

Research Article**Optimization of extraction and micro encapsulation of colored compounds of *Urtica dioica* processing waste****Soodabeh Einafshar^{1*}, Parvin Sharayei², Masoud Yaghbani¹**

1. Assistant Professor, Agricultural Engineering Research Department, Khorasan Razavi Agricultural and Natural Resources Research and Education Center, AREEO, Mashhad
2. Associated Professor, Agricultural Engineering Research Department, Khorasan Razavi Agricultural and Natural Resources Research and Education Center, AREEO, Mashhad

(Received 12 February 2022, Received in revised form 03 April 2022, Accepted 06 April 2022)

Abstract

This project was carried out to optimize the extraction and microencapsulation of color compounds of the processing waste of (*Urtica dioica*). Response surface method to investigate the effects of independent variables of ethanol solvent concentration (100, 50, and 0%), solvent to the raw material ratio (in three ratios of 30, 45, and 60%), three times (1, 4 and 7 hr) and Three temperatures (20, 40 and 60° C) were performed on extraction efficiency, chlorophyll content, and pheophytin of ethanolic extract of nettle color extract. Optimization of the extraction process based on the models obtained from the optimal extraction conditions, the solvent to raw material ratio was 33:67, the solvent concentration was 100%, the extraction time was 7 hours and the extraction temperature was 25°C. Under optimal conditions, the extraction efficiency was 7.99%, the amount of chlorophyll and pheophytin extracted were 54.75 and 341.54 mg/100gdry matter, respectively. In order to stabilize the extract, the microencapsulation was applied with two walls of maltodextrin and polyvinylpyrrolidone by a spray dryer. Production capacity of microcapsules, moisture, bulk density, color properties, and glass transition temperature of microcapsules of *Urtica dioica* extract were investigated. Also, the stability of the color compounds of microcapsules during 21 days of storage in different humidity and temperature conditions was evaluated. The results showed that the microencapsulated colored compounds with maltodextrin had better physicochemical properties compared to other microcapsules. The number of color compounds in the microcapsules decreased during 21 days of storage, but the microencapsulation caused more protection and stability of the color compounds in the microcapsules in different humidity and temperature conditions. The coefficient of determination was more than 0.90) and was introduced as the optimal treatment. Both microcapsules were stable at room temperature with 121.35 and 82°C glass transfer temperatures, respectively.

Keywords: Microcapsule stability, colored extract, Pheophytin, Chlorophyll, *Urtica dioica*.**How to cite this article:**

Einafshar S., Sharayei P., Yaghbani M. (2022). Optimization of extraction and micro encapsulation of colored compounds of *Urtica dioica* processing waste. *Innov. Food Technol.*, 9(4), 309-329.

* Corresponding Author: S.einafshar@areeo.ac.ir

مقاله پژوهشی

بهینه‌سازی استخراج و ریزپوشانی ترکیبات رنگی ضایعات فرآوری گزنه (*Urtica dioica*)

سودابه عین‌افشار^{*}، پروین شرایعی^۲، مسعود یقبنانی^۱

۱. استادیار، بخش تحقیقات فنی و مهندسی کشاورزی، مرکز تحقیقات و آموزش کشاورزی و منابع طبیعی استان خراسان رضوی،

سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی، مشهد

۲. دانشیار، بخش تحقیقات فنی و مهندسی کشاورزی، مرکز تحقیقات و آموزش کشاورزی و منابع طبیعی استان خراسان رضوی،

سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی، مشهد

(تاریخ ارسال: ۱۴۰۰/۱۱/۲۳، تاریخ آخرین بازنگری: ۱۴۰۱/۰۱/۱۴، تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۰۱/۱۷)

چکیده

پژوهش حاضر، با هدف بهینه‌سازی استخراج و ریزپوشانی ترکیبات رنگی موجود در ضایعات فرآوری گیاه دارویی گزنه انجام شد. روش سطح پاسخ برای بررسی اثرات متغیرهای مستقل غلظت حلال اتانول (با سه غلظت ۱۰۰، ۵۰ و ۰٪)، نسبت حلال به ماده اولیه (در سه نسبت ۳۰، ۴۵ و ۶۰٪) و سه زمان (۱، ۴ و ۷ hr) و سه دمای (۲۰، ۴۰ و ۶۰ °C) بر راندمان استخراج، مقدار کلروفیل و فنوفیتین عصاره اتانولی عصاره رنگی گزنه انجام شد. شرایط بهینه استخراج براساس مدل‌های حاصل، عبارت بودند از نسبت حلال به ماده اولیه ۳۳:۶۷، غلظت حلال ۱۰۰٪، زمان استخراج ۷ h و دمای استخراج ۲۵ °C. تحت شرایط بهینه، راندمان استخراج ۷/۹۹٪، میزان کلروفیل و فنوفیتین استخراج شده به ترتیب ۵۴/۷۵ و ۳۴۱/۵۴ mg/100gdry matter بود. به منظور پایدارسازی عصاره بهینه، ریزپوشانی با دو دیواره مالتودکسترین و پلی‌وینیل‌پیرولیدون به‌وسیله خشک‌کن پاششی انجام شد. راندمان تولید ریزکپسول، رطوبت، دانسیته توده، خصوصیات رنگی و دمای انتقال شیشه‌ای ریزکپسول‌های عصاره رنگی گزنه مورد بررسی قرار گرفتند. میزان پایداری ترکیبات رنگی ریزکپسول‌ها طی ۲۱ روز نگهداری در شرایط رطوبتی و دمایی مختلف ارزیابی شد. نتایج نشان داد خصوصیات فیزیکوشیمیایی ترکیبات رنگی ریزپوشانی شده با مالتودکسترین از پلی‌وینیل‌پیرولیدون بهتر بود. مقدار ترکیبات رنگی ریزکپسول‌ها طی ۲۱ روز نگهداری کاهش یافت؛ اما ریزپوشانی سبب حفاظت و پایداری بیشتر ترکیبات رنگی در رطوبت‌ها و دماهای مورد بررسی شد. ریزکپسول حاوی دیواره مالتودکسترین در رطوبت نسبی ۵۲٪ و دمای ۴ °C کمترین میزان کاهش ترکیبات رنگی را داشت (ضریب تبیین بیش از ۰/۹۰) و به‌عنوان تیمار بهینه معرفی شد. هر دو ریزکپسول حاوی پلی‌وینیل‌پیرولیدون و مالتودکسترین با داشتن دمای انتقال شیشه‌ای به ترتیب ۱۲۱/۳۵ و ۸۲ °C، در دمای محیط پایدار بودند.

واژه‌های کلیدی: پایداری ریزکپسول، عصاره رنگی، فنوفیتین، کلروفیل، گزنه.

۱. مقدمه

گیاهان دارویی یکی از مهم‌ترین محصولات کشاورزی ایران هستند که بخش اعظم آن به صورت عرقیات و اسانس‌ها فرآوری شده و به بازارهای داخلی و خارجی عرضه می‌شوند. در سال ۱۳۹۸، ۱۷۰ هزار تن عرقیات و اسانس در کشور تولید شد؛ ضایعات این کارخانه‌ها، منبعی ارزان قیمت، حاوی ترکیبات ارزشمند و طبیعی، هستند که در تولید انواع افزودنی‌های عمل‌گرا و سلامت افزا بکار می‌روند. یکی از موادی که می‌توان از ضایعات گیاهان دارویی استخراج نمود رنگ طبیعی است.

رنگ یکی از خصوصیات کیفی مواد غذایی است که امروزه نقش مهمی در پذیرش مصرف‌کنندگان دارد و تقاضا برای محصول غذایی با رنگ نامناسبی به شدت کاهش می‌یابد. رنگ‌های مورد استفاده در صنعت غذا به سه دسته‌ی معدنی، مصنوعی و طبیعی تقسیم می‌شوند. علی‌رغم گسترش رنگ‌های مصنوعی، امروزه اکثر مردم جهان ترجیح می‌دهند در رژیم غذایی خود از ترکیبات طبیعی به‌جای انواع مصنوعی استفاده کنند [۱]. به دلیل عوارض و مشکلات رنگ‌های مصنوعی برای مصرف‌کنندگان، استفاده از آنها از سوی سازمان‌های بین‌المللی و انستیتوهای تحقیقاتی مانند انستیتو ملی سرطان روز به روز محدودتر می‌شود و تولید رنگ‌های طبیعی و توسعه کاربرد آنها در صنایع غذایی، دارویی، آرایشی و بهداشتی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است.

کلروفیل رنگدانه سبز طبیعی است که به‌طور گسترده‌ای برای رنگ کردن فرآورده‌های لبنی، روغن‌های خوراکی، کیک، نوشیدنی‌ها، آب‌میوه، ژله‌ها، پاستا، غذای کودک، آدامس، محصولات قنادی و حفظ رنگ سبزی‌های منجمد و یا کنسرو شده کاربرد دارد [۲،۳]. ضایعات فرآوری گیاهان دارویی حاوی مقادیر متنابهی از کلروفیل و مشتقات آن هستند.

کلروفیل با استفاده از حلال‌های آلی از قبیل استون، متانول، اتانول و دی‌متیل سولفوکسید از بافت گیاهی استخراج می‌شود [۴]. به‌منظور افزایش راندمان استخراج از نسبت‌های مختلف آب در حلال‌های آلی استفاده می‌شود [۵]. ژو و همکاران (۲۰۱۰) در استخراج کلروفیل از کلم چینی، حلال‌های استون و اتانول خالص و نسبت‌های مختلف آنها را مورد بررسی قرار دادند و پایداری کلروفیل استخراجی را

مقایسه نمودند [۶].

درین و همکاران (۲۰۱۷) فرآیند استخراج کلروفیل و لوتئین از ضایعات اسفناج را با استفاده از روش سطح پاسخ بهینه نمودند [۷]. استخراج کلروفیل از برگ‌ها (در افاقیا)، سوزن برگ‌ها (در کاج) و ریزجلبک‌ها انجام شده است [۸]. همچنین بازده استخراج کلروفیل از گیاهانی چون یونجه، توت، شاتوت و چمن، نشان داد بیشترین بازده کلروفیل کل از برگ درخت شاتوت (با ۶۹۲ mg/100gdry matter) و سپس از چمن (۴۳۵ mg/100gdry matter) به دست آمد [۴]. در تحقیق دیگری بیان شد که راندمان بیشینه کلروفیل طی استخراج از یونجه در شرایط دمای ۵۳/۲ °C، مدت زمان ۸۳/۳۴ min و نسبت حلال به ماده جامد ۹:۹۹ حاصل شد [۵].

از نظر ساختمانی کلروفیل از چهار حلقه پیرول که به یکدیگر متصل شده‌اند تشکیل شده و در مرکز آن یک اتم منیزیم قرار گرفته است [۹]. با توجه به عدم پایداری کلروفیل در محیط‌های غذایی پایداری آن ضروری است یکی از روش‌های پایداری ترکیبات رنگی ریزپوشانی است. ریزپوشانی مواد رنگی، عطری و سایر مواد مؤثره در صنایع غذایی و داروسازی به‌طور گسترده‌ای بکار می‌رود [۱۰]. ریزپوشانی با استفاده از مواد دیواره مختلف انجام می‌شود و افزایش کارایی ریزپوشانی مستلزم، قابلیت سازگاری مواد هسته با دیواره است [۱۱]. ماده دیواره یا حامل در فرآیند ریزپوشانی، انواع مختلف کربوهیدرات‌ها (نشاسته، مالتودکسترین، سیروپ ذرت، دکسترین، ساکارز، دکسترین‌های حلقوی)، سلولز (کربوکسی‌متیل سلولز، متیل سلولز، اتیل سلولز، نیتروسلولز، استات سلولز)، صمغ‌ها (صمغ آکاسیا، آگار، سدیم‌آلژینات، کاراجینان و...)، چربی‌ها (واکس، پارافین، بیس واکس، دی‌گلیسریدها، مونوگلیسریدها، روغن‌ها و چربی‌ها)، پروتئین‌ها (گلوتن، کازئین، ژلاتین، آلبومین، هموگلوبین، پپتیدها و...) هستند [۱۲].

