



تهیه پودرهای استاندارد شده بذرهای زیره سبز و شنبلیله با فناوری سرماسیاب

سید حیدر محمودی نجفی^{۱*}، زین العابدین بشیری صدر^۲

۱. استادیار، گروه صنایع شیمیایی آلی و دارویی، پژوهشکده فناوری‌های شیمیایی، سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران
۲. مربی، گروه صنایع شیمیایی آلی و دارویی، پژوهشکده فناوری‌های شیمیایی، سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران

(تاریخ دریافت: 95/5/19، تاریخ پذیرش: 95/7/17)

چکیده

در آسیاب‌های معمولی، گرمای ایجاد شده سبب تشدید فرایندهای اکسایش در حضور اکسیژن هوا می‌شود. این فرایندها منجر به تجزیه و تخریب ویتامین‌ها، آنزیم‌ها، مواد فرار و تعداد زیادی از مواد مؤثره دیگر گیاه می‌شوند. به‌کارگیری سرما در یک محیط خنثی مانع از تجزیه مواد مؤثره و تبخیر مواد فرار موجود در گیاه می‌شود. در این تحقیق، سامانه سرماسیاب ساخته شده برای تهیه پودر دو نوع گیاه (بذرهای زیره سبز و شنبلیله) با تنظیم و کنترل شرایط فرایندی از قبیل سرعت خوراک‌دهی، شدت جریان ازت مایع، سرعت چرخش نقاله مارپیچ، سرعت چرخش آسیاب و دمای درون پیش سرماساز مورد استفاده قرار گرفت. نتایج بررسی کیفی و کمی محصولات پودری سرماسیاب بر اساس روش‌ها و آزمون‌های استاندارد با پودرهای تهیه شده به‌وسیله آسیاب معمولی مورد مقایسه قرار گرفتند. داده‌های حاصل نشان از برتری محصولات پودری سرماسیاب از نظر رنگ ظاهری و میزان مواد مؤثره و میانگین توزیع اندازه ذرات دارد. برای زیره سبز مقدار کل اسانس استخراج شده از پودر سرماسیاب حدود 7% افزایش یافته و میزان کومین آلدئید در آن به میزان 8/5% بیش از پودر آسیاب معمولی (3/16% افزایش) است. هم‌چنین میانگین قطر ذرات پودرهای سرماسیاب در پراکندگی همسان نسبت به آسیاب معمولی کم‌تر است (در 50% حجمی ذرات برای زیره سبز معادل یک دهم و برای شنبلیله یک دوم). در نهایت محصولات تهیه شده مطابق با روش‌های معتبر استاندارد شدند.

واژه‌های کلیدی: فناوری سرماسیاب، کریوژنیک، پودر گیاه، ادویه‌جات، زیره سبز، شنبلیله.

1- مقدمه

استفاده از منابع گیاهی به عنوان مواد غذایی طبیعی که از ابتدای خلقت بشر برای تأمین غذا مد نظر بوده است با وجود تغییرات عمده فرهنگی و اجتماعی هم‌چنان اولویت اصلی و مهم جوامع انسانی است. بهره‌مندی از مواد غذایی سالم و مغذی و هم‌چنین در دسترس، امروزه از اهمیت بیش‌تری برخوردار است. در این میان گیاهان به دلیل فراوانی در طبیعت و ارزش غذایی بالا به‌طور ویژه مورد توجه قرار گرفته‌اند. از آنجایی که طعم و بوی مواد غذایی بر مبنای سلائق مختلف حائز اهمیت است، استفاده از گیاهان اسانس‌دار و مزه‌دار برای خوشبو کردن غذا نیز علاوه بر ارزش تغذیه‌ای مدنظر می‌باشد. به‌همین دلیل ادویه‌جات و صنایع مرتبط با آن حجم گسترده‌ای از اقتصاد جهانی مواد غذایی را به خود اختصاص داده است. با توجه به لزوم به‌کار بردن ادویه‌جات به صورت پودر در فراورده‌های غذایی به‌منظور پخش شدن و مزه‌دهی بهتر، استفاده از روش‌های سایشی و آسیاب‌های مختلف برای تهیه پودر ادویه‌جات نیز گسترش یافته است. به همین دلیل انتخاب یک روش آسیاب مناسب و کارآمد برای هر گیاه و برای هر کاربردی بسیار حائز اهمیت است [1]. آسیاب‌های متنوعی از قبیل چکشی، گلوله‌ای، میله‌ای، پره‌ای، صفحه‌ای و غلتکی برای این منظور استفاده می‌شوند که گاهی برخی از آن‌ها به عنوان آسیاب‌های عطاری نیز معروف هستند.

مطالعات مختلف نشان داده است که گرمای ایجاد شده در آسیاب‌های معمولی، واکنش‌های اکسایش در حضور اکسیژن هوا را تشدید می‌کنند. این واکنش‌ها سبب تجزیه و تخریب ویتامین‌ها، آنزیم‌ها، مواد آلی آروماتیک و روغن‌ها و بسیاری از مواد مؤثره دیگر موجود در گیاه می‌شود. در آسیاب‌های معمولی سنتی و به خصوص آسیاب‌های صنعتی گاهی دمای آسیاب تا بیش از 90 درجه سلسیوس نیز می‌رسد [2]. به همین دلیل به‌کارگیری سرمایه‌های همراه یک محیط خنثی و بی‌اثر مانند ازت مایع، مانع از تجزیه مواد مؤثره و تبخیر/تصعید مواد فرار گیاه شده و پودر کامل گیاه از نظر محتوای کیفی و کمی بدون هیچ‌گونه تغییری نسبت به گیاه اولیه به‌دست می‌آید [3]. با توجه به این‌که مواد مؤثره گیاه اثرات هم‌افزایی با هم دارند، تهیه پودر کامل گیاه با این روش منجر به افزایش

اثر و کارایی مواد مؤثره گیاه می‌گردد. در فراورده‌های غذایی به‌ویژه مواد اسانس‌دار از جمله ادویه‌جات و مواد طعم‌دهنده، این بهبود و افزایش کیفیت نیز قابل توجه است [4]. به همین دلیل استفاده از سامانه‌های سرماسیاب¹ در تهیه مواد دارویی گیاهی و غذایی و هم‌چنین محصولات صنعتی مورد توجه قرار گرفته است [5].

در واقع فرایند سرماسیاب عبارت است از سرد کردن یا منجمد کردن یک ماده و سپس کاهش اندازه ذرات آن به‌وسیله عمل آسیاب. این فرایند در صنایع مختلف دارویی، غذایی، فلزی، پلیمری و بازیافت به‌طور گسترده‌ای کاربرد دارد. فناوری سرماسیاب به عنوان یک فناوری پیشرفته و سبز در صنایع دارویی و غذایی مطرح شده است که در آن، بخش‌های موردنظر گیاه در دمای ازت مایع (-196 درجه سلسیوس) آسیاب می‌شود و پودر بسیار ریز همگن از کل قسمت موردنظر گیاه به نام توتوم گیاه (Plant Totum) به‌دست می‌آید.

به‌طور کلی یک سامانه سرماسیاب شامل سه بخش اصلی تولید و تزریق ازت مایع، حمل و انتقال خوراک یا پیش‌سرمایش و آسیاب و الک می‌باشد.

در یک سامانه سرماسیاب ازت یا دی‌اکسید کربن مایع به عنوان سیال کرایوژنیک به‌صورت کنترل شده به‌طور مستقیم وارد محوطه آسیاب گیاه و یا جداره‌های آن می‌شود. جریان ازت مایع از یک شیر سلونوئیدی کرایوژنیک قابل تنظیم عبور می‌کند و دمای محفظه آسیاب توسط یک دماسنج کنترل می‌شود. در برخی موارد به‌منظور پایین آوردن دمای گیاه بخشی از جریان ازت مایع به سمت ورودی آسیاب هدایت می‌شود، تبخیر سریع ازت مایع منجر به سرد شدن گیاه می‌شود و در نتیجه حین عمل آسیاب، دمای منطقه آسیاب گیاه بسته به میزان جریان ازت مایع به 40°C- تا 100- و یا حتی پایین‌تر نیز می‌رسد.

در مقایسه با روش‌های آسیاب سنتی و معمولی فرایند سرماسیاب مزایای مختلفی دارد از جمله:

-تبخیر دائم ازت مایع در محفظه آسیاب منجر به خروج هوا و اکسیژن از آسیاب شده، و اسانس گیاه تحت تاثیر واکنش‌های اکسایش قرار نمی‌گیرد و در نتیجه عطر و یا رنگ اولیه گیاه

