

نوع مقاله: علمی - پژوهشی

## تأثیر فراصوت و ریزپوشانی کردن بر ویژگی‌های ترکیبات زیست فعال عصاره استخراج شده از تفاله انگور قرمز رقم رشه سردشت

شهین زمردی<sup>۱\*</sup>، الهام آذرپژوه<sup>۲</sup> و پروین شرایعی<sup>۲</sup>

۱- دانشیار پژوهشی، بخش تحقیقات فنی و مهندسی مرکز تحقیقات، آموزش کشاورزی و منابع طبیعی آذربایجان غربی، سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی، ارومیه، ایران  
۲- استادیار پژوهشی، بخش تحقیقات فنی و مهندسی مرکز تحقیقات، آموزش کشاورزی و منابع طبیعی خراسان رضوی، سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی، مشهد، ایران  
تاریخ دریافت: ۹۸/۴/۱۴؛ تاریخ پذیرش: ۹۸/۱/۱

### چکیده

در این تحقیق، تأثیر فراصوت و ریزپوشانی کردن بر ویژگی‌های کمی و کیفی ترکیبات زیست فعال عصاره استخراج شده از تفاله انگور رقم رشه سردشت بررسی شده است. برای بررسی تأثیر شدت و زمان فرایند فراصوت از روش سطح پاسخ استفاده شد. متغیرهای مستقل شامل شدت فراصوت و زمان فرایند به ترتیب در سه سطح ۲۰، ۶۰ و ۱۰۰ درصد و ۵، ۱۰ و ۱۵ دقیقه است. نتایج تحقیق نشان می‌دهد ترکیبات فنلی، قدرت احیاکنندگی آهن سه ظرفیتی (FRAP) و گیرندگی رادیکال‌های آزاد (DPPH) با افزایش شدت فراصوت، ابتدا افزایش اما پس از آن کاهش می‌یابد ( $p < 0.05$ ). در حالی که با افزایش زمان فرایند، ترکیبات فنلی، FRAP و DPPH کاهش پیدا می‌کند ( $p < 0.05$ ). شرایط بهینه برای استخراج عصاره آبی پسماند انگور، شدت فراصوت ۶۰ درصد و زمان فرایند ۸/۷۸ دقیقه تعیین شده است. راندمان استخراج، میزان ترکیبات فنلی، FRAP و DPPH در این شرایط به ترتیب ۱۴/۹۹ درصد، ۵۶/۲۶ میلی‌گرم بر گرم، ۱۶۰۸/۹۴ میکرومول آهن دو ظرفیتی بر لیتر و ۷۸/۸۰ درصد به دست آمد. عصاره بهینه استخراج شده از تفاله انگور قرمز با استفاده از مخلوط آلزینات کلسیم ۰/۱ درصد و مالتودکستروزین در غلظت‌های ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد به روش خشک کردن انجمادی ریزپوشانی شد. نتایج تجزیه آماری داده‌ها نشان می‌دهد با افزایش غلظت مواد دیواره، راندمان تولید، رطوبت، دانسیته توده و قطر متوسط ذرات ریزکپسول‌ها، افزایش می‌یابد ( $p < 0.05$ ). دمای انتقال شیشه‌ای تمام ریزکپسول‌ها از دمای محیط بیشتر است. پودر ریزپوشانی شده با ۱۵ درصد مالتودکستروزین دارای بالاترین ترکیبات فنلی، FRAP و DPPH و دمای انتقال شیشه‌ای است.

### واژه‌های کلیدی

آنتی اکسیدان، پسماند فرآوری، پسماند کشاورزی، سردشت

### مقدمه

اختصاص دارد و سالانه ۲۵ هزار تن انگور به صورت کاملاً ارگانیک و بدون استفاده از سموم تولید می‌شود. این انگور قرمز سردشت، یا همان رقم رشه،

در مناطق کوهستانی شهرستان سردشت بیش از ۴۵۰۰ هکتار زمین به کشت انگور قرمز

به اجزای سلولی بخش‌های گیاه می‌شوند. استخراج با امواج فراصوت موجب کاهش زمان استخراج، کاهش مصرف انرژی، کاهش میزان مصرف حلال، مخلوط کردن بهتر، انتقال سریع‌تر انرژی، استخراج انتخابی، آغاز سریع استخراج و افزایش بازده می‌شود (Chemat *et al.*, 2011; Hammi *et al.*, 2015; Kaderides *et al.*, 2015).

پان و همکاران (Pan *et al.*, 2011) برای استخراج ترکیبات آنتی‌اکسیدانی پوست انار، از امواج فراصوت با شدت  $59/2$  وات بر سانتی‌متر مربع استفاده کردند و نشان دادند که در اثر استفاده از امواج فراصوت بازده استخراج در حدود ۲۴ درصد افزایش و زمان استخراج در حدود ۹۰ درصد کاهش می‌یابد. تیواری و همکاران (Tiwari *et al.*, 2010) با بررسی تأثیر فرآیند فراصوت بر مقدار آنتوسیانین‌ها و رنگ آب انگور قرمز نشان دادند که میزان بیشتری از آنتوسیانین‌ها در خلال فراصوت از آب انگور قرمز استخراج می‌شود. جدیدی و معتمدزادگان (Jadidi & Motamedzadegan, 2012) در تحقیقی مقدار ترکیبات فنولی، فلاونوئیدی و فعالیت آنتی‌اکسیدانی عصاره، پسماند و کنسانتره را در گونه انگور سیاه موجود در استان گلستان تعیین کردند و نشان دادند که مقدار ترکیبات فنولی و ویژگی‌های ضد اکسایشی میوه انگور بیشتر است تا در کنسانتره و پسماند انگور. مقدار ترکیبات فنلی کل و فلاونوئیدهای کل عصاره متانولی این گونه انگور به ترتیب  $154/5 \pm 1/3$  گرم اسید گالیک در ۱۰۰ گرم وزن خشک نمونه و  $130 \pm 15$  میلی‌گرم کوئرستین بر گرم وزن خشک نمونه گزارش شد. غفور و همکاران (Ghafoor *et al.*, 2009) تأثیر متغیرهای غلظت اتانول، دما و زمان استخراج را بر ویژگی‌های اجزای زیست‌فعال (ترکیبات فنلی، فعالیت

پوستی قرمز مایل به سیاه دارد و گوشت و آب میوه آن نیز قرمز پررنگ است. تفاله این رقم منبع غنی از آنتوسیانین‌هاست (Abyari *et al.*, 2006).