مالتودکسترین‌ها به‌علت توانایی تشکیل شبکه و کارایی ریزپوشانی بالا، پایین‌بودن گرانشی محلول حتی در غلظت‌های بالا، در دسترس بودن در وزن‌های مولکولی مختلف و پایین بودن قیمت، دیواره مناسبی هستند و در

ریزپوشانی شده سطح کمتر و اندازه بزرگ‌تری داشتند و پایدارتر از انواع خشک‌شده با روش پاششی و انجمادی، بودند. خشک‌کن غلتکی تا ۵۰٪ و پس از آن خشک‌کن انجمادی و خشک‌کن پاششی به ترتیب بیش از ۳۵ و ۲۰٪ بتاکاروتن را حفظ کردند [۱۸]. سینتیک تجزیه و تخریب کاروتنوئیدهای محلول در آب زعفران (عمدتاً کروسین‌ها) ریزپوشانی شده با مواد دیواره پلی‌وینیل‌پیرولیدون ۴۰ و ۳۶۰ و پولولان در شرایط مختلف فعالیت آبی (۰/۷۵، ۰/۶۴، ۰/۵۳، ۰/۴۳) در تاریکی و دمای ۳۵ °C بررسی شدند. نتایج نشان داد پلی‌وینیل‌پیرولیدون ۴۰ به میزان زیادی اکسایش گلیکوزیدهای کروسین را کاهش داد و مؤثرترین حامل تحت شرایط مختلف نگهداری بود. دمای انتقال شیشه‌ای پولولان، پلی‌وینیل‌پیرولیدون ۴۰ و ۳۶۰ به ترتیب ۱۵۱، ۱۲۷ و ۱۳۸ °C گزارش شد [۱۴].

استراگول ۲ (ماده مؤثره ریحان) و اسانس تاروژن، با آلفاسیکلودکسترین، بتاسیکلودکسترین، هیدروکسی‌پیرول بتاسیکلودکسترین، بتاسیکلودکسترین متیله شده تصادفی، بتاسیکلودکسترین کمی متیله شده، گاماسیکلودکسترین و مواد دیواره و هسته با نسبت‌های مولی مختلف ترکیب شدند و ریزکپسول‌ها با استفاده از خشک‌کردن انجمادی تهیه شدند. نتایج نشان داد ریزپوشانی باعث رهایش کنترل‌شده استراگول شد [۱۹].

به دلیل عدم وجود تحقیقات مدون در خصوص استخراج رنگ‌های طبیعی از ضایعات فرآوری گیاهان دارویی، این پژوهش با هدف بهینه‌سازی شرایط استخراج با حلال ترکیبات رنگی از ضایعات فرآوری گیاه گزنه و بررسی تأثیر فرآیند ریزپوشانی با استفاده از دیواره‌های مالتودکسترین و پلی‌وینیل‌پیرولیدون بر پایداری عصاره رنگی استخراج شده طی ۲۱ روز انجام شد.

۲. مواد و روش‌ها

۱.۱.۲ مواد

ضایعات گزنه حاصل از اسانس‌گیری از یکی از کارخانه‌های

ریزپوشانی به‌طور گسترده بکار می‌روند [۱۳].

پلی‌وینیل‌پیرولیدون^۱، نیز ماده دیواره مناسبی است زیرا توانایی تشکیل فیلم را دارد، از حلالیت آبی خوب برخوردار است و طی آب‌زدایی و خشک‌کردن، بی‌شکل است. همچنین، این ماده به محض آب‌زدایی و خشک‌کردن، کریستالیزه (متبلور) نمی‌شود و ماتریس، ترکیبات ریزپوشانی شده حفظ می‌شوند [۱۴]. این ماده همچنین از ایمنی و زیست‌سازگاری مطلوبی برخوردار است [۶].

محققان نشان دادند ریزپوشانی رنگدانه‌ها و پیگمان‌ها با استفاده از مواد دیواره مختلف موجب افزایش پایداری آنها می‌شود. برای مثال زمان نگهداری بیکسین با ریزپوشانی آن با صمغ عربی و مالتودکسترین تا ده برابر افزایش یافت [۱۵]. در تحقیق دیگری پوشش لیکوپین با ترکیب ژلاتین/گلوکز انجام شد و طی دو ماه نگهداری تنها ۲۰٪ کاهش رنگ در لیکوپین ریزپوشانی شده مشاهده شد در حالی که انواع بدون پوشش به‌طور کامل تخریب شدند [۱۶]. همچنین استفاده از نشاسته تغییر یافته کاساوا به جای مالتودکسترین به‌عنوان دیواره، پایداری بتاکاروتن را بیشتر افزایش داد و ذرات ریزپوشانی شده کوچک‌تر با اندازه‌هایی یکنواخت‌تر ایجاد کرد.

تأثیر مالتودکسترین نشاسته با درجه هیدرولیز متفاوت (۴، ۲۵، ۱۵ و ۳۶/۵) بر پایداری اکسایشی آلفا و بتاکاروتن که با روش خشک‌کن پاششی تهیه شده بود بررسی شد و گزارش شد مالتودکسترین ۷۲ تا ۲۲۰ مرتبه، زمان ماندگاری کاروتن‌ها را افزایش داد و تأثیر مالتودکسترین با درجه هیدرولیز ۳۶/۵ در حفظ کاروتن‌ها از سایر مالتودکسترین‌ها بیشتر بود. همچنین با افزایش غلظت دیواره از ۱۰ به ۱۵٪، سرعت تخریب ترکیبات کاروتنوئیدی تقریباً ۷۵٪ کاهش یافت [۱۷].

نوع روش خشک‌کردن نیز بر پایداری ریزکپسول‌ها مؤثر است. تأثیر سه روش خشک‌کردن پاششی، انجمادی و غلتکی بر میزان ابقای بتاکاروتن ریزپوشانی شده (دیواره مالتودکسترین با درجه هیدرولیز ۵) بررسی شد. نتایج نشان داد در روش خشک‌کردن غلتکی، ذرات

2. estragole

1. polyvinylpyrrolidone(PVP)

نمودن عصاره غلیظ‌شده ترکیبات رنگی به ۲۰٪ رسانده شد. محلول‌های تهیه‌شده به‌منظور یکنواخت‌شدن به مدت ۳۰ min با همزن مغناطیسی هم‌زده شدند. محلول‌های حاوی مواد دیواره و هسته به‌طور مجزا توسط خشک‌کن پاششی (BUCHI model: Mini Spray Dryer B-191) با دمای ورودی و خروجی به ترتیب 180°C و 90°C خشک شدند. آزمایش‌های مختلفی شامل راندمان ریزپوشانی، بررسی ریز ساختار شامل عکس‌برداری (با میکروسکوپ الکترونی)، دمای گذار شیشه‌ای (با استفاده از دستگاه گرماسنج پوششی تفاضلی)، دانسیته توده و میزان رطوبت پودرها (با کمک دستگاه سنجش رطوبت به روش مادون قرمز) انجام شد.

۲.۴.۲. بررسی سینتیک پایداری ریز کپسول‌ها

جهت بررسی سینتیک، ریزکپسول‌های تهیه‌شده را در پلاستیک‌های از جنس پلی‌اتیلن بسته‌بندی نموده و به مدت ۴۵ روز در دسیکاتور و در رطوبت نسبی ۴۵٪ و دمای 4°C ، ۲۵ و ۴۰ نگه داشته شدند. جهت ایجاد رطوبت‌های نسبی مورد نظر از محلول‌های اشباع نمک نیترات منیزیم، کلرید سدیم استفاده شد. برای کنترل دما نیز مجموعه دسیکاتور در داخل انکوباتور قرار داده شدند. در زمان‌های مختلف نمونه‌برداری شد و آزمون‌های تعیین مقدار کلروفیل و فتوفیتین در مورد نمونه‌های ریزپوشانی شده انجام شد. داده‌های حاصل از آزمایش‌های مختلف با آزمایش فاکتوریل در قالب طرح کاملاً تصادفی تجزیه و تحلیل آماری شدند.

۳.۴.۲. بازده استخراج عصاره رنگی

از تقسیم وزن عصاره تغلیظ شده بر وزن ماده اولیه، مقدار کل ماده خشک عصاره استخراج‌شده محاسبه و به‌صورت درصد بیان شد (رابطه ۱) [۴].

$$(1) \quad 100 \times \frac{\text{وزن عصاره تغلیظ شده}}{\text{وزن اولیه}} = \text{بازده استخراج}$$

۴.۴.۲. اندازه‌گیری کلروفیل و فتوفیتین

جذب عصاره‌ها در طول موج‌های ۶۴۵، ۶۶۳، ۶۶۵ و

فرآوری گیاهان دارویی استان خراسان رضوی تهیه شد. کلیه مواد شیمیایی با درجه آزمایشگاهی از شرکت‌های سیگما و مرک خریداری شدند.

۲.۲. آماده سازی

در این تحقیق ابتدا ضایعات گیاهی گزنه (مواد گیاهی در دیگ‌های تقطیر پس از اسانس و عرق‌گیری) تهیه و در دمای 60°C خشک و تا زمان انجام آزمایش در دمای 18°C نگهداری گردید.

۳.۲. بهینه‌سازی استخراج ترکیبات رنگی

به‌منظور تعیین شرایط بهینه استخراج ترکیبات رنگی از روش رویه سطح پاسخ استفاده شد که با متغیرهای مستقل: نسبت ماده خام به حلال (۶۰:۴۰، ۷۰:۳۰ و ۵۵:۴۵ (وزنی-حجمی)، غلظت اتانول (۱۰۰٪ آب)، ۵۰ و ۱۰۰ (w/w)، زمان ۱، ۴ و ۷ و درجه حرارت 20°C ، 40°C و 60°C ، بهترین تیمار یا تیمارهای دارای بالاترین راندمان استخراج انتخاب گردیدند [۷]. سطوح متغیرهای پیش‌بینی‌شده در طرح باکس بنکن مطابق جدول (۱) در نظر گرفته شد. تحت شرایط فوق (نسبت‌های مختلف ماده اولیه به حلال، درصد خلوص حلال، زمان و درجه حرارت استخراج) عصاره‌های مختلف استخراج شد. عصاره رنگی حاصل صاف شد. زیر صافی با استفاده از دستگاه تبخیرکننده دوار تا ۶۰٪ تغلیظ شد. عصاره تغلیظ شده تا زمان انجام آزمایش در دمای 18°C نگهداری شد. آزمون‌های میزان کلروفیل کل و فتوفیتین کل در آنها اندازه‌گیری شدند [۲۰].

۴.۲. ریزپوشانی ترکیبات رنگی استخراج‌شده

۱.۴.۲. فرآیند تهیه‌ی ریزکپسول

ترکیب بهینه انتخاب‌شده از مرحله قبل، با استفاده از دیواره‌های مالتودکسترین و پلی‌ونیل پیرولیدون ریزپوشانی شد. به‌منظور انجام عمل ریزپوشانی ابتدا محلول‌های مالتودکسترین و پلی‌ونیل پیرولیدون ۱۰٪ تهیه گردیدند و سپس میزان مواد جامد محلول هر یک از محلول‌ها با اضافه



دمای انتقال شیشه‌ای با استفاده از دستگاه گرماسنج پویشی تفاضلی^۲ مجهز به سیستم خنک‌کننده نیتروژن مایع تعیین گردید [۲۲].

۹.۴.۲. تجزیه و تحلیل آماری

به منظور بررسی اثرات متغیرهای فرآیند استخراج ترکیبات رنگی، از طرح باکس بنکن استفاده گردید. این طرح شامل چهار متغیر در سه سطح و سه تکرار بود. برای طراحی آزمایش و تجزیه و تحلیل نتایج از نرم‌افزار دیزاین اکسپرت (نسخه ۱۱) استفاده گردید. بدین منظور معادلات ریاضی درجه دوم کامل با استفاده از تجزیه رگرسیون گام‌به‌گام پس‌رونده روی متغیرهای وابسته برازش شدند. در روش سطح پاسخ، طرح باکس بنکن برای هر متغیر وابسته مدلی تعریف می‌شود که آثار اصلی و متقابل فاکتورها را روی هر متغیر جداگانه بیان می‌نماید. مدل چند متغیره به صورت رابطه (۸) می‌باشد [۲۲].

$$Y = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j X_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} X_j^2 + \sum_{i=1}^{j-1} \sum_{j=2}^k \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (8)$$

که Y ، پاسخ پیش‌بینی شده؛ β_0 ، ضریب ثابت؛ β_i و β_{ij} ، اثرات خطی، مربعی و اثرات متقابل؛ X_j و X_i ، متغیرهای مستقل و ε ، خطا.

