

Research Article

Encapsulation of extract from roasted Kabkab date (*Phoenix dactylifera* L.) seed using freeze-drying

Seyed Jaber Pourshoab¹; Mohammad Amin Shamekhi^{2*}, Ebrahim Rajabzadeh Ghatrami³

1. Ph.D. Student, Department of Food Science and Technology, Sarvestan Branch, Islamic Azad University, Sarvestan, Fars, Iran.
2. Assistant Professor, Department of Food Science and Technology, Sarvestan Branch, Islamic Azad University, Sarvestan, Fars, Iran.
3. Assistant Professor, Department of Fisheries, Faculty of Marine Natural Resources, Khorramshahr University of Marine Science and Technology, Khorramshahr, Iran

(Received 18 February 2022, Received in revised form 18 June 2023, Accepted 30 June 2023)

Introduction: Iran is one of the main centers of date processing. The development of the industry leads to the production of a large amount of waste. Recycling the waste can reduce environmental and health concerns, besides it will create added value. One of the most important of date wastes is date seed which, depending on the date variety, represents about 10-15% of the weight of the fruit. Date seed is mainly used as animal feed. However, it is rich in bioactive compounds (e.g., carotenoids, tocopherols, and polyphenols). Despite the diversity of plant bioactive compounds, the use of these valuable substances in the food industry is limited due to the instability in adverse conditions and their poor water-solubility. Encapsulation is a good way to preserve these compounds. Freeze-drying is one of the best methods for the encapsulation of heat-sensitive bioactive compounds such as phenolic compounds. Regardless of the encapsulation method, various biopolymers can be used to encapsulate the phenolic compounds. The type of wall materials may affect the encapsulation efficiency of bioactive compounds and the morphology of the final powders. In the present study, soy protein concentrate in combination with maltodextrin was applied as an available and cost-effective material for encapsulating the bioactive compounds of date seed extract. Therefore, the present study aimed to investigate the effect of the type and ratio of wall materials on the physicochemical characteristics of the encapsulated date seed extract isolated by a combination method of ultrasound- and microwave-assisted extraction methods.

Materials and Methods: Date seed (*Phoenix dactylifera* L. cv *Kabkab*) were obtained from a local date syrup manufacturer in Farashband region (Fars Province, Iran). The seeds, after being washed, soaked in water for 48 hours, air dried and roasted at 180 °C for 20 minutes. The date seeds ground into a fine powder and passed through a sieve mesh 40. Date seed extract was isolated based on a combination of ultrasound assisted extraction (25 ± 5 °C for 15 minutes) and microwave assisted extraction (2.30 minutes). Phenolic compounds of the extract were identified by high-performance liquid chromatography (HPLC). The encapsulation process of date seed extract was done based on the freeze-drying method. Soy protein concentrate and maltodextrin were used as wall materials individually and in combination at different ratios (M(100): Maltodextrin 100 %; S (100): Soy protein concentrate 100 %; MS (75:25): Maltodextrin: Soy protein concentrate (75: 25 % w/w); M(100): Maltodextrin 100 %; S (100): Soy protein concentrate 100 %; MS (50:50): Maltodextrin: Soy protein concentrate (50: 50 % w/w); MS (25:75): Maltodextrin: Soy protein concentrate (25: 75 % w/w)). The morphology of obtained microparticles were determined by scanning electron microscope (SEM). Moisture content, water activity, bulk density, solubility index, morphology of microparticles, and encapsulation efficiency were measured based on standard methods. Moreover, the stability of phenolic compounds during 5 weeks storage at 35°C was also evaluated. All experiments were conducted in triplicate. ANOVA/General Linear Model (GLM) was used for statistical analyses. The significant differences between the means were

* Corresponding authors: MA.Shamekhi@iau.ac.ir

tested by Tukey's test ($P \leq 0.05$). Statistical calculations were accomplished in Minitab software (version 20, Minitab Inc. Pennsylvania, USA).

Results and Discussion: Gallic acid ($536.87 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1} \text{ dEx}$), ferulic acid ($92.58 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1} \text{ dEx}$) and Chlorogenic acid ($79.23 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1} \text{ dEx}$) were the three most phenolic compound and catechin ($214.79 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1} \text{ dEx}$), Rutin ($102.11 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1} \text{ dEx}$) and Hesperedin ($36.25 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1} \text{ dEx}$) were the major flavonoid compounds identified in date seed extract based on HPLC analysis. The moisture content of all obtained powders was between 1.69 and 1.88%. Water activity less than 0.3 helps to maintain the quality of powders. Less free water decreases the growth of microorganisms and biochemical activity and increases the shelf-life of food products. The amount of a_w of different particles was between 0.12 (MS(25:75)) to 0.17 (M(100)). The type of wall material had no significant effect on the moisture content and water activity of microcapsules. The bulk density of the encapsulated particles of date seed extract varied from 0.232 to 0.178 g cm^{-3} , which the only significant difference was observed between the M(100) and S(100) samples. The highest and lowest solubility index were observed in M(100) (89.35 %) and S(100) (74.33 %), respectively ($P < 0.05$). The date seed micro-particles showed a heterogeneous and irregular structure with flake- and sheet-shaped morphology. Several cracks are also visible on the surface of the particles, especially in M(100) sample. The encapsulation efficiency of various microparticles were between 79.41-88.27 %. The best encapsulation efficiency was achieved when a combination of maltodextrin and soy protein (especially with a ratio of 50:50 % w w-1) was used as the wall material of microcapsules. The difference between the encapsulation efficiency of MS(50.50) with MS(75.25) and S(100) was not significant at the 5% level. Probably, the high solubility of maltodextrin has improved the encapsulation efficiency of soy protein. Encapsulation of date seed extract (regardless of the type of wall) was able to preserve phenolic compounds during storage. While 68.88% of the phenolic compounds of the free date seed extract were destroyed after 35 days of storage at $35 \text{ }^\circ\text{C}$, the encapsulation process resulted in retaining 61.79% (M(100)) to 76.69% (MS(50.50)) of the phenolic compounds of date seed extract.

Conclusions: Overall, due to the appropriate solubility, low moisture water activity and the ability to preserve phenolic compounds of date seed extract, these microparticles have a good potential to be used in food formulations including desserts, bakery products, and beverages. Therefore, date seed extract encapsulated in maltodextrin-soy protein (especially MS(50.50)) could be proposed as an efficient and cost-effective bioactive compound to preserve different food products and improve their nutritional. Encapsulated date seed extract can be used in the formulation of caffeine-free coffee substitute. More research is required to investigate the performance and stability of these extracts in food formulations.

Keywords: *Kabkab date seed; Phenolic compounds; Encapsulation; Morphology; Soy protein concentrate*

How to cite this article:

Pourshoab, S.J., Shamekhi, M.A. & Rajabzadeh Ghatrami, E. (2023). Encapsulation of extract from roasted Kabkab date (*Phoenix dactylifera* L.) seed using freeze-drying. *Innov. Food Technol.*, 10(3), 249-265.

مقاله پژوهشی

ریزدرون پوشانی عصاره حاصل از هسته خرماي کبکاب (Phoenix dactylifera L. cv Kabkab) برشته شده به روش خشک کردن انجمادی

سید جابر پورشعیب^۱، محمد امین شامخی^{۲*}، ابراهیم رجب زاده قطرمی^۳

۱. دانشجوی دکتری، گروه علوم و صنایع غذایی، واحد سروسنجان، دانشگاه آزاد اسلامی، سروسنجان، فارس، ایران

۲. استادیار، گروه علوم و صنایع غذایی، واحد سروسنجان، دانشگاه آزاد اسلامی، سروسنجان، فارس، ایران

۳. دانشیار، گروه شیلات، دانشکده منابع طبیعی دریا، دانشگاه علوم و فنون دریایی، خرمشهر، ایران

(تاریخ ارسال: ۱۴۰۱/۱۱/۲۹، تاریخ آخرین بازنگری: ۱۴۰۲/۰۳/۲۸، تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۰۴/۰۹)

چکیده

این مطالعه با هدف بررسی ویژگی‌های فیزیکیوشیمیایی عصاره ریزدرون پوشانی شده هسته خرما انجام شد. عصاره هسته خرماي کبکاب (*Phoenix dactylifera*) برشته شده (دمای 180°C و ۲۰ دقیقه) توسط ترکیب روش استخراج به کمک امواج فراصوت (دامنه ۸۰٪؛ ۳۰ دقیقه) و مایکروویو (۲/۵ دقیقه) جداسازی شد. ترکیبات فنولی اصلی این عصاره به کمک کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC) شناسایی شد. ریزدرون پوشانی این عصاره به کمک نسبت‌های مختلف مالتودکسترین-کنسانتره پروتئین سویا و به روش خشک‌کن انجمادی مطابق تیمارهای زیر انجام شد: M(100): مالتودکسترین خالص؛ S(100): پروتئین سویای خالص؛ MS(75.25): مالتودکسترین: سویا ۷۵ به ۲۵؛ MS(50.50): مالتودکسترین: سویا ۵۰:۵۰؛ MS(25.75): مالتودکسترین: سویا ۲۵:۷۵؛ گالیک اسید ($536/87\text{ mg } 100\text{ g}^{-1}\text{ dEx}$) و کاتکین ($214/79\text{ mg } 100\text{ g}^{-1}\text{ dEx}$) به ترتیب مهم‌ترین ترکیبات فنولی و فلاونوئیدی این عصاره بودند. نوع دیواره میکروذرات تأثیر معنی‌داری بر رطوبت و فعالیت آبی آن‌ها نداشت. چگالی توده‌ای ذرات $0/232 - 0/178\text{ g cm}^{-3}$ بود. بیش‌ترین و کم‌ترین حلالیت مربوط به M(100) و S(100) بود. ذرات تشکیل‌شده ساختاری ناهمگن، فلسی و ورقه‌ای داشتند. ترک‌هایی نیز در سطح ذرات به ویژه M(100) مشاهده شد. بهترین کارایی ریزدرون پوشانی در نمونه‌های مالتودکسترین- پروتئین سویا (به ویژه MS(50.50):) مشاهده شد. ریزدرون پوشانی عصاره هسته خرما (بدون در نظر گرفتن نوع دیواره) توانست به حفظ ترکیبات فنولی طی دوران نگهداری کمک کند. در حالی که ۶۸/۸۸ درصد ترکیبات فنولی عصاره آزاد هسته خرما بعد از ۳۵ روز نگهداری در دمای 35°C از بین رفت. ریزدرون پوشانی ذرات باعث حفظ ۶۱/۷۹ درصد (M(100)) تا ۷۶/۶۹ درصد (MS(50.50)) ترکیبات فنولی عصاره هسته خرما شده است. با توجه به حلالیت مناسب، رطوبت و فعالیت آبی پایین و توانایی حفظ ترکیبات فنولی، میکرو ذرات عصاره هسته خرما (به ویژه MS(50.50)) می‌تواند به عنوان یک ترکیب زیست فعال کارا و مقرون به صرفه برای محافظت ماده غذایی و بهبود ارزش تغذیه‌ای آن پیشنهاد شود.