بخشی قابل توجه از این انگور در تولید آب میوه مصرف می‌شود. باقیمانده صنعتی انگور اغلب خوشه، تفاله و آب میوه است. بسته به شرایط انگور در زمان برداشت، باقیمانده‌های انگور به  $13/5$  تا  $14/5$  و گاهی به ۲۰ درصد کل حجم انگور می‌رسد (Nassiri & Hosseinzadeh, 2009). تفاله این انگور قرمز منبع غنی از آنتوسیانین‌هاست. آنتوسیانین‌ها رنگدانه‌های طبیعی موجود در میوه‌ها و سبزی‌ها هستند. این رنگدانه‌ها در محدوده pH بین ۱ تا ۳ رنگ قرمز از خود نشان می‌دهند و می‌توانند در بعضی مواد غذایی با اسیدیته بالا به کار روند. پودر آنتوسیانین حاصل از پسماند انگور سیاه به صورت صنعتی در بعضی کشورها تولید می‌شود که حاوی ۱ تا  $1/7$  درصد آنتوسیانین خالص است. هر چند خالص سازی آن نیز امکان پذیر است ولی این عمل موجب جدا شدن برخی از ترکیبات طبیعی نظیر پکتین‌ها، قندها و پلی فنل‌ها می‌شود که می‌تواند موجب کاهش پایداری رنگ گردد.

استخراج ترکیبات زیست‌فعال به روش سنتی معایبی دارد مانند: نیاز به زمان زیاد، حلال‌های پر هزینه با خلوص بالا، تبخیر مقدار زیادی از حلال، انتخاب پذیری پایین و جداسازی ساختارهای ناپایدار در اثر گرما. برای غلبه بر این معایب، روش‌های نوین و مؤثری برای استخراج معرفی شده‌اند که یکی از آنها استخراج با کمک امواج فراصوت است. طول موج امواج فراصوت معمولاً بین ۲۰ تا ۱۰۰ مگا هرتز است. این فرآیند پدیده‌ای به نام کاویتاسیون<sup>۱</sup> ایجاد می‌کند که به معنی ساختن، بزرگ کردن و ترکاندن حباب است. حباب‌ها موجب دسترسی آسان‌تر حلال

آنتوسیانین‌ها می‌شود. یکی از راه‌های جلوگیری از تخریب آنتوسیانین‌ها، ریزپوشانی کردن<sup>۳</sup> این ترکیبات است. ریزپوشانی کردن فرایندی است که در آن ذرات ریز و قطره‌های یک ماده با مواد مختلف پوشانده می‌شوند تا ویژگی‌های مفید آن حفظ شود (Azarpazhooh *et al.*, 2018).

مالتودکسترین به علت توانایی تشکیل شبکه در ریزپوشانی به عنوان دیواره مورد توجه است. بالا بودن کارایی ریزپوشانی با مالتودکسترین‌ها، پایین بودن گرانی و محلول آنها حتی در غلظت‌های بالا، در دسترس بودن آنها در وزن‌های مولکولی مختلف و پایین بودن قیمت آنها را می‌توان عوامل مهم کاربرد این ترکیبات در ریزپوشانی دانست (Apintanapong & Noomhorm, 2003). یکی از روش‌های ریزپوشانی کردن، استفاده از خشک‌کن انجمادی است. خشک کردن انجمادی ۳۰ تا ۵۰ برابرگران‌تر از خشک کردن پاششی است. با این همه، خشک کردن انجمادی بهترین روش برای خشک کردن رنگدانه‌های طبیعی و ترکیبات حساس به حرارت است (Sanchez *et al.*, 2006). کادیریدیس و همکاران (Kaderides *et al.*, 2015) ترکیبات فنلی پوست انار را با دیواره‌های مالتودکسترین و پودر شیر پس‌چرخ و مخلوط آنها با استفاده از خشک‌کن پاششی، ریزپوشانی کردند. مخلوط دیواره‌ها (به نسبت مساوی ۵۰ به ۵۰)، دمای هوای ورودی ۱۵۰ درجه سلسیوس، سرعت هوای ۱۷/۳ متر مکعب بر ساعت و نسبت هسته به دیواره ۱ به ۹ به عنوان شرایط بهینه گزارش شد. آذرپژوه و همکاران (Azarpazhooh *et al.*, 2018) عصاره اتانول اسیدی شده ترکیبات زیست فعال پوست انار را به روش خشک کردن انجمادی با استفاده از مخلوط آلژینات کلسیم ۰/۱ درصد و مالتودکسترین در سطوح ۵، ۱۰