هم‌چنین، مدل‌های به‌دست‌آمده از بررسی رفتار متغیرها بر خصوصیات عصاره‌های استخراج‌شده، به‌منظور بهینه‌سازی مورد استفاده قرار گرفت. بهینه‌سازی با هدف به‌دست‌آوردن بیشترین میزان ترکیبات رنگی انجام شد. سپس میزان ترکیبات رنگی در شرایط بهینه، اندازه‌گیری شد. برای بهینه‌سازی از نرم‌افزار دیزاین اکسپرت استفاده گردید و به‌منظور تأیید صحت مدل‌ها، نتایج پیشگویی شده و تجربی با نمونه شاهد با نرم‌افزار MStatC و براساس آزمون دانکن در سطح ۵٪ ($P < 0.05$) مقایسه شدند.

تجزیه و تحلیل نتایج بررسی پایداری ریز کپسول‌ها با استفاده از طرح کاملاً تصادفی در قالب آزمایش فاکتوریل (مقدار کلروفیل آ و ب) با سه تکرار انجام شد و میانگین‌ها با استفاده از آزمون دانکن با یکدیگر مقایسه شدند.

۶۵۵ خوانده شد و مقدار کلروفیل و فتوفیتین کل و کلروفیل آ و ب بر اساس رابطه‌های (۲، ۳، ۴، ۵) محاسبه شدند [۲۱].

$$(2) \quad \text{کلروفیل کل} = 22/57A663 + 37/15A645$$

$$(3) \quad \text{فتوفیتین کل} = 4/7A655 + 32/15A665$$

$$(4) \quad a \text{ کلروفیل} = \frac{(19/3A663 - 0/86A645)V}{100W}$$

$$(5) \quad b \text{ کلروفیل} = \frac{(19/3A645 - 3/6A663)V}{100W}$$

۵.۴.۲. راندمان ریزپوشانی ترکیبات رنگی

برای تعیین راندمان ریزپوشانی، خارج قسمت مقدار ترکیبات رنگی در ریزکپسول‌های تهیه‌شده به مقدار این ترکیبات در عصاره‌ی آبی خشک‌شده، مطابق رابطه (۶) محاسبه شد [۲۲]:

$$(6) \quad = \text{راندمان تولید ریزکپسول (درصد)}$$

$$= \frac{\text{جرم کل کپسول های به دست آمده بعد از ریز پوشانی}}{\text{جرم کل مواد جامد قبل از ریز پوشانی}} \times 100$$

۶.۴.۲. تعیین رطوبت ریزکپسول‌ها

از طریق وزن سنجی تحت خلأ انجام شد. ۱ gr از ریزکپسول‌های حاصل از فرآیند ریزپوشانی را در آن با دمای 70 ± 1 سانتی‌گراد و خلأ ۱ بار به مدت ۶ hr به وزن ثابت رسید (AOAC, ۱۹۹۷).

$$(5) \quad \text{محتوی درصد رطوبت} = \frac{\text{وزن رطوبت (گرم)}}{\text{وزن ریزپوشانی شده (گرم)}} \times 100$$

۷.۴.۲. تعیین دانسیته‌ی توده (Bulk density)

حدود ۲۰ gr نمونه (مطابق استاندارد انگلستان) به داخل استوانه مدرج منتقل شد و حجم مربوطه از استوانه مدرج قرائت شد. طبق رابطه (۷) و با سه تکرار محاسبه انجام شد:

$$(7) \quad \rho_b = \frac{m}{V_b}$$

ρ_b = دانسیته‌ی توده (ظاهری)، m = جرم توده، V_b = حجم مربوط به توده‌ی جرم ماده‌ی غذایی [۲۳].

۸.۴.۲. تعیین دمای انتقال شیشه‌ای^۱

هفت روز پس از سپری شدن دوره‌ی نگهداری در رطوبت نسبی $75/29 \pm 0/12$ ٪، دمای انتقال شیشه‌ای تعیین شد.

۳. نتایج و بحث

گرفتند. لازم به ذکر است که از نظر آماری مدلی مناسب است که آزمون ضعف برازش^۱ آن معنی‌دار نبوده و دارای بالاترین ضریب تبیین و ضریب تبیین اصلاح شده باشد. از تجزیه و تحلیل واریانس و رگرسیون به منظور بررسی همخوانی مدل‌های پیشنهادی و بررسی ماری معنی‌داری متغیرهای مدل استفاده شد ضرایب رگرسیونی معادلات تجربی و ضریب تبیین اصلاح شده مربوطه در جدول (۱) نشان داده شده است.

۱.۳. بهینه‌یابی شرایط استخراج عصاره رنگی گزنه با استفاده از روش سطح پاسخ و تعیین مدل مناسب به منظور تعیین مدل تجربی برای پیش‌بینی پاسخ، معادلات چندجمله‌ای شامل خطی، دو فاکتوریل (تعاملی)، درجه ۲ و درجه ۳ بر داده‌های به دست آمده از روش سطح پاسخ برازش شدند. سپس این مدل‌ها مورد آنالیز آماری قرار

جدول (۱) تجزیه تحلیل واریانس برای مدل‌های چندجمله‌ای درجه دوم پیش‌بینی شده بر متغیرهای پاسخ (ویژگی‌های کمی و کیفی) عصاره رنگی گزنه

Table 1. Analysis of variance for quadratic polynomial models predicted on response variables (quantitative and qualitative properties) of color extract

فئوفیتین Pheophytin (mg/g)		کلروفیل Chlorophyll (mg/g)		راندمان استخراج (%) Extraction efficiency (%)		درجه آزادی Degree of freedom	منبع Source
مجموع مربعات Sum of squares	ضریب رگرسیون Regression coefficient	مجموع مربعات Sum of squares	ضریب رگرسیون Regression coefficient	مجموع مربعات Sum of squares	ضریب رگرسیون Regression coefficient		
59.14	+96.39***	1336	+91.60***	200.48	96.39***	14	مدل اثرات مستقل single effects model
6.37	-2.31***	53.25	18.51**	5.92	-2.32***	1	نسبت حلال به ماده اولیه (A) ratio of solvent to raw material (A)
13.85	-0.22***	107.49	3.30***	80.45	-0.22***	1	غلظت حلال (B) solvent concentration (B)
2.83	-13.86***	121.08	70.52***	11.77	-13.86***	1	زمان (C) Time ©
0.08	-1.006*	447.36	-28.01***	2.02	ns		دما (D) Temperature (D)
							اثرات درجه دوم
0.78	ns	64.98	-0.22**	ns	ns	1	A*A
5.03	0.01***	ns	-0.017	16.84	0.01***	1	B*B
0.90	1.09*	ns	-4.28	ns	1.09*	1	C*C
0.06	ns	460.84	0.33***	ns	ns	1	D*D
							اثرات متقابل
2.11	-0.006**	50.92	-0.024**	4.10	-6.75**	1	A*B
0.95	0.07*	97.38	-0.55***	ns	0.074*	1	A*C
0.03	ns	210.71	0.12***	ns	ns	1	D*A
2.36	ns	83.14	0.15**	ns	ns		B*C
0.54	-0.003*	52.68	-0.018**	ns	-3.44*	1	B*D
0.98	0.09**	188.1	-0.57***	5.06	0.09***	1	C*D
2.44		116.31		6.45		12	مانده‌ها Residual

1. Lack of fit

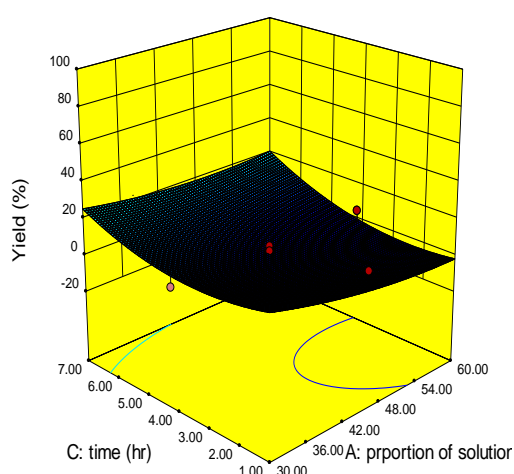


فتوفیتین Pheophytin (mg/g)		کلروفیل Chlorophyll (mg/g)		راندمان استخراج (%) Extraction efficiency (%)		درجه آزادی Degree of freedom	منبع Source
مجموع Sum of squares	ضریب Regression coefficient	مجموع Sum of squares	ضریب Regression coefficient	مجموع مربعات Sum of squares	ضریب Regression coefficient		
2.41	ns	113.9		6.56		10	عدم برازش Lack of fit
0.03		2.41		9.24		2	خطای خالص Pure error
61.34		1453		207.13		26	کل Cor total
	7.45		31.13		7.45		انحراف معیار
	29.46		194.22		29.46		میانگین
	25.27		16.03		25.27		ضریب تغییرات (درصد)
	0.97		0.92		0.97		ضریب تبیین
	0.93		0.83		0.93		ضریب تبیین تعدیل شده
	0.80		0.53		0.79		ضریب تبیین پیش‌بینی شده

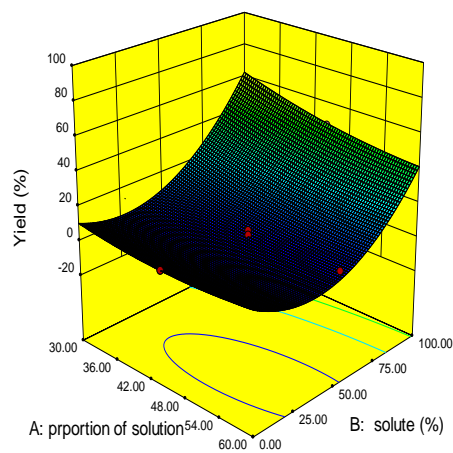
۲.۳. اثر پارامترهای استخراج بر بازده استخراج

به منظور به دست آوردن مدل تجربی برای پیش‌بینی پاسخ‌های راندمان استخراج ترکیبات رنگی، رابطه‌های چندجمله‌ای شامل خطی، دو فاکتوری (تعاملی)، درجه ۲ و درجه ۳ بر داده‌های به دست آمده از این پاسخ‌ها برازش داده شدند و عبارات بی‌معنی از رابطه پیشگو حذف شدند. روند تغییرات بازده استخراج با توجه به مؤلفه‌های استخراج به صورت نمودار رویه پاسخ در شکل (۱) و جدول (۱) مشاهده می‌شود.

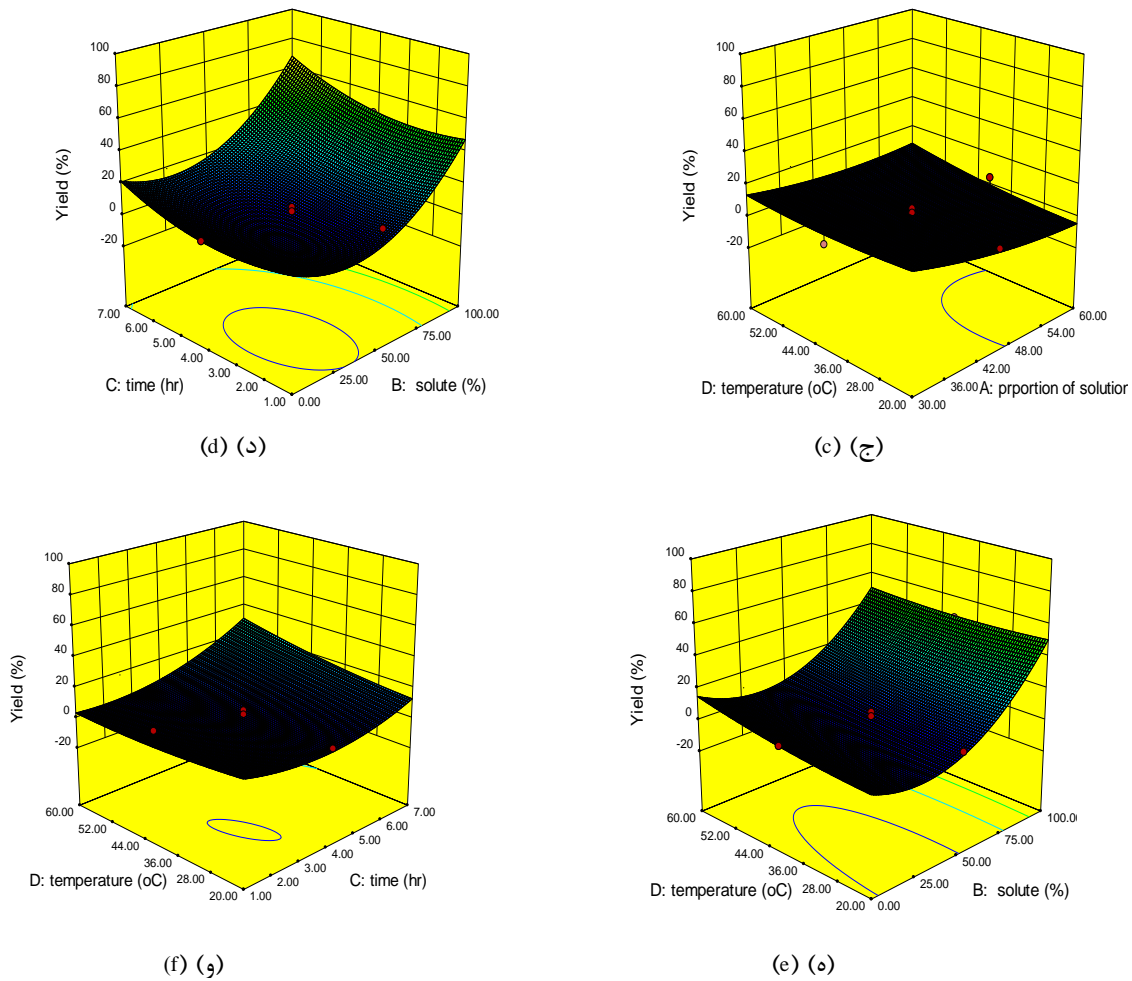
طبق جدول (۱)، مدل‌های رگرسیونی حاصل، معنی‌دار و ضریب تبیین بالایی داشتند (۰/۹۷-۰/۹۲). ضریب تبیین تعدیل شده نیز معنی‌داری بالای آنها را تأیید کرد (۰/۹۳-۰/۸۳). ضریب تغییرات داده‌ها نیز در محدوده قابل قبول بود (۱۶/۳-۲۵/۲۷). آزمون ضعف برازش (نشان دهنده کارایی مدل‌ها در برازش داده‌ها) معنی‌دار نبود که گویای این مطلب است که مدل‌های به دست آمده از دقت کافی در پیش‌بینی بازده استخراج، میزان کلروفیل و فتوفیتین برخوردار بودند.