واژه‌های کلیدی: هسته خرماي کبکاب؛ ترکیبات فنولی؛ ریزدرون پوشانی، مورفولوژی، کنسانتره پروتئین سویا

۱. مقدمه

ایجاد ارزش افزوده خواهد شد. یکی از مهم‌ترین این ضایعات، هسته یا بذر خرما است که بسته به نوع واریته، حدود ۱۰ تا ۱۵٪ وزن میوه را شامل می‌شود و عمدتاً به مصرف خوراک دام می‌رسد [۹]. با این حال، وجود ترکیبات زیست‌فعال متعددی مانند کاروتنوئیدها، توکوفرول‌ها و پلی‌فنول‌ها (به ویژه اسیدهای فنولیک و فلاونوئیدها) در هسته‌ی خرما گزارش شده است [۵، ۱۰-۱۳]. همین ترکیبات ارزشمند باعث شده تا به خواص ضداکسایشی، ضد سرطانی، ضد میکروبی، ضد دیابتی و ضد التهابی هسته خرما در پژوهش‌های مختلف اشاره شود [۵، ۱۴].

علی‌رغم فراوانی و تنوع ترکیبات زیست‌فعال گیاهی، استفاده از این مواد ارزشمند در فرمولاسیون ماده‌ی غذایی با محدودیت‌هایی روبرو است. ترکیبات زیست‌فعال به ویژه فنل‌ها به عوامل محیطی (pH، نور، رطوبت، حرارت، حضور اکسیژن) حساس بوده و طی فرایند و نگهداری ماده‌ی غذایی تخریب می‌شوند [۱۵]. برای حل این مشکل، ریزدرون‌پوشانی یک راه کار مناسب است. استفاده از خشک‌کن انجمادی یکی از بهترین روش‌های ریزدرون‌پوشانی ترکیبات زیست‌فعال حساس به حرارت (مانند ترکیبات فنلی) است [۱۶]. صرف نظر از روش ریزدرون‌پوشانی، بیوپلیمرهای مختلفی برای ریزدرون‌پوشانی ترکیبات فنولی به کار گرفته می‌شود. نوع مواد دیواره انتخابی، می‌تواند بر بازده ریزدرون‌پوشانی ترکیبات زیست‌فعال و مورفولوژی پودرهای نهایی تأثیر بگذارد. مواد دیواره باید زیست‌تخریب‌پذیر و پایدار باشند، با ترکیب زیست‌فعال واکنش منفی ندهند و ساختار ترکیب زیست‌فعال را در طول فرایند و ذخیره‌سازی ماده غذایی حفظ کنند [۱۷]. پژوهش‌های مختلف نشان داده است، استفاده از ترکیب دو یا چند پروتئین و پلی‌ساکارید در دیواره‌ی ریز ذرات می‌تواند کارایی و عملکرد درون‌پوشانی را بهبود بخشد [۱۸]. در میان مواد بیوپلیمری مختلف، مالتودکسترین به عنوان یکی از مشتقات نشاسته از محبوب‌ترین ترکیبات دیواره در ریزدرون‌پوشانی است. این ترکیب ماده‌ای است که به دلیل جذب رطوبت بالا، قدرت خشک‌کنندگی بسیار خوبی دارد. به همین دلیل برای افزایش سرعت خشک کردن در روش درون‌پوشانی به کمک خشک‌کردن، استفاده از این ماده مرسوم است [۱۹]. همچنین، پروتئین‌های گیاهی ویژگی آبرگری

گیاهان سرشاز از ویتامین‌ها، مواد معدنی، ترکیبات فنلی و ترکیبات زیست‌فعال متعدد هستند که این ترکیبات طبیعی ضمن داشتن اثرات دارویی، می‌توانند جایگزین‌های مناسبی برای نگهدارنده‌های شیمیایی در مواد غذایی بوده و موجب افزایش ارزش غذایی محصول شوند [۱]. در میان منابع گیاهی مختلف، تغییرات اقلیم و خشکسالی باعث شده تا گیاهان خشکی‌دوست^۱ از اهمیت ویژه‌ای برخوردار باشند [۲]. این گیاهان با گرم شدن کره زمین سازگار بوده و نیاز آبی کم‌تری دارند.

خرما (*Phoenix dactylifera* L.) گیاهی خشکی‌دوست متعلق به خانواده *Palmaceae* است که به عنوان یکی از قدیمی‌ترین و مغذی‌ترین میوه‌ها شناخته می‌شود [۳]. نخل خرما به دلیل کاربردهای متعدد در زمینه دارویی، مواد غذایی، نوشیدنی، خوراک دام، لوازم جانبی سنتی و محصولات چوبی به عنوان درخت زندگی شناخته می‌شود [۴]. همچنین این میوه منبع ارزشمندی از ویتامین، فیبرهای غذایی، مواد معدنی و ترکیبات زیست‌فعال متعدد است و به همین دلیل دارای فعالیت‌های آنتی‌اکسیدانی، ضد میکروبی، ضد جهش و ضد سرطانی ویژه‌ای است، کاهنده قند و چربی خون است ضمن این‌که موجب بهبود عملکرد سیستم ایمنی، دستگاه گوارش و کبد می‌شود [۵، ۶]. مطابق آخرین اطلاعات منتشرشده توسط FAO، ایران با سطح زیر کشت ۱۶۰/۱۲ هزار هکتار و تولید ۱/۲ میلیون متریک تن تولید، به عنوان سومین کشور تولیدکننده خرما مطرح است [۷]. بنابراین ایران همچنین می‌تواند به عنوان یکی از قطب‌های فرآوری خرما در نظر گرفته شود. میوه خرما می‌تواند طی فرآوری به محصولات مختلف با ارزش افزوده (شیره خرما، شیرینی‌های خرمایی، چیپس خرما و غیره)، تبدیل شود [۸]. در عین حال، توسعه فرآوری خرما منجر به تولیدی مقادیر زیادی ضایعات از قبیل برگ، هسته، گرده و سنبلک شده است که ایجاد راه‌کاری مناسب برای استفاده از این ضایعات به عنوان منابع غذایی مفید و فراسودمند علاوه بر کاهش نگرانی‌های زیست‌محیطی و بهداشتی، موجب

1. xerophilous

بهتری نسبت به پروتئین‌های حیوانی دارند، در دسترس تر و ارزان تر بوده، ضمن این‌که آلرژی‌زایی کمتری دارند. پروتئین سویا به طور گسترده‌ای به عنوان یک ماده مغذی، سلامت بخش شناخته می‌شود [۲۰]. پروتئین‌های سویا حلالیت مناسب، خواص تثبیت‌کنندگی، تشکیل فیلم و امولسیون‌کنندگی خوبی دارند که این پروتئین را به عنوان گزینه‌ای مناسب برای ریزپوشانی مطرح می‌سازد. از آنجایی که کنسانتره پروتئین سویا نسبت به ایزوله آن شرایط تهیه ساده‌تر و قیمت مناسب‌تری دارد در پژوهش حاضر از کنسانتره پروتئین سویا به تنهایی یا در ترکیب با مالتودکسترین برای ریزدرون پوشانی عصاره هسته خرما برشته استفاده شد. عملکرد درون پوشانی می‌تواند به شدت تحت تأثیر پوشش مورد استفاده و روش درون پوشانی باشد [۲۱]. بنابراین غلظت مواد دیواره، نسبت آن‌ها و میزان ترکیب زیست‌فعال می‌تواند نقش مهمی در عملکرد زیست‌ذره و ماندگاری ماده‌ی زیست‌فعال داشته باشد.

در پژوهش‌های پیشین ریزدرون پوشانی ترکیبات فنولی پسماند قهوه [۲۲، ۲۳]، عصاره پسماند آب آلبالو [۱۷]، آنتوسیانین‌های بلوبری [۲۴]، ریشه بابا آدم [۲۵] و غیره در پوشش‌های بیوپلیمری مختلف مورد پژوهش بوده است. اما تاکنون میکروذرات عصاره هسته خرما برشته مورد پژوهش نبوده است. بنابراین در پژوهش حاضر از کنسانتره پروتئین سویا در ترکیب با مالتودکسترین به عنوان گزینه‌ای در دسترس و ارزان برای ریزدرون پوشانی ترکیبات زیست‌فعال عصاره‌ی هسته‌ی خرما استفاده شد. تا بتوان از پودر حاصل به عنوان یک افزودنی مفید و با قیمت مناسب در فرمولاسیون مواد غذایی مختلف (به ویژه دسرها و نوشیدنی‌ها) بهره برد. به این ترتیب هدف اصلی پژوهش حاضر بررسی تأثیر نوع دیواره‌ی ریزدرون پوشانی بر ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی عصاره‌ی ریزدرون پوشانی شده و آزاد هسته خرما است.

۲.۲. آماده‌سازی پودر هسته خرما

هسته خرما رقم کبکاب (حدود سه کیلوگرم) شسته و به مدت ۴۸ ساعت با روش خیساندن در آب آماده شد (هر ۱۲ ساعت آب هسته‌های خرما تعویض شد). بعد از خشک شدن (در دمای محیط $3 \pm 25^\circ\text{C}$ ، در سایه به مدت ۱۸ ساعت)، هسته‌ها در دمای 180°C به مدت ۲۰ دقیقه برشته شد. برشته کردن هسته خرما منجر به کاهش انرژی مورد نیاز برای آسیاب کردن می‌شود. ضمن این‌که پژوهش‌ها نشان داده است، محتوای فنولی به دلیل توسعه محصولات حاصل از واکنش مایلارد و افزایش دسترسی به ترکیبات فنلی افزایش می‌یابد [۲۶، ۲۷]. هسته‌های خرما در دو مرحله آسیاب شدند (مرحله اول: Silver Crest Powder Grinder، KRUPS GVX231 و مرحله دوم: China، Model: sc-1988 Expert Burr Grinder، Mexico، Distrito Federal) و از الک توری با مش ۴۰ (۰/۴۲۰ mm) عبور داده شد. تا زمان انجام آزمایش‌ها پودر هسته خرما در دمای یخچال و در شیشه‌ی تیره‌رنگ نگهداری شد [۲۸].

۳.۲. استخراج عصاره از پودر هسته خرما

فرآیند استخراج با استفاده از ۵ g پودر هسته خرما در ۱۰۰ ml

۲. مواد و روش‌ها

۱.۱. مواد

هسته خرما رقم کبکاب (حدود سه کیلوگرم)

1. Dextrose equivalent
2. Arshine food
3. Sigma-Aldrich

۱/٪) و حلال B (متانول) تحت تأثیر قرار گرفت. در سرعت جریان ۱،۰ میلی لیتر بر دقیقه، گرادیان حلال تشکیل شد. حلال B در ۱۰ دقیقه به ۲۵٪ و متعاقباً در ۳۰ دقیقه به ۷۰٪ افزایش یافت. این سیستم در طول موج تشخیص ۲۸۰ nm اجرا شد. از نرم افزار Chemstation software (Germany, Waldbronn) برای کنترل دستگاه، جمع‌آوری و مدیریت داده‌ها استفاده شد [۲۹].