- به‌طور کامل حفظ می‌شود [6-8].
- محصول فرایند سرماسیاب پودری به‌طور کامل ریز و همگن می‌باشد و در نتیجه عطر و یا رنگ گیاه به‌صورت همگن در کل پودر پخش می‌شود. قطر ذرات پودر تولیدی با این روش تا حدود 50 میکرون بسته به نوع ماده و آسیاب و الک مورد استفاده متغیر و قابل تنظیم است، در حالی که پودر تولید شده با آسیاب‌های سنتی ذراتی با قطر بیش از 300 میکرون دارد.
- در صنایع غذایی که از ادویه‌جات استفاده می‌شود، در صورت استفاده از این روش، مشکل عدم توزیع یکنواخت ماده معطره و طعم‌دهنده در فرآورده غذایی وجود ندارد [3].
- در فرآورده‌های مایع، سرعت رسوب ادویه‌جات تولیدی با روش سرماسیاب به‌طور چشمگیر کاهش پیدا می‌کند.
- در این فرایند کاهش عطر و رطوبت پودر گیاه حاصله کم‌تر است. پودر حاصله عطر و وزن اولیه خود را حفظ می‌کند و در نتیجه کاهش وزن در محصول نسبت به خوراک ورودی مشاهده نمی‌شود [3].
- در مقایسه با پودر ادویه‌جاتی که با روش آسیاب معمولی به‌دست می‌آیند، محصول سرماسیاب دارای پایداری طولانی‌تری می‌باشد.
- فرایند آسیاب در دمای پایین باعث کاهش بار میکروبی گیاه می‌شود [3].
- ظرفیت سامانه سرماسیاب معادل 2 تا 3 برابر ظرفیت آسیاب‌های معمولی در شرایط یکسان می‌باشد، زیرا در اثر گرما میزان فرسایش تجهیزات آسیاب افزایش می‌یابد. هم‌چنین سرعت آسیاب کردن نیز بالاتر است، چون در آسیاب‌های معمولی به‌ویژه در مقیاس صنعتی به‌دلیل وجود ترکیبات رزینی و یا روغنی در گیاه با بالا رفتن دما، در اثر تجمع و چسبندگی و هم‌چنین خمیری شدن مواد، چرخش موتور آسیاب کند و گاهی متوقف می‌شود، در حالی که در سامانه سرماسیاب به‌دلیل ترد و شکننده شدن در دمای پایین، گیاه به راحتی با کوچک‌ترین سایش یا ضربه خرد شده و پودر می‌گردد. به همین دلیل مصرف انرژی در آسیاب‌های معمولی بالاتر از سرماسیاب است [2، 10]. هم‌چنین با توجه به ایجاد و پخش شدن پودر در آسیاب، خطر آتش‌سوزی در هنگام فعالیت طولانی سامانه سرماسیاب کم‌تر شده و کاملاً تحت کنترل می‌باشد.
- در ابتدا فرایند سرماسیاب برای بازیافت لاستیک‌های مستعمل مورد توجه قرار گرفت. بعدها از این فناوری برای انجام عملیات حرارتی بر روی فلزات مختلف به منظور بهبود خواص فیزیکی و مکانیکی آن‌ها گسترش یافت. اولین گزارش از به‌کارگیری روش سرماسیاب برای پودر کردن گیاهان در دهه 1960 ارائه شد. در سال 1962 فرایندی به نام «Cryomill Process» جهت آسیاب کردن دانه هل در سرما معرفی گردید که در آن ازت مایع به‌عنوان سیال سردکننده به‌طور مستقیم در منطقه آسیاب گیاه تزریق می‌شد و به‌طور هم‌زمان گیاه و آسیاب را سرد می‌نمود [5]. در سال‌های بعد به تدریج سامانه‌های مختلف سرماسیاب با چیدمان و ویژگی‌های مختلف فنی به‌منظور افزایش کارایی و کیفیت محصول گسترش داده شدند [11]. گزارشات در مورد اثر سرماسیاب بر روی کیفیت ادویه‌جات از نظر مواد معطر فرار و ترکیبات اسانس گیاه نشان داد که پودر به‌دست آمده توسط فناوری سرماسیاب هم از نظر مقدار اسانس و هم از نظر کیفیت آن (اجزای تشکیل دهنده اسانس) و رنگ پودر حاصل بر روش آسیاب معمولی برتری قابل توجهی دارد. تاکنون گیاهان مختلفی از جمله تمر هندی، فلفل سفید و قرمز، دارچین، زیره سیاه، زنجبیل، میخک و نوعی آویشن (اورگانو) و به تازگی گشنیز توسط سامانه سرماسیاب تهیه و مورد آزمایش قرار گرفتند [9-7، 12-17]. در گزارشی در خصوص تهیه پودر فلفل سیاه با روش سرماسیاب و مقایسه آن با روش آسیاب معمولی، اجزای مختلف منوترپن و سسکویتراپن موجود در پودر حاصل از دو روش مورد آنالیز قرار گرفتند که نشان از حفظ قابل توجه ترکیبات منوترپنی در فرایند سرماسیاب دارد [14]. نتایج این مطالعه در مقیاس پایلوت نشان داد که مقدار متوسط روغن اسانس حاصل از پودر روش سرماسیاب $1/7 \text{ ml}/100 \text{ g}$ است در حالی که در روش آسیاب معمولی $0/9 \text{ ml}/100 \text{ g}$ است. آنالیز کروماتوگرافی گازی این روغن فرار نسبت بالاتری از منوترپن‌ها به سسکویتراپن‌ها در روش سرماسیاب ($1/85-1/35$) در مقایسه با روش آسیاب معمولی نشان داد ($0/31-0/22$). این گزینش‌پذیری روش سرماسیاب بر روی طعم و بوی پودر حاصل نیز تأثیرگذار است. هم‌چنین مطالعه‌ای در مورد تأثیر دماهای مختلف از 160- تا 85 درجه سلسیوس در آسیاب‌های معمولی و

برای تهیه پودر معمولی گیاه از آسیاب خانگی (تیغه‌ای) استفاده شد (بدون الک و با قطر تیغه 10 سانتی‌متر)، در حالی‌که برای تهیه پودرهای سرماسیاب، سامانه سرماسیاب ساخته شده در سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران مورد استفاده قرار گرفت [18، 19]. این سامانه شامل مخازن مخصوص ازت مایع با ظرفیت 50 لیتر، سامانه خوراک‌دهی لرزشی (ویبره) مدل DR شرکت Retsch ساخت آلمان، پیش‌سرماساز (یا سامانه نقل و انتقال گیاه) با ازت مایع (استوانه‌ای به طول 70 و قطر 7 سانتی‌متر با نقاله مارپیچ داخل آن)، آسیاب میله‌ای مدل 14 PULVERISSETTE شرکت Fritsch ساخت آلمان با ظرفیت 5 لیتر خوراک در ساعت با 12 میله عمودی و الک‌های با اندازه‌های مختلف از 80 تا 500 میکرومتر می‌باشد.

شمایی از اجزای سامانه سرماسیاب مورد استفاده در این تحقیق در شکل (1) نشان داده شده است.

2-3-سنجش کیفیت گیاهان منتخب و محصولات مطابق با استاندارد

با توجه به لزوم ارزیابی کیفیت گیاهان دارویی قبل از انجام عملیات فراوری به منظور تطابق آن‌ها با مشخصات موجود در استانداردهای فارماکوپه و غذایی معتبر بین‌المللی و ملی، از روش‌های آزمون مشخصی بر روی پودرهای تهیه شده استفاده گردید. برای انجام آزمون‌ها بر روی بذر اولیه و اسانس حاصل از پودر زیره سبز تهیه‌شده با روش‌های آسیاب معمولی و سرماسیاب از روش کارهای استانداردهای ملی ایران و کدکس مواد شیمیایی غذایی سال 2014 (FCC9) استفاده شده است [20-23]. برای تعیین مشخصات کیفی و کمی پودر بذر شنبلیله تهیه‌شده با سامانه سرماسیاب از روش کارهای موجود در فارماکوپه سال 2015 انگلستان استفاده گردید [22]. آزمون‌ها براساس دستورالعمل‌های موجود در مراجع مذکور انجام شده است.

2-3-1- روش کار شناسایی مواد مؤثره اصلی در بذر زیره
جهت تهیه اسانس زیره سبز مقدار 10 گرم از بذر زیره سبز به‌وسیله آسیاب پودر شده و با استفاده از دستگاه کلونجر اسانس‌گیری می‌شود. پس از جدا کردن آب از اسانس، مایع

سرمایشی برروی میزان مواد فرار و معطره بذر زیره سبز نشان داده است که برخی از اجزای تشکیل‌دهنده آن از جمله پارا-سیمن و کیومن آلدئید به ترتیب تا 40٪ و 35٪ در سرماسیاب نسبت به آسیاب معمولی حفظ شده‌اند [15]. درضمن با کنترل دما و سرعت خوراک‌دهی در سامانه‌های سرماسیاب برای بذر زیره سبز، امکان کاهش مصرف انرژی و تهیه پودر باکیفیت و با اندازه ذرات کوچک‌تر وجود دارد [16]. همچنین استفاده از سامانه سرماسیاب برای تهیه پودر شنبلیله سبب افزایش میزان فعالیت ضدکاسایشی کل و محتوای فتولی و فلاونوئیدی پودر حاصل نسبت به پودر آسیاب معمولی شده است [17].

با توجه به این‌که تاکنون گزارش مشخصی در خصوص تهیه پودرهای استانداردشده از بذرهای زیره و شنبلیله به روش سرماسیاب بر مبنای استانداردهای غذایی و دارویی مشاهده نشده است، در این تحقیق جهت بررسی کارایی سامانه سرماسیاب و تهیه نمونه‌های محصولات پودری استانداردشده، ابتدا برخی از ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی بذرهای زیره سبز و شنبلیله مطابق با روش‌های استاندارد معتبر از جمله فارماکوپه و کدکس مواد غذایی تعیین شده و سپس پودرهای این گیاهان به دو روش آسیاب معمولی و سرماسیاب تهیه شد. همچنین شرایط بهینه و مناسب فرایند سرماسیاب برای تولید پودر هریک از گیاهان تعیین گردید و در نهایت سنجش کیفیت آن‌ها با استفاده از روش‌های تجزیه‌ای مرسوم و استاندارد صورت گرفت.

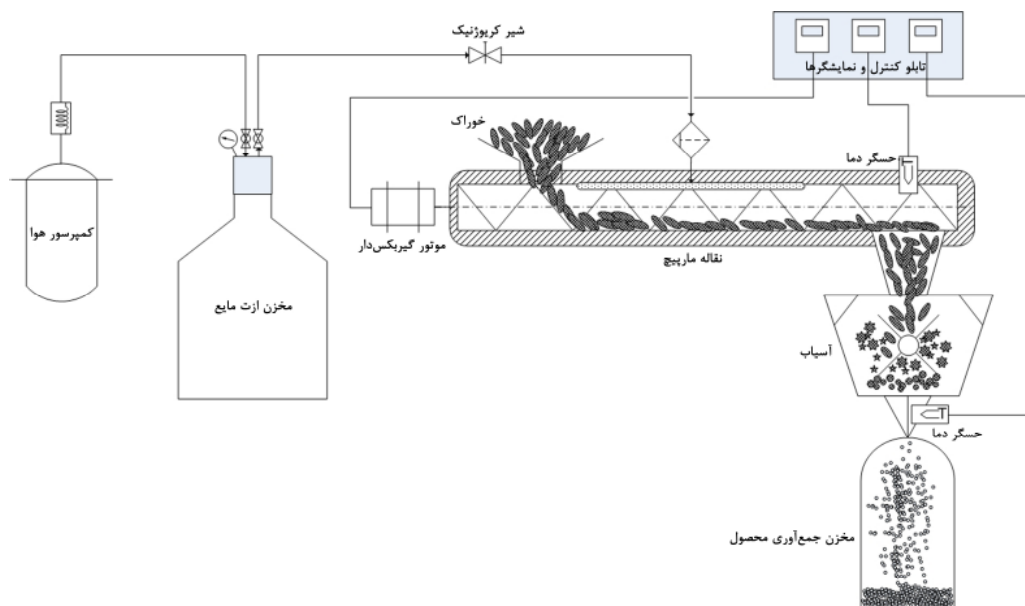
2-2-مواد و روش‌ها

2-1-مواد

بذرهای بوجاری شده زیره سبز و شنبلیله از مرکز جهاد کشاورزی استان همدان تهیه شده است. تمامی حلال‌ها و مواد استاندارد در گرید آزمایشگاهی و از شرکت‌های معتبر مانند مرک، آلدریچ و فلوکا تهیه گردید.

2-2-تجهیزات

از لوازم آزمایشگاهی عمومی، سامانه شیشه‌ای استخراج کلونجر، دستگاه طیف‌سنج مادون قرمز مدل PU9600 شرکت Philips و دستگاه تعیین اندازه ذرات مدل Mastersizer 2000 شرکت Malvern Instruments به روش لیزری استفاده شد.



شکل (1) شمای کلی از اجزای اصلی یک سامانه سرماسیاب برای پودر کردن گیاهان

آب مقطر ریخته می‌شود. سپس تقطیر با بخار آب صورت گرفته و اسانس حاصل از آب جدا می‌گردد. پس از آبیگری کامل از اسانس توسط سولفات سدیم خشک، اسانس خشک به دست می‌آید که مقدار آن بر حسب میلی‌لیتر در 100 گرم بذر زیره محاسبه می‌شود.