(ب) (ب)



(الف) (ا)



شکل (۱) نمودار سطح پاسخ (الف) تأثیر نسبت حلال به ماده اولیه و غلظت حلال؛ (ب) تأثیر نسبت حلال به ماده اولیه و زمان (ساعت)؛ (ج) تأثیر نسبت حلال به ماده اولیه و درجه حرارت (درجه سلسیوس)؛ (د) تأثیر غلظت حلال و زمان (ساعت)؛ (ه) تأثیر غلظت حلال و درجه حرارت (درجه سلسیوس)؛ (و) تأثیر دما (درجه سلسیوس) و زمان (ساعت)؛ بر راندمان استخراج ترکیبات رنگی از گزنه

Fig 1. Response surface plot a) The effect of solvent ratio to raw material and solvent concentration; b) The effect of solvent ratio to raw material and time (hour); c) The effect of solvent ratio to raw material and temperature (°C); d) The effect of solvent concentration and time (hour); e) The effect of solvent concentration and temperature (°C); f) The effect of temperature (°C) and time (hour) on efficiency of color component extraction from *Urtica dioica*

آزمون ضعیف برازش آن معنی بود ($P < 0.05$) و ضریب تغییرات آن نیز در حد قابل قبول (۲۵/۲۷) می‌باشد که نشان دهنده مناسب بودن مدل ارائه شده است. همانطور که از شکل‌های (۱-الف، د و ه) مشاهده می‌شود، راندمان استخراج ترکیبات رنگی با افزایش غلظت حلال در نسبت‌های مختلف اتانول به ماده اولیه و زمان افزایش یافت (شکل ۵ الف، د و ه) به طوری که بیشترین راندمان استخراج در ۱۰۰٪ غلظت اتانول و زمان ۷ hr استخراج حاصل شد. غلظت حلال، درصد حلال به ماده اولیه، زمان و درجه

با توجه به جدول تجزیه واریانس اثر مستقل نسبت حلال به ماده اولیه، غلظت حلال و زمان استخراج و مجذور همه متغیرها به جز مجذور نسبت حلال به ماده اولیه و درجه حرارت و اثر متقابل درجه حرارت و نسبت حلال و زمان استخراج و غلظت حلال بر راندمان استخراج ترکیبات رنگی معنی‌دار بود ($P < 0.05$). بررسی رابطه به دست آمده برای راندمان استخراج ترکیبات رنگی استخراج شده نشان می‌دهد که رابطه حاصل از ضریب تبیین (۰/۹۷) و ضریب تبیین تعدیل شده (۰/۹۳) بالایی برای پیشگویی برخوردار است.

سایر تیمارها بود [۲۸]. در این تحقیق تأثیر درجه دوم دما و نسبت حلال به ماده اولیه معنی‌دار نبود که احتمالاً به دلیل تخریب ساختمان ماده اولیه در اثر حرارت فرآوری می‌باشد. (۱-ب) نشان می‌دهد زمان استخراج تأثیر معنی‌داری بر بازده استخراج داشت. محققین نشان دادند در یک دمای مشخص با افزایش زمان فرآیند بازده استخراج کلروفیل افزایش و بعد از آن کاهش یافت. دلیل این امر، اکسایش و تخریب کلروفیل در زمان طولانی اعلام که موجب کاهش بازده شد [۲۵]. افزایش شدت استخراج ترکیبات زیست فعال از برگ‌های گیاه پیلیوم لنتیسکوس^۱ بعد از ده دقیقه نیز قبلاً گزارش شده بود [۲۹].

۳.۳. اثر پارامترهای استخراج بر میزان کلروفیل

روند تغییرات بازده استخراج با توجه به مؤلفه‌های استخراج به صورت نمودار رویه پاسخ در شکل (۲) و ضرایب رگرسیونی رابطه حاصل در جدول (۲) مشاهده می‌شود. با توجه به جدول تجزیه واریانس اثر مستقل، مجذور و متقابل کلیه تیمارها بر درصد کلروفیل معنی‌دار بود ($P < 0.05$) (شکل ۲ الف-و). بررسی رابطه به دست آمده برای درصد کلروفیل نشان می‌دهد که رابطه حاصل از ضریب تبیین (۰/۹۲) و ضریب تبیین تعدیل شده (۰/۸۳) بالایی برای پیشگویی برخوردار است. آزمون ضعف برازش آن بی‌معنی ($P < 0.05$) و ضریب تغییرات آن نیز در حد قابل قبول (۱۶/۰۳) بود که نشان دهنده مناسب بودن مدل ارائه شده است.

حرارت استخراج از عوامل مهم بهینه‌سازی فرآیند استخراج ترکیبات موجود در ماده گیاهی با هدف کاهش هزینه‌های صرف انرژی می‌باشند.

حلال مناسب به راحتی به داخل منافذ مواد گیاهی رسوخ می‌کند و موجب خروج ترکیبات رنگی می‌گردد [۲۴]. در تحقیقی راندمان استخراج کلروفیل گُرالا^۱ با استفاده از حلال‌های استن، اتانول و متانول ۸۰٪ نسبت به حلال خالص بیشتر بود و بیشترین استخراج به ترتیب مربوط به حلال‌های متانول، اتانول و استون بود [۲۵]. در استخراج کلروفیل نمونه‌های دریایی حلال متانول بر استون برتری داشت [۲۶]. اتانول نیز همانند متانول در استخراج کلروفیل مؤثر و کارآمد بود. احتمالاً علت این امر آن است که با توجه به اینکه کلروفیل به صورت ناهمگونی با سایر ترکیبات موجود در کلروپلاست پیوند دارد و حداقل دو یا حتی سه نوع از کلروفیل (b و c, a) در کلروپلاست موجود است، بنابراین قطبیت‌های مختلف حلال‌های آلی و آب منجر به استخراج انواع گوناگونی از کلروفیل می‌شود و همین امر موجب تفاوت در راندمان کلروفیل کل استخراجی می‌گردد [۲۷].

جدول (۱) و شکل (۱-ج) نشان می‌دهند زمان و غلظت حلال، تأثیر درجه دوم بر راندمان استخراج ترکیبات رنگی گزنه داشتند. با افزایش غلظت حلال و زمان استخراج، شکل راندمان نیز افزایش یافت به طوری که در غلظت ۱۰۰٪ اتانول، پس از ۷ hr بیشترین راندمان حاصل شد. محققین نشان دادند راندمان استخراج کلروفیل با اتانول ۹۶٪ بیش از

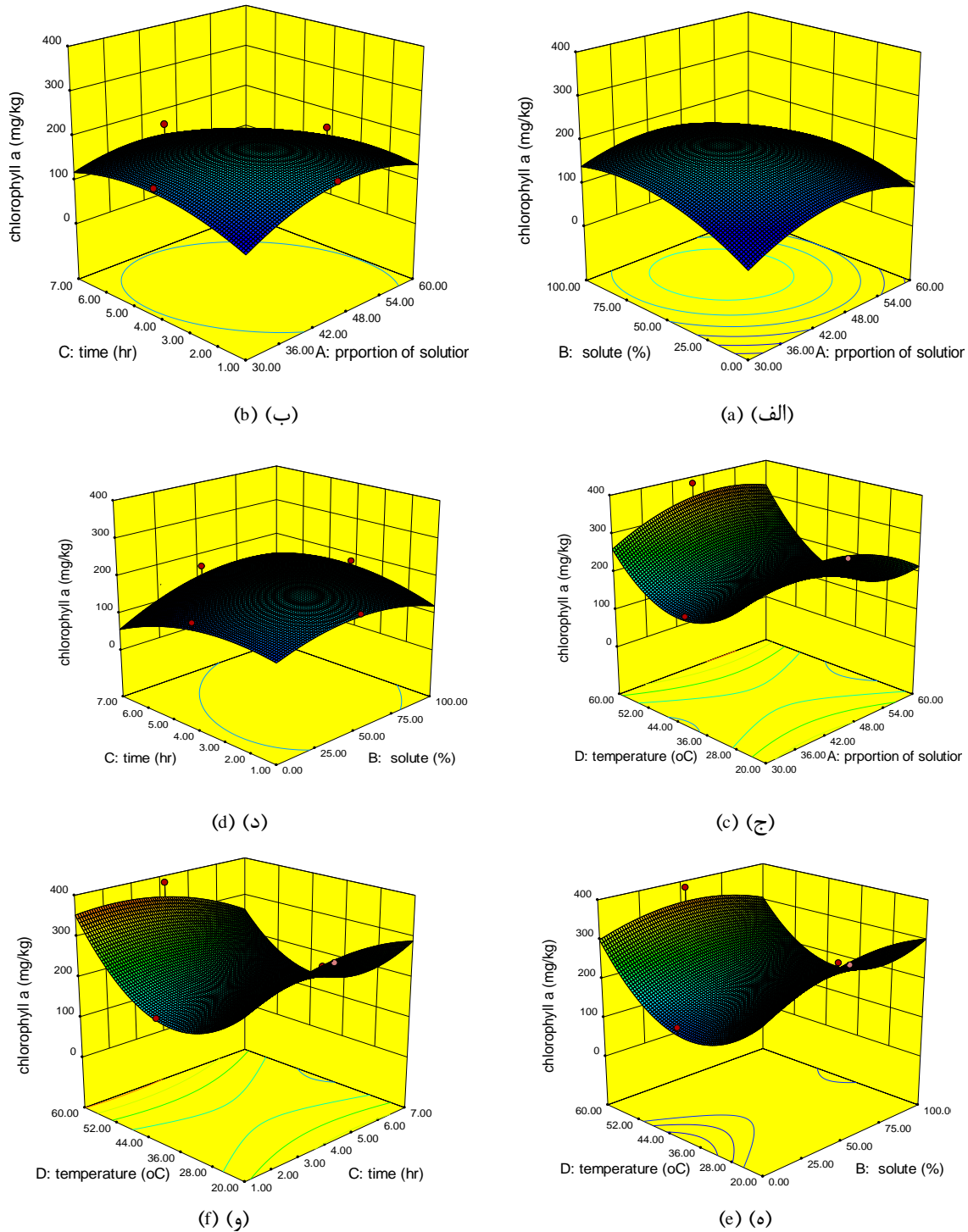
جدول (۲) آنالیز واریانس ضرایب رگرسیونی مدل‌های به دست آمده بر متغیرهای پاسخ (ویژگی‌های کمی و کیفی) عصاره گزنه

Table 2. Analysis of variance of regression coefficients of the obtained models on response variables (quantitative and qualitative characteristics) of *urtica dioica* extract

فئوفیتین (میلی گرم برگرم) Pheophytin (mg/g)	کلروفیل (میلی گرم برگرم) Chlorophyll (mg/g)	راندمان استخراج (%) Extraction efficiency (%)	نتایج Results
59.53±2.4a	341.5±1.04a	9/7±1.7a	نتایج روش سطح پاسخ (پیش‌بینی شده) Response surface results (predicted)
59.53±1.01a	355.55±12.9a	8.65± 0.13 a	نتایج آزمایش (مشاهده شده) Experiment results (observed)
55.34±1.1b	307.52±17.59b	6.9±0.1 b	شاهد control

*Means ± SD (standard deviation) within a column with the same lowercase letters are not significantly different at $P < 0.05$

ارقام دارای حروف مشترک در هر ستون (میانگین ± انحراف معیار) از لحاظ آماری تفاوت معنی‌داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن $P < 0.05$)



شکل (۲) نمودار سطح پاسخ (الف) تأثیر نسبت حلال به ماده اولیه و غلظت حلال؛ (ب) تأثیر نسبت حلال به ماده اولیه و زمان (ساعت)؛ (ج) تأثیر نسبت حلال به ماده اولیه و درجه حرارت (درجه سلسیوس)؛ (د) تأثیر غلظت حلال و زمان (ساعت)؛ (ه) تأثیر غلظت حلال و درجه حرارت (درجه سلسیوس)؛ (و) تأثیر دما (درجه سلسیوس) و زمان (ساعت) بر میزان کلروفیل موجود در عصاره گزنه

Fig 2. Response surface plot a) The effect of solvent ratio to raw material and solvent concentration ; b) The effect of solvent ratio to raw material and time (hour); c) The effect of solvent ratio to raw material and temperature (°C); d) The effect of solvent concentration and time (hour); e) The effect of solvent concentration and temperature (°C); f) The effect of temperature (°C) and time (hour) on Chlorophyll content in Nettle extract.