آنتی‌اکسیدانی و آنتوسیانین‌ها) استخراج شده از دانه انگور از طریق فرآیند فراصوت با استفاده از روش سطح پاسخ بررسی کردند و نشان دادند تأثیر متغیرهای فرآیند بر مقدار استخراج اجزای زیست‌فعال معنی‌دار است. شرایط بهینه برای استخراج حداکثر مقدار ترکیبات فنلی کل، فعالیت آنتی‌اکسیدانی و آنتوسیانین کل به ترتیب این گونه گفته شده است: غلظت اتانول ۵۳/۱۵، ۵۳/۰۶ و ۵۲/۳۵ درصد، دمای استخراج ۵۶/۰۳، ۶۰/۶۵ و ۵۵/۱۳ درجه سلسیوس و زمان استخراج ۲۹/۰۳، ۳۰/۵۸ و ۲۹/۴۹ دقیقه. در این شرایط، کل ترکیبات فنولی برابر با ۵/۴۱ میلی گرم اسیدگالیک در ۱۰۰ میلی لیتر، فعالیت آنتی‌اکسیدانی ۱۲/۲۸ میلی گرم در میلی لیتر و مقدار آنتوسیانین کل ۲/۲۹ میلی گرم در میلی لیتر عصاره دانه انگور بوده که با مقادیر پیش بینی شده مطابقت داشته است. شراییعی و همکاران (Sharayei *et al.*, 2019) برای استخراج اجزای مؤثر پوست انار، از فرآیند فراصوت با شدت صفر، ۲۰، ۴۰ و ۱۰۰ درصد و در زمان‌های ۵، ۱۰ و ۱۵ دقیقه استفاده کردند. شدت فراصوت ۶۰ درصد و زمان فرایند ۶/۲ دقیقه به عنوان شرایط بهینه استخراج تعیین شد. در شرایط بهینه، حداکثر مقادیر پیش‌بینی شده راندمان، ترکیبات فنلی کل، گیرندگی رادیکال آزاد<sup>۱</sup> (DPPH) و قدرت احیاکنندگی آهن سه ظرفیتی<sup>۲</sup> (FRAP) عصاره پوست انار به ترتیب ۱۳/۱ درصد، ۴۲/۲ میلی گرم اسید گالیک در گرم، ۸۸/۸ درصد و ۱۸۲۴/۶ میکرومول آهن ۲ در گرم به دست آمد. آنتوسیانین‌ها ممکن است با یکدیگر یا با اسیدهای آمینه و پروتئین‌ها واکنش دهند و پلیمرهایی قهوه‌ای رنگ تولید کنند. حضور برخی فلزات نیز موجب بروز واکنش‌های نامطلوب و تخریب

1- 2,2- Diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH)  
3- Microencapsulation

2- Ferric Reducing Activity of Plasma (RRAP)

میلی‌متر استفاده شد. برای هر آزمایش، دقیقاً ۱۰۰ گرم از پودر تفاله انگور قرمز با ۴۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر مخلوط و برابر طرح آزمایشی (جدول ۱) در زمان‌های مختلف تحت تأثیر شدت‌های مختلف فراصوت در دمای محیط قرار داده شد. محلول‌های حاصل صاف و با تبخیر کننده دوار در خلأ (Laborota 4000 efficient, Germany) تا آبیگری کامل تغلیظ گردید (Tabaraki & Nateghi, 2011). محلول تغلیظ شده به مدت ۱۹ ساعت در فریزر با دمای ۷۰- درجه سلسیوس نگهداری و پس از آن به خشک کن انجمادی (Operon FDB- 550, Korea) منتقل شد. نمونه‌ها در خشک کن انجمادی در دمای ۵۵- درجه سلسیوس با فشار ۰/۱۵ میلی‌متر جیوه طی ۴۸ ساعت خشک شدند (Ersus & Yurdagel, 2007). نمونه‌های خشک شده تا شروع آزمایش‌ها در تاریکی و دمای ۱۸- درجه سلسیوس نگهداری شدند.

### روش‌های آزمایش

#### تعیین راندمان استخراج

برای تعیین راندمان استخراج، تفاله انگور قرمز قبل و بعد از استخراج وزن و راندمان استخراج بر حسب درصد براساس رابطه ۱ محاسبه گردید که در آن  $W_1$  وزن اولیه پسماند قبل از استخراج و  $W_2$  وزن پسماند پس از استخراج است (Sharayei et al., 2019).

$$\text{راندمان استخراج} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \quad (1)$$

#### تعیین ترکیبات فنلی

برای تعیین ترکیبات فنلی، از روش فولین سیوکالچو استفاده شد. مقدار جذب نمونه‌ها در طول موج ۷۶۵ نانومتر قرائت شد. منحنی کالیبراسیون اسید گالیک

و ۱۵ درصد و با نسبت عصاره به مواد دیوار ۱:۰/۵، ریزپوشانی کردند و نشان دادند با افزایش غلظت مالتودکسترین، عملکرد افزایش می‌یابد. این محققان می‌گویند پودر ریزپوشانی شده با ۱۵ درصد مالتودکسترین دارای بالاترین ترکیبات فنولی، آنتوسیانین کل، ظرفیت آنتی‌اکسیدان و DPPH و کمترین دمای انتقال شیشه‌ای است. هدف از این تحقیق بررسی تأثیر فراصوت و ریزپوشانی کردن بر ویژگی‌های کمی و کیفی ترکیبات زیست‌فعال عصاره استخراج شده از تفاله انگور رقم رشه سردشت است.

### مواد و روش‌ها

انگور قرمز رقم رشه از شهرستان سردشت خریداری شد. پس از شستشو و آبیگری، تفاله آن جدا گردید. پس از خشک کردن، تفاله انگور آسیاب و از الک با مش ۴۲۵ میکرون عبور داده شد. پودر به دست آمده در فیلم پلی‌اتیلن با دانسیته پایین با ضخامت ۱۴۰ میکرون بسته‌بندی و تا شروع آزمایش‌ها در دمای ۱۸- درجه سلسیوس نگهداری شد. مالتودکسترین با DE بالا (۱۹/۵-۱۶/۵) و نمک آلزینات کلسیم از شرکت سیگما-آلدریج (St. Louis, MO) و سایر مواد شیمیایی مورد نیاز با درجه خلوص تجزیه‌ای از شرکت مرک آلمان خریداری شدند.