روش تهیه محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلراید 50 گرم هیدروکسیل آمین هیدروکلراید (با خلوص آزمایشگاهی) در 90 میلی‌لیتر آب مقطر حل شده و توسط الکل مطلق عاری از آلدئید به حجم 1000 میلی‌لیتر رسانده می‌شود. سپس pH محلول توسط محلول پتاس الکی 0/5 نرمال بر روی 3/4 تنظیم می‌شود.

روش کار تعیین مقدار کومین آلدئید 1 گرم از اسانس زیره درون یک ارلن 125 میلی‌لیتری ریخته و به آن 30 میلی‌لیتر از محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلراید فوق افزوده می‌شود. محلول به دست آمده به طور کامل به هم زده تا مخلوط شده و سپس به مدت 30 دقیقه در دمای اتاق ساکن گذاشته می‌شود. سپس با محلول پتاس الکی 0/5 نرمال تیترو می‌شود به گونه‌ای که در پایان تیتراسیون pH محلول معادل 3/4 باشد.

درصد کومین آلدئید در اسانس با استفاده از رابطه (1) محاسبه می‌شود.

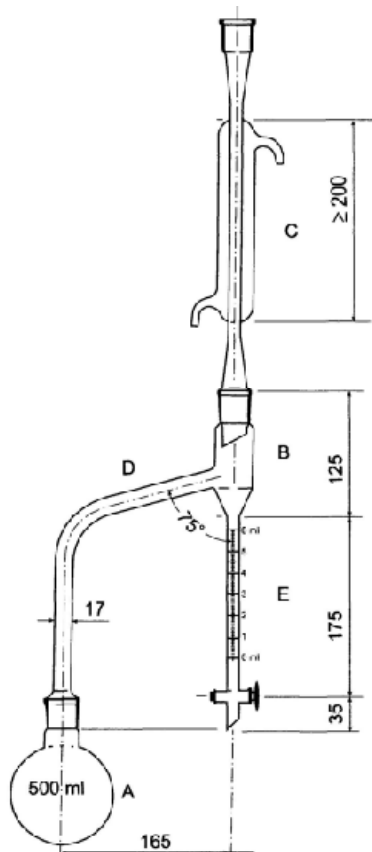
حاصل به وسیله سولفات سدیم بی‌آب خشک شده و آزمون‌های لازم مطابق با روش کار موجود در کدکس شیمیایی مواد غذایی بر روی نمونه اسانس به دست آمده انجام می‌گیرد. این آزمون‌ها شامل بررسی خواص فیزیکی شیمیایی (ظاهر و بو)، شناسایی با طیف مادون قرمز، بررسی حلالیت (1 میلی‌لیتر اسانس در 8 میلی‌لیتر اتانول 80٪ در دمای 25 درجه سلسیوس کاملاً محلول است)، تعیین ضریب شکست (در گستره 1/506 - 1/500) و جرم حجمی توسط پیکنومتر 10 میلی‌لیتری (در گستره 0/925 - 0/905 گرم بر میلی‌لیتر) و هم‌چنین آزمون کیفی فلزات سنگین (به 5 میلی‌لیتر از اسانس زیره مقدار 50 میلی‌لیتر آب مقطر حاوی نیم قطره اسید کلریدریک افزوده می‌شود که با این کار رنگ تیره در لایه آب و اسانس نباید مشاهده شود) می‌باشند.

2-3-2- اندازه‌گیری و تعیین میزان کومین آلدئید در بذر زیره برای تعیین مقدار کومین آلدئید موجود در اسانس استخراج شده از بذر زیره سبز مورد مطالعه، مطابق روش کار استاندارد موجود در کدکس شیمیایی مواد غذایی عمل گردید [23].

روش کار استخراج اسانس برای استخراج اسانس زیره از بذر آن دستگاه کلونجر استفاده گردید. بدین ترتیب که مقدار 10 گرم از بذر زیره مورد مطالعه به صورت پودر، درون بالن ته گرد کلونجر حاوی 250 میلی‌لیتر

یک لوله استوانه‌ای (D) توسط یک لوله (B) که به لوله مدرج گیرنده (E) و کندانسور رفلاکس (C) مجهز است، تشکیل شده است. لوله گیرنده (E) با دقت 0/1 میلی‌لیتر مدرج شده است. منبع حرارت‌دهی ترجیحاً یک گرمکن برقی با قابلیت تنظیم با رئوستات یا یک حمام روغن است.

روش کار به این شرح است که مقدار 200 میلی‌لیتر تولوئن و حدود 2 میلی‌لیتر آب در درون بالن ریخته و برای 2 ساعت تقطیر می‌شود. سپس سرد می‌شود و حجم آب تا دقت 0/05 خوانده می‌شود. مقدار 20 گرم از بذر زیره سبز توزین شده (مقدار گیاه طوری باشد که اگر تقطیر شد حدود 2 میلی‌لیتر آب بدهد و اگر ماده حالت خمیری دارد در یک فویل وزن شود) و درون بالن حاوی چند عدد سنگ جوش ریخته می‌شود. بالن را به آرامی برای مدت 15 دقیقه حرارت داده می‌شود. وقتی تولوئن شروع به جوشیدن نمود سرعت تقطیر در حدود 2 قطره در ثانیه تنظیم می‌شود، تا این‌که همه آب با تقطیر خارج شود. سپس



شکل (2) دستگاه تعیین مقدار آب به‌وسیله تقطیر در گیاهان اسانس‌دار (ابعاد به میلی‌متر است)

$$(1) \quad W = (S \times 100e) / W$$

که در آن S حجم محلول پتاس الکی 0/5 نرمال مصرف شده در تیتراسیون، e ضریب مخصوصی که در مونوگراف اسانس زیره سبز در FCC9 گزارش شده است (برابر 74/10) [23] و W وزن نمونه اسانس برحسب میلی‌گرم هستند.

3-3-2- روش کار شناسایی مواد مؤثره اصلی (تری‌گونیلین) در بذر شنبلیله

ابتدا مقدار 10 گرم از بذر شنبلیله به‌وسیله آسیاب پودر شد. سپس آزمون‌های لازم مطابق استاندارد فارماکوپه 2015 انگلستان به شرح زیر بر روی آن انجام گرفت [22].

برای تهیه محلول آزمون، ابتدا مقدار یک گرم پودر بذر شنبلیله در یک ارلن 25 میلی‌لیتری در 5 میلی‌لیتر متانول حل شده، سپس محلول در حمام آب (دمای 65 °C) برای مدت 5 دقیقه حرارت داده و پس از سرد شدن صاف می‌شود. محلول مرجع از انحلال مقدار 3 میلی‌گرم تری‌گونیلین هیدروکلراید استاندارد در یک میلی‌لیتر متانول به‌دست می‌آید. به‌منظور انجام کروماتوگرافی لایه نازک (TLC) مقادیر 20 میکرولیتر از محلول آزمون و 10 میکرولیتر از محلول مرجع به‌صورت خطی (یک سانتی‌متری) بر روی صفحات 10 سانتی‌متری سیلیکاژل 60J (شرکت مرک آلمان) لکه‌گذاری می‌شوند و در مخزن TLC توسط فاز متحرک (شامل آب و متانول به نسبت 70:30) شسته می‌شوند. در نهایت لکه‌ها توسط نور فرابنفش با طول موج 254 نانومتر نمایان می‌شوند.

4-3-2- تعیین مقدار آب و مواد فرار در گیاه

برای تعیین میزان آب (رطوبت) در بذر شنبلیله از روش کار فارماکوپه 2015 انگلستان استفاده شد که با کاهش وزن مقدار دقیق اولیه 1/000 گرم از گیاه پس از 2 ساعت ماندن در دمای 105 درجه سلسیوس در آون اندازه‌گیری می‌شود.

برای سنجش مقدار آب و مواد فرار در زیره سبز از روش تقطیر استفاده شد. شمایی از سامانه مورد استفاده برای گیاهان اسانس‌دار مانند زیره در شکل (2) نشان داده شده است [20]. این سامانه از یک بالن شیشه‌ای (A) متصل به

سرعت تقطیر تا حدود 4 قطره در ثانیه افزایش داده می‌شود. وقتی همه آب تقطیر شد داخل کندانسور با تولوئن شستشو داده شده و تقطیر برای مدت 5 دقیقه ادامه می‌یابد. سپس حرارت قطع شده تا لوله گیرنده سرد گردد. قطرات باقیمانده روی دیواره لوله با ضربه به حجم آب جمع‌آوری شده افزوده می‌شود. وقتی آب و تولوئن به طور کامل جدا شدند حجم آب خوانده شده و درصد آن با استفاده از رابطه (2) محاسبه می‌گردد.

$$(2) \quad \text{درصد آب} = 1000 (n_2 - n_1) / m$$

2-3-8- تعیین دانسیته بذریه سبز و بذریه شنبلیله
برای تعیین دانسیته گیاه، مقدار 200 گرم از آن در استوانه مدرج ریخته شده و حجم آن پس از ثابت شدن با اعمال لرزش اندازه‌گیری می‌شود. این اندازه‌گیری برای هر گیاه 5 بار تکرار شده و به صورت میانگین اعداد گزارش می‌شود [22].

که در آن m وزن ماده مورد آزمایش (گرم)، n_1 حجم آب به‌دست آمده از اولین تقطیر (میلی‌لیتر) و n_2 آب به‌دست آمده از دومین تقطیر (میلی‌لیتر) می‌باشند.

2-3-5- تعیین درصد خاکستر کل

3- نتایج و بحث
برای استانداردسازی مواد اولیه گیاهی مورد استفاده و محصولات پودری حاصل از سرماسیاب و آسیاب معمولی، معیارهای مهمی از قبیل شناسایی گیاه و مواد مؤثره اصلی، میزان رطوبت، درصد خاکستر و مقدار مواد مؤثره موجود در گیاه مدنظر قرار گرفتند. نتایج هر یک از آزمون‌های انجام شده به شرح زیر است.

مطابق دستور العمل استاندارد شماره 1197 ایران، بوته چینی در کوره به مدت 30 دقیقه حرارت داده می‌شود تا سرخ گردد و پس از خنک شدن در دسیکاتور توزین می‌شود. مقدار دقیق 1/000 گرم از گیاه در بوته چینی ریخته شده و در آن با دمای 100 تا 105 درجه سلسیوس به مدت یک ساعت و سپس در کوره با دمای 25 ± 600 درجه سلسیوس قرار داده می‌شود تا زمانی که وزن آن ثابت گردد (پس از هر بار حرارت‌دهی، بوته چینی در دسیکاتور خنک می‌شود). خاکستر حاصل با محلول زیرصافی مخلوط شده و با احتیاط خشک می‌شود. باقی‌مانده خشک تا رسیدن به وزن ثابت در کوره حرارت داده می‌شود و وزن حاصل با در نظر گرفتن وزن اولیه، به صورت درصد خاکستر کل گزارش می‌گردد [21].