۵.۲. ریزدرون‌پوشانی عصاره

برای درون‌پوشانی عصاره هسته خرما از ترکیب مالتودکسترین و کنسانتره پروتئین سویا در نسبت‌های مختلف بود (۱۰۰:۰؛ ۵۰:۵۰؛ ۱۰۰:۰؛ ۲۵:۷۵ و ۷۵:۲۵) استفاده شد. برای این کار، ماده‌دیواره (۲۰ درصد وزنی-حجمی محلول پوشش) و عصاره هسته خرما (برشته ۱۵ درصد وزنی-وزنی ماده دیواره) با آب مقطر در دمای ۴۰ °C ترکیب و به منظور یکدست شدن حدود یک ساعت در تاریکی توسط همزن مغناطیسی هم‌زده شد. به منظور تکمیل فرایند هیدراتاسیون، ترکیب حاصل به مدت ۱۲ ساعت در یخچال نگهداری شد. این محلول به کمک اولتراتراکس (South Korea, KND-1200 UH1-013) با سرعت ۶۰۰۰ rpm به مدت ۵ دقیقه هم‌گن شدند. این محلول در دمای ۸۰ °C- منجمد و نمونه ریزدرون‌پوشانی شده به کمک خشک‌کن انجمادی (۳۰ °C- به مدت ۴۸ ساعت) تهیه شد. نمونه‌های خشک شده، در بوته چینی پودر و با الک ۲۵۰ μm صاف شدند.

۶.۲. میزان رطوبت (Moisture content) (MC %)

محتوای رطوبت ذرات با خشک کردن آن‌ها در آون تحت خلا با دمای ۱۰۵ °C تا رسیدن به وزن ثابت محاسبه می‌شود (به فواصل هر دو ساعت). رطوبت به شکل درصد بیان خواهد شد [۳۰].

۷.۲. میزان فعالیت آبی (Water activity) (aw)

تقریباً ۲/۰۰ g از هر نمونه پودر در محفظه دستگاه اندازه‌گیری فعالیت آبی (Hygrolab 2, Rotronic, Bässersdorf, Switzerland) قرار داده شد. این آزمایش در

آب توسط ترکیبی از دو روش استخراج به کمک امواج فراصوت (حمام فراصوت پر قدرت با دامنه ۸۰٪، VClean-L4, Backer Co, Tehran, Iran، ۴۰ KHz، ۵۰۰ V) و مایکروویو (آون مایکروویو LG، MH8265، China؛ قدرت: ۲۰۰-۱۲۰۰ V، فرکانس: ۲۴۵۰ MHz) استخراج شد. عصاره‌ی اولیه به کمک امواج فراصوت در دمای محیط به مدت ۱۵ دقیقه حاصل شد. سپس مخلوط حاصل از این مرحله به مدت ۲/۵ دقیقه در معرض اشعه مایکروویو قرار گرفت تا فرایند استخراج کامل شود. محلول عصاره در دمای ۸۰ °C- (فریزر ۸۰ °C-) ژال تجهیز، ایران) منجمد و به کمک خشک‌کن انجمادی (۳۰ °C- به مدت ۴۸ ساعت) خشک و برای ادامه آزمایش‌ها در شیشه تیره و در دمای یخچال نگهداری شد. بر اساس نتایج پژوهش پیشین بازدهی این عصاره ۱۰/۳۲٪، ترکیبات فنولی کل آن (mg GAE DW⁻¹ 100) ۵۶۱۸/۰۵، ترکیبات فلاونوئیدی کل (mg QE DW⁻¹ 100) ۲۷۶۶/۸۲ و میزان تانن‌ها (mg g⁻¹ DW) ۷۰۶/۶۶ بود. فعالیت آنتی‌اکسیدانی این عصاره نیز بر اساس IC₅₀ مهار رادیکال آزاد DPPH و ABTS به ترتیب ۰/۸۸ و ۱/۱۲ بود شرایط استخراج بر اساس یافته‌های پژوهش پیشین محققین حاضر در زمینه بهینه‌سازی شرایط استخراج از هسته‌خرمای برشته انتخاب شد [۲۸].

۴.۲. تشخیص پروفایل شیمیایی عصاره بهینه

محلول‌های استوک (مادر) اسیدهای فنولیک استاندارد در متانول با غلظت ۵ میلی‌گرم در میلی‌لیتر رقیق شد. این محلول‌های استاندارد بعد از صاف شدن از فیلتر ۰/۴۵ μm (میکرون فیلتر) به دستگاه کروماتوگرافی مایع با عملکرد بالا (HPLC) (High Performance Liquid Chromatography) تزریق شد تا نمودارهای استاندارد حاصل شود. عصاره خشک‌شده (به روش خشک‌کن انجمادی) در فاز متحرک ۱۰۰ ml حل شد و قبل از تزریق به HPLC عصاره از طریق یک کاغذ صافی و یک صفحه غشایی ۰/۴۵ μm عبور داده شد. ترکیبات فنولی این عصاره با حجم تزریق ۲۰ میکرولیتر با استفاده از یک سیستم HPLC (Germany, Agilent Technologies, 1200 series) با ستون Zorbax eclipse (XDB) C₁₈ (ID), 4.6 × 150 mm (FT) 5μm و مجهز به آشکارگر UV تجزیه و تحلیل شدند. تفکیک ترکیبات به طور قابل توجهی با شستشوی گرادیان حلال A اسید فرمیک

دمای °C ۲۵ انجام شد [۳۱].

۸.۲. چگالی توده‌ای (Bulk density) (BD %)

دو گرم از پودر به یک استوانه مدرج ۵۰ ml منتقل چگالی توده‌ای با تقسیم جرم پودر بر حجم اشغال شده در استوانه محاسبه شد [۳۲].

۹.۲. شاخص انحلال پذیری (Solubility index) (SI %)

برای سنجش شاخص انحلال پذیری پودرها، ۰/۳ g از هر پودر (MT) برای ۳۰ دقیقه با ۳۰ ml آب مقطر روی ورتکس هم‌زده شد. این محلول در سرعت ۲۰۰۰ rpm برای ۱۵ دقیقه در °C ۴ سانتیفریوژ شد. مایع رویی جمع‌آوری و در آن خشک و وزن شد (MD). مقدار انحلال پذیری از معادله ۳-۴ به دست آمد [۳۳].

$$\text{SI (\%)} = \frac{\text{MD}}{\text{MT}} \times 100 \quad \text{معادله (۳-۴)}$$

۹ ml اتانول به آن اضافه شد، و مخلوط مجدداً به مدت ۵ دقیقه دیگر هم زده شد. مخلوط حاصل فیلتر و عصاره حاصل شد. برای به دست آوردن عصاره برای آزمون SPC نیز، ۱۰۰ mg از میکروذرات درون ۱۰ ml اتانول پخش شد. سپس مخلوط به مدت ۱ دقیقه به آرامی تکان داده شد و به مدت ۵ دقیقه با سرعت ۱۰۰۰۰ xg سانتیفریوژ و سپس فیلتر شد. محتوای فنول عصاره‌های فیلتر شده . با استفاده از معرف Folin-Ciocalteu تعیین شد. جذب محلول حاصل در طول موج ۷۵۰ نانومتر توسط اسپکتروفوتومتر (-Shimadzu UV Shimadzu 2100 spectrophotometer, Japan) قرائت گردید. محتوی فنل کل بر حسب میلی‌گرم اکی‌والان گالیک اسید (GAE) بر گرم وزن خشک با استفاده کالیبراسیون نمودار گالیک اسید به دست آمد. در نهایت کارایی ریزدرون پوشانی طبق معادله ۳-۳ محاسبه شد: [۳۲].

$$\text{EE (\%)} = \frac{\text{TPC-SPC}}{\text{TPC}} \times 100 \quad \text{معادله (۳-۳)}$$

۱۰.۲. بررسی مورفولوژی ذرات

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) (Tescan, Tesca-Vega3) برای بررسی ریزساختار نمونه‌های ریزدرون پوشانی شده به کار گرفته شد. برای این کار مقدار کمی از نمونه به یک نگهدارنده کوچک منتقل و با Au-Pd به کمک اسپاتر یونی (Ion Sputter) پوشش داده شدند. نمونه در نگهدارنده مخصوص میکروسکوپ قرار داده می‌شود و در نهایت تصاویر با اعمال ولتاژ شتاب ۵ کیلوولت حاصل شد [۳۴].

۱۱.۲. کارایی ریزدرون پوشانی (Encapsulation Efficiency) (EE%)

کارایی ریزدرون پوشانی درصد پلی‌فنل‌هایی است که با موفقیت در هسته ریزذرات به دام افتاده‌اند. محتوای فنلی کل (TPC) ریزذرات با محتوای فنلی کل عصاره خرما مورد استفاده در فرایند ریزدرون پوشانی مطابقت دارد. همچنین، برای به دست آوردن کارایی ریزدرون پوشانی نیاز به محاسبه محتوای فنلی سطحی ((Surface phenolic content (SPC) است. برای به دست آوردن عصاره به منظور انجام آزمایش TPC ۱۰۰ میلی‌گرم از پودرهای خشک شده با ۱ ml آب دیونیزه مخلوط شده و روی استیرر قرار داده شد. سپس،

۱۲.۲. بررسی ماندگاری عصاره هسته خرما

عصاره های هسته خرما به شکل آزاد و ریزدرون پوشانی از نظر محتوای فنولی کل طی ۵ هفته نگهداری در دمای °C ۳۵ و به فواصل ۷ روز مورد ارزیابی قرار گرفت. برای این کار نمونه‌های عصاره‌ی آزاد و ریزدرون پوشانی شده در ظرف شیشه‌ای پهن و در آن با دمای کنترل شده قرار داده شد [۳۶].

۱۳.۲. تجزیه و تحلیل آماری

آزمایش‌ها در قالب فاکتوریل و طرح کامل تصادفی انجام و داده‌ها به شکل میانگین \pm انحراف از استاندارد حاصل از حداقل سه تکرار گزارش شدند. تجزیه و تحلیل داده‌ها توسط نرم‌افزار Minitab (Minitab Inc. version 20, Pennsylvania, USA) و بر پایه‌ی آنالیز واریانس داده‌ها و مدل خطی تعمیم‌یافته انجام شد. بررسی وجود تفاوت معنی‌دار بین میانگین‌ها بر پایه‌ی آزمون چند دامنه‌ای توکی پایه‌ریزی شد.