#### استخراج ترکیبات زیست‌فعال تفاله انگور با

#### استفاده از فراصوت

برای اعمال فراصوت، از دستگاه فراصوت (Heilscher, Germany Ultrasonic Electronic Equipment Co. Ltd.) با قدرت حداکثر ۴۰۰ وات در فرکانس ۲۰ کیلو هرتز و پروپ از نوع H7 از جنس تیتانیوم با قطر ۷ میلی‌متر و طول ۱۰۰

هگزان به کمک دستگاه فراصوت (Labofuge Heraeus Sepatech, Germany) 200 در مدت ۲ دقیقه به صورت پراکنده درآمد. پس از آن، قطر ذرات به روش شکست نور لیزر (SALD-2101, Shimadzu, Japan) تعیین گردید (Azarpazhooh, et al., 2018).

#### تعیین رطوبت

رطوبت با استفاده از دستگاه رطوبت سنج فرو سرخ (MX-50, 132 Japan) در دمای  $1 \pm 10.5$  درجه سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت اندازه‌گیری شد (Sharayei et al., 2019).

#### تعیین چگالی (دانسیته) توده

برای تعیین چگالی (دانسیته) توده، حجم مشخصی از نمونه، وزن و چگالی آن از تقسیم وزن (گرم) به حجم نمونه (میلی‌لیتر) بر حسب گرم در سانتی‌متر مکعب محاسبه شد (Sharayei et al., 2019).

#### تعیین دمای انتقال شیشه‌ای<sup>۲</sup> (T<sub>g</sub>)

نمونه‌های خشک شده انجمادی در رطوبت نسبی ۷۵ درصد (محلول اشباع نمک طعام) به مدت یک هفته قرار داده شدند تا به تعادل برسند. دمای انتقال شیشه‌ای با استفاده از دستگاه گرماسنج پویشی تفاضلی<sup>۳</sup> (DSC1 Mettler Toledo, Switzerland) مجهز به سیستم خنک‌کننده نیتروژن مایع تعیین گردید. دامنه دمای ارزیابی بین ۴۰- تا ۲۰۰ درجه سلسیوس با آهنگ ۱۰ درجه سلسیوس در دقیقه انتخاب شد.

در حدود ۵ گرم نمونه پودر مستقیماً در پن دستگاه DSC قرار داده شد. یک پن خالی نیز به عنوان مرجع انتخاب گردید. برای به دست آوردن مقادیر T<sub>g</sub>، اسکن دما انجام شد (Azarpazhooh, et al., 2018).

در غلظت محدوده ۰/۴-۰/۰۴ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر در متانول تهیه و از روی منحنی استاندارد مقدار ترکیبات فنلی بر حسب میلی‌گرم اسید گالیک به گرم محاسبه گردید (Huang & Ling, 2011).

#### تعیین فعالیت آنتی‌اکسیدانی

فعالیت آنتی‌اکسیدانی نمونه‌ها نیز با استفاده از آزمون‌های DPPH و FRAP اندازه‌گیری شد (Sharayei et al., 2019).

#### تهیه ریزکپسول‌ها

برای ریزپوشانی کردن، از مخلوط آلزینات کلسیم ۰/۱ درصد و مالتودکسترین در غلظت‌های ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد استفاده شد. این مواد ابتدا در آب مقطر در دمای محیط حل و برای کامل شدن فرآیند هیدراتاسیون به مدت ۲۴ ساعت در یخچال نگهداری شدند. عصاره بهینه استخراج شده از نفاله انگور قرمز با مواد دیواره به نسبت ۱:۰/۵ (عصاره به دیواره) مخلوط و به منظور یکنواخت شدن به مدت ۳۰ دقیقه با همزن مغناطیسی هم‌زده شد. محلول به‌دست‌آمده به مدت ۱۹ ساعت در فریزر با دمای ۷۰- درجه سلسیوس نگهداری و پس از آن به خشک‌کن انجمادی (Operon FDB- 550, Korea) منتقل شد. نمونه‌ها در خشک‌کن انجمادی در دمای ۵۵- درجه سلسیوس با فشار ۰/۱۵ میلی‌متر جیوه خشک شدند (Azarpazhooh, et al., 2018).

#### تعیین راندمان ریزپوشانی

راندمان تولید ریزکپسول‌ها با استفاده از درصد نسبت جرم کل کپسول‌های به‌دست آمده بر جرم کل مواد جامد قبل از ریزپوشانی، محاسبه شد (Azarpazhooh, et al., 2018).

#### تعیین قطر ذرات ریزکپسول‌ها

برای سنجش قطر ذرات ریزکپسول‌ها، از روش شکست نور لیزر<sup>۱</sup> استفاده شد. ابتدا ریزکپسول‌ها در

1- Laser diffraction particle size analyzer  
3- Differential Scanning Clorimetry (DSC)

2- Glass transition (T<sub>g</sub>)

## تعیین مقدار آنتوسیانین‌ها

مقدار آنتوسیانین‌ها در دو pH مختلف اندازه‌گیری شد. در این روش، ۰/۲ گرم از نمونه‌ها در ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر در یک ارلن در تاریکی حل شد و میزان جذب محلول با استفاده از اسپکتروفتومتر (Shimadzu, Kyoto, Japan) در طول موج‌های ۵۱۰ و ۷۰۰ نانومتر تعیین گردید. مقدار آنتوسیانین‌ها (بر حسب سیانیدین-۳-گلیکوزید، mg/kg) از رابطه ۲ محاسبه شد (Azarpazhooh, et al., 2018):

$$TA \text{ (mg/kg)} = \Delta A / \epsilon \times M \times D \quad (2)$$

که در آن،

M = وزن مولکولی آنتوسیانین غالب (g/mol)  
 D = فاکتور رقت؛  $\epsilon = 449/2$  سیانیدین (۲۶۹۰۰ L/cm/mg)؛ و  $\Delta A =$  اختلاف بین دو جذب در pH های ۱ و ۴  $[\Delta A = (A_{\lambda 510} - A_{\lambda 700})^{pH=1} - (A_{\lambda 510} - A_{\lambda 700})^{pH=4}]$