2-3-6- تعیین ضریب تورم پودر شنبلیله

3-1- شناسایی
از آنجایی که گیاهان مورد استفاده در این پژوهش از مرکز جهاد کشاورزی همدان به‌عنوان یک مرکز معتبر علمی در زمینه تولید گیاهان دارویی تهیه شده‌اند، آزمون‌های مربوط به شناسایی ظاهری گیاهان مذکور (گیاه شناسی) توسط آن مرکز انجام شده که از اعتبار لازم برای استاندارد بودن مواد اولیه گیاهی برخوردار است.

طبق روش فارماکوپه انگلستان، ابتدا بذریه شنبلیله توسط آسیاب (معمولی و یا سرماسیاب) پودر شده و سپس مطابق روش کار زیر مورد آزمون قرار می‌گیرد. در یک ظرف استوانه‌ای مدرج درب‌دار، یک میلی‌لیتر الکل، 25 میلی‌لیتر آب و یک گرم پودر شنبلیله مورد آزمون قرار داده می‌شود حجم مخلوط خوانده می‌شود. سپس در ظرف بسته شده و هر 10 دقیقه

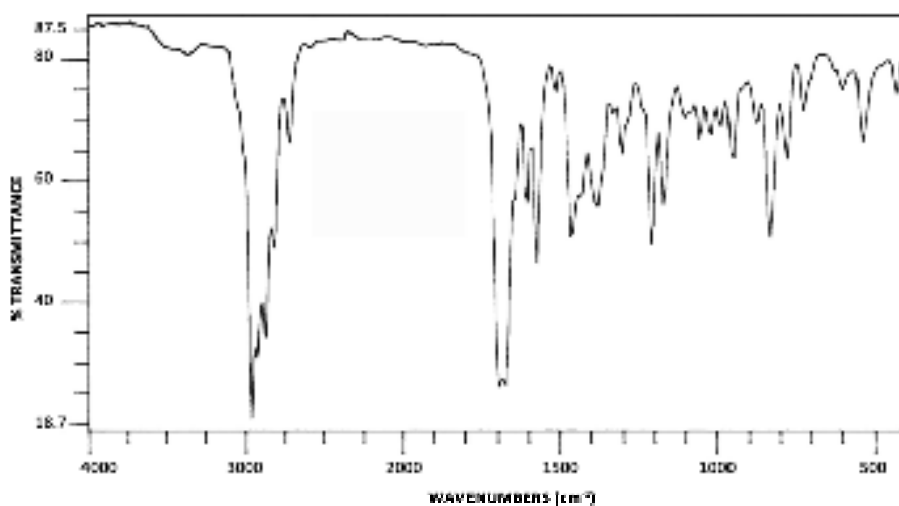
3-1-1- شناسایی مواد مؤثره اصلی در بذریه سبز
مقدار اسانس کل استخراج شده از پودر بذریه سبز با آسیاب معمولی در این مطالعه مطابق روش کار 2-3-3 معادل 3 میلی‌لیتر در 100 گرم است. خصوصیات نمونه اسانس به دست آمده از بذریه سبز به این شرح است:

سبز استفاده شده معادل 0/915 گرم بر میلی‌لیتر می‌باشد که در دامنه قابل قبول استاندارد FCC9 قرار گرفته است (0/925-0/905 گرم بر میلی‌لیتر). با افزایش محلول رقیق اسید کلریدریک به اسانس نمونه بذر زیره سبز استفاده شده، رنگ تیره در لایه آب و اسانس مشاهده نمی‌شود که نشان‌دهنده تطابق کیفی فلزات سنگین در نمونه اسانس مورد بررسی با استاندارد است.

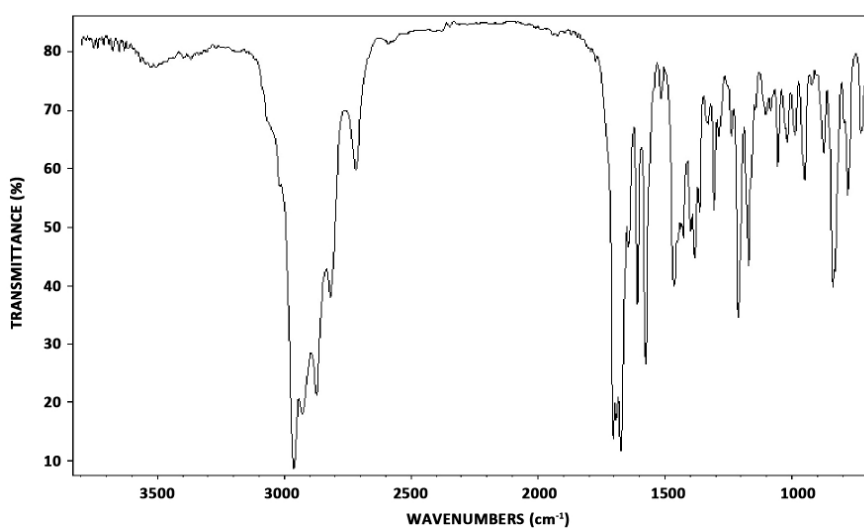
3-1-2- میزان کومین آلدئید در بذر زیره

مواد مؤثره اصلی موجود در بذر زیره شامل کومین آلدئید، دی‌هیدروکومین آلدئید، پاراسیمین و بتاپینین می‌باشند. برای تعیین مقدار کومین آلدئید موجود در اسانس استخراج شده از بذر زیره سبز مورد مطالعه، مطابق روش کار استاندارد موجود

از نظر ظاهری، اسانس حاصل مایع روغنی به رنگ زرد روشن با بوی بسیار تند مشخص‌کننده زیره می‌باشد. در طیف مادون قرمز نمونه تهیه شده حداکثر جذب در اعداد موجی مشخصی ظاهر شده و مشابه طیف مادون قرمز نمونه اسانس زیره استاندارد موجود در FCC9 می‌باشد که برای مقایسه در شکل (3) نشان داده شده است [23]. با توجه به آزمون حلالیت مقدار یک میلی‌لیتر اسانس در 8 میلی‌لیتر اتانول 80٪ در دمای 25 درجه سلسیوس به‌طور کامل محلول است. در دمای 20 درجه سلسیوس ضریب شکست برای نمونه استخراج شده اسانس بذر زیره سبز معادل 1/501 می‌باشد که در محدوده قابل قبول مطابق FCC9 قرار دارد (1/500-1/506). جرم حجمی (دانسیته) اسانس نمونه بذر زیره



(الف)



(ب)

شکل (3) طیف‌های مادون قرمز (الف) نمونه اسانس زیره سبز مورد بررسی و (ب) استاندارد مطابق FCC9

وجود اطلاعات در فارماکوپه انگلستان از مقادیر مجاز رطوبت در استاندارد ملی شماره 1196 ایران استفاده شده است. نتایج به دست آمده در جدول (1) نشان داده شده است.

همان گونه که در جدول (1) مشاهده می شود تمام مقادیر رطوبت گیاهان استفاده شده در این تحقیق در محدوده مجاز قرار دارد که نشان دهنده مطابقت آن ها با مقادیر استاندارد است (برای بذر زیره سبز $9\% \leq$ و بذر شنبلیله $12\% \leq$). لازم به یادآوری است که برای کار در سامانه سرماسیاب تنظیم مقدار رطوبت موجود در گیاه با توجه به دمای بسیار پایین آن خیلی مهم است و به همین دلیل یکی از خصوصیات مهم در گیاه مورد استفاده میزان رطوبت موجود در آن است. وجود رطوبت در گیاه سبب کاهش سرعت خوراک دهی و افزایش مصرف انرژی در آسیاب می شود [24].

3-3- درصد خاکستر کل

از آن جایی که گیاهان بیش تر در معرض آلودگی های ناشی از اجسام خارجی مانند خاک و شن و حشرات قرار دارند، به همین دلیل تعیین درصد خاکستر کل در نمونه های گیاه می تواند برای مشخص کردن میزان یا شدت آلودگی با خاک و مواد معدنی قابل استفاده باشد. میزان درصد مجاز خاکستر کل برای هر گیاه در فارماکوپه و یا استانداردها مشخص شده است. مقادیر درصد خاکستر کل به دست آمده برای نمونه بذرهاى زیره سبز و شنبلیله در این تحقیق در جدول (1) نشان داده شده است. همان گونه که مشاهده می شود این نتایج در دامنه مقادیر مجاز براساس فارماکوپه انگلستان و استاندارد ملی شماره 1197 ایران (بذر زیره سبز $10\% \leq$ و بذر شنبلیله $5\% \leq$) قرار دارند [21، 22].

3-4- تعیین دانسیته گیاه

با توجه به ظرفیت آسیاب مورد استفاده (5 لیتر خوارک در ساعت) و به دلیل تفاوت جرم حجمی گیاهان مختلف، دانسیته

جدول (1) مقادیر درصد رطوبت و مواد فرار، خاکستر کل و جرم حجمی بذرهاى زیره سبز و شنبلیله

گیاه	درصد رطوبت / مواد فرار (v/w)	درصد خاکستر (w/w)	جرم حجمی (دانسیته) (g/ml)
زیره سبز	6/1 ± 0/15	6/90 ± 0/14	0/53 ± 0/03
شنبلیله	7/2 ± 0/18	5/00 ± 0/10	0/81 ± 0/02

در کدکس مواد شیمیایی غذایی عمل گردید.

مطابق روش کار مذکور در بند 2-3-2 میزان درصد کومین آلدئید محاسبه شده در اسانس نمونه بذر زیره معادل 52% بوده است که در محدوده قابل قبول استاندارد FCC9 ($45\% \geq$) قرار دارد.

3-1-3- شناسایی کیفی تری گونیلین هیدروکلرید در بذر شنبلیله

نتایج به دست آمده از کروماتوگرافی لایه نازک پودر معمولی بذر شنبلیله نشان می دهد که هردو محلول آزمون و مرجع دارای قدرت تفکیک مشابه می باشند و لکه مربوط به تری گونیلین هیدروکلرید در R_f معادل 0/45 ظاهر شده است.