۳. نتایج و بحث

۱.۳. ترکیبات فنولی غالب در عصاره برگزیده

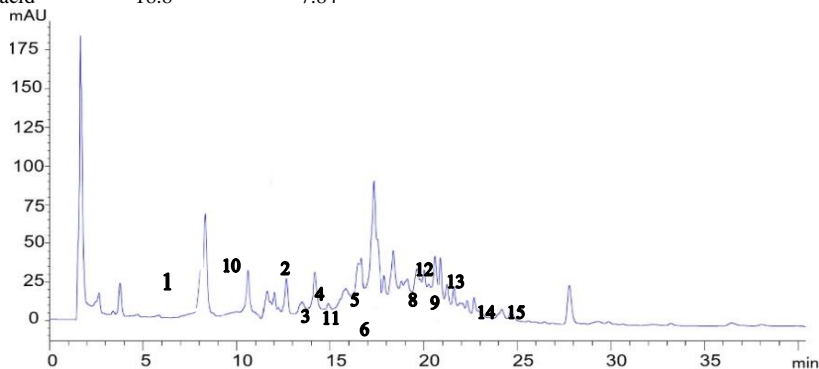
در راستای نتایج پژوهش حاضر بود. Saleh و همکاران (۲۰۱۱) روتین، کاتکین و کافئیک اسید را به عنوان مهم‌ترین ترکیبات فنولی موجود در هسته خرما عنوان کردند. A-Farsi و همکاران (۲۰۰۸) پاراهیدروکسی بنزوئیک اسید، پروتوکاتکونیک اسید، کوماریک اسید و فرولیک اسید را مهم‌ترین مقادیر ترکیبات فنولی موجود در عصاره هسته خرما (خام) معرفی کردند. این متخصصین بر خلاف نتایج پژوهش حاضر، گالیک اسید را کم‌ترین ترکیب فنولی هسته خرما معرفی کردند. Al Juhaimi و همکاران (۲۰۱۸) نیز ترکیبات فنولی غالب در هسته خرما را گالیک اسید، سرنجیک اسید و کاتکین، کافئیک اسید و روتین اعلام کردند. اما مقادیر هر یک از این ترکیبات را تحت تأثیر نوع رقم خرما عنوان کرد که این تغییرات می‌تواند به دلیل تفاوت در زمان کشت، زمان برداشت، زمان خشک شدن در آفتاب، شرایط جغرافیایی و سایر عوامل محیطی مرتبط با ارقام خرما باشد [۳۷]. خام یا برشته بودن هسته خرما و حتی دمای برشته کردن هسته خرما نیز می‌تواند نقش مهمی در ترکیبات فنولی آن عصاره هسته خرما داشته باشد.

کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC) یک تکنیک سریع است که با دقت بالا، یک ماده را به اجزای آن تفکیک می‌کند. تجزیه و تحلیل HPLC از محتویات فنلی کل نمونه استخراج شده به کمک امواج فراصوت-مایکروویو در جدول (۱) نشان داده شده است. همان‌طور که مشخص است گالیک اسید (mg 100 g⁻¹ dEx) ۵۳۶/۸۷، فرولیک اسید (mg 100 g⁻¹ dEx) ۹۲/۵۸ و کلروژنیک اسید (mg 100 g⁻¹ dEx) ۷۹/۲۳ ترکیبات فنولی غالب در عصاره هسته خرما حاصل از روش استخراج به کمک امواج فراصوت-مایکروویو بود. کاتکین (mg 100 g⁻¹ dEx) ۲۱۴/۷۹، روتین (mg 100 g⁻¹ dEx) ۱۰۲/۱۱، کوئرستین (mg 100 g⁻¹ dEx) ۶۱/۶۱ و هسپریدین (mg 100 g⁻¹ dEx) ۳۶/۲۵ نیز به ترتیب مهم‌ترین ترکیبات فلاونوئیدی موجود در این عصاره بودند. پژوهش‌های پیشین در مورد ترکیبات فنولی هسته خرما (خام و برشته) نتایج متنوعی را نشان دادند. برای مثال، بررسی ترکیبات فنولی هسته خرما برشته شده مربوط به سه رقم مختلف خرما (Aseel و Hallawi، Ajwa) نشان داد، بدون در نظر گرفتن نوع رقم ترکیب غالب عصاره هسته خرما به ترتیب اسیدگالیک، اسیدکلروژنیک و اسید فرولیک بود [۲۹] که

جدول (۱) شناسایی ترکیبات فنولی و فلاونوئیدی عصاره هسته خرما برشته به کمک HPLC

Table 1. Identification of flavonoid and phenolic compounds in roasted date seed extract by HPLC analysis

Polyphenols			Flavonoids		
Composition	RT (min)	Amount (mg 100 g ⁻¹ dEx)	Composition	RT (min)	Amount (mg 100 g ⁻¹ dEx)
1 Gallic acid	3.68	536.87	10 Catechein	8.34	214.79
2 Chlorogenic acid	10.24	79.23	11 Rutin	12.9	102.11
3 Caffeic acid	11.66	11.03	12 Hesperedin	18.5	36.25
4 Syringic acid	12.46	66.22	13 Rosmarinic acid	19.4	1.32
5 Vanilin	13.4	17.23	14 Quercetin	21.6	61.61
6 p-Coumaric acid	15.1	10.12	15 Hesperetin	22.4	10.40
7 Trans-ferulic acid	16.4	92.58			
8 Coumarin	17.4	2.48			
9 Ellagic acid	18.8	7.84			



RT: Retention time

۲.۳. بررسی ویژگی‌های عصاره ریزدرون پوشانی شده هسته خرما

۱.۲.۳. رطوبت و فعالیت آبی

مقادیر تعیین شده برای رطوبت و a_w در جدول (۲) نمایش داده شده است. رطوبت یک عامل کلیدی در ایجاد ماندگاری محصول‌های خشک است، رطوبت بالا موجب کلوخه شدن ذرات تسریع رشد میکروارگانیسم‌ها و اکسایش محصول می‌شود. برای افزایش ماندگاری و پذیرش پودر توسط مصرف‌کننده رطوبت کمتر از ۵٪ مطلوب است [۳۸]. رطوبت تمام پودرهای به دست آمده کمتر از این مقدار بود (۱/۶۹-۱/۸۸٪). این نتایج با آنچه در پژوهش‌های پیشین حاصل شد قابل مقایسه است. برای مثال da Silva Araújo و همکاران (۲۰۲۲) مقدار رطوبت ریزذرات فنولی حاصل از تفاله قهوه به روش خشک کن انجمادی را بسته به نوع دیواره بین ۱/۰۵ (دیواره: آلومین-صمغ عربی) تا ۱/۹۶ درصد (دیواره: مالتودکسترین) درصد گزارش کردند [۲۲]. Esmaeili و همکاران (۲۰۲۲) نوع دیواره را بر میزان رطوبت ذرات موثر دانستند. رطوبت ذرات عصاره ریشه بابا آدم ریزدرون پوشانی شده در پوشش صمغ عربی رطوبت بالاتری نسبت به ذرات پوشش داده شده با مالتودکسترین داشت و محدوده رطوبت ذرات بین ۲/۳۵ تا ۳/۱۵٪ بود [۲۵]. با این حال مقدار رطوبت ذرات ریزدرون پوشانی شده آنتوسیانین تمشک قرمز به کمک خشک‌کن انجمادی (دیواره: پروتئین سویا به مقدار ۵٪ وزنی/وزنی، صمغ عربی و پروتئین سویا-صمغ عربی) بیش از مقدار به دست آمده در پژوهش حاضر بود (۹/۰۳-۴/۸۹٪). دلیل این امر به فریز کردن سریع در دمای پایین‌تر از 40°C نسبت داده شد. همچنین کمترین رطوبت در ذرات با دیواره پروتئینی گزارش شد [۳۹]. در پژوهش حاضر نیز اگرچه نوع و مواد دیواره تأثیر معنی‌داری بر میزان رطوبت نداشت اما با افزایش میزان پروتئین در دیواره ذرات، رطوبت محصول کاهش یافت ($P > 0/05$). تفاوت در میزان رطوبت ذرات در پژوهش‌های مختلف را می‌توان به نوع دیواره، مقدار ماده هسته، نسبت هسته و

دیواره، شرایط خشک کردن، تعداد گروه‌های آبدوست ماده دیواره و غیره نسبت داد [۴۰].

گزارش شده است که فعالیت آبی کمتر از ۰/۳ به حفظ بهتر کیفیت پودرها کمک کند. آب آزاد کمتر رشد میکروارگانیسم‌ها و فعالیت‌های بیوشیمیایی را کند می‌کند و زمان ماندگاری را افزایش می‌دهد [۴۱]. با توجه به مقادیر a_w مشاهده شد که بین مواد دیواره مختلف تفاوت معنی‌داری وجود ندارد. میزان a_w ذرات مختلف بین ۰/۱۲ (نمونه پوشش داده با مالتودکسترین-کنسانتره پروتئین سویا ۲۵ : ۷۵) تا ۰/۱۷ (نمونه پوشش داده شده با مالتودکسترین خالص) بود که با آنچه در پژوهش پیشین گزارش شد قابل مقایسه بود [۲۲].

۲.۲.۳. چگالی ظاهری ذرات

چگالی ظاهری یک ویژگی فیزیکی ذرات است که می‌تواند بر پایداری و جریان‌پذیری محصول تأثیر بگذارد. چگالی ظاهری ذرات ریزدرون پوشانی شده عصاره هسته خرما از $0/232 \text{ g cm}^{-3}$ تا $0/178$ متغیر بود (جدول ۲) که تفاوت بین نمونه‌های M و MS (75.25) و MS (50.50) در سطح ۵٪ معنی‌دار نبود در حالی که تفاوت نمونه پوشش داده شده با مالتودکسترین خالص با سایر نمونه‌ها معنی‌دار بود ($P < 0/05$). رطوبت بیش‌تر نمونه پوشش داده شده با مالتودکسترین می‌تواند منجر به چگالی ظاهری بیش‌تر این نمونه شود که این امر نیز به دلیل سنگین‌تر بودن ملکول آب نسبت به هواست [۴۰] در این راستا da Silva Araújo و همکاران (۲۰۲۲) نوع دیواره را بر مقدار چگالی ظاهری فاقد اثر معنی‌دار عنوان کردند. با این حال کمترین رطوبت را زمانی گزارش کردند که دیواره ذرات عصاره تفاله قهوه از جنس آلومین و صمغ عربی بود در حالی که بیش‌ترین رطوبت زمانی بود که از مالتودکسترین استفاده شد [۲۲]. Navarro-Flores و همکاران (۲۰۲۰) نیز گزارش کردند دانسیته ظاهری ذرات پوشش داده شده با مالتودکسترین بیش‌تر از ذرات عصاره گیاه گیاه چیپیلین^۱ است که با ترکیب مالتودکسترین-پروتئین سویا (۱۵ به ۲) پوشش داده شده‌اند ($P > 0/05$) [۴۲]. مورفولوژی نامنظم ناشی از خشک کردن انجمادی می‌تواند

1. Chipilin

زمانی می‌شود که از صمغ عربی یا مالتودکسترین در دیواره بهره گرفته شده است [۲۲]. گزارش شده است که حلالیت به شدت تحت تأثیر اندازه ذرات و فرمولاسیون ریز ذرات (ترکیب هسته و پوسته ذرات) است. بنابراین، مواد دیوار مورد استفاده در خشک کردن می‌تواند حلالیت ذرات را تغییر دهد [۴۳]. احتمالاً به همین دلیل نیز ذرات حاوی مالتودکسترین بیش‌تر حلالیت بالاتری را نسبت به نمونه‌ای ریزدرون‌پوشانی شده با نسبت بیش‌تر کنسانتره پروتئین سویا نشان دادند. در مورد MS (75.25) و MS (50.50) اگرچه حلالیت کنسانتره پروتئین نسبت به مالتودکسترین ضعیف‌تر است اما حلالیت عالی مالتودکسترین باعث شده است حلالیت نمونه با افزایش محتوای مالتودکسترین افزایش یافته است. Grabowski و همکاران (۲۰۰۸) همچنین دریافتند که حلالیت پودر سیب زمینی شیرین با افزایش مقدار مالتودکسترین در فرمولاسیون میکروذرات افزایش یافت [۴۴].