## تعیین راندمان ریزپوشانی ترکیبات آنتوسیانینی کل

راندمان تولید ریزپوشانی ترکیبات آنتوسیانینی کل با استفاده از درصد نسبت جرم کل کپسول‌های ترکیبات آنتوسیانینی به دست آمده بر جرم کل مواد جامد قبل از ریزپوشانی، محاسبه شد. (Azarpazhooh, et al., 2018).

## طرح آزمایشی و تیمارهای آماری

برای بررسی تأثیر شدت و زمان فرایند فراصوت، از روش سطح پاسخ و از طرح مرکب مرکز وجه<sup>۱</sup> (CCF) استفاده شد. متغیرهای مستقل شامل شدت صوت دهی و زمان فرایند در ۳ سطح است. سطوح کد شده و واقعی هر یک از متغیرها در جدول ۱ آورده شده است. کلیه آزمایش‌ها در ۳ تکرار دنبال شد. داده‌ها با نرم‌افزار Design Expert نسخه ۸/۱ مدل سازی شد. برای بررسی ارتباط بین متغیرهای مستقل و وابسته، از نمودار سه بعدی سطح پاسخ رسم شده با مدل استفاده شد. آنالیز رگرسیون نیز با مدل درجه دوم (رابطه ۳) پی‌گرفته شد:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{12} X_1 X_2 \quad (3)$$

جدول ۱- نمادها، مقادیر کد شده و مقادیر واقعی متغیرهای مستقل

سطح کد شده			نماد	متغیرهای مستقل
۱	۰	-۱		
۱۰۰	۶۰	۲۰	X <sub>1</sub>	شدت صوت‌دهی (درصد)
۱۵	۱۰	۵	X <sub>2</sub>	زمان صوت‌دهی (دقیقه)

## نتایج و بحث

بررسی تأثیر متغیرهای مستقل بر ویژگی‌های کمی و کیفی عصاره آبی تفاله انگور آنالیز واریانس داده‌ها در جدول ۲ ارائه شده است. با توجه به این جدول، تجزیه واریانس تأثیر

نتایج حاصل از بررسی تأثیر غلظت دیواره ریزپوشانی بر ویژگی‌های ترکیبات زیست‌فعال عصاره، با استفاده از طرح آماری کاملاً تصادفی در ۳ تکرار و با نرم‌افزار MSTATC تجزیه شد. میانگین‌ها در سطح ۰/۰۵ و با آزمون چند دامنه‌ای دانکن مقایسه شدند.

افزایش می‌یابد. علاوه بر این با افزایش شدت صوت، انتقال جرم ناشی از فروپاشی حباب‌های کاویتاسیون در نزدیکی دیواره سلولی شدید می‌شود که به تماس بهتر بین حلال و مواد گیاهی می‌انجامد. در زمان فروپاشی حباب‌های کاویتاسیون نیز یک جریان سریع از امواج فراصوت تولید می‌شود که به‌عنوان یک میکروپمپ برای حلال عمل می‌کند و می‌تواند حلال را به اجبار به درون سلول براند و ترکیبات مورد نظر را حل کند (Li *et al.*, 2006; Sharayei *et al.*, 2019). همان‌طوری که از شکل ۲ مشخص است با افزایش شدت و زمان فراصوت، مقدار ترکیبات فنلی کل ابتدا به‌طور معنی‌داری افزایش می‌یابد ( $p < 0.05$ )، که دلیل آن می‌تواند ایجاد کاویتاسیون در اثر فراصوت باشد که قبلاً ذکر شد. اما با افزایش بیشتر این فاکتورها مقدار این ترکیبات کاهش پیدا می‌کند ( $p < 0.05$ ).

خطی و درجه دو شدت فراصوت و تأثیر خطی زمان فرآیند بر بازده استخراج و قدرت مهار کنندگی رادیکال‌های آزاد و تأثیر خطی و درجه دو شدت فراصوت و زمان فرآیند بر ترکیبات پلی‌فنل کل معنی‌دار است اما بر قدرت احیا کنندگی آهن III فقط تأثیر خطی شدت فراصوت معنی‌دار است ( $p < 0.05$ ). با توجه به شکل ۱، با افزایش شدت و زمان فراصوت، راندمان استخراج به‌طور معنی‌داری افزایش یافته‌است ( $p < 0.05$ ). این موضوع می‌تواند مربوط به نیروی برشی ایجاد شده و مقدار انرژی بالای امواج فراصوت و تأثیر آنها در شکستن و متلاشی کردن دیواره‌های سلولی و افزایش احتمال رهایش محتویات آنها به محیط استخراج و بهبود انتقال جرم باشد. امواج فراصوت همچنین موجب کاهش اندازه ذرات می‌شود که سطح تماس را افزایش می‌دهد و در نتیجه انتشار حلال در بافت نیز