3-2- مقدار آب و مواد فرار

یکی از آزمون های مهم برای اطمینان از عدم تجزیه و رشد قارچ در فراورده های گیاهی، تعیین مقدار رطوبت موجود در گیاه است. به دلیل اسانس دار بودن زیره سبز از روش کار شماره 2,2,13 فارماکوپه سال 2015 انگلستان (برگرفته از فارماکوپه اروپا) استفاده شد. در روش کار معمولی برای تعیین مقدار آب موجود در گیاه از حرارت دهی در آون و تعیین میزان کاهش وزن گیاه استفاده می شود، در حالی که در گیاهان اسانس دار به دلیل وجود مواد فرار و آروماتیک، گرما سبب تبخیر این مواد شده و در واقع آزمایش تعیین مقدار آب، با خطا همراه خواهد بود، زیرا رطوبت به همراه مواد فرار از گیاه خارج شده و کاهش وزن آن بیش تر خواهد بود. برای تعیین مقدار رطوبت بذر شنبلیله که اسانس دار نیستند، از روش کار حرارت دهی و تعیین میزان کاهش وزن گیاه استفاده شد. در روش کار استفاده شده در این تحقیق برای بذر زیره سبز که اسانس دار است، از تشکیل آزوتروپ آب با یک حلال آلی بهره گرفته و در عمل اسانس و مواد فرار خارج نمی شوند. روش کار مشابهی در استاندارد شماره 1196 ایران برای تعیین مقدار آب در ادویه و چاشنی وجود دارد که در مورد زیره سبز به دلیل عدم

بذرهای زیره سبز و شنبلیله مورد سنجش قرار گرفت. اندازه‌گیری بر اساس روشی در فارماکوپه انگلستان که به نام Tapped Method معروف است، صورت گرفت. بر پایه این روش ابتدا گیاه در درون استوانه مدرج با دقت مناسب ریخته شده و با اعمال ضربه‌های نرم و مداوم، قطعات گیاه بر روی هم انباشته و مترکم‌تر می‌شود. در نهایت پس از ثابت ماندن ارتفاع سطح گیاه در استوانه مدرج، حجم آن خوانده می‌شود. نتایج حاصل به صورت میانگین 5 تکرار برای هر گیاه در جدول (1) نشان داده شده است.

3-5- ضریب تورم شنبلیله

ضریب تورم یک گیاه دارویی عبارتست از حجم اشغال شده (بر حسب میلی‌لیتر) توسط یک گرم گیاه حاوی هر نوع موسیلاژ بعد از 4 ساعت متورم شدن در محلول آبی. به دلیل وجود ترکیبات موسیلاژ در پوسته بذر شنبلیله و امکان جذب میزان زیادی آب توسط آن‌ها به خاطر وجود گروه‌های قطبی هیدروکسیل، تعیین میزان تورم بذر شنبلیله در اثر جذب آب به عنوان یکی از پارامترهای قابل اندازه‌گیری مطابق فارماکوپه مطرح می‌شود. مقدار استاندارد ضریب تورم برای پودر بذر شنبلیله در فارماکوپه 2015 انگلستان معادل حداقل 6٪ است [22]. مقدار ضریب تورم به دست آمده (به صورت میانگین 5 تکرار) برای نمونه پودر آسیاب معمولی بذر شنبلیله موردآزمون معادل 7/66٪ است که در محدوده استاندارد مطابق با فارماکوپه قرار دارد.

3-6- آزمایشات فرایندی با سامانه سرماسیاب

3-6-1- تنظیم و تعیین سرعت خوراک در سامانه خوراک‌دهی لرزاننده

برای استفاده حداکثر از ظرفیت آسیاب و نزدیک شدن به مقدار 5 لیتر خوراک گیاه ورودی به آسیاب در ساعت، لازم است سرعت ورود خوراک به نقاله مارپیچ تنظیم شده و با سرعت چرخش آن هماهنگ گردد. از آنجایی سامانه خوراک‌دهی اولیه به صورت لرزشی عمل می‌کند، با تغییر بسامد لرزش، مکان افزایش یا کاهش سرعت ورود خوراک به نقاله مارپیچ وجود دارد.

چون شکل هندسی و اندازه قطعات گیاهان مورد استفاده متفاوت است، لازم است ارتفاع خروجی قیف از صفحه لرزان سامانه خوراک‌دهی و همچنین بسامد لرزش صفحه سامانه خوراک‌دهی برای هر گیاه تنظیم و مقدار بهینه آن‌ها متناسب با ظرفیت آسیاب به دست آید. بر این اساس با انجام آزمایشات ابتدایی، حدود بسامد موردنظر برای هر گیاه تعیین گردید و سپس با تغییرات جزئی و دقیق‌تر بسامدهای مذکور، میزان بهینه و مناسب برای همه گیاهان منتخب مشخص شد.

پس از آن که کیفیت گیاهان منتخب مورد سنجش و آزمون قرار گرفت و تطابق آن با استانداردهای معتبر مشخص گردید (استانداردسازی)، از این گیاهان برای تهیه پودر با روش سرماسیاب استفاده گردید. از آنجایی که برای تهیه پودر هر گیاهی لازم است که شرایط مؤثر فرایند سرماسیاب مشخص و بهینه‌سازی گردد، در این بخش عوامل فرایندی مهم از جمله سرعت خوراک‌دهی اولیه براساس بسامد دستگاه خوراک‌دهی لرزاننده، سرعت چرخش نقاله مارپیچ و دمای درون پیش سرماساز (نقاله مارپیچ) و شدت جریان ازت مایع مورد بررسی قرار گرفتند تا در نهایت ظرفیت و شرایط تولید پودر گیاهان

با توجه به درجه بندی روی دکمه تنظیم بسامد در دستگاه خوراک دهی لرزاننده، برای هر گیاه مقادیر بسامد از 30 تا 60 هرتز تغییر داده شده و با 5 بار تکرار، در مدت زمان 4 دقیقه مقدار وزن گیاه خروجی از صفحه لزران تعیین گردید. در نهایت با لحاظ نمودن دانسیته گیاهان مورد استفاده، مقادیر بهینه برای هر گیاه به دست آمد. نتایج مربوطه در جدول (2) نشان داده شده است. گیاهان منتخب مشخص شد.

با توجه به درجه بندی روی دکمه تنظیم بسامد در دستگاه خوراک دهی لرزاننده، برای هر گیاه مقادیر بسامد از 30 تا 60 هرتز تغییر داده شده و با 5 بار تکرار، در مدت زمان 4 دقیقه مقدار وزن گیاه خروجی از صفحه لزران تعیین گردید. در نهایت با لحاظ نمودن دانسیته گیاهان مورد استفاده، مقادیر بهینه برای هر گیاه به دست آمد. نتایج مربوطه در جدول (2) نشان داده شده است.

3-6-3- تنظیم و تعیین شدت جریان ازت مایع

در این سامانه سرماسیاب برای تنظیم و کنترل شدت جریان ازت مایع ورودی به نقاله مارپیچ، از یک شیر دستی کریونیک مخصوص استفاده شد که با تنظیم آن پس از رسیدن سامانه پیش سرماساز به تعادل دمایی (حدود 100- درجه سلسیوس)، جریان ثابت و یکنواختی از خروجی نقاله مارپیچ مشاهده می شود. لازم به ذکر است که در سامانه های بزرگ تر و با ظرفیت بالاتر و در مقیاس صنعتی برای جلوگیری از اتلاف و مصرف بیش از حد ازت مایع از شیرهای سلنوییدی مخصوص استفاده می شود.

در این تحقیق برای هر سه گیاه به طور تقریبی با باز کردن شیر دستی کریونیک به میزان یک چهارم تا نیم دور شدت جریان مناسب از ازت مایع برای گیاهان منتخب به دست می آید.

با توجه به درجه بندی روی دکمه تنظیم بسامد در دستگاه خوراک دهی لرزاننده، برای هر گیاه مقادیر بسامد از 30 تا 60 هرتز تغییر داده شده و با 5 بار تکرار، در مدت زمان 4 دقیقه مقدار وزن گیاه خروجی از صفحه لزران تعیین گردید. در نهایت با لحاظ نمودن دانسیته گیاهان مورد استفاده، مقادیر بهینه برای هر گیاه به دست آمد. نتایج مربوطه در جدول (2) نشان داده شده است. گیاهان منتخب مشخص شد.

با توجه به درجه بندی روی دکمه تنظیم بسامد در دستگاه خوراک دهی لرزاننده، برای هر گیاه مقادیر بسامد از 30 تا 60 هرتز تغییر داده شده و با 5 بار تکرار، در مدت زمان 4 دقیقه مقدار وزن گیاه خروجی از صفحه لزران تعیین گردید. در نهایت با لحاظ نمودن دانسیته گیاهان مورد استفاده، مقادیر بهینه برای هر گیاه به دست آمد. نتایج مربوطه در جدول (2) نشان داده شده است.

3-6-2- تنظیم و تعیین سرعت خوراک دهی در نقاله مارپیچ

برای تنظیم و بهینه سازی مقدار خوراک ورودی به آسیاب با توجه به مقادیر بهینه شده گیاه خروجی از صفحه لزران خوراک دهی لرزاننده، لازم است که سرعت چرخش نقاله مارپیچ نیز تنظیم شود. به عبارت بهتر جهت هماهنگ کردن خوراک دریافتی از خوراک دهی لرزاننده با سرعت تخلیه گیاه از خروجی نقاله مارپیچ و ورودی به آسیاب، به دست آوردن مقادیر بهینه سرعت چرخش نقاله مارپیچ برای هر گیاه ضروری است. لازم به یادآوری است که تمام این تنظیمات تابع ظرفیت

جدول (2) داده ها و نتایج تنظیم سامانه خوراک دهی لرزاننده برای بذرهای زیره سبز و شنبلیله

گیاه	ارتفاع قیف از صفحه لزران (میلی متر)	بسامد (هرتز)	سرعت خوراک دهی سامانه لرزاننده (لیتر در ساعت)	سرعت خوراک دهی سامانه لرزاننده (کیلوگرم در ساعت)
زیره سبز	3	50	4/71 ± 0/23	2/50 ± 0/12
شنبلیله	3	50	5/12 ± 0/40	4/15 ± 0/36

جدول (3) داده ها و نتایج پارامترهای مربوط به سامانه نقاله مارپیچ (پیش سرماساز) برای بذرهای زیره سبز و شنبلیله

گیاه	بسامد خوراک دهی لرزاننده (هرتز)	دور موتور (دور در دقیقه)	سرعت حجمی گیاه خروجی از نقاله مارپیچ (لیتر در ساعت)	سرعت وزنی گیاه خروجی از نقاله مارپیچ (کیلوگرم در ساعت)
زیره سبز	50	15	4/68 ± 0/96	2/48 ± 0/51
شنبلیله	60	15	4/71 ± 0/16	3/82 ± 0/13

4-6-3- کنترل دما

در سامانه سرماسیاب ساخته شده در این تحقیق از دو حسگر دمایی در دو محل، یکی در خروجی نقاله مارپیچ (و ورودی به آسیاب) و دیگری در کیسه جمع آوری پودر محصول تعبیه شده‌اند که توسط نمایشگر بر روی تابلوی برق دما خوانده می‌شوند. با تنظیم شیر کریوژنیک دستی، دمای گیاه خروجی از نقاله مارپیچ از کنترل می‌شود. در واقع استفاده از این دو حسگر دمایی مذکور برای نیل به اهداف زیر است:

- حسگر در خروجی نقاله مارپیچ برای تشخیص رسیدن سامانه به شرایط تعادل دمایی در پیش سرماساز و سپس شروع خوارک‌دهی گیاه،

- تنظیم دمای درون پیش سرماساز به زیر نقطه شکنندگی گیاهان منتخب، که در مورد گیاهان اسانس‌دار مانند بذر زیره سبز دما در محدوده 80- تا 100- درجه سلسیوس تنظیم شده است و - حسگر دمایی در خروجی و کیسه جمع‌آوری پودر محصول به منظور تشخیص سرد بودن محصول پودر گیاهان مورد نظر (10- درجه سلسیوس) استفاده شده است.