باعث ایجاد فضاهای خالی در بین ذرات، افزایش حجم آنها و در نتیجه کاهش چگالی ظاهری شود [۴۱].

۳.۲.۳. حلالیت ذرات

حلالیت شاخص مهمی برای ذرات ریزدرون‌پوشانی شده محسوب می‌شود چرا که دسترسی زیستی ترکیبات فنی ریزدرون‌پوشانی شده در سیستم‌های غذایی را تحت تأثیر قرار می‌دهد. همانطور که در جدول (۲) مشاهده می‌شود، به جز تفاوت بین نمونه MS (75.25) و MS (50.50) که در سطح ۵٪ معنی‌دار نبود، حلالیت سایر نمونه‌ها با یکدیگر متفاوت بودند ($P < 0.05$). وجود ملکول‌های آب بیش‌تر در فرمولاسیون می‌تواند انحلال بهتری را فراهم کند [۴۰]. ضمن این‌که مالتودکسترین ذاتاً حلالیت بالایی دارد و به همین دلیل است که عمدتاً در فرآیند خشک کردن استفاده می‌شود [۴۲]. Araujo و همکاران (۲۰۲۲) نیز گزارش کردند که استفاده از آلومین در فرمولاسیون دیواره میکروذرات عصاره تفاله قهوه موجب کاهش حلالیت ذرات در مقایسه با

جدول (۲) تاثیر نوع دیواره بر میزان رطوبت (%، فعالیت آبی، چگالی توده‌ای (g cm^{-3}) و شاخص حلالیت (%، عصاره خرماي درون‌پوشانی شده
Table 2- the effect of wall material on moisture content (%), water activity, bulk density (g cm^{-3}) and solubility index (SI) of date seed microcapsules

Wall material	MC (%)	Aw	BD (g cm^{-3})	SI (%)
M ₍₁₀₀₎	1.88±0.08 ^a	0.170±0.02 ^a	0.232±0.02 ^a	89.35±0.83 ^a
S ₍₁₀₀₎	1.69±0.14 ^a	0.137±0.02 ^a	0.179±0.03 ^b	69.20±1.40 ^d
MS _(75:25)	1.80±0.06 ^a	0.140±0.03 ^a	0.211±0.01 ^{ab}	80.37±0.86 ^b
MS _(50:50)	1.77±0.06 ^a	0.126±0.03 ^a	0.195±0.01 ^{Ab}	78.53±1.14 ^b
MS _(25:75)	1.68±0.06 ^a	0.123±0.01 ^a	0.178±0.01 ^b	74.33±1.07 ^c

Mean ± standard deviation (n=3); Different superscripts within the same column indicate significant difference ($P < 0.05$)
M(100): Maltodextrin 100 %; S (100): Soy protein concentrate 100 %; MS (75:25): maltodextrin: soy protein concentrate (75: 25 % w/w); MS (50:50): maltodextrin: soy protein concentrate (50: 50 % w/w); MS (25:75): maltodextrin: soy protein concentrate (25: 75 % w/w)

MC: moisture content; aw: water activity; BD: bulk density; SI: solubility index

میانگین ± انحراف معیار (۳ تکرار); بالانویس‌های مختلف در یک ستون نشان دهنده تفاوت معنی‌داری است ($P < 0.05$)

M(100): مالتودکسترین ۱۰۰٪؛ S (100): کنسانتره پروتئین سویا ۱۰۰٪؛ MS (75:25): مالتودکسترین: کنسانتره پروتئین سویا

(۷۵: ۲۵ درصد وزنی بر وزنی)؛ MS (50:50): مالتودکسترین: کنسانتره پروتئین سویا (۵۰: ۵۰ درصد وزنی بر وزنی)؛ MS

(25:75): مالتودکسترین: کنسانتره پروتئین سویا (۲۵: ۷۵ درصد وزنی بر وزنی).

MC: محتوای رطوبت؛ aw: فعالیت آبی؛ BD: دانسیته ظاهری؛ SI: شاخص حلالیت

نیز تأثیر می‌گذارد [۴۰]. ریز ساختار ذرات ریزدرون‌پوشانی شده در مالتودکسترین، پروتئین سویا و ترکیب این دو با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت که تصاویر نمونه‌ها در شکل (۱) مشخص است. همان‌طور که مشخص است ذرات تشکیل‌شده

۴.۲.۳. مورفولوژی ذرات

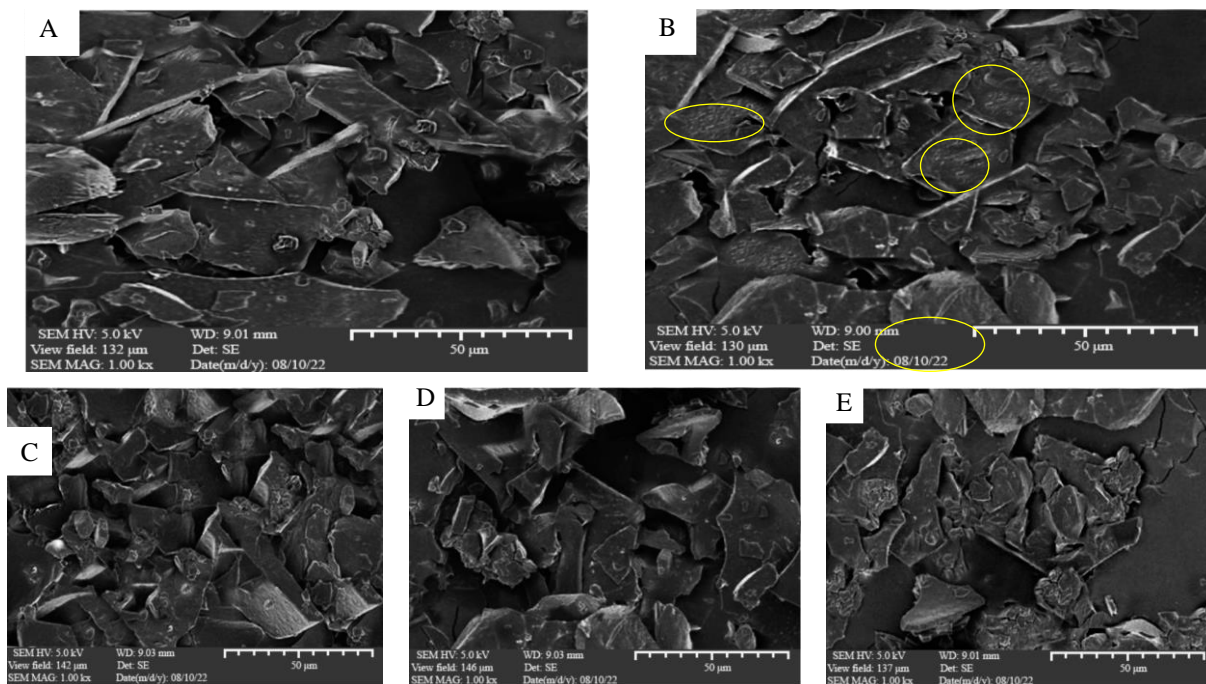
مورفولوژی ریزذرات و توزیع اندازه آن‌ها شاخص‌های مهمی در تعیین کیفیت میکروکپسول‌ها هستند. ساختار سطحی میکروکپسول‌ها نه تنها بر فرآیند ریزپوشانی، بلکه بر خواص فیزیکوشیمیایی (مانند سیالیت و پراکندگی) میکروکپسول‌ها

ساختارمندتر و با ترک بیش تر را ایجاد کرد. در این راستا، نتایج مشابهی توسط González-Ortega برای عصاره برگ زیتون ریزدرون پوشانی شده در مالتودکسترین (به روش خشک کن انجمادی) نیز گزارش شد [۴۷]. مواد پوششی مختلف مورد استفاده برای ریزپوشانی باعث ایجاد مورفولوژی و پارامترهای اندازه ذرات متفاوتی شدند.

اندازه‌ی ذرات تهیه شده به کمک خشک کن انجمادی متفاوت است. به عبارتی اندازه و شکل ذرات به شرایط فرایند و ترکیب اولیه وابسته است. برخی ذرات بالای $20 \mu\text{m}$ و برخی کوچک تر از $1 \mu\text{m}$ هستند. این امر نشان می‌دهد، فرایند پودر کردن این ذرات باید توسط یک سیستم مبتنی بر اندازه ذره بهبود یابد. مقایسه اندازه‌ی ذرات به دست آمده در پژوهش حاضر با سایر پژوهش‌ها دشوار است، زیرا اندازه ذرات به فرمول ماده دیواره، نوع ماده هسته، تنظیمات فرایند ریزدرون پوشانی و از همه مهم تر اندازه مش به کار رفته و سیستم آسیاب و الک کردن وابسته است [۴۹].

ساختاری ناهمگن، نامنظم، فلسی و ورقه‌ای شکل دارند که شبیه تکه‌های شکسته شیشه هستند و ترک‌هایی نیز در سطح ذرات به چشم می‌خورد. این چنین ساختاری پیش تر نیز برای ذرات ریزدرون پوشانی شده به کمک خشک کن انجمادی گزارش شده است [۲۳، ۴۵-۴۷]. در طول فرایند خشک کردن تصعید یخ منجر به ایجاد چنین ساختار متخلخلی می‌شود که ساختاری از یک ماتریس شیشه‌ای حاوی سلول‌های هوا را ایجاد می‌کند [۴۸].