جدول ۲- آنالیز واریانس اثر متغیرهای مستقل بر متغیرهای پاسخ

منابع متغیر	درجه آزادی	بازده استخراج (%)	مجموع مربعات	
			DPPH (%)	FRAP ( $\mu\text{mol Fe}^{+2}/\text{L}$ )
پلی فنل کل (mg/g)				
مدل	۳	۱۷/۶۷**	۱۵۴۳/۴**	۷۹۳۶۶/۱۰**
شدت (A)	۱	۴۴/۳۲**	۴۱۷/۴۳*	۷۵۴۳/۳۴**
زمان (B)	۱	۳/۴۷*	۲۳۷۰/۵**	ns
A <sup>2</sup>	۱	۵/۲۲*	۱۸۴۲/۲۸**	ns
B <sup>2</sup>	۱	ns	ns	ns
AB	۱	ns	ns	ns
مانده‌ها	۹	۰/۶۱	۱۴۲/۵۰	۶۶۳۳۰/۵۴
برازش‌نشدن	۵	۰/۵۱ <sup>ns</sup>	۱۷۳/۷۰ <sup>ns</sup>	۵۰۸۲۰/۹۹ <sup>ns</sup>
خطای خالص	۴	۰/۷۴	۱۰۳/۵۰	۱۵۵۰۹/۵۴
کل	۱۲	۱۰۲/۲۸	۱۵۰۴/۹۵	۱/۴۵۷
انحراف معیار		۰/۷۸	۱۱/۹۵	۱۳۹/۴۴
میانگین		۱۴/۴۵	۶۳/۸۴	۱۴۳۶/۴۰
CV (%)		۵/۴۱	۱۸/۷۰	۱۱/۸۸
ضریب تبیین		۰/۹۰۶	۰/۷۸۳	۰/۹۵۴
ضریب تبیین برازش شده		۰/۸۷۵۰	۰/۷۱۶	۰/۹۳۱

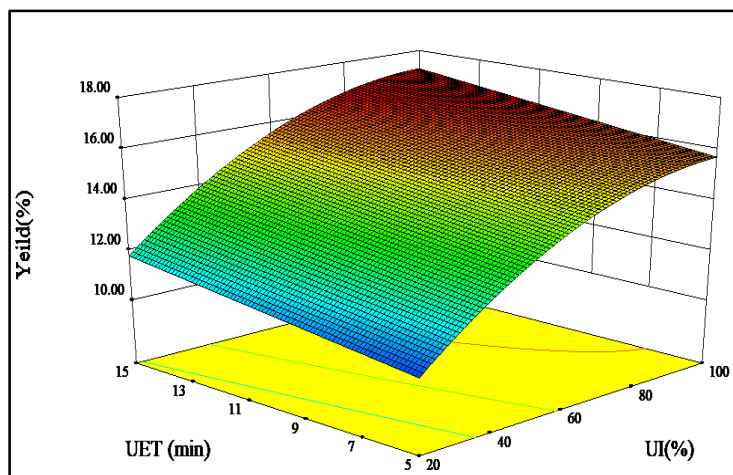
\*\*معنی دار در سطح ۱٪، \*معنی دار در سطح ۵٪ و <sup>ns</sup> غیر معنی‌دار

استخراج ترکیبات نامحلول می‌شود (Liu *et al.*, 2009; Tian *et al.*, 2013). این امر را نیز می‌توان به ایجاد واکنش‌های پلیمریزاسیون ترکیبات پلی‌فنلی با خودشان نسبت داد. وقوع اکسیداسیون به علت قرار گرفتن در معرض امواج اولتراسوند نیز یکی دیگر از دلایل کاهش فعالیت آنتی‌اکسیدانی است (Rostagno *et al.*, 2003).

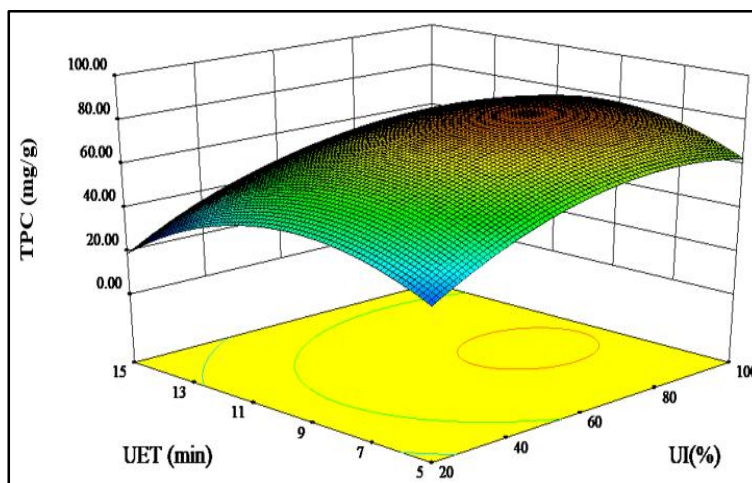
از این رو، این ترکیبات در زمان‌های اولیه فرایند فراصوت استخراج شده‌اند و زمان‌های طولانی‌تر تأثیر چندانی بر روند استخراج این ترکیبات نداشته است.

با توجه به شکل‌های ۳ و ۴، با افزایش شدت فراصوت، DPPH و FRAP عصاره استخراجی ابتدا به‌طور معنی‌دار افزایش و پس از آن کاهش می‌یابد ( $p < 0.05$ ). با افزایش زمان فرآیند فراصوت نیز DPPH و FRAP عصاره کاهش پیدا می‌کند که این کاهش فقط در FRAP معنی‌دار است ( $p < 0.05$ ).