بر این اساس همیشه شدت جریان ازت مایع و سرعت خوارک‌دهی به گونه‌ای تنظیم و کنترل می‌شود که دمای خروجی از سامانه پیش سرماساز (نقاله مارپیچ) در حدود 80- درجه سلسیوس باشد.

این افزایش تا 43٪ نیز می‌رسد [24، 25]. گرچه به دلیل تفاوت در کیفیت ارقام زیره در مناطق و نواحی مختلف و همچنین برای کاربردهای خاص در گزارشات مختلف، این اختلاف در مقادیر اسانس کل توجیه‌پذیر است. در این تحقیق پس از استخراج اسانس از پودر سرماسیاب زیره سبز، میزان درصد کومین آلدئید در آن معادل 60/5٪ به دست آمده است که ضمن قرارگیری در محدوده قابل قبول استاندارد FCC9 (45٪ \geq) به میزان 8/5٪ بیش از پودر آسیاب معمولی است (16/3٪ افزایش). مقادیر گزارش شده کومین آلدئید برای یک رقم از زیره در سرماسیاب 56/1٪ در برابر 48/2٪ در آسیاب معمولی بوده است که با نتایج حاصل سازگاری کاملی دارد [25]. در خصوص سایر ویژگی‌های پودر سرماسیاب زیره سبز از قبیل رطوبت و مواد فرار و خاکستر کل تغییر معنادار و قابل توجهی مشاهده نشده است. گرچه به دلیل جذب کمی رطوبت توسط پودر خروجی از سرماسیاب در ظرف جمع‌آوری (که در معرض هوا قرار دارد)، میزان رطوبت پودر حاصل حدود یک درصد بیش از بذر زیره اولیه بوده است. همچنین با توجه به پودر شدن بذر زیره در آسیاب، دانسیته قطعاً نسبت به بذر افزایش یافته و عدد آن اطلاعات قابل استفاده‌ای در اختیار قرار نمی‌دهد.

3-7-2- شنبلیله

لکه مربوط به تری‌گونیلین هیدروکلرید در کروماتوگرافی لایه نازک از محلول آزمون برای پودر سرماسیاب بذر شنبلیله و محلول مرجع در محل مناسب ($R_f=0/45$) ظاهر شده است. این روش کیفی بوده و روش کمی برای اندازه‌گیری این ماده در استانداردها گزارش نشده است.

با توجه به حضور ترکیبات موسیلاژ در بذر شنبلیله و امکان جذب آب به خاطر وجود گروه‌های هیدروکسیل، میزان تورم بذر شنبلیله در اثر جذب آب به عنوان یکی از معیارهای استانداردسازی این گیاه مطرح است. مقدار ضریب تورم به دست آمده برای نمونه پودر سرماسیاب بذر شنبلیله معادل 8/2٪ به دست آمده است که در محدوده استاندارد مطابق فارماکوپه 2015 انگلستان ($\geq 6\%$) قرار دارد. اختلاف این عدد با پودر آسیاب معمولی شنبلیله معادل 0/5٪ است که نشان

3-7-7- نتایج آزمون پودرهای سرماسیاب

پس از به دست آوردن شرایط بهینه فرایندی سرماسیاب برای بذرهای زیره سبز و شنبلیله، آزمون‌های لازم مطابق با روش کارهای استاندارد بر روی نمونه‌های پودر حاصل صورت گرفت.

3-7-1- زیره سبز

مقدار درصد وزنی/حجمی کل اسانس استخراج شده از پودر سرماسیاب زیره سبز معادل 3/2 میلی‌لیتر در 100 گرم است که نسبت به مقدار اسانس پودر معمولی بذر اولیه زیره (3٪) حدود 7٪ بیش‌تر حفظ شده است. این مقدار با مقادیر گزارش شده برای گونه‌ها و ارقام دیگر زیره سبز (در کشور هند) تا حدودی تفاوت دارد به طوری که برای یک رقم خاص زیره

معمولی در جدول (4) نشان داده شده است. در این جدول اعداد نشان‌دهنده قطر میانگین 50٪ حجمی از ذرات در مخلوط پودر مورد آزمایش می‌باشند که در شکل‌های (4) و (5) با نماد $d(0.5)$ مشخص شده‌اند. لازم به ذکر است که با توجه به امکان تورم پودر گیاه در محیط‌های آبی به دلیل داشتن الیاف و مواد سلولزی، توزیع و میانگین اندازه ذرات پودرهای حاصل به صورت خشک و بدون حلال تعیین شده است.

لازم به ذکر است که در مطالعات قبلی، با تغییر عوامل فرایندی در سرماسیاب مانند سرعت خوراک‌دهی، دمای آسیاب (با تغییر شدت جریان ازت مایع) و همچنین تعداد میله‌های آسیاب، میانگین اندازه ذرات پودر حاصل نیز تغییر کرده است. در مورد زیره میانگین قطر ذرات پودر سرماسیاب از 105 تا 253 میکرومتر در شرایط مختلف متغیر بوده است که در مقایسه با اعداد به‌دست آمده در این تحقیق (55 میکرومتر در برابر 554 میکرومتر) با توجه به تغییر نوع و شرایط آسیاب، نشان از امکان کنترل اندازه ذرات پودر حاصل از سرماسیاب دارد [2، 15، 16]. در مورد شنبلیله نیز تفاوت بین میانگین قطر ذرات پودرهای سرماسیاب و معمولی در محدوده نصف تا یک سوم قرار دارد (تقریباً 300 میکرومتر در برابر حدود 800 میکرومتر در شرایط مختلف) [26، 27]. میانگین اندازه قطر پودر شنبلیله سرماسیاب به‌دست آمده با توجه به جدول (4) معادل 171/7 میکرومتر در برابر 359/2 میکرومتر پودر آسیاب معمولی است. در مورد شنبلیله به نظر می‌رسد که سخت‌تر بودن بذر آن نسبت به بذر زیره سبز در سرما، سبب می‌شود که تا اندازه مشاهده شده برای زیره پودر نگردد (حدود نصف آسیاب معمولی). البته قطعاً ساختار مواد گیاهی و مورفولوژی آن‌ها و همچنین نوع آسیاب مورد استفاده و شرایط فرایندی می‌تواند بر روی نحوه پودر شدن و ویژگی‌های پودر حاصل در سرما و گرما مؤثر باشد [28].

از نظر اندازه و یکنواختی ذرات پودر، تصاویر میکروسکوپ نوری عبوری برای پودرهای تهیه شده دو گیاه موردنظر در این تحقیق با روش‌های سرماسیاب و آسیاب معمولی، نشان‌دهنده اندازه ذرات کوچک‌تر و یکنواخت‌تر در پودرهای سرماسیاب است.

از افزایش جزئی میزان تورم در اثر جذب آب در نمونه پودر سرماسیاب دارد. البته به دلیل وجود ترکیبات موسیلاژی مقاوم به گرما در سطح بذر شنبلیله، تفاوت میزان تورم در دو روش آسیاب ناچیز است. در خصوص میزان مواد فرار و رطوبت و خاکستر کل نیز اختلاف قابل قبول و معناداری بین نمونه‌های پودر سرماسیاب و آسیاب معمولی شنبلیله مشاهده نشده است. در گزارشات قبلی، بررسی اثر سرماسیاب بر روی میزان فلاونوئیدها، محتوای فنولی و فعالیت ضداکسایشی شنبلیله و مقایسه آن با آسیاب معمولی نیز انجام گرفته که موضوع بحث این تحقیق نیست [17].

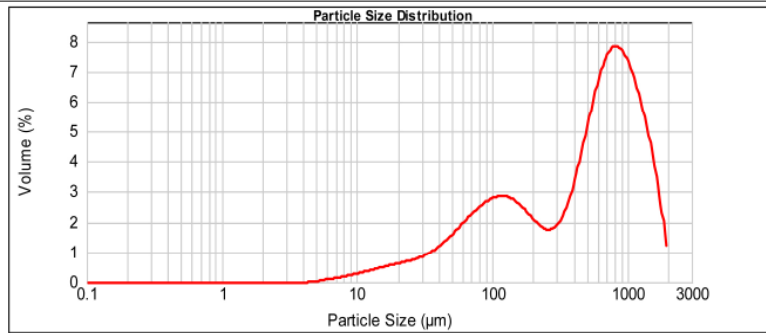
3-7-3- اندازه ذرات پودر سرماسیاب

در آزمایشات انجام شده با توجه به هدف کاربرد غذایی محصولات، از الک 500 میکرومتری در سامانه سرماسیاب برای بذره‌های زیره سبز و شنبلیله استفاده شده است. به‌منظور بررسی اثر فرایند سرماسیاب بر روی اندازه ذرات پودرهای گیاهان منتخب و مقایسه نتایج آن با میانگین اندازه ذرات پودرهای گیاهی حاصل از آسیاب معمولی، پودرهای حاصل توسط دستگاه سنجش اندازه ذرات مورد آزمون قرار گرفتند. نمودارهای مربوط به توزیع اندازه ذرات پودرهای حاصل از بذره‌های زیره سبز و شنبلیله در شکل‌های (4) و (5) نشان داده شده است.

در این نمودارها درصد حجمی برحسب اندازه ذرات رسم شده است و اعداد بالای هر نمودار نشان دهنده میانگین زیر قطر 10٪ حجمی از ذرات، $d(0.1)$ ، میانگین زیر قطر 50٪ حجمی از ذرات، $d(0.5)$ و میانگین زیر قطر 90٪ حجمی از ذرات، $d(0.9)$ می‌باشند که بایستی میانگین اندازه کم‌تر از 50٪ حجمی از ذرات به عنوان میانگین اصلی برای گزارش در نظر گرفته شود. برای پودر سرماسیاب زیره سبز، 50٪ حجمی از ذرات میانگین اندازه کم‌تر از 54/994 میکرومتر دارند، در حالی که برای پودر زیره سبز به‌دست آمده با آسیاب معمولی، مقدار 50٪ حجمی از ذرات میانگین قطر کم‌تر از 554/009 میکرومتر است.