در این میان نمونه S(100) دارای اندازه ذره کم تر و یکنواختی بیشتری هستند. این امر را می‌توان به تمایل چسبندگی میکروکپسول‌های M(100) و تجمع آن‌ها نسبت داد. ویسکوزیته بالاتر امولسیون‌های حاوی مقادیر مالتودکسترین نیز نسبت می‌تواند دلیل تجمع ذرات و اندازه ذرات بزرگ تر در نمونه M(100) است. هر چه محلول ویسکوزتر باشد، همگنی اندازه ذرات پس از خشک شدن کم تر است [۴۹]. همچنین ذرات حاصل از مالتودکسترین خالص یک مورفولوژی متخلخل تر،



شکل (۱) تأثیر نوع ترکیبات پوشش بر مورفولوژی ریز ذرات عصاره هسته خرما، (A) M(100)؛ (B) S(100)؛ (C) MS(75.25)؛ (D) MS(50.50) و (E) MS(25.75)

M(100): Maltodextrin 100 %; S (100): Soy protein concentrate 100 %; MS (75:25): maltodextrin: soy protein concentrate (75: 25 % w/w); MS (50:50): maltodextrin: soy protein concentrate (50: 50 % w/w); MS (25:75): maltodextrin: soy protein concentrate (25: 75 % w/w)

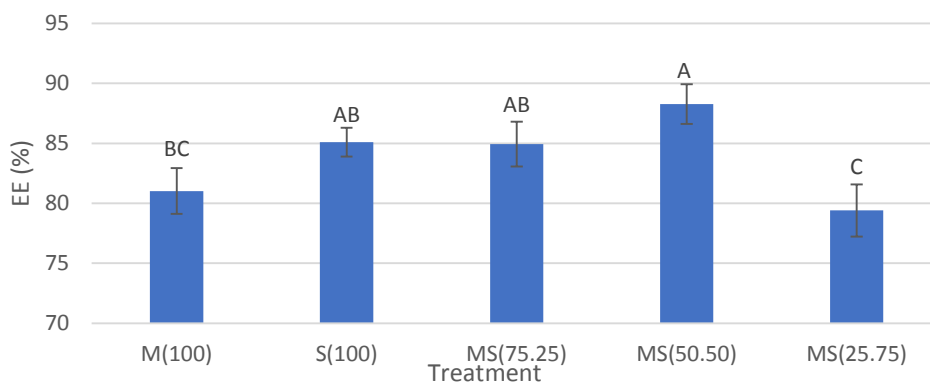
Fig. 1 The effect of wall material type on the morphology of date seed microparticles A) M100; B) S(100); C) MS(75.25); D) MS(5050) and E) MS(25.75)

M(100): Maltodextrin 100 %; S (100): Soy protein concentrate 100 %; MS (75:25): maltodextrin: soy protein concentrate (75: 25 % w/w); MS (50:50): maltodextrin: soy protein concentrate (50: 50 % w/w); MS (25:75): maltodextrin: soy protein concentrate (25: 75 % w/w)

۵.۲.۳. کارایی ریزدرون پوشانی (EE)

معنی دار نبود. احتمالاً حلالیت بالاتر مالتودکسترین در مقایسه با پروتئین سویا موجب بهبود عملکرد پروتئین سویا شده است، به عبارتی آب‌دوستی بالاتر مالتودکسترین موجب پیوند قوی‌تر با ترکیبات فنولی عصاره که عموماً آب‌دوست هستند می‌شود [۴۱]. همچنین Sassi و همکاران (۲۰۲۰) گزارش کردند که پروتئین زرده تخم‌مرغ به دلیل ایجاد برهم‌کنش قوی‌تر با ترکیبات فنولی عملکرد بهتری در مقایسه با صمغ عربی برای ریزدرون پوشانی عصاره هسته خرما دارد [۴۸]. Papoutsis و همکاران (۲۰۱۸) همچنین عملکرد ترکیب مالتودکسترین-پروتئین سویا را برای ریزدرون پوشانی عصاره پوست لیمو برتر از مالتودکسترین و مالتودکسترین-کاراگینان گزارش کردند [۴۶]. با این حال Araujo و همکاران (۲۰۲۲) در مورد تأثیر ریزدرون پوشانی عصاره پسماند قهوه گزارش کردند که مخلوط صمغ عربی- مالتودکسترین و صمغ عربی خالص راندمان ریزدرون پوشانی بهتری نسبت به پروتئین آلبومین خالص یا ترکیب پروتئین و آلبومین اعلام کردند [۲۲]. عملکرد دیواره می‌تواند با میزان حلالیت دیواره، ساختار و ظرفیت تشکیل فیلم در ارتباط باشد [۵۲]. محصور شدن و حفظ ترکیبات فنولی در ریزذرات به شدت به نوع پیوندی که می‌توانند با مواد دیواره (برای مثال، پیوند آبگریز یا هیدروژنی) ایجاد کنند، وابسته است. با این حال، این محصور شدن ممکن است فیزیکی باشد و به عبارتی ناشی از به دام افتادن ترکیبات زیست‌فعال در ماتریس پلیمری باشد [۲۲].

در یک روش ریزدرون پوشانی موفق حداکثر مواد فعال، درون ذرات جای می‌گیرند و روی سطح ذره حداقل مواد هسته وجود دارد [۵۰]. شکل ۲ راندمان ریزدرون پوشانی ریز ذرات مختلف را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشخص است، نوع دیواره به طور معنی‌داری بر کارایی ریزدرون پوشانی مؤثر بوده است ($P < 0.05$). کارایی ریزدرون پوشانی بر ذرات خشک شده بین ۷۹/۴۱ تا ۸۸/۲۷ درصد متغیر بود. مقادیر EE مطالعه حاضر در محدوده مقادیر یافت شده توسط برخی محققین دیگر بود. برای مثال Araujo و همکاران (۲۰۲۲) راندمان ریزدرون پوشانی عصاره تفاله قهوه ریزدرون پوشانی شده به روش خشک‌کن انجمادی را بین حدود ۸۰-۶۵٪ گزارش کردند. این ارقام در پژوهش Šaponjac و همکاران (۲۰۱۷) بین ۴۷/۷۹ تا ۹۲/۴۷٪ بود که وابسته به نسبت مواد دیواره به هسته و مقدار زمان هم‌زدن محلول ریز ذرات بود [۱۷]. همچنین کارایی درون پوشانی عصاره برگ مورینگا (به روش خشک‌کن انجمادی) بسته به نوع ترکیب دیواره ۷۱/۴ (برای مالتودکسترین خالص) تا ۸۲/۱۲ (مالتودکسترین-پکتین با متوکسیل بالا) بود [۵۱]. کارایی ریزدرون پوشانی عصاره تفاله قهوه در پوشش آلبومین خالص ۶۴/۸۴ درصد و در پوشش صمغ عربی خالص ۷۹/۵۴ بود [۲۲]. در پژوهش حاضر بیشترین کارایی زمانی بود که از ترکیب مالتودکسترین-کنسانتره پروتئین سویا ($50:50 \text{ w}^{-1}$) در فرمولاسیون دیواره ریزذرات استفاده شد. با این حال تفاوت عملکرد این دیواره با دو دیواره MS (75:25) و S (100) در سطح ۵٪



شکل (۲) تأثیر نوع ترکیبات پوشش بر کارایی درون پوشانی ریز ذرات عصاره هسته خرما

M(100): Maltodextrin 100 %; S (100): Soy protein concentrate 100 %; MS (75:25): maltodextrin: soy protein concentrate (75: 25 % w/w); MS (50:50): maltodextrin: soy protein concentrate (50: 50 % w/w); MS (25:75): maltodextrin: soy protein concentrate (25: 75 % w/w)

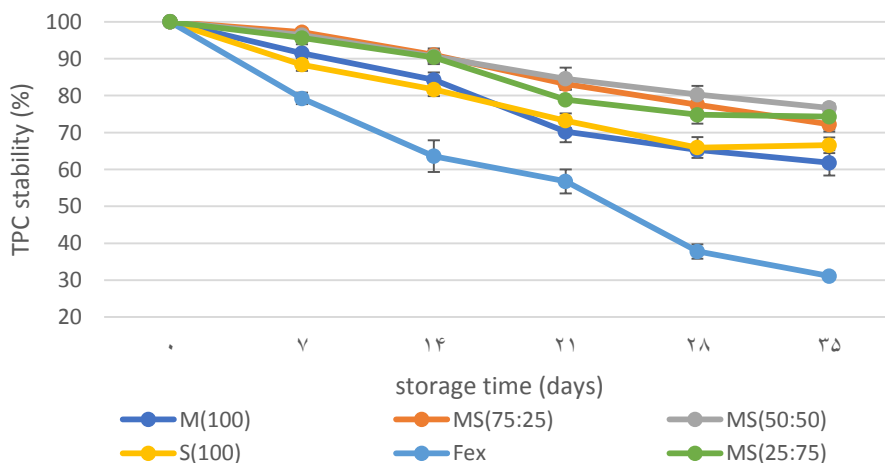
Fig 2. The effect of wall material type on the encapsulation efficiency of date seed microparticles

M(100): Maltodextrin 100 %; S (100): Soy protein concentrate 100 %; MS (75:25): maltodextrin: soy protein concentrate (75: 25 % w/w); MS (50:50): maltodextrin: soy protein concentrate (50: 50 % w/w); MS (25:75): maltodextrin: soy protein concentrate (25: 75 % w/w)

کندتر از سایر نمونه‌ها بود. در این راستا Šaponjac و همکاران (۲۰۱۷) دریافتند که طی ۶ هفته نگهداری در دمای °C ۳۵ حدود ۷۰٪ از پلی‌فنل‌های تفاله آب‌آلبالو ریزدرون پوشانی شده در پروتئین سویا و پروتئین آب‌پنیر باقی‌مانده است [۱۷]. Souza و همکاران (۲۰۱۷) نیز گزارش کردند که ترکیب ایزوله پروتئین سویا و مالتودکسترین (۱:۲) نسبت به مالتودکسترین خالص عملکرد بهتری در پایداری حرارتی عصاره انگور برزیلی داشت. آن‌ها بهترین عملکرد را مربوط به پوشش ترکیبی مالتودکسترین-ایزوله پروتئین سویا و پکتین گزارش کردند [۵۳]. بنابراین وجود فیلم محافظ در اطراف ترکیبات زیست‌فعال عصاره هسته خرما مانع تخریب حرارتی آن‌ها شده و پایداری این ترکیبات در طول ذخیره‌سازی را افزایش داده است. با این حال، Jafari و همکاران (۲۰۱۷) نشان دادند که روند تغییرات میزان آنتوسیانین ریزدرون عصاره گلبرگ زعفران (مواد دیواره: مالتودکسترین، صمغ شاهی و صمغ عربی) طی ۱۰ هفته نگهداری در دمای °C ۳۵ (در شرایط بدون نور و رطوبت و با اکسیژن کم) تقریباً ثابت باقی‌مانده است و تغییر معنی‌داری نداشته است و تفاوت معنی‌داری را بین پوشش‌های صمغی مختلف گزارش نکردند [۵۴]. تفاوت در شرایط نگهداری (وجود نور، رطوبت، اکسیژن و ...) و نوع دیواره می‌تواند دلیلی بر اختلاف نتایج این محققین با یافته‌های پژوهش حاضر باشد.