کاهش ترکیبات پلی‌فنلی و آنتی‌اکسیدانی در اثر افزایش شدت فراصوت و زمان، احتمالاً به دلیل تخریب برخی از ترکیبات طبیعی فعال است. به‌طوری‌که اعمال امواج فراصوت با شدت بالا و مدت زمان بیشتر با شکستن بیشتر دیواره سلولی موجب



شکل ۱- تأثیر زمان (UET، دقیقه) و شدت صوت‌دهی (UI، درصد) بر راندمان استخراج ترکیبات مؤثر (Yield، درصد) عصاره آبی تفاله انگور

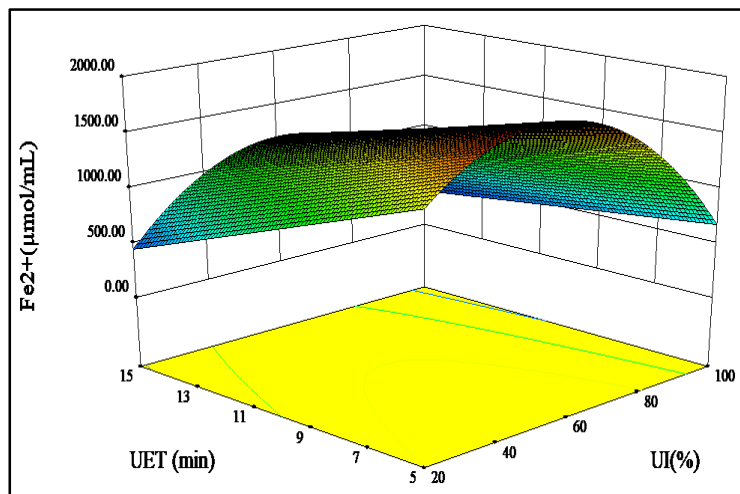


شکل ۲- تأثیر زمان (UET، دقیقه) و شدت صوت‌دهی (UI، درصد) بر میزان ترکیبات پلی‌فنلی کل (TPC، میلی‌گرم اسید گالیک بر گرم) عصاره آبی تفاله انگور

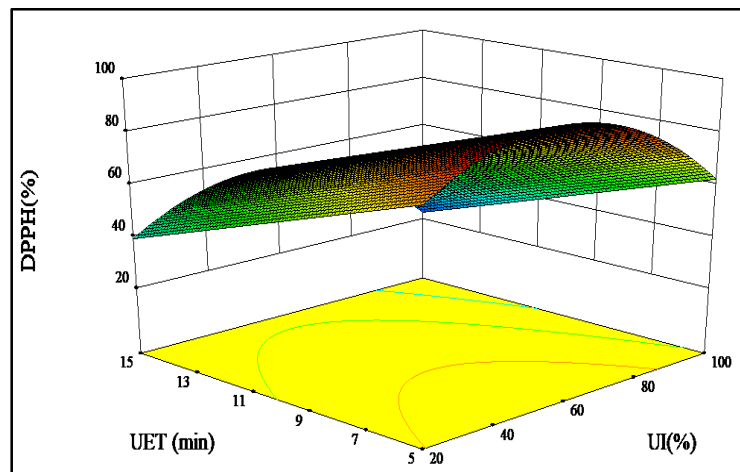


فراصوت، آنتوسیانین‌های بیشتری از آب انگور قرمز استخراج می‌شود. تبارکی و همکاران (Tabaraki *et al.*, 2012) و شراییعی و همکاران (Sharayei *et al.*, 2019) در استخراج ترکیبات آنتی‌اکسیدانی پوست انار با امواج فراصوت نتایج مشابهی گزارش داده‌اند.

بر اساس برخی مطالعات، در زمان‌های اولیه فرآیند فراصوت، ترکیبات فنلی ساده استخراج می‌شوند که گروه‌های هیدروکسیل بیشتر و به تبع آن فعالیت آنتی‌اکسیدانی بیشتری دارند (Ya-Qin & Jian-Chu, 2009). تیواری و همکاران (Tiwari *et al.*, 2010) نیز گزارش کردند که در اثر فرآیند



شکل ۳- تأثیر زمان (UET) و شدت صوت‌دهی (UI درصد) بر قدرت احیاکنندگی آهن سه ظرفیتی (FRAP) عصاره آبی تفاله انگور



شکل ۴- تأثیر زمان (UET) و شدت صوت‌دهی (UI درصد) بر قدرت گیرندگی رادیکال آزاد (DPPH) عصاره آبی تفاله انگور

بین ترکیبات پلی‌فنلی و ویژگی‌های آنتی‌اکسیدانی مواد غذایی رابطه مستقیمی مشاهده شده است (Rocco *et al.*, 2014; Almeida *et al.*, 2016; Csepregi *et al.*, 2016; Skotti *et al.*,

نتایج این پژوهش با نتایج تحقیقات ژانگ و همکاران (Zhang *et al.*, 2010)، غفور و همکاران (Ghafoor *et al.*, 2009) و هاممی و همکاران (Hammi *et al.*, 2015) نیز مطابقت دارد.

$$\text{FRAP} = +1292.45 + 45.69A - 121.22B + 0.88AB - 0.50A^2 \quad (۶)$$

### بهینه‌یابی عصاره‌ی آبی تفاله‌ی انگور

شرایط بهینه‌ی استخراج عصاره‌ی آبی نمونه‌ها با فراصوت بر پاسخ‌ها از طریق بهینه‌یابی عددی<sup>۳</sup> و نموداری<sup>۴</sup> نرم‌افزار تعیین شد. مبنای بهینه‌سازی به حداکثر رساندن راندمان استخراج، میزان ترکیبات فنلی کل، قدرت احیاکنندگی آهن سه ظرفیتی و قدرت گیرندگی رادیکال آزاد بود. برای بهینه‌سازی چند منظوره تابع مطلوبیت کلی<sup>۵</sup> به کار برده شد. مقدار مطلوبیت کلی ۰/۸۸ تعیین شد. استفاده از شدت فراصوت ۶۰ درصد و زمان فرایند ۸/۷۸ دقیقه به عنوان شرایط بهینه‌ی استخراج عصاره‌ی آبی پسماند انگور تعیین گردید.