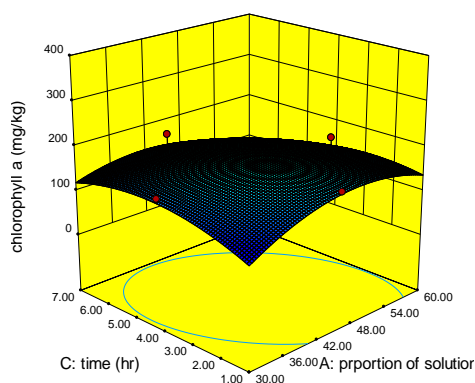
روند تغییرات بازده استخراج با توجه به مؤلفه‌های استخراج به صورت نمودار رویه پاسخ در شکل (۳) و ضرایب رگرسیونی رابطه حاصل در جدول (۱) مشاهده می‌شود. با توجه به جدول تجزیه واریانس اثر مستقل کلیه تیمارها، اثرات درجه دوم غلظت حلال و دما و اثرات متقابل نسبت حلال به ماده اولیه و زمان و دما، بر درصد فنوفیتین معنی‌دار بود ($P < 0/05$) (شکل ۵ الف-و). بررسی رابطه به دست آمده برای درصد فنوفیتین نشان می‌دهد که رابطه حاصل از ضریب تبیین (۰/۹۷) و ضریب تبیین تعدیل شده (۰/۹۳) بالایی برای پیشگویی برخوردار است. آزمون ضعف برازش آن بی‌معنی ($P < 0/05$) و ضریب تغییرات آن نیز در حد قابل قبول (۲۵/۲۷) بود که نشان‌دهنده مناسب بودن مدل ارائه شده است. همانطور که از شکل (۳-الف) مشاهده می‌شود، مقدار فنوفیتین با افزایش نسبت‌های مختلف اتانول به ماده اولیه، ابتدا کاهش و سپس افزایش یافت (شکل ۳ الف و ب) به طوری که بیشترین مقدار فنوفیتین در ۱۰۰٪ غلظت اتانول و نسبت حلال به ماده اولیه ۳۰:۷۰ حاصل شد. همچنین مقدار استخراج فنوفیتین با افزایش زمان افزایش یافت. شکل (۳-ب) نشان می‌دهد با افزایش درجه حرارت و غلظت حلال مقدار فنوفیتین افزایش می‌یابد و بیشترین مقدار فنوفیتین در غلظت ۱۰۰٪ اتانول و ۶۰ به دست آمد. شکل (۲) همچنین نشان می‌دهد افزایش درجه حرارت و زمان استخراج موجب افزایش استخراج فنوفیتین می‌گردد و حداکثر استخراج فنوفیتین در دمای ۶۰ °C طی ۷ hr حاصل شد.

همان‌طور که در شکل (۲-الف) مشاهده می‌شود، مقدار کلروفیل با افزایش غلظت حلال در نسبت‌های مختلف اتانول به ماده اولیه و زمان ابتدا افزایش و سپس کاهش یافت (شکل ۲ الف-د-و)، به طوری که بیشترین مقدار کلروفیل در ۵۰٪ غلظت اتانول و نسبت حلال به ماده اولیه ۴۵:۵۵ حاصل شد. چنین روندی در مورد زمان نیز مشاهده می‌شود به طوری که با افزایش نسبت حلال به ماده اولیه و زمان استخراج، مقدار کلروفیل نیز ابتدا افزایش و سپس کاهش یافت (شکل ۲-ب) و بیشترین مقدار کلروفیل در ۴ hr استخراج و نسبت حلال به ماده اولیه ۴۵:۵۵ حاصل شد. شکل (۲-ج) نشان می‌دهد روند مقدار کلروفیل با افزایش درجه حرارت استخراج افزایشی بود و با افزایش دما مقدار کلروفیل بیشتری استحصال شد به طوری که در دمای ۶۰ °C و نسبت حلال به ماده اولیه ۴۵:۵۵ بیشترین مقدار کلروفیل حاصل شد.

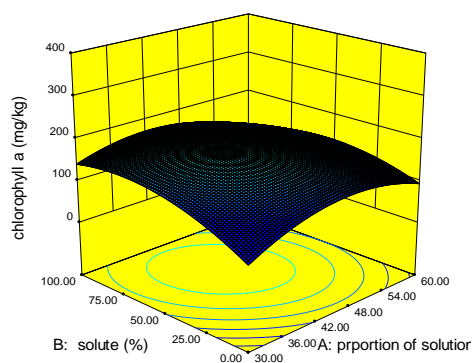
شکل (۲-د) نشان می‌دهد استخراج کلروفیل با افزایش غلظت حلال و زمان استخراج روندی افزایشی داشت به طوری که بیشترین مقدار کلروفیل در غلظت حلال ۱۰۰٪ طی ۷ ساعت استخراج حاصل شد.

شکل (۲-ه) نشان‌دهنده روند کاهشی و سپس افزایشی میزان کلروفیل با افزایش دمای استخراج در غلظت حلال و زمان استخراج بیشتر بود. در دمای ۶۰ °C طی ۴ hr استخراج و غلظت حلال ۵۰٪ بیشترین مقدار کلروفیل حاصل شد.

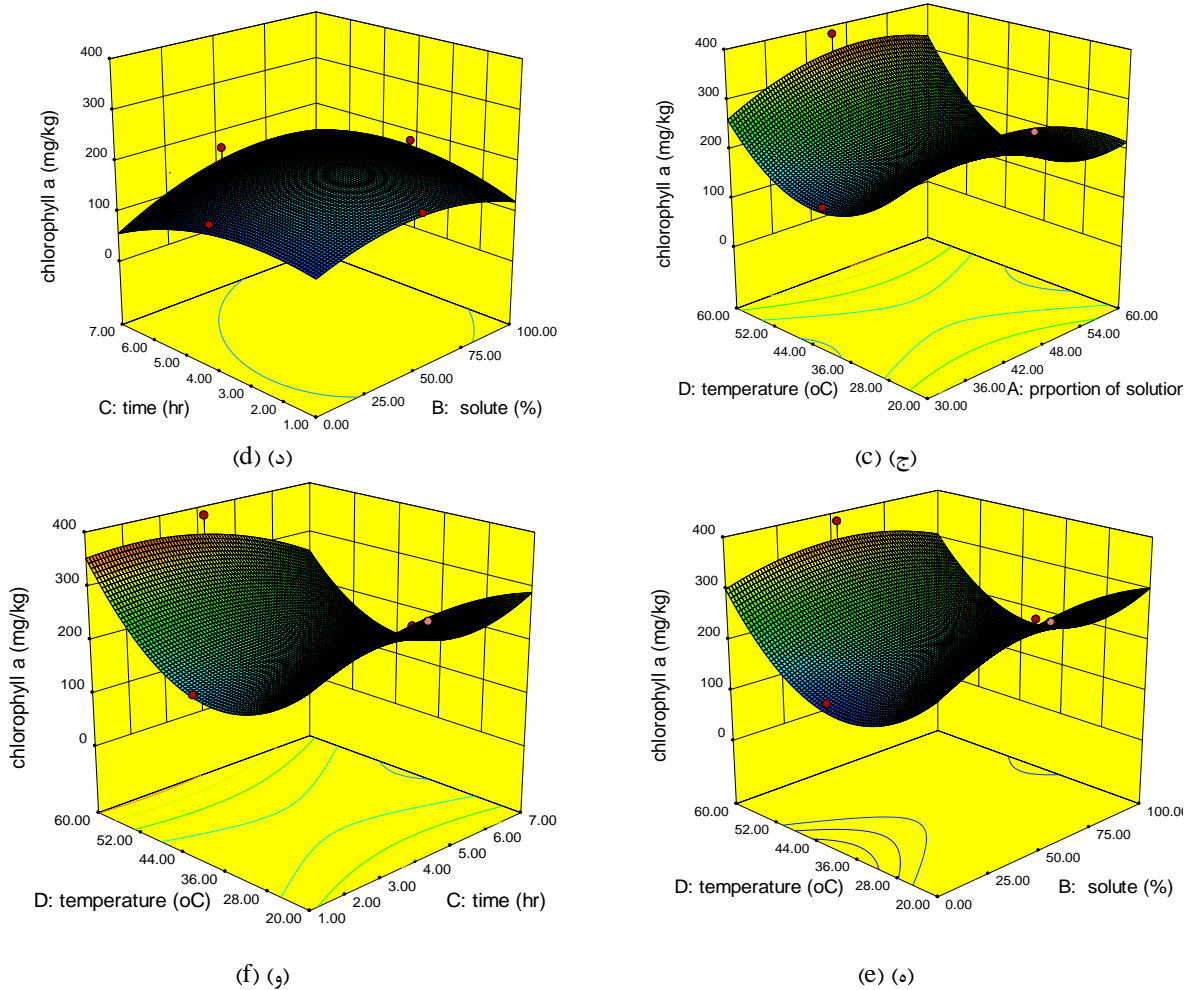
۴.۳. اثر پارامترهای استخراج بر میزان فنوفیتین



(ب) (ب)



(الف) (ا)



شکل (۳) نمودار سطح پاسخ (الف) تأثیر نسبت حلال به ماده اولیه و غلظت حلال؛ (ب) تأثیر نسبت حلال به ماده اولیه و زمان (ساعت)؛ (ج) تأثیر نسبت حلال به ماده اولیه و درجه حرارت (درجه سلسیوس)؛ (د) تأثیر غلظت حلال و زمان (ساعت)؛ (ه) تأثیر غلظت حلال و درجه حرارت (درجه سلسیوس)؛ (و) تأثیر دما (درجه سلسیوس) و زمان (ساعت) بر میزان فنوفیتین موجود در عصاره گزنه

Fig 3. Response surface plot a) The effect of solvent ratio to raw material and solvent concentration; b) The effect of solvent ratio to raw material and time (hour); c) The effect of solvent ratio to raw material and temperature ($^{\circ}\text{C}$); d) The effect of solvent concentration and time (hour); e) The effect of solvent concentration and temperature ($^{\circ}\text{C}$); f) The effect of temperature ($^{\circ}\text{C}$) and time (hour) on Pheophytin content in Nettle extract.