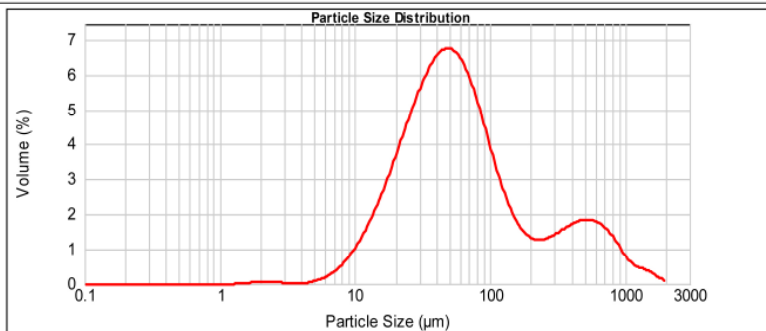
چکیده نتایج حاصل از اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات پودرهای دو گیاه موردنظر با روش‌های سرماسیاب و آسیاب

d(0.1): 56.944 um d(0.5): 554.009 um d(0.9): 1306.428 um



(الف)

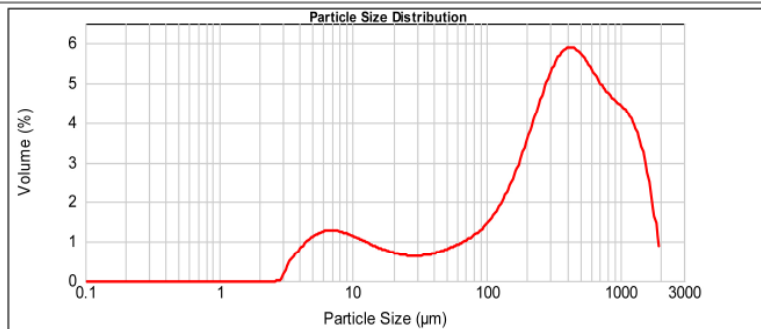
d(0.1): 18.035 um d(0.5): 54.994 um d(0.9): 449.768 um



(ب)

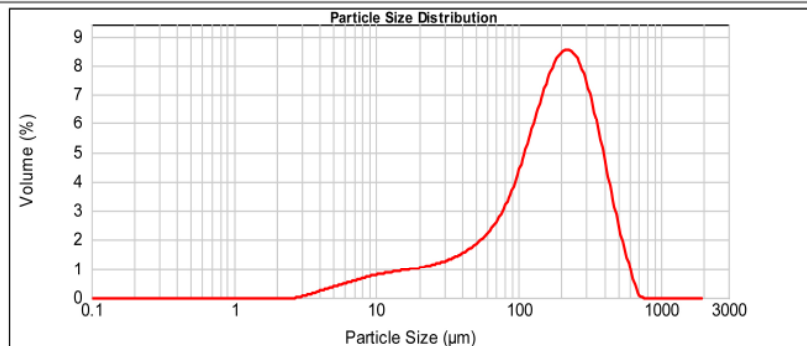
شکل (4) نمودارهای توزیع اندازه ذرات پودر زیره سبز حاصل از (الف) آسیاب معمولی و (ب) سرماسیاب

d(0.1): 13.314 um d(0.5): 359.194 um d(0.9): 1167.743 um



(الف)

d(0.1): 28.025 um d(0.5): 171.706 um d(0.9): 378.994 um



(ب)

شکل (5) نمودارهای توزیع اندازه ذرات پودر شنبلیله حاصل از (الف) آسیاب معمولی و (ب) سرماسیاب

جدول (4) نتایج میانگین اندازه ذرات پودرهای حاصل از سامانه سرماسیاب و آسیاب معمولی*

گیاه	زیره	شنبلیل
نوع آسیاب	سرماسیاب	سرماسیاب
معمولی	معمولی	معمولی
میانگین اندازه ذرات (میکرومتر)	54/99	359/19
اندازه میانگین قطر 50٪ ذرات در مخلوط پودر	554/01	171/71

از نظر شکل ظاهری نیز پودرهای به دست آمده با روش سرماسیاب تفاوت قابل ملاحظه‌ای با پودرهای حاصل از آسیاب معمولی دارند، چه از نظر اندازه و چه از نظر رنگ. در پودر حاصل از آسیاب معمولی ذرات ریز و درشت به طور ناهمگن وجود دارند و رنگ پودر مذکور به طور معمول تیره‌تر از پودر به دست آمده با روش سرماسیاب است. این تفاوت نشان‌دهنده کیفیت ظاهری بهتر پودر سرماسیاب و حفظ رنگ اولیه گیاه می‌باشد.

4- نتیجه‌گیری

با توجه به آزمون‌های انجام شده بر روی گیاهان منتخب بر اساس مراجع و استانداردهای موجود، چکیده‌ای از نتایج به دست آمده در قالب برگه مشخصات مربوط به هر گیاه (بذر زیره سبز و بذر شنبلیله) بر طبق استاندارد مربوطه در جداول (5) و (6) نشان داده شده است.

با توجه به اطلاعات و نتایج به دست آمده از آزمایشات انجام شده، مشاهده می‌شود که با سامانه سرماسیاب علاوه بر حفظ مواد معطره و مؤثره موجود در گیاهان، پودر بسیار ریز و همگنی جهت کاربردهای مختلف غذایی و دارویی به دست می‌آید. میزان کیومن آلدئید تا حدود 16/3٪ در پودر زیره سرماسیاب نسبت به آسیاب معمولی افزایش پیدا کرده است.

نتایج اندازه ذرات پودرهای تهیه شده از تأثیر قابل توجه سامانه سرماسیاب در پودر کردن گیاهان نسبت به روش آسیاب معمولی حکایت دارد. میانگین قطر ذرات پودر حاصل با روش سرماسیاب در مورد زیره سبز تا حدود 0/10 و در مورد شنبلیله حدود نصف پودر حاصل از آسیاب معمولی است.

توجه به این نکته ضروری است که هر گیاه بسته به نوع و میزان مواد روغنی و اسانس موجود در آن و همچنین برای بخش‌های مختلف یک گیاه و حتی کاربرد مورد نظر پودر گیاه، نیاز به بهینه‌سازی پارامترهای فرایندی در سامانه‌های خوراک‌دهی و نقاله‌سازی، و همچنین شرایط جریانی ازت مایع و گاهی سرعت چرخش آسیاب و الک مورد استفاده وجود دارد. همچنین انتخاب نوع مناسب آسیاب نیز می‌تواند بر نتایج حاصل مؤثر باشد. به همین دلیل دانش فنی سرماسیاب جهت

از نظر شکل ظاهری نیز پودرهای به دست آمده با روش سرماسیاب تفاوت قابل ملاحظه‌ای با پودرهای حاصل از آسیاب معمولی دارند، چه از نظر اندازه و چه از نظر رنگ. در پودر حاصل از آسیاب معمولی ذرات ریز و درشت به طور ناهمگن وجود دارند و رنگ پودر مذکور به طور معمول تیره‌تر از پودر به دست آمده با روش سرماسیاب است. این تفاوت نشان‌دهنده کیفیت ظاهری بهتر پودر سرماسیاب و حفظ رنگ اولیه گیاه می‌باشد.

با توجه به این که یکی از مزایای مهم سامانه سرماسیاب، امکان تهیه پودرهای با اندازه ذرات میکرونیزه و یکنواخت است، در این تحقیق توزیع اندازه ذرات پودرهای دو گیاه منتخب تعیین گردید. به منظور مقایسه نتایج مربوط به توزیع اندازه ذرات حاصل از سامانه سرماسیاب با آسیاب سنتی، از آسیاب پولوریزت 14 بدون اعمال سرما و همچنین آسیاب معمولی برای تهیه پودرهای گیاهان منتخب استفاده شد. با توجه به گرم شدن آسیاب پولوریزت 14 به دلیل سایش مواد گیاهی با الک مورد استفاده، عملاً امکان تهیه پودر در این آسیاب بدون به کارگیری سرمایش وجود ندارد، زیرا خمیر شدن گیاه در میان صفحه میله‌های گردان آسیاب و الک در ضمن خروج مواد از الک به صورت رشته‌ای، در مدت زمان کوتاهی موجب بسته شدن سوراخ‌های الک می‌گردد. همچنین با ادامه آسیاب به سبب بالا رفتن دما، چرخش صفحه گردان آسیاب متوقف می‌شود. این مسئله به خصوص در مورد گیاهان اسانس‌دار مانند زیره سبز و رزین‌دار مانند شنبلیله بسیار بارزتر است و در واقع پودر گیاه به راحتی به دست نمی‌آید. همچنین تیره شدن رنگ خمیر و رشته‌های حاصل نشان از تخریب و تجزیه مواد مؤثره موجود در گیاه دارد. با توجه به این مشکل، برای مقایسه پودر گیاهان، ناگزیر از آسیاب معمولی (تیغه‌ای) استفاده گردید. مقایسه رنگ‌های نمونه‌های تهیه شده با این دو روش به طور آشکاری نشان از برتری پودر از حاصل از روش

جدول (5) برگه آنالیز بذر زیره سبز

آزمون	دامنه استاندارد	نتیجه آزمون	مرجع
شناسایی	ماکروسکوپی	مطابقت دارد	فارماکوپه گیاهان دارویی ایران [29]
شناسایی	میکروسکوپی	مطابقت دارد	فارماکوپه گیاهان دارویی ایران
رطوبت (% وزنی)	≤ 9%	6/1%	استاندارد ملی ایران 1196
خاکستر کل (% وزنی)	≤ 10%	6/9%	استاندارد ملی ایران 1197
اسانس (میلی لیتر در 100 گرم)	≥ 2/5%	3%	فارماکوپه گیاهان دارویی ایران
آزمون بروی اسانس استخراج شده از پودر زیره سبز			
ظاهر	مایع روغنی به رنگ زرد روشن	مطابقت دارد	FCC9 (2014)
عطر و بو	بوی بسیار تند مشخصه زیره	مطابقت دارد	FCC9 (2014)
طیف سنجی مادون قرمز	طیف موجود در کدکس غذایی	مطابقت دارد	FCC9 (2014)
حلالیت	1 میلی لیتر اسانس در 8 میلی لیتر اتانول در دمای 25°C	مطابقت دارد	FCC9 (2014)
ضریب شکست	1/500 - 1/506	1/501	FCC9 (2014)
جرم حجمی (g/ml)	0/905 - 0/925	0/915	FCC9 (2014)
وجود فلزات سنگین	رنگ تیره در محلول آبی اسید کلریدریک	مطابقت دارد	FCC9 (2014)
کومین آلدئید (% وزنی)	≥ 45%	52%	FCC9 (2014)

جدول (6) برگه آنالیز بذر شنبلیله

آزمون	دامنه استاندارد	نتیجه آزمون	مرجع
شناسایی (روش A)	ماکروسکوپی	مطابقت دارد	BP2015
شناسایی (روش B)	میکروسکوپی	مطابقت دارد	BP2015
کروماتوگرافی لایه نازک عصاره استخراج شده (TLC)	یک لکه اصلی مربوط به تری گونلین هیدروکلرید	مطابقت دارد (R _f = 0.45)	BP2015
مواد فرار (% وزنی)	≤ 12%	7/2%	BP2015
خاکستر کل (% وزنی)	≥ 5%	5/1%	BP2015
تورم (% حجمی)	≥ 6%	7/66%	BP2015

تولید پودرهای گیاهان مختلف برای کاربردهای متنوع بایستی به‌طور جداگانه بررسی شده و برای هر یک به‌دست آید. بر اساس نتایج حاصل از تنظیمات شرایط فرایندی مختلف سامانه سرماسیاب برای تولید پودرهای بذرهای زیره سبز و شنبلیله، دانش فنی تهیه پودرهای این دو نوع گیاه در مقیاس پایلوت کوچک (5 لیتر خوراک ورودی در ساعت) به‌دست آمده است. شرایط فرایندی برای سامانه سرماسیاب به شرح زیر و مشخصات پودرهای تهیه شده با روش سرماسیاب بر مبنای استانداردهای معتبر مطابق جداول (7) و (8) می‌باشد.