۶.۲.۳. پایداری ترکیبات فنولی عصاره آزاد و ریزدرون پوشانی شده

نتایج آزمایش ماندگاری ترکیبات فنولی در میکروذرات حاصل از دیواره‌های مختلف در شکل (۳) نمایش داده شده است. ریزدرون پوشانی عصاره هسته خرما (بدون در نظر گرفتن به نوع دیواره) توانست به حفظ ترکیبات فنولی طی دوران نگهداری کمک کند. در حالی که ۶۸/۸۸٪ ترکیبات فنولی عصاره آزاد بعد از ۳۵ روز نگهداری در دمای °C ۳۵ از بین رفته است. ریزدرون پوشانی ذرات باعث حفظ ۶۱/۷۹٪ (پوشش مالتودکسترین خالص) تا ۷۶/۶۹٪ (در پوشش مالتودکسترین-کنسانتره پروتئین سویا با نسبت ۵۰:۵۰) ترکیبات فنولی عصاره هسته خرما شده است. از بین رفتن این میزان از ترکیبات فنولی را می‌توان ناشی از تخریب ترکیبات فنولی سطح و متلاشی شدن مواد پوشش دهنده به دلیل تأثیرات طولانی مدت در دمای بالا دانست [۵۱]. استفاده از ترکیب کنسانتره پروتئین سویا و مالتودکسترین موجب حفظ بهتر ترکیبات فنولی عصاره بوده است. طی دوران نگهداری بین نمونه‌ی MS (75:25)، MS (50:50) و MS (25:75) تفاوت معنی‌داری مشاهده نشد، هر چند بهترین عملکرد طی دو هفته اول نگهداری در نمونه MS (75:25) و بعد از آن در نمونه MS (50:50) مشاهده شد. از آنجایی که پلی‌فنول کم‌تری در سطح این میکروذرات وجود داشت روند کاهش ترکیبات پلی‌فنولی در این دو نمونه نیز



شکل (۳) تأثیر نوع ترکیبات پوشش بر پایداری ترکیبات فنولی ریز ذرات عصاره هسته خرما

M(100): Maltodextrin 100 %; S (100): Soy protein concentrate 100 %; MS (75:25): maltodextrin: soy protein concentrate (75: 25 % w/w); MS (50:50): maltodextrin: soy protein concentrate (50: 50 % w/w); MS (25:75): maltodextrin: soy protein concentrate (25: 75 % w/w); Fex: free (non encapsulated) extract of date seed

Fig 3. The effect of wall material on the phenolic compound's stability of date seed microparticles

M(100): Maltodextrin 100 %; S (100): Soy protein concentrate 100 %; MS (75:25): maltodextrin: soy protein concentrate (75: 25 % w/w); MS (50:50): maltodextrin: soy protein concentrate (50: 50 % w/w); MS (25:75): maltodextrin: soy protein concentrate (25: 75 % w/w); ex: free (non encapsulated) extract of date seed



ویژه با نسبت ۵۰ به ۵۰) در فرمولاسیون دیواره میکروذرات استفاده شد. همچنین ریزدرون پوشانی عصاره هسته خرما توانست به حفظ ترکیبات فنولی طی دوران نگهداری کمک کند. در مجموع، با توجه به حلالیت مناسب، رطوبت و فعالیت آبی پایین میکروذرات عصاره هسته خرما و توانایی پوشش مالتودکسترین/سویا در حفظ ترکیبات فنولی عصاره، میکروذرات عصاره هسته خرما پتانسیل خوبی برای استفاده در فرمولاسیون‌های مواد غذایی دارند. بنابراین عصاره هسته خرما ریزدرون پوشانی شده در مالتودکسترین- پروتئین سویا (به ویژه نسبت ۵۰ به ۵۰ این ترکیبات) می‌تواند به عنوان یک ترکیب زیست فعال مقرون به صرفه برای محافظت ماده غذایی و بهبود ارزش تغذیه‌ای آن پیشنهاد شود. عصاره هسته خرما ریزدرون پوشانی می‌تواند در فرمولاسیون نوشیدنی‌های جایگزین قهوه و بدون کافئین به کار گرفته شود. تحقیقات بیش‌تری در زمینه‌ی بررسی نحوه عملکرد و ماندگاری این عصاره‌ها در فرمولاسیون مواد غذایی مورد نیاز است.

تشکر و قدردانی

نویسندگان بر خود لازم می‌دانند مراتب تشکر صمیمانه خود را از کارکنان مرکز تحقیقات و آموزش کشاورزی و منابع طبیعی فارس، مسئولان پژوهشی دانشکده علوم و صنایع غذایی دانشگاه آزاد اسلامی واحد سروستان و هیئت داوران پایان‌نامه که ما را در انجام و ارتقای کیفی این پژوهش یاری دادند، اعلام کنند.

نکته قابل توجه دیگر در شکل (۳) این است که در دو هفته آخر نگهداری، روند کاهش ترکیبات فنولی در نمونه‌های دارای پوشش کندتر شده است و حتی در نمونه S(100) و MS(25.75) در پایان هفته پنجم نگهداری افزایش اندک در میزان ترکیبات فنولی نسبت به هفته چهارم نگهداری ثبت شد ($P > 0.05$). در طی تخریب پلی فنل‌های مزدوج، گروه‌های هیدروکسیل آزاد تولید می‌شود که می‌تواند تخمین بیش از حد محتوای پلی فنل کل توسط روش Folin-Ciocalteu را موجب شود [۱۷]. همچنین کند شدن روند کاهش میزان ترکیبات فنولی در میکروذرات ریزدرون پوشانی شده با گذشت زمان را می‌توان به از بین رفتن ترکیبات فنولی سطحی میکروذرات نسبت داد [۵۱].

۴. نتیجه‌گیری

نتایج آنالیز HPLC نشان داد که گالیک اسید و کاتکین به ترتیب مهم‌ترین ترکیب فنولی و فلاونوئیدی عصاره هسته خرما برشته استخراج شده به روش ترکیبی استخراج به کمک امواج فراصوت-مایکروویو بود. بررسی تأثیر نوع دیواره پوشش بر ویژگی‌های فیزیکی نیز نشان داد که نوع دیواره تأثیری بر میزان رطوبت و فعالیت آبی نمونه ندارد. میزان رطوبت و فعالیت آبی پایین نمونه‌ها نویدبخش زمان ماندگاری مطلوب پودرهای تولید شده داشت. همچنین، وجود مالتودکسترین در فرمولاسیون دیواره پوشش عصاره هسته خرما موجب انحلال‌پذیری مطلوب میکروذرات عصاره هسته خرما شده است. بهترین کارایی ریزدرون پوشانی زمانی حاصل شد که از ترکیب مالتودکسترین و پروتئین سویا (به

منابع

- [1] Urquiaga, I., & Leighton, F. (2000). Plant polyphenol antioxidants and oxidative stress. *Biol. Res.*, 33(2), 55-64.
- [2] Trivedi, M. R., Morecroft, M. D., Berry, P. M., & Dawson, T. P. (2008). Potential effects of climate change on plant communities in three montane nature reserves in Scotland, UK. *Biol. Conserv.*, 141(6), 1665-1675.
- [3] Copley, M. S., Rose, P. J., Clapham, A., Edwards, D. N., Horton, M. C., & Evershed, R. P. (2001). Detection of palm fruit lipids in archaeological pottery from Qasr Ibrim, Egyptian Nubia. *Proc. R. Soc. B: Biol. Sci.*, 268 (1467), 593-597.
- [4] Benton, M. J., & Donoghue, P. C. (2007). Paleontological evidence to date the tree of life. *Mol. Biol. Evol.*, 24(1), 26-53.
- [5] Hmidani, A., Bourkhis, B., Khouya, T., Ramchoun, M., Filali-Zegzouti, Y., & Alem, C. (2020). Phenolic profile and anti-inflammatory activity of four Moroccan date (*Phoenix dactylifera* L.) seed varieties. *Heliyon*. 6(2), e03436.

