H. M. F. (2018). Microencapsulation of grape phenolic compounds using whey proteins as a carrier vehicle. *Journal of Biological Sciences*, 18(7), 373-380.
- [28] Lavelli, V., & Harsha, P. S. (2019). Microencapsulation of grape skin phenolics for pH controlled release of antiglycation agents. *Food Research International*, 119, 822-828.
- [29] Mahdavi, S. A., Jafari, S. M., Assadpoor, E., & Dehnad, D. (2016). Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum Arabic and gelatin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 85, 379-385.
- [30] Gallardo, G., Guida, L., Martinez, V., López, M. C., Bernhardt, D., Blasco, R., & Hermida, L. G. (2013). Microencapsulation of linseed oil by spray drying for functional food application. *Food Research International*, 52(2), 473-482.
- [31] Rockenbach, I. I., Gonzaga, L. V., Rizelio, V. M., Gonçalves, A. E. D. S. S., Genovese, M. I., & Fett, R. (2011). Phenolic compounds and antioxidant activity of seed and skin extracts of red grape (*Vitis vinifera* and *Vitis labrusca*) pomace from Brazilian winemaking. *Food Research International*, 44(4), 897-901.
- [32] Glauser, G., Grund, B., Gassner, A. L., Menin, L., Henry, H., Bromirski, M., ... & Rochat, B. (2016). Validation of the mass-extraction-window for quantitative methods using liquid chromatography high resolution mass spectrometry. *Analytical Chemistry*, 88(6), 3264-3271.
- [33] Rockenbach, I. I., Gonzaga, L. V., Rizelio, V. M., Gonçalves, A. E. D. S. S., Genovese, M. I., & Fett, R. (2011). Phenolic compounds and antioxidant activity of seed and skin extracts of red grape (*Vitis vinifera* and *Vitis labrusca*) pomace from Brazilian winemaking. *Food Research International*, 44(4), 897-901.
- [34] Demirkol, M., & Tarakci, Z. (2018). Effect of grape (*Vitis labrusca* L.) pomace dried by different methods on physicochemical, microbiological and bioactive properties of yoghurt. *LWT*, 97, 770-777.
- [35] Tolun, A., Altintas, Z., & Artik, N. (2016). Microencapsulation of grape polyphenols using maltodextrin and gum arabic as two alternative coating materials: Development and characterization. *Journal of Biotechnology*, 239, 23-33.
- [36] Bagheri, L., Madadlou, A., Yarmand, M., & Mousavi, M. E. (2013). Nanoencapsulation of date palm pit extract in whey protein particles generated via desolvation method. *Food Research International*, 51(2), 866-871.
- [37] Ayo, J. A., Ojo, M., & Obike, J. (2018). Proximate composition, functional and phytochemical properties of pre-heated aerial yam flour. *Res. J. Food Sci. Nutr*, 3, 1-8.
- [38] Feng, Z. Z., Li, M. Y., Wang, Y. T., & Zhu, M. J. (2018). Astaxanthin from *Phaffia rhodozyma*: Microencapsulation with carboxymethyl cellulose sodium and microcrystalline cellulose and effects of microencapsulated astaxanthin on yogurt properties. *LWT*, 96, 152-160.
- [39] Misni, N., Nor, Z. M., & Ahmad, R. (2019). Microencapsulation of Citrus grandis peel oil using interfacial precipitation chemistry technique for repellent application. *Iranian Journal of Pharmaceutical Research: IJPR*, 18(1), 198.
- [40] Lengyel, M., Kállai-Szabó, N., Antal, V., Laki, A. J., & Antal, I. (2019). Microparticles, microspheres, and microcapsules for advanced drug delivery. *Scientia Pharmaceutica*, 87(3), 20.