استفاده از تابع مطلوبیت^۳ حاصل شده است، به دست آمد. در شرایط بهینه برای استخراج ترکیبات رنگی گیاه گزنه (نسبت حلال به ماده اولیه ۷۰:۳۰، غلظت حلال ۱۰۰٪، دمای 20°C و زمان استخراج ۷ hr)، راندمان استخراج ۹/۷٪ و میزان کلروفیل و فنوفیتین به ترتیب ۵۴/۷۵ mgr و ۳۴۱/۵۴ gr بر ۱۰۰ gr حاصل شد. برای اطمینان از صحت شرایط، آزمایش در شرایط بهینه تکرار گردید و پاسخ‌های به دست آمده در جدول (۲) نشان داده شد. جدول (۲) نشان

۵.۳. بهینه‌سازی روش استخراج

شرایط بهینه استخراج ترکیبات رنگی از گیاه گزنه بر پاسخ‌ها از طریق بهینه‌یابی عددی^۱ و نموداری^۲ نرم‌افزار تعیین شد [۲۶]. بیشینه نمودن راندمان استخراج، میزان کلروفیل و فنوفیتین به‌عنوان اهداف مورد نظر آزمایش‌ها در تجزیه و تحلیل‌های آماری مورد نظر قرار گرفته و بدین گونه شرایط برای انجام فرآیند بهینه که از روش سطح پاسخ با

3. Desirability

1. Numerical optimization
2. Graphical optimization



بودن راندمان تولید ریزکپسول (جرم بیشتر ریزکپسول)، بالاتر بودن رطوبت ریزکپسول در آن غلظت می‌باشد، زیرا رطوبت نیز باعث افزایش جرم می‌شود. مقدار رطوبت نهایی ریزکپسول‌ها تحت تأثیر عوامل مختلفی همانند دربندی صحیح ظروف نگهداری و دمای محیط نگهداری می‌باشد [۲۲].

تفاوت در مقدار رطوبت را می‌توان به اختلاف تعداد گروه‌های پیونددهنده با آب در مولکول‌های مالتودکستروزین و پلی‌وینیل‌پیرولیدون نسبت داد. مقدار رطوبت عصاره آنتوسیانینی ریزپوشانی شده گیاه تاج خروس توسط مالتودکستروزین با درجه هیدرولیزهای مختلف و خشک‌شده به روش انجمادی حدود ۱/۲۵ تا ۵/۶۷٪ گزارش شده است [۳۱].

ریزکپسول‌های تهیه‌شده با ماده دیواره پلی‌وینیل‌پیرولیدون مقدار دانسیته توده (499 kg/m^3) بیشتری را در مقایسه با مالتودکستروزین داشت؛ بنابراین، در جرم‌های مساوی، به دلیل تخلخل کمتر، ریزکپسول‌های تولیدشده با پلی‌وینیل‌پیرولیدون حجم کمتری را نسبت به ریزکپسول‌های تهیه‌شده با مالتودکستروزین اشغال خواهند نمود. همان‌طور که از جدول (۳) مشاهده می‌شود افزایش رطوبت در دیواره‌های مختلف موجب افزایش دانسیته توده شده است. همان‌طور که قبلاً نیز ذکر گردید، مقدار دانسیته با رطوبت، رابطه مستقیم دارد.

می‌دهد مشاهدات تجربی و مدل‌ها از نظر راندمان استخراج، مقدار کلروفیل و فنوفیتین با یکدیگر تفاوت معنی‌داری نداشتند اما از نمونه شاهد به طور معنی‌داری بیشتر بودند ($P < 0.05$). عدم وجود تفاوت معنی‌دار مدل‌ها و مشاهدات تجربی، کارایی مدل‌ها را به‌خوبی اثبات می‌کند و تفاوت آنها با نتایج آزمایش‌های نمونه شاهد نشانگر توانایی روش فراصوت در استخراج ترکیبات رنگی است.

۶.۳ بررسی ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی ریزکپسول‌های تهیه‌شده

ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی ریزکپسول‌های تولیدشده در جدول (۳) نشان داده شده است. نتایج نشان داد که تأثیر نوع دیواره بر ویژگی‌های فیزیکی ریزکپسول‌های تولید شده، معنی‌دار بود ($P < 0.05$).

راندمان تولید ریزکپسول‌های تهیه‌شده با ماده دیواره مالتودکستروزین و پلی‌وینیل‌پیرولیدون به ترتیب ۷۴/۴۱ و ۷۸/۷۲٪ بود. مشخص شده است نوع و غلظت ترکیب پلیمری مورد استفاده به‌عنوان دیواره بر مقدار راندمان ریزپوشانی در مرحله خشک‌کردن و همچنین طی دوره نگهداری پودر مؤثر است [۳۰]. درصد رطوبت در ریزکپسول‌های تهیه‌شده با مالتودکستروزین کمتر از رطوبت ریزکپسول‌های حاوی پلی‌وینیل‌پیرولیدون بود (۳/۹۹٪ در مقایسه با ۸/۱۸٪). مشخص شده است یکی از دلایل بالاتر

جدول (۳) ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی ریزکپسول‌های تولیدشده.

Table 3. Physicochemical characteristics of produced microcapsules.

پلی‌وینیل‌پیرولیدون Polyvinyl pyrrolidone	مالتو دکستروزین Maltodextrin	ویژگی Property
78.72 a	74.41 b	راندمان تولید پودر ریزپوشانی شده (%) Efficiency production of microencapsulated powder (%)
8.18 a	3.99 b	رطوبت (درصد براساس وزن مرطوب) Moisture (on wet weight) (%)
499 a	405 b	دانسیته توده (kg/m^3) Bulk density (kg/m^3)
38.24 c	40.17 b	مؤلفه L* L* parameter
-2.11 a	-1.12 a	مؤلفه a* a* parameter
10.94 a	9.07 a	مؤلفه b* b* parameter

121.35 b	81.83 a	دمای انتقال شیشه‌ای Glass transition temperature
102.62 b	107.44 a	مقدار کلروفیل آ (mg/100g) Chlorophyll a content (mg/100g)
51.98 b	56.27 a	راندمان ریزپوشانی کلروفیل (٪) Efficiency of chlorophyll microencapsulation (%)
85.17 b	144.98 a	مقدار کلروفیل ب (mg/100g) Chlorophyll b content (mg/100g)
44.23 b	61.12 a	راندمان ریزپوشانی فئوفیتین (٪) Efficiency of Pheophytin microencapsulation (%)

*Means \pm SD (standard deviation) within a column with the same lowercase letters are not significantly different at $P < 0.05$

ارقام دارای حروف مشترک در هر ستون (میانگین \pm انحراف معیار) از لحاظ آماری تفاوت معنی‌داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن $P < 0.05$)

انتقال شیشه‌ای تعریف می‌شود. دمای انتقال شیشه‌ای، دمای آغاز حرکت‌های مولکولی در پلیمر است به این معنا که پایین‌تر از این دما مولکول‌های ماده قابلیت تحرک ندارند و بنابراین ماده شیشه‌مانند و سخت است. پلیمر در بالاتر از دمای انتقال شیشه‌ای حالت لاستیکی و نرم دارد (آغاز حرکت‌های مولکولی در پلیمر). در حالت لاستیکی و نرم پلیمر (دمای بالاتر از دمای انتقال شیشه‌ای)، امکان رهايش و انتقال مواد هسته به خارج از مواد دیواره وجود دارد. مطلب دیگری که در رابطه با دمای انتقال شیشه‌ای و تغییر حالت فیزیکی پلیمرها در ریزپوشانی و رهايش حائز اهمیت است، احتمال بلوری شدن آنها می‌باشد. از آنجایی که فقط ساختار بی‌شکل (آمورف) پلیمرها برای ریزپوشانی و به دام انداختن ماده هسته مناسب می‌باشد، هر شرایطی که باعث ایجاد شکل بلوری در ساختار آنها شود، موجب تسریع رهايش و از دست رفتن ماده ریزپوشانی شده می‌گردد. معمولاً در بعضی از پلیمرها بعد از دمای انتقال شیشه‌ای و پس از فروپاشی بافت، احتمال قرارگیری مولکول‌ها در کنار یکدیگر و ایجاد نواحی کریستالی موضعی زیاد می‌شود. در این شرایط مولکول‌های ماده ریزپوشانی شده به قسمت‌های بی‌شکل و در نهایت به سطح پلیمر رانده می‌شوند که نتیجه آن خروج و از دست رفتن ماده هسته از ریزکپسول‌ها می‌باشد [۳۳]. در تحقیقی گزارش شد با افزایش مقدار رطوبت، دمای انتقال شیشه‌ای سیستم ماتریکس- کاروتنوئید (ریزکپسول) کاهش می‌یابد [۱۴]. همچنین بررسی دیگری نشان داد که با افزایش فعالیت آبی، دمای انتقال شیشه‌ای مواد دیواره با هسته روغن هل، کاهش یافت [۲۲].

تغییرات مؤلفه رنگی L^* ، a^* و b^* ریزکپسول‌های تهیه‌شده تحت تأثیر نوع دیواره‌های مختلف در جدول (۳) نشان داده شده است. مؤلفه رنگی L^* نماد تیرگی رنگ ریزکپسول است. مقدار تیرگی (مؤلفه L^*) در ریزکپسول‌های حاوی ماده دیواره پلی‌وینیل‌پیرولیدون کمتر ($38/24$ واحد) از ریزکپسول‌های حاوی ماده دیواره مالتودکسترین ($40/17$ واحد) بود. مؤلفه رنگی a^* مشخص‌کننده طیف رنگی سبز تا قرمز است. در مورد رنگ سبز حاصل از رنگدانه کلروفیل کاهش مؤلفه رنگی a^* مطلوب است و به معنای سبزتر شدن رنگ نمونه است. مقدار سبزی در ریزکپسول‌های تهیه‌شده، همانند مقدار تیرگی تغییر یافت. مؤلفه رنگی b^* ، مشخص‌کننده طیف رنگی آبی تا زرد است. مقدار این مؤلفه رنگی در ریزکپسول‌های مالتودکسترین $9/07$ و در مورد پلی‌وینیل‌پیرولیدون $10/94$ بود که نشان‌گر رنگ سبز متمایل به آبی ریزکپسول‌ها بود. محققین نشان دادند شاخص L با انجام فرآیند ریزپوشانی افزایش و شاخص‌های a و b کاهش یافت. شاخص L ، a و b در نمونه‌های ریزپوشانی شده به ترتیب $36/30$ ، $3/65$ - و $18/3$ بود که با اعداد به دست آمده در این تحقیق هماهنگ است [۳۲].

از جمله پرکاربردترین روش‌های تجزیه حرارتی، گرماسنجی روبشی تفاضلی است که از نظر طراحی فرآیندها و تعیین خواص محصولات اهمیت زیادی دارد. طبق نظر کنفدراسیون بین‌المللی تجزیه حرارتی و گرماسنجی، گرماسنجی روبشی تفاضلی یک روش تجزیه حرارتی است که طی آن نمونه‌ای که در معرض تغییر دمای کنترل‌شده قرار دارد، چگونگی تغییر خواص حرارتی آن به‌عنوان تابعی از دما، به‌طور پیوسته اندازه‌گیری می‌شود. برای همه‌ی پلیمرها دمایی به نام دمای

نشاسته تغییر یافته در ریزپوشانی مشتقات کلروفیل-روی مورد بررسی قرار گرفت و نشان داده شد اواکتینیل سوکسینات بی‌آب-نشاسته تغییر یافته از مالتودکسترین و صمغ عربی ماده دیواره مناسب‌تری بود [۳۴].

۷.۳. توزیع اندازه ذرات

متوسط اندازه ذرات (میکرومتر) ریزکپسول‌های تهیه شده با مواد دیواره‌ی مالتودکسترین و پلی‌وینیل‌پیرولیدون خشک شده با خشک کن پاششی در جدول (۴) نشان داده شده است.

اندازه‌ی ذرات ریزکپسول به شکل مؤثری به نوع ماده‌ی دیواره وابسته است. چنانکه در جدول (۴) مشاهده می‌شود، اندازه ذرات ریزکپسول‌های حاوی پلی‌وینیل‌پیرولیدون (μm) (۲۱/۴۲) به مراتب ذرات بزرگ‌تری را نسبت به مالتودکسترین (μm) (۱۷/۳۸) تولید نمودند. محدوده اندازه ذرات متفاوت در این تکنولوژی احتمالاً به دلیل شکست‌های طولی و تصعید بلورهای یخ می‌باشد. برخی محققین محدوده اندازه ذرات حاصل از خشک‌کن انجمادی را بین μm ۲۰ تا ۵۰۰۰ گزارش کردند که با نتایج تحقیق حاضر مطابقت دارد [۳۵]. در تحقیقی که به منظور بررسی اثر محافظت‌کنندگی ریزپوشانی روغن ماهی انجام شده است اندازه ریزکپسول‌های تولیدشده را در محدوده μm ۳۰ الی ۱۰۰ گزارش شد [۳۶].