- [6] Metoui, M., Essid, A., Bouzoumita, A., & Ferchichi, A. (2019). Chemical Composition, Antioxidant and Antibacterial Activity of Tunisian Date Palm Seed. *Pol. J. Environ. Stud.*, 28(1), 1-8.
- [7] FAOSTAT. (2021). *Dates*, World Food and Agriculture - Statistical Yearbook 2021. Rome, Italy: The Food and Agriculture Organization (FAO). Accessed 28 March 2021. Dates.
- [8] Ashraf, Z., & Hamidi-Esfahani, Z. (2011). Date and date processing: a review. *Food Rev. Int.*, 27(2), 101-133.
- [9] Al-Farsi, M. A., & Lee, C. Y. (2011). Usage of date (*Phoenix dactylifera* L.) seeds in human health and animal feed. In Preedy, V.P., Watson, R.R. & Patel, V.V. (Ed.s) *Nuts and seeds in health and disease prevention* (pp. 447-452). Netherlands: Elsevier.
- [10] Maqsood, S., Adiamo, O., Ahmad, M., & Mudgil, P. (2020). Bioactive compounds from date fruit and seed as potential nutraceutical and functional food ingredients. *Food Chem.*, 308, 125522. doi:https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125522
- [11] Habib, H. M., Platat, C., Meudec, E., Cheynier, V., & Ibrahim, W. H. (2014). Polyphenolic compounds in date fruit seed (*Phoenix dactylifera*): characterisation and quantification by using UPLC-DAD-ESI-MS. *J. Sci. Food Agric.*, 94(6), 1084-1089 .
- [12] Al-Farsi, M. A., & Lee, C. Y. (2008). Optimization of phenolics and dietary fibre extraction from date seeds. *Food Chem.*, 108(3), 977-985.
- [13] Thouri, A., Chahdoura, H., El Arem, A., Hichri, A. O., Hassin, R. B., & Achour, L. (2017). Effect of solvents extraction on phytochemical components and biological activities of Tunisian date seeds (var. Korkobbi and Arehti). *BMC Complement Altern Med.*, 17(1), 1-10 .
- [14] Hasan, M., & Mohieldein, A. 2016. In vivo evaluation of anti diabetic, hypolipidemic, antioxidative activities of Saudi date seed extract on streptozotocin induced diabetic rats. *JCDR.*, 10(3), FF06 .
- [15] Giusti, M. M., & Wrolstad, R. E. (2003). Acylated anthocyanins from edible sources and their applications in food systems. *Biochem. Eng. J.*, 14(3), 217-225 .
- [16] Sharif, N., Khoshnoudi-Nia, S., & Jafari, S. M. (2020). Nano/microencapsulation of anthocyanins; a systematic review and meta-analysis. *Int. Food Res. J.* 132, 109077. doi:https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109077.
- [17] Šaponjac, V. T., Četković, G., Čanadanović-Brunet, J., Djilas, S., Pajin, B., Petrović, J., Stajčić, S., & Vulić, J. (2017). Encapsulation of sour cherry pomace extract by freeze drying: Characterization and storage stability. *Acta Chim. Slov.*, 64(2), 283-289.
- [18] Khoshnoudi-Nia, S., Sharif, N., & Jafari, S.M. (2022). Loading of phenolic compounds into electrospun nanofibers and electrospayed nanoparticles. *Trends Food Sci. Technol.*, 95, 59-74.
- [19] Samborska, K., Boostani, S., Geranpour, M., Hosseini, H., Dima, C., Khoshnoudi-Nia, S., Rostamabadi, H., Falsafi, R., Shaddel, R., Akbari-Alavijeh, S., Jafari, M. (2021). Green biopolymers from by-products as wall materials for spray drying microencapsulation of phytochemicals. *Trends Food Sci. Technol.*, 108, 297-325.
- [20] Comunian, T.A. & Favaro-Trindade, C.S. (2016). Microencapsulation using biopolymers as an alternative to produce food enhanced with phytosterols and omega-3 fatty acids: A review. *Food Hydrocoll.*, 61, 442-457.
- [21] Ince, A.E., Sahin, S. & Sumnu, G. (2014). Comparison of microwave and ultrasound-assisted extraction techniques for leaching of phenolic compounds from nettle. *J. Food Sci. Technol.*, 51(10), 2776-2782.
- [22] Araujo, C. d. S., Vimercati, W. C., Macedo, L. L., Saraiva, S. H., Teixeira, L. J. Q., da Costa, J. M. G., & Pimenta, C. J. (2022). Encapsulation of phenolic and antioxidant compounds from spent coffee grounds using spray-drying and freeze-drying and characterization of dried powders. *J. Food Sci.*, 87(9), 4056-4067.
- [23] Ballesteros, L. F., Ramirez, M. J., Orrego, C. E., Teixeira, J. A., & Mussatto, S. I. (2017). Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. *Food Chem.* 237, 623-631.
- [24] Cai, X., Du, X., Cui, D., Wang, X., Yang, Z., & Zhu, G. (2019). Improvement of stability of blueberry anthocyanins by carboxymethyl starch/xanthan gum combinations microencapsulation. *Food Hydrocoll.*, 91, 238-245.
- [25] Esmaeili, F., Hashemiravan, M., Eshaghi, M. R., & Gandomi, H. (2022). Encapsulation of *Arctium lappa* L. root extracts by spray-drying and freeze-drying using maltodextrin and Gum Arabic as coating agents and it's application in synbiotic orange-carrot juice. *J. Food Meas. Charact.*, 1-14 .
- [26] Ahmed, I. A. M., Al Juhaimi, F. Y., Osman, M. A., Al Maiman, S. A., Hassan, A. B., Alqah, H. A., Babiker, E. E., & Ghafoor, K. (2020). Effect of oven roasting treatment on the antioxidant activity, phenolic compounds, fatty acids, minerals, and protein profile of *Samh* (*Mesembryanthemum forsskaei* Hochst) seeds. *LWT.* 131, 109825 .
- [27] Fikry, M., Yusof, Y. A., M. Al-Awaadh, A., Abdul Rahman, R., Chin, N. L., & Ghazali, H. M. (2019). Antioxidative and quality properties of full-fat

- date seeds brew as influenced by the roasting conditions. *Antioxidants*, 8(7), 226.
- [28] Pourshoab, S. J., Ghatrami, E. R., & Shamekhi, M. A. (2022). Comparing ultrasonic-and microwave-assisted methods for extraction of phenolic compounds from Kabkab date seed (*Phoenix dactylifera* L.) and stepwise regression analysis of extracts antioxidant activity. *Sustain. Chem. Pharm.* 30, 100871.
- [29] Ahmed, A., Arshad, M. U., Saeed, F., Ahmed, R. S., & Chatha, S. A. S. (2016). Nutritional probing and HPLC profiling of roasted date pit powder. *PJN*, 15(3), 229.
- [30] Chen, C. (2003). Evaluation of air oven moisture content determination methods for rough rice. *Biosyst. Eng.*, 86 (4), 447-457.
- [31] Høstmark, Ø., & Teigland, S. (2009). Role of Water Activity of Liquid in Controlling Evaporation Rate of Low-Viscosity Liquids. *Dry. Technol.* 27(10), 1152-1155.
- [32] Abdullah, E. C., & Geldart, D. (1999). The use of bulk density measurements as flowability indicators. *Powder Technol.*, 102(2), 151-165.
- [33] Anema, S., Pinder, D., Hunter, R., & Hemar, Y. (2006). Effects of storage temperature on the solubility of milk protein concentrate (MPC85). *Food Hydrocoll.*, 20 (2-3), 386-393.
- [34] Der Want, V. (1998). A comparative study of thin coatings of Au/Pd,Pt and Cr produced by magnetron sputtering for FE-SEM. *J. Microsc.*, 189(1), 79-89.
- [35] Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventós, R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. *Meth. Enzymol.*, 299, 152-178.
- [36] Altunkaya, A., Hedegaard, R. V., Harholt, J., Brimer, L., Gökmen, V., & Skibsted, L. H. (2013). Oxidative stability and chemical safety of mayonnaise enriched with grape seed extract. *Food Funct.*, 4(11), 1647-1653.
- [37] Al Juhaimi, F., Özcan, M. M., Adiamo, O. Q., Alsawmahi, O. N., Ghafoor, K., & Babiker, E. E. (2018). Effect of date varieties on physico-chemical properties, fatty acid composition, tocopherol contents, and phenolic compounds of some date seed and oils. *J. Food Process. Preserv.*, 42(4), e13584.
- [38] Nayak, C. A., & Rastogi, N. K. (2010). Effect of selected additives on microencapsulation of anthocyanin by spray drying. *Dry. Technol.* 28(12), 1396-1404.
- [39] Mansour, M., Salah, M., & Xu, X. (2020). Effect of microencapsulation using soy protein isolate and gum arabic as wall material on red raspberry anthocyanin stability, characterization, and simulated gastrointestinal conditions. *Ultrason. Sonochem.* 63, 104927.
- [40] Alifakı, Y. Ö., Şakıyan, Ö., & Isci, A. (2022). Investigation of Storage Stability, Baking Stability, and Characteristics of Freeze-Dried Cranberrybush (*Viburnum opulus* L.) Fruit Microcapsules. *Food Bioproc. Tech.*, 15 (5), 1115-1132.
- [41] Tonon, R. V., Baroni, A. F., Brabet, C., Gibert, O., Pallet, D., & Hubinger, M. D. (2009). Water sorption and glass transition temperature of spray dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. *J. Food Eng.*, 94 (3-4), 215-221.
- [42] Navarro-Flores, M. J., Ventura-Canseco, L. M. C., Meza-Gordillo, R., Ayora-Talavera, T. d. R., & Abud-Archila, M. (2020). Spray drying encapsulation of a native plant extract rich in phenolic compounds with combinations of maltodextrin and non-conventional wall materials. *J. Food Sci. Technol.* 57(11), 4111-4122.
- [43] Cortés-Rojas, D. F., Souza, C. R. F., & Oliveira, W. P. (2015). Optimization of spray drying conditions for production of *Bidens pilosa* L. dried extract. *Chem Eng Res Des.*, 93, 366-376.
- [44] Grabowski, J., Truong, V.-D., & Daubert, C. (2008). Nutritional and rheological characterization of spray dried sweetpotato powder. *LWT-Food Sci. Technol.* 41(2), 206-216.
- [45] Murali, S., Kar, A., Mohapatra, D., & Kalia, P. (2015). Encapsulation of black carrot juice using spray and freeze drying. *FSTL*, 21(8), 604-612.
- [46] Papoutsis, K., Golding, J. B., Vuong, Q., Pristijono, P., Stathopoulos, C. E., Scarlett, C. J., & Bowyer, M. (2018). Encapsulation of citrus by-product extracts by spray-drying and freeze-drying using combinations of maltodextrin with soybean protein and ι -Carrageenan. *Foods*, 7(7), 115 .
- [47] González-Ortega, R., Faieta, M., Di Mattia, C. D., Valbonetti, L., & Pittia, P. (2020). Microencapsulation of olive leaf extract by freeze-drying: Effect of carrier composition on process efficiency and technological properties of the powders. *J. Food Eng.*, 285, 110089 .
- [48] Sassi, C. B., Marcet, I., Rendueles, M., Díaz, M., & Fattouch, S. (2020). Egg yolk protein as a novel wall material used together with gum Arabic to encapsulate polyphenols extracted from *Phoenix dactylifera* L pits. *LWT.*, 131, 109778.
- [49] Šturm, L., Črnivec, I. G. O., Istenič, K., Ota, A., Megušar, P., Slukan, A., Humar, M., Levic, S., Nedović, V., & Deželak, M. (2019). Encapsulation of non-dewaxed propolis by freeze-drying and spray-drying using gum Arabic, maltodextrin and inulin as coating materials. *Food Bioprod. Process.*, 116, 196-211.

- [50] Mahdavi, S. A., Jafari, S. M., Assadpoor, E., & Dehnad, D. (2016). Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum Arabic and gelatin. *Int. J. Biol. Macromol.*, 85, 379-385.
- [51] Dadi, D. W., Emire, S. A., Hagos, A. D., & Eun, J.-B. (2020). Physical and functional properties, digestibility, and storage stability of spray-and freeze-dried microencapsulated bioactive products from moringa stenopetala leaves extract. *Ind. Crops Prod.*, 156, 112891.
- [52] Tao, Y., Wang, P., Wang, J., Wu, Y., Han, Y., & Zhou, J. (2017). Combining various wall materials for encapsulation of blueberry anthocyanin extracts: Optimization by artificial neural network and genetic algorithm and a comprehensive analysis of anthocyanin powder properties. *Powder Technol.*, 311, 77-87.
- [52] Souza, A. C. P., Gurak, P. D., & Marczak, L. D. F. (2017). Maltodextrin, pectin and soy protein isolate as carrier agents in the encapsulation of anthocyanins-rich extract from jaboticaba pomace. *Food Bioprod. Process.* 102, 186-194 .
- [53] Jafari, S.-M., Mahdavi-Khazaei, K., & Hemmati-Kakhki, A. (2016). Microencapsulation of saffron petal anthocyanins with cress seed gum compared with Arabic gum through freeze drying. *Carbohydr. Polym.*, 140, 20-25.