- [41] Cui, W., Wang, Y., Sun, Z., Cui, C., Li, H., Luo, K., & Cheng, A. (2023). Effects of steam explosion on phenolic compounds and dietary fiber of grape pomace. *LWT*, 173, 114350.
- [42] Rodrigues, R. P., Sousa, A. M., Gando-Ferreira, L. M., & Quina, M. J. (2023). Grape Pomace as a Natural Source of Phenolic Compounds: Solvent Screening and Extraction Optimization. *Molecules*, 28(6), 2715.
- [43] Burin, V. M., Ferreira-Lima, N. E., Panceri, C. P., & Bordignon-Luiz, M. T. (2014). Bioactive compounds and antioxidant activity of *Vitis vinifera* and *Vitis labrusca* grapes: Evaluation of different extraction methods. *Microchemical Journal*, 114, 155-163.
- [44] Matini, S., Mortazavi, S. A., Sadeghian, A. R., & Sharifi, A. (2018). Studying Physicochemical Properties of Sardasht Red Grape Skin Encapsulated Extract and Stability Evaluation of These Compounds in Yoghurt. *Research and Innovation in Food Science and Technology*, 7(3), 241-254. (In Persian)
- [45] Rajabi, H., Ghorbani, M., Jafari, S. M., Mahoonak, A. S., & Rajabzadeh, G. (2015). Retention of saffron bioactive components by spray drying encapsulation using maltodextrin, gum Arabic and gelatin as wall materials. *Food Hydrocolloids*, 51, 327-337.
- [46] Mahdavi, S. A., Jafari, S. M., Assadpoor, E., & Dehnad, D. (2016). Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum Arabic and gelatin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 85, 379-385.
- [47] Sharifi, A., Niakousari, M., Maskooki, A., & Mortazavi, S. A. (2015). Effect of spray drying conditions on the physicochemical properties of barberry (*Berberis vulgaris*) extract powder. *International Food Research Journal*, 22(6), 2364.
- [48] Pękal, A., & Pyrzynska, K. (2015). Effect of pH and metal ions on DPPH radical scavenging activity of tea. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 66(1), 58-62.
- [49] Kuck, L. S., Wesolowski, J. L., & Noreña, C. P. Z. (2017). Effect of temperature and relative humidity on stability following simulated gastro-intestinal digestion of microcapsules of Bordo grape skin phenolic extract produced with different carrier agents. *Food Chemistry*, 230, 257-264.
- [50] Cruz-Molina, A. V. D. L., Ayala Zavala, J. F., Bernal Mercado, A. T., Cruz Valenzuela, M. R., González-Aguilar, G. A., Lizardi-Mendoza, J., ... & Silva-Espinoza, B. A. (2021). Maltodextrin encapsulation improves thermal and pH stability of green tea extract catechins. *Journal of Food Processing and Preservation*, 45(9), e15729.
- [51] Hogan, S. A., McNamee, B. F., O'Riordan, E. D., & O'Sullivan, M. (2001). Emulsification and microencapsulation properties of sodium caseinate/carbohydrate blends. *International Dairy Journal*, 11(3), 137-144.
- [52] Jinapong, N., Supphantharika, M., & Jamnong, P. (2008). Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 84(2), 194-205.
- [53] Rosenberg, M., Kopelman, I. J., & Talmon, Y. (1990). Factors affecting retention in spray-drying microencapsulation of volatile materials. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 38(5), 1288-1294.
- [54] Ameri, M., & Maa, Y. F. (2006). Spray drying of biopharmaceuticals: stability and process considerations. *Drying Technology*, 24(6), 763-768.
- [55] Bagheri, L., Madadlou, A., Yarmand, M., & Mousavi, M. E. (2013). Nanoencapsulation of date palm pit extract in whey protein particles generated via desolvation method. *Food Research International*, 51(2), 866-871.



Scientific Research

Evaluation of quality properties of grape pomace and flaxseed oil microcapsules stabilized with different ratios of maltodextrin and gum tragacanth

Manaf Saberi^{1,3}, Solmaz Saremnezhad^{2,3}, Mostafa Soltani^{2,3*}, Alireza Faraji^{3,4}

- 1- Ph.D. student, Department of Food Sciences & Technology, Faculty of Pharmacy, Tehran Medical Sciences, Islamic Azad University, Tehran, Iran
- 2- Assistant Professor, Department of Food Sciences & Technology, Faculty of Pharmacy, Tehran Medical Sciences, Islamic Azad University, Tehran, Iran
- 3- Nutrition and Food Sciences Research Center, Tehran Medical Sciences, Islamic Azad University, Tehran, Iran
- 4- Department of Organic Chemistry, Faculty of Pharmaceutical Chemistry, Tehran Medical Sciences, Islamic Azad University, Tehran, Iran

ABSTRACT

ARTICLE INFO

Encapsulation protects bioactive compounds against unfavorable environmental conditions and increases their stability and bioavailability. Regarding the existence of bioactive compounds in grape pomace and flaxseed oil, the aim of this research was to encapsulate of grape pomace (*Vitis viniferae* cv. *Rash*) and flaxseed oil with different ratios of maltodextrin and gum tragacanth (1:1, 1:2, 2:1) using a spray drier and evaluate of the quality properties of the obtained microcapsules. The produced microcapsules were analyzed in terms of microencapsulation yield, solubility, humidity contents, total phenolic contents, antioxidant activity, interaction between the wall and core materials, and microstructure. According to the results, there were no significant differences between the microcapsules in terms of humidity and solubility contents ($P < 0.05$). The highest microencapsulation yield, total phenolic content and antioxidant activity were observed in microcapsules produced with equal ratios (1:1) of maltodextrin and gum tragacanth. While a spherical shape was observed by scanning electron microscopy for all microcapsule samples, the microcapsules produced with equal ratios (1:1) of maltodextrin and gum tragacanth had a more compact and homogeneous structure. The FT-IR analysis also confirmed the creation of new interactions between the wall and core materials of the microcapsules. The results of the present study showed that using maltodextrin and gum tragacanth as wall materials in an equal ratio (1:1) had a proper performance in the microencapsulation of grape pomace and flaxseed oil.

Article History:

Received: 2023/5/8
Accepted: 2023/7/5

Keywords:

Microcapsulation,
Grape pomace,
Flaxseed oil,
Maltodextrin,
Gum tragacanth

DOI: 10.22034/FSC.T.20.139.201
DOR: 20.1001.1.20088787.1402.20.139.14.8

*Corresponding Author E-Mail:
soltanimstf@gmail.com