برای ارزیابی شرایط پیش بینی شده، آزمایش‌های تجربی در شرایط به‌دست آمده، با سه تکرار پیگیری شد که نتایج پیش بینی شده و نتایج به‌دست آمده از آنها در جدول ۳ آورده شده است. در جدول مشخص است که خطای پیش بینی مدل در حد مطلوب (>۴٪) قرارداد که بیانگر مناسب بودن مدل انتخابی است.

2016). ترکیبات فنلی، به دلیل داشتن ویژگی‌های آنتی‌اکسیدانی، نقش مهمی در حذف رادیکال‌های آزاد، فلزات سنگین و جلوگیری از تشکیل هیدروپراکسیدها در سلول‌های گیاهی دارند (Nogala *et al.*, 2005).

به‌طور کلی، غیرمعنی‌دار بودن عدم برآزش داده‌ها<sup>۱</sup> نشان دهنده‌ی درستی مدل است. ضریب تبیین و ضریب تبیین برآزش شده<sup>۲</sup> بالاتر از ۰/۷ نشان دهنده‌ی این است که داده‌های آزمایش با مدل به خوبی تطبیق دارند و مدل دارای اهمیت بالایی است. (Montgomery, 2005) در این بررسی، با توجه به جدول آنالیز واریانس (جدول ۲) به غیر از ترکیبات پلی‌فنل کل، سایر داده‌ها دارای ضریب تبیین و ضریب تبیین برآزش شده در حد قابل قبول‌اند. بنابراین معادله‌های پیش‌گویی کننده‌ی زیر (رابطه‌های ۴، ۵ و ۶) به ترتیب برای بازده استخراج، قدرت مهار کنندگی رادیکال آزاد و قدرت احیا کنندگی آهن سه ظرفیتی با استفاده از برآزش داده‌ها به دست آمد:

$$\text{yield} = +6.58 + 0.16A + 0.15B - 7.94E - 004A^2 \quad (۴)$$

$$\text{DPPH} = +73.40 + 1.58A - 3.97B - 0.015 A \quad (۵)$$

جدول ۳- مقادیر پیش بینی شده و تجربی در شرایط بهینه‌ی استخراج

ویژگی‌ها	مقادیر پیش بینی شده	مقادیر تجربی	خطای استاندارد میانگین	خطا (درصد)
راندمان استخراج (درصد)	۱۴/۹۹ <sup>a</sup>	۱۴/۴۲ <sup>a</sup>	۰/۲۶	۳/۹۵
ترکیبات فنلی کل (میلی‌گرم در گرم)	۵۶/۲۶ <sup>a</sup>	۵۸/۵۱ <sup>a</sup>	۱/۲۱	۳/۸۴
FRAP (میکرومول Fe <sup>+2</sup> /L)	۱۶۰۸/۹۴ <sup>a</sup>	۱۶۳۹/۵۶ <sup>a</sup>	۱۲/۱۴	۱/۸۷
DPPH (درصد)	۷۸/۸۰ <sup>a</sup>	۷۹/۴۷ <sup>a</sup>	۰/۷۵	۰/۸۴

ارقام دارای حروف مشترک در هر ردیف از لحاظ آماری تفاوت معنی‌داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن، p<0.05)

1- Lack of Fit

3- Numerical optimization

5- Desirability

2- R<sup>2</sup>adj

4- Graphical optimization

ریزکپسول می‌شود. تفاوت در رطوبت را نیز می‌توان به اختلاف تعداد گروه‌های پیوند دهنده با آب در مولکول‌های مواد دیواره نسبت داد (Kanakdande *et al.*, 2007). در جرم‌های مساوی، به دلیل تخلخل کمتر، ریزکپسول‌های تشکیل شده با مواد دیواره بیشتر، نسبت به سایر ریزکپسول‌های تهیه شده، حجم کمتری اشغال می‌کنند و در نتیجه دانسیته توده آنها بیشتر است. دانسیته توده از مهم‌ترین پارامترهایی است که در مورد پودرها اندازه‌گیری می‌شود؛ دانسیته توده به اندازه، شکل، ویژگی‌های سطحی و ذرات پودر بستگی دارد (Goula & Adamopoulos, 2008).

## تأثیر فرآیند ریزپوشانی بر ویژگی‌های ریزکپسول‌های تولیدی

تأثیر مقدار ماده دیواره بر تمام ویژگی‌های فیزیکی ریزکپسول‌ها معنی‌دار است ( $p < 0.05$ ). با توجه به جدول ۴، با افزایش غلظت مواد دیواره، راندمان تولید، رطوبت، دانسیته توده و قطر متوسط ذرات ریزکپسول‌ها به‌طور معنی‌داری افزایش پیدا کرده است ( $p < 0.05$ ). یکی از دلایل افزایش راندمان تولید ریزکپسول‌های دارای مقادیر بیشتر مواد دیواره، احتمالاً رطوبت بیشتر این ریزکپسول‌هاست (جدول ۴). روشن است که افزایش رطوبت سبب افزایش جرم و در نتیجه افزایش راندمان تولید

جدول ۴- تأثیر فرآیند ریزپوشانی بر ویژگی‌های فیزیکی ریزکپسول‌ها

ویژگی‌ها	مقدار مالتودکسترین (درصد)			خطای استاندارد میانگین (SEM)
	۱۵	۱۰	۵	
راندمان تولید ریزکپسول (درصد)	۹۴/۱۶ <sup>a</sup>	۹۰/۸۴ <sup>ab</sup>	۸۶/۸۴ <sup>b</sup>	۰/۹۹
رطوبت (درصد بر اساس وزن مرطوب)	۵/۲۷ <sup>a</sup>	۵/۳