دمای انتقال شیشه‌ای ریزکپسول‌های دارای ماده دیواره مالتودکسترین از دمای محیط بیشتر بود، بنابراین در دمای محیط به دمای انتقال شیشه‌ای نرسیده و حالت خود را حفظ می‌کند. درحالی‌که دمای انتقال شیشه‌ای ریزکپسول‌های حاوی ماده دیواره پلی‌وینیل‌پیرولیدون و مالتو دکسترین از دمای محیط بیشتر بود، بنابراین این ریزکپسول‌ها در دمای محیط، حالت خود را از دست نمی‌دهند.

نتایج نشان داد که تأثیر نوع دیواره‌ها بر ویژگی‌های شیمیایی ریزکپسول‌های تولیدشده، معنی‌دار بود ($P < 0.05$). مقدار کلروفیل در ریزکپسول‌های تهیه‌شده با مواد دیواره مالتودکسترین و پلی‌وینیل‌پیرولیدون به ترتیب $\text{mg}/100\text{g}$ ۱۰۷/۴۴ و ۱۰۲/۶۲ و راندمان ریزپوشانی کلروفیل به ترتیب ۵۶/۲۷ و ۵۱/۹۸٪ بود. همان‌طور که ملاحظه می‌شود نمونه ریزپوشانی شده با ماده دیواره مالتو دکسترین مقدار رنگدانه و راندمان ریزپوشانی بالاتری دارا بود. چنین روندی در مورد فتوفیتین نیز مشاهده شد و ماده دیواره مالتودکسترین نیز مقدار فتوفیتین ($\text{mg}/100\text{g}$ ۱۴۴/۹۸) بیشتر با راندمان بالاتری (۶۱/۱۲٪) تولید نمود. تحقیقات اندکی در مورد ریزپوشانی کلروفیل و مشتقات روی فتوفیتین استفاده از خشک کن پاششی وجود دارد. در تحقیقی سه ماده دیواره صمغ عربی، مالتودکسترین و اواکتینیل سوکسینات^۱ بی‌آب-

جدول (۴) توزیع اندازه ذرات در ریزکپسول‌های تولید شده

Table 4. Distribution of particle size in produced microcapsules.

توزیع اندازه ذرات (میکرومتر) Distribution of particle size (μ)	اندازه ذرات (میکرومتر) Particle size (μ)	نوع ماده دیواره Type of wall material
۱۰٪ از ذرات قطری کمتر از $3.27 \mu\text{m}$ دارند. % 10 of particles have diameter $<3.27 \mu$	21.42 a	مالتودکسترین Maltodextrin
۵۰٪ از ذرات قطری کمتر از $26.32 \mu\text{m}$ دارند. % 50 of particles have diameter $<26.32 \mu$		
۹۰٪ از ذرات قطری کمتر از $72.88 \mu\text{m}$ دارند. % 90 of particles have diameter $<72.88 \mu$		
۱۰٪ از ذرات قطری کمتر از $6.05 \mu\text{m}$ دارند. % 10 of particles have diameter $<6.05 \mu$	17.38 b	پلی‌وینیل‌پیرولیدون Polyvinylpyrrolidone
۵۰٪ از ذرات قطری کمتر از $53.31 \mu\text{m}$ دارند. % 50 of particles have diameter $<53.31 \mu$		
۹۰٪ از ذرات قطری کمتر از $136.82 \mu\text{m}$ دارند. % 90 of particles have diameter $<136.82 \mu$		

*Means \pm SD (standard deviation) within a column with the same lowercase letters are not significantly different at $P < 0.05$

ارقام دارای حروف مشترک در هر ستون (میانگین \pm انحراف معیار) از لحاظ آماری تفاوت معنی‌داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن $P < 0.05$)

افزایش رطوبت نسبی از ۵۲/۸۹ به ۷۵/۲۹٪، مقدار کلروفیل کاهش یافت که احتمالاً به دلیل به افزایش هیدراتاسیون در اطراف ریزکپسول و ایجاد نقش کاتالیزوری برای افزایش سرعت واکنش‌های تخریبی در رطوبت نسبی‌های بالا مربوط می‌شود [۳۸]. مطالعات متعددی در زمینه ارتباط میزان رطوبت نسبی و میزان رهایش یا پایداری ترکیبات ریزپوشانی شده انجام شده است [۳۹]. برای مثال در تحقیقی نشان داده شد که رهایش اتیل‌بوتیرات با زیاد شدن رطوبت نسبی افزایش یافت [۴۰]. نرخ از دست رفتن کاروتنوئید و بروز تغییرات نامطلوب کیفی در زعفران را تحت شرایط مختلف فعالیت آبی و دما مورد مطالعه قرار گرفت و نشان داده شد. میزان تخریب کاروتنوئید و دمای انتقال شیشه‌ای نمونه‌های ریزپوشانی شده به شدت به میزان رطوبت و دما حساس بوده و در رطوبت نسبی ۰/۴۳ تا ۰/۵۳ رهایش توسعه پیدا نموده است در حالی که تخریب رنگدانه در حد پایینی باقی ماند [۴۱].

۸.۳. بررسی پایداری ریزکپسول‌ها

تأثیر دما بر مقدار کلروفیل و فتوفیتین موجود در ریزکپسول‌ها معنی‌دار بود ($P < 0.05$). مقدار کلروفیل و فتوفیتین موجود در دیواره مالتودکسترین به‌طور معنی‌داری بیش از دیواره پلی‌وینیل‌پیرولیدون بود (جدول ۵). تأثیر رطوبت نسبی بر مقدار کلروفیل موجود ریزکپسول‌ها معنی‌دار بود ($P < 0.05$) اما بر میزان فتوفیتین تأثیر معنی‌داری نداشت. در مطالعه‌ای نشان داده شد با افزایش رطوبت نسبی میزان افت کرووسین، سافرانال و پیکروکروسین با گذشت زمان بیشتر شد و در رطوبت ۷۵٪ به بیشترین مقدار خود رسید.

این نتایج حاکی از آن بود که حضور این سه ترکیب به میزان زیادی به فعالیت آبی پودر بستگی دارد و به نظر می‌رسد میزان رطوبت یا فعالیت آبی ریزکپسول‌ها تعیین‌کننده نرخ انتشار است [۳۷]. میزان رطوبت به دلیل تأثیر در مقدار دانسیته ظاهری از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است [۲۳]. با

جدول (۵) اثر متقابل نوع دیواره، رطوبت، دما و زمان نگهداری بر میزان کلروفیل آ و ب

Table 5. Reaction of wall type, moisture, temperature and storage time on chlorophyll content a and b

کلروفیل ب Chlorophyll b	کلروفیل آ Chlorophyll a	زمان نگهداری (روز) Storage time (day)	دما (درجه سانتی‌گراد) Temperature (°C)		رطوبت (درصد) Moisture(%)	نوع دیواره Wall type
			4	25		
138.8	a	90.78	b	7	52	دیواره مالتو دکسترین Maltodextrin wall
43.32	h	47.83	g	14	75	
17.05	ghi	16.34	i	21		
88.4	bc	52.46	f	7		
53.8	def	19.74	i	14		
8.18	hi	11.18	kl	21		
137.34	a	93.47	b	7		
21.52	fghi	15.94	ij	14		
68.21	cde	10.23	kl	21		
107.42	ab	52.46	f	7		
16.66	ghi	19.74	i	14		دیواره پلی وینیل پیرولیدون Polyvinyl pyrrolidone Wall
8.04	hi	11.18	kl	21		
85.37	bcd	100.52	a	7	52	
51.64	defg	62.77	d	14		
26.29	fghi	11.92	jk	21		
51.72	defg	59.96	e	7		
31.53	fghi	31	h	14		
11.46	hi	4.21	m	21		
68.57	cde	77.33	c	7		
20.94	fgli	28.67	h	14		
9.88	hi	4.47	m	21		
31.97	fghi	27.67	h	7		
21.36	fghi	19.2	i	14		
6.09	i	2.92	m	21		

*Means \pm SD (standard deviation) within a column with the same lowercase letters are not significantly different at $P < 0.05$

ارقام دارای حروف مشترک در هر ستون (میانگین \pm انحراف معیار) از لحاظ آماری تفاوت معنی‌داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن $P < 0.05$)

که توسط مواد دیواره‌ای مختلف ریزپوشانی شده بود مورد بررسی قرار گرفت و نتایج حاکی از این است که ماده دیواره مالتودکسترین با ۳۷/۸۸ و ۲۴/۴۷٪ کمترین مقدار کاهش به ترتیب کلروفیل و فنوفیتین در طول زمان نگهداری را داشت. این پدیده احتمالاً به دلیل مناسب بودن مواد دیواره می‌باشد که به میزان قابل ملاحظه‌ای باعث پایداری و ثبات ترکیبات فعال طی دوره ماندگاری شده است.

۴. نتیجه‌گیری

نتایج به دست آمده از روش‌های مختلف استخراج نشان داد که روش آماری سطح پاسخ بر مبنای طرح باکس بنکن، ابزاری مفید در مدل‌سازی اثر شرایط استخراج ترکیبات رنگی بود. شرایط بهینه استخراج با استفاده از حلال عبارت بود از: نسبت حلال به ماده اولیه ۳۳:۶۷، غلظت حلال ۱۰۰٪، زمان استخراج ۷ ساعت و دمای استخراج زمان ۲۵ min و دمای ۳۲ °C. تحت شرایط بهینه راندمان استخراج ۹۹/۷٪، میزان کلروفیل و فنوفیتین به ترتیب ۵۴/۷۵ و ۳۴۱/۵۴ mg/100g حاصل شد. مدل‌های پیشنهادی در روش‌های استخراج، دارای مقادیر ضریب تبیین و ضریب تبیین تعدیل شده بالا، آزمون ضعف برازش بی‌معنی و نیز ضرایب تغییرات پایینی بودند که نشان دهنده کارایی مدل‌های ارائه شده در پیش‌بینی پارامترهای مورد ارزیابی بود. با استفاده از این مدل‌ها از سویی می‌توان شرایط استخراج را تنظیم نمود و از طرفی می‌توان با توجه به شرایط مورد استفاده در استخراج، خصوصیات مورد نظر را پیش‌بینی و اصلاح نمود.

در بخش ریزپوشانی تأثیر دو دیواره مالتودکسترین و پلی‌وینیل‌پیرولیدون بر رفتار خواص فیزیکوشیمیایی ریزکپسول‌های عصاره رنگی گزنه مورد بررسی قرار گرفت. نتایج ارزیابی خصوصیات فیزیکوشیمیایی ریزکپسول‌های تهیه شده حاکی از آن بود که اثر نوع ماده دیواره، درصد رطوبت نسبی، دمای محیط و زمان نگهداری بر میزان رهايش ترکیبات مؤثره عصاره معنی‌دار بود. میزان ترکیبات رنگی، کلروفیل و فنوفیتین در دیواره مالتودکسترین ۷۴/۴۱٪ و پلی‌وینیل‌پیرولیدون ۷۸/۷۲٪ بود. همچنین دمای انتقال شیشه‌ای ریزکپسول‌های با ماده دیواره مالتودکسترین و پلی‌وینیل‌پیرولیدون به ترتیب ۸۲ °C و ۱۲۱ بود که از دمای

همان‌طور که داده‌های جدول (۴) نشان می‌دهد افزایش دمای نگهداری موجب کاهش مقدار کلروفیل و فنوفیتین موجود در ریزکپسول‌ها شد. محققین نشان دادند با افزایش دما و رطوبت آهنگ خروج ترکیبات رنگی تهیه‌شده با دیواره‌های مختلف سرعت گرفت به طوری که در رطوبت ۷۵٪ و دمای ۴۵ °C زمان ماندگاری آن‌ها در کپسول به کمتر از چند روز رسید [۳۷].

تأثیر زمان نگهداری بر مقدار کلروفیل آ و ب ریزکپسول‌ها معنی‌دار بود ($P < 0.05$). با افزایش زمان نگهداری، مقدار کلروفیل آ و ب کاهش یافتند (جدول ۵). در ریزکپسول‌های حاوی آنتوسیانین نشان داده شد با گذشت زمان و افزایش مدت نگهداری، به تدریج از مقدار آنتوسیانین ریزکپسول‌ها کاسته شد [۴۲] و مشتقات اسیدبنزوئیک و تری‌هیدرو بنزالدهیدها^۱ که محصولات نهایی تخریب آنتوسیانین‌ها هستند، افزایش یافتند [۴۳].