-پودر زیره سبز
کاربرد: طعم‌دهنده، ادویه
ظرفیت تولید پودر: حداکثر 2/6 کیلوگرم بر ساعت
شرایط فرایندی سرماسیاب:
-دور موتور نقاله مارپیچ: 15 دور در دقیقه (با بسامد 50 هرتز سامانه لزاننده)
-سرعت خوراک‌دهی: 2/58 کیلوگرم بر ساعت
-دمای پیش سرماساز: 80- درجه سلسیوس
-دمای خروجی از آسیاب: 10- درجه سلسیوس

جدول (7) برگ مشخصات برای پودر سرماسیاب بذر زیره سبز

آزمون	گستره استاندارد	نتیجه آزمون	مرجع
رطوبت (% وزنی)	≤ 9%	7%	استاندارد ملی ایران 1196
خاکستر کل (% وزنی)	≤ 10%	6/1%	استاندارد ملی ایران 1197
اسانس (میلی لیتر در 100 گرم)	≥ 2/5%	3/2%	فارماکوپه گیاهان دارویی ایران
اندازه ذرات (میکرومتر)	≤ 200	55	-
کومین آلدئید در اسانس استخراج شده (% وزنی)	≥ 45%	60/5%	FCC9 (2014)

جدول (8) برگ مشخصات پودر سرماسیاب بذر شنبلیله

آزمون	گستره استاندارد	نتیجه آزمون	مرجع
کروماتوگرافی لایه نازک عصاره استخراج شده (TLC)	یک لکه اصلی مربوط به تری گونلین	مطابقت دارد	BP2015
مواد فرار (% وزنی)	≤ 12%	8%	BP2015
خاکستر کل (% وزنی)	≥ 5%	5%	BP2015
تورم (% حجمی)	≥ 6%	8/2%	BP2015
اندازه ذرات (میکرومتر)	≤ 200	171/7	-

- شدت جریان ازت مایع: به طور متوسط 5 لیتر در ساعت
- سرعت چرخش آسیاب: 15000 دور بر دقیقه
- پودر شنبلیله
- کاربرد: داروی کاهنده قند خون (در بیماران دیابتی)، افزایش دهنده وزن و اشتها (در افراد لاغر و کم وزن)
- ظرفیت تولید پودر سرماسیاب شنبلیله: حداکثر 4 کیلوگرم بر ساعت
- شرایط فرایندی سرماسیاب:
- دور موتور نقاله مارپیچ: 15 دور در دقیقه (با بسامد 60 هرتز سامانه لزراننده)
- سرعت خوراک دهی: 3/74 کیلوگرم بر ساعت
- دمای پیش سرماساز: 80- درجه سلسیوس
- دمای خروجی از آسیاب: 10- درجه سلسیوس
- شدت جریان ازت مایع: به طور متوسط 5 لیتر در ساعت
- سرعت چرخش آسیاب: 15000 دور در دقیقه

منابع

- Behera, U. (2000). Development of pilot plant for cryo-grinding of spices: A method for quality improvement. *Adv. Cryo. Eng.*, 45, 1731-1738.
- [4] a) Goswami, T.K., (2010). Role of Cryogenics in Food Processing and Preservation. *Inter. J. Food Eng.*, 6, 1, Article 2 (DOI: 10.2202/1556-3758.1771).
- b) Balasubramanian, S., Gupta, M.K., Singh, K.K. (2012). Cryogenics and its Application with Reference
- [1] Pruthi, J.S. (1980). *Spices and Condiments: Chemistry, Microbiology and Technology*, 1st ed., Academic Press Inc., New York, pp. 1-450.
- [2] Singh, K.K., Goswami, T.K. (1999). Design of a cryogenic grinding system for spices. *J. Food Eng.*, 39, 359-368.
- [3] Jacob, S., Kasthuriengan, S., Karunanithi, R.,

- [12] Ghodki, B.M., Goswami, T.K. (2015), Optimization of Cryogenic Grinding Process for Cassia (*Cinnamomum loureirii* Nees L.). *J. Food Process Eng.* DOI:10.1111/jfpe.12258.
- [13] Saxena, S.N., Sharma, Y.K., Rathore, S.S., Singh, K.K., Barnwal, P., Saxena, R., Upadhyaya, P., Anwer, M. M. (2015). Effect of cryogenic grinding on volatile oil, oleoresin content and antioxidant properties of coriander (*Coriandrum sativum* L.) genotypes. *J. Food Sci. Technol.*, 52(1), 568-573.
- [14] Murthy, C.T., Bhattacharya, S. (2008). Cryogenic grinding of black pepper. *J. Food Eng.*, 85, 18-28.
- [15] Singh, K.K., Goswami, T.K. (1999). Studies on cryogenic grinding of cumin seeds. *J. Food Process Eng.*, 22, 175-190.
- [16] Goswami, T.K., Singh, K.K. (2003). Role of feed rate and temperature in attrition grinding of cumin, *J. Food Eng.*, 59, 285-290.
- [17] Saxena, R., Saxena, S.N., Barnwal, P., Rathore, S. S., Sharma, Y.K., Soni, A. (2012). Estimation of antioxidant activity, phenolic and flavonoid content of cryo and conventionally ground seeds of coriander (*Coriandrum sativum* L.) and fenugreek (*Trigonella foenum-graecum* L.). *Inter. J. Seed Spices*, 2, 83-86.
- [18] بشیری صدر، ز؛ محمودی نجفی، س. ح. (1390) گزارش طرح پژوهشی «ساخت و نصب نمونه اولیه سامانه سرماسیاب جهت فراوری گیاهان دارویی»، کارفرما: معاونت علمی و فناوری ریاست جمهوری، مجری: سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران، پژوهشکده فناوری‌های شیمیایی.
- [19] بشیری صدر، ز؛ محمودی نجفی، س. ح. (1389) «دستگاه سرماسیاب جهت پودر کردن گیاهان»، اداره کل ثبت شرکت‌ها و مالکیت صنعتی ایران، شماره ثبت 67257.
- [20] مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، استاندارد ملی ایران، شماره 1196، 1390. «ادویه و چاشنی - اندازه‌گیری مقدار رطوبت - روش بیرون راندن».
- [21] مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، استاندارد to Spice Grinding: A Review. *Crit. Rev. Food Sci.*, 52, 781-794.
- [5] Pruthi, J.S. (1990). Other Quick Food Freezing Technologies, in: *Quick Freezing Preservation of Foods: Foods of plant origin*, Vol. 2, *Foods of Plant Origin*, 1st ed., Allied Pub. Ltd., New Delhi, pp. 206-241.
- [6] Li, S., Ge, S., Huang, Z., Wang, Q., Zhao, H., Pan, H. (1991). Cryogenic grinding technology for traditional Chinese herbal medicine. *Cryogenics*, 31(2), 136-137.
- [7] Pesek, C. A., Wilson, L. A., Hammond, E.G. (1985). Spice quality: Effect of cryogenic and ambient grinding on volatiles. *J. Food Sci.*, 50, 599-601.
- [8] Pesek, C.A., Wilson, L.A. (1986). Spice quality: Effect of cryogenic and ambient grinding on color. *J. Food Sci.*, 51, 1386-1388.
- [9] Singh, K.K., Goswami, T.K. (2000). Cryogenic grinding of cloves. *J. Food Process. Pres.*, 24, 57-71.
- [10] Meghwal, M., Goswami, T.K. (2010). Cryogenic grinding of spices is a novel approach whereas ambient grinding needs improvement. *Cont. J. Food Sci. Tech.*, 4, 24-37.
- [11] a) Frable, N.B. Cryogenic Comminution System. U.S. Patent 3771729, Nov. 13, 1973. b) Danioni, F. Comminuting Plant at Cryogenic Temperature. U.S. Patent 4073443, Feb. 14, 1978. c) Cook, J. L., Mitchell, R. H. Improvements in or Relating to Cryogenic Comminution. G.B. Patent 1501620, Feb. 22, 1978. d) Davis, R. B. Cryopulverizing Packed Bed Control System. U.S. Patent 4222527, Sep. 16, 1980. e) Shepherd, N. W., Hollely, D. J. E. Method and Apparatus for Cryogenic Grinding. G.B. Patent 2044126, Oct. 15, 1980. f) Hollely, D. J. E., Shepherd, N. W. Method and Apparatus for Cryogenic Grinding. U.S. Patent 4273294, Jun. 16, 1981. g) I. Plahuta, Method and Device for the Cryogenic Grinding of Bulk Material. W.O. Patent 2008/110517A1, Mar. 7, 2008.

ملی ایران، شماره 1197، 1390. «ادویه و چاشنی - اندازه گیری خاکستر کل».

[22] *British Pharmacopeia* (BP), (2015). British Pharmacopoeia Commission, TSO Publisher (The Stationery Office), vol. IV.

[23] *Food Chemicals Codex* (FCC9), (2014). The United States Pharmacopoeial Convention, 9th ed., Deutscher Apotheker Verlag.

[24] Sharma, L. K., Agarwal, D., Sharma, Y., Rathore S. S., Saxena S. N. (2014). Cryogenic grinding technology enhances volatile oil, oleoresin and antioxidant activity of cumin (*Cuminum cyminum* L.). *Inter. J. Seed Spices*, 4, 68-72.

[25] Sharma, L.K., Agarwal, D., S.K. Malhotra, Rathore S.S., Saxena S.N. (2016). Effect of cryogenic grinding on volatile and fatty oil constituents of cumin (*Cuminum cyminum* L.) genotypes. *J. Food Sci. Technol.*, 53(6), 2827-2834.

[26] Meghwal, M., Goswami, T.K. (2013). Evaluation of size reduction and power requirement in ambient and cryogenically ground fenugreek powder. *Adv. Powder Tech.*, 24, 427-435.

[27] Barnwal, P., Singh, K.K., Mohite, A., Sharma, A., Saxena, S.N. (2015). Influence of Cryogenic and Ambient Grinding on Grinding Characteristics of Fenugreek Powder: A Comparative Study. *J. Food Process. Pres.*, 39, 1243-1250.

[28] Meghwal, M., Goswami, T.K. (2014). Comparative study on ambient and cryogenic grinding of fenugreek and black pepper seeds using rotor, ball, hammer and Pin mill. *Powder Technol.*, 267, 245-255

[29] وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی، اداره کل نظارت بر امور دارو و غذا، فارماکوپه گیاهان دارویی ایران، 1381.