دما نقش مهمی در بی‌ثباتی ساختار مولکولی رنگدانه ایفا می‌کند به همین دلیل نوع دیواره مورد استفاده می‌تواند عاملی برای حفاظت رنگدانه باشد. هر دو دیواره در دمای ۴ °C بهترین نقش حفاظت‌کنندگی را داشته و باعث کاهش کمتر در مقدار کلروفیل و فنوفیتین محصورشده در ریزکپسول‌ها نسبت به دمای دیگر شدند (جدول ۴). دلیل این امر، حالت پایدار و ماتریسی پلیمرها است [۴۴]. ماده دیواره پلی‌وینیل‌پیرولیدون در دمای ۲۵ °C مقدار کاهش فنوفیتین بیشتری را از خود نشان داد.

افزایش رطوبت نسبی محیط باعث آزاد شدن ترکیبات ریزپوشانی شده و تخریب آن‌ها در محیط می‌شود و این عامل به فعالیت آبی ریزکپسول‌ها ارتباط دارد. همچنین کاهش فعالیت آنتی‌اکسیدانی با افزایش فعالیت آبی همراه است که موجب تخریب سریع رنگدانه‌ها می‌شود که در این شرایط قرار دارند [۴۵]. همان‌طور که مشاهده می‌شود در همه تیمارها با افزایش رطوبت نسبی محیط مقدار کلروفیل و فنوفیتین کاهش نشان داده که بیشترین کاهش مربوط به دیواره پلی‌وینیل‌پیرولیدون است (جدول ۵).

در این مطالعه سنتیک تخریب رنگدانه کلروفیلی گیاه گزنه

1. Trihydrobezaldehyde

دست رفتن ترکیبات رنگی علاوه بر دما و رطوبت نسبی محیط نگهداری، به شکلی چشمگیر به نوع ماده دیواره بستگی داشت. ریزکپسول‌های تهیه‌شده با ترکیب دیواره‌ مالتودکسترین، در حفظ ویژگی‌های ساختاری و کاهش میزان ترکیبات رنگی، عملکرد بالاتری نسبت به دیواره دیگر داشت.

محیط بالاتر بود؛ بنابراین، این ریزکپسول‌ها در دمای محیط دیرتر نرم خواهند شد.

پایش میزان ترکیبات رنگی موجود در عصاره ریزپوشانی شده گزنه طی ۲۱ روز نگهداری در شرایط مختلف دمایی و رطوبتی، نشان داد با افزایش دما و رطوبت نسبی میزان رهایش تشدید گردید (ضریب تبیین بیش از ۰/۹۰). میزان از

منابع

- [1] Sabah, S. (1994). Study on edible synthetic red colors, In Proceeding of the 7th National Food Congress, (pp: 56-62), Tehran I.R.Iran. [In Persian].
- [2] Momeni, T., & Sedaghat, K. (1999). *Chlorophyll and its stabilization*, Tehran, I.R.Iran Research institute of forest and rangeland. [In Persian]
- [3] Humphrey, A. (2004). Chlorophyll as a color and functional ingredient. *J of Food Sci*, 69, 422-425.
- [4] Saberian, H., Hosseini, F., & Bolourian, Sh. (2017a). Optimization of extraction condition of chlorophyll from Alfalfa and investigating its quality and quantity properties in comparison to different plant resources, *Iranian Food Sci. and Technol. Res. J.*, 14 (71), 47-57. [In Persian]
- [5] Saberian, H., Hosseini, F., & Bolourian, Sh. (2017b). The effect of ultrasound method on the extraction of chlorophyll from mulberry leaves, *Inn. Food Tech.*, 4(4), 67-76. [In Persian]
- [6] Xu, X., Wang, Q., Choi, H.C., & Kim, Y.H. (2010). Encapsulation of iron nanoparticles with pvp nanofibrous membranes to maintain their catalytic activity. *J. Membr. Sci.*, 348(1-2), 231- 237.
- [7] Derrien, M., badr, A. Gosselin, A., Desjardins, Y., & Angers, P. (2017). Optimization of a green process for the extraction of lutein and chlorophyll from spinach by-products using response surface methodology (RSM). *LWT - Food Sci. Tech.*, 79, 170-177.
- [8] Miazek, K., & Ledakowicz, S. (2013). Chlorophyll extraction from leaves, needles, and microalgae: A kinetic approach. *Int. J. Agric. Biol. Eng.*, 6(2), 107-115.
- [9] Shari, M., (2002). *The chemistry of color compounds*. Tehran, I.R.Iran: Andishmand press. [In Persian].
- [10] Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., & Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Res. Int.*, 40 (9), 1107-1121.
- [11] Augustin, M.A., & Hemar, Y. (2009). Nano- and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients. *Chem. Soc. Rev.*, 38(4), 902-912.
- [12] Bayrarn, O.A., Bayram, M., & Tekin, A.R. (2005). Spray drying of sumac flavor using sodium chloride, sucrose, glucose, and starch as carriers. *J. Food Eng.*, 69(2), 253-260.
- [13] Apintanapong, M., & Noomhorm, A. (2003). The use of spray-drying to microencapsulated 2-acetyl-1-pyrroline, a major flavour component of aromatic rice. *Food Sci. Tech.*, 38(2), 95-102.
- [14] Selim, K., Tsimidou, M., & Biliaderis, C.G. (2000). Kinetic studies of degradation of saffron carotenoids encapsulated amorphous polymer matrices. *Food Chem.*, 71(2), 199-206.
- [15] Barbosa, M.I., Borsarelli, C.D., & Mercadante, A.Z. (2005). Light stability of spray-dried bixin encapsulated with different edible polysaccharide preparations. *Food Res. Int.*, 38(8-9), 989-994.
- [16] Lokuwan J. (2007) Characteristics of microencapsulated beta-carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin. *Food Hydrocoll.*, 21(5), 928-35.
- [17] Wagner, L.A. & Warthseen, J.J. (1995). Stability of spray- dried encapsulated carrot carotenes. *Food Sci.*, 60(5), 1048-1052.
- [18] Desobry, S.A., Netto, F.M. & Labuza, T.P. (1997). Comparison of Spray-drying, drum drying and freeze-drying for β -carotene encapsulation and preservation. *Food Sci.*, 62(6), 1158-1162.
- [19] Kfoury, M., Auezova, L., Ruellanb, S., Greige-Gerges, H., & Fourmentin, S. (2015). Complexation of estragole as pure compound and as main component of basil and tarragon essential oils with cyclodextrins Miriana, *Carbohydr. Polym.*, 118, 156-164.
- [20] Montgomery, D.C. (2008). *Design and Analysis of Experiments*, (7th ed.). New York: John Wiley and Sons, Inc., Hoboken, NJ.

- [21] Arnon, D.I., (1949). Copper enzymes in isolated chloroplasts polyphenol oxidase in *Beta vulgaris*. *Plant Physiol.*, 24, 1-15
- [22] Najaf najafi, M., (2010). Ultrasonic application in production of True cardamom (*E. cardamomum*) oil emulsion and microencapsulation of active compounds. Doctoral thesis, Ferdowsi university of Mashhad. [In Persian].
- [23] Razavi, M. & Akbari, A. (2006). *Biophysical Properties of Agricultural Products and Foods*. Mashhad, I.R.Iran: Ferdowsi University of Mashhad Press. [In Persian].
- [24] Hemwimol, S, Pavasant, P, & Shotipruk, A. (2006). Ultrasound-assisted extraction of anthraquinones from roots of *Morinda citrifolia*. *Ultrason Sonochem.*, 13, 543-548.
- [25] Kong, W., Liu, N., Zhang, J., Yang, Q., Hua, S., Song, H., & Xia, C. (2014). Optimization of ultrasound-assisted extraction parameters of chlorophyll from *Chlorella vulgaris* residue after lipid separation using response surface methodology. *J. Food Sci. Technol.*, 51(9), 2006-2013.
- [26] Wright, S.W., & Mantoura R.F.C. (1997). Guidelines for collection and pigment analysis of field samples. In: Jeffrey SW, Mantoura RFC, Wright SW (eds) *Phytoplankton pigments in oceanography: guidelines to modern methods*, (pp. 429- 445). Paris: Unesco Publishing.
- [27] Jespersen, A.M., & Christoffersen, K. (1987) Measurements of chlorophyll a from phytoplankton using ethanol as an extraction solvent. *Arch. Hydrobiol.*, 109, 445-454.
- [28] Wasmund, N., Topp, I., & Schories, D. (2006). Optimising the storage and extraction of chlorophyll samples. *Oceanologia*, 48 (1), 125-144.
- [29] Dahmoune, F., Remini, H., Dairi, S., Aoun, O., Moussi, k., Bouaoudia-Madi, N., Adjeroud, N., Kadri, N., Lefsih, Kh., Boughani, L., Mouni, L., Nayak, B. & Madani, Kh. (2015). Ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from *P.lentiscus* L. leaves: Comparative study of artificial neural network (ANN) versus degree of experiment for prediction ability of phenolic compounds recovery. *Ind. Crops Prod.*, 77, 251-261.
- [30] Jalil, R., & Nixon, J. (1990). Microencapsulation using poly (L-lactic acid) II: Preparative variables affecting microcapsule properties. *J Microencapsul.*, 7(1), 25-39.
- [31] Cai, Y.Z., & Corke, H. (2000). Production and Properties of Spray-dried *Amaranthus* Betacyanin Pigments. *J. Food Sci.*, 65(7), 1248-1252.
- [32] Raei, A., yasini Ardekani, S.A., & Daneshi, M. (2016). Micoencapsulation of *Medicago sativa* green color and investigation of its application in food heated. In: Proceeding of the 1st cong. of New projects in agriculture and animal sciences, 20- 21 May. Tehran, Iran. [In Persian]
- [33] Nasehi, B., Azizi, M.H., & hadian, Z. (2009). Different method of bread stale measurements, *Iranian Food Sci. and Technol. Res. J.*, 20(6), 53-63. [In Persian]
- [34] Parrarud, S. & Pranee, A. (2010). Microencapsulation of Zn-Chlorophyll pigment from pandan leaf by spray drying and its characteristic. *Int. Food Res.*, 17, 1031-1042.
- [35] Zuidam, N.J., & Shimoni, E. (2010). Overview of microencapsulates for use in food products or processes and methods to make them. In: *Encapsulation technologies for active food ingredients and food processing*, edited by Zuidam, N.J., Nedovic, V. A. Springer, New York, USA.
- [36] Heinzelmanna, K., Frankea, K., Jensenb, B., & Haahr, A. (2000). Protection of fish oil from oxidation by microencapsulation using freeze-drying Techniques. *Eur. J. Lipid Sci. and Technol.*, 102(2), 114-121.
- [37] Ghorani, B., Kadkhodaei, R., & Al e hosseini, A., (2017). The effect of Polimer, temperature and relative humidity on physico chemical characteristics and stability of microencapsulated bioactive compounds of saffron. *Iranian Food Sci. and Technol. Res. J.*, 64(14), 127-142. [In Persian]
- [38] Nelson, K. A., & Labuza, T. P. (1992). An evaluation of the kinetics of microwave doneness indicators. *J. Food Prot.*, 55(3), 203-207.
- [39] Liang, R., Huang, Q., Ma, J., Shoemaker, C.F., and Zhong, F. 2013. Effect of relative humidity on the store stability of spray-dried beta-carotene nanoemulsions. *Food Hydrocoll.*, 33(2): 225-233.
- [40] Yoshii, H., Soottitantawat, A., Liu, X.-D., Atarashi, T., Furuta, T., Aishima, S., Ohgawara, M., & Linko, P. (2001). Flavor release from spray-dried maltodextrin/gum arabic or soy matrices as a function of storage relative humidity. *Innov. Food Sci. & Emerg. Technol.*, 2(1), 55-61.
- [41] Li, N., Taylor, L.S., & Mauer, L.J. (2011). Degradation kinetics of catechins in green powder: effects of temperature and relative humidity. *J. Agric. Food Chem.*, 59(11), 6082-6090.
- [42] Sharayei, P., Elhamirad, A.M., Azarpazhooh, E., & Derakhshan, M. (2017). *Extraction and microencapsulation of apple pumas hydroalcoholic extract and its application in the formulation of oily cake*. Tehran, Agricultural engineering Research Institute, Agricultural research and education organization. [In Persian]
- [43] Garcia, J.; Carabano, R., & de Blas, C. (1999). Effect of fiber source on cell wall digestibility and rate of passage in rabbits. *J. Anim. Sci.*, 77, 898-905.



- [44] Roukas, T., & Biliaderis, C.G. (1995), *Appl. Biochem. Biotechnol.*, 55, 27–43.
- [45] Tonon, R.V., Brabet, C., & Hubinger, M.D. (2010). Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents, *Food Res. Int.*, 43(3),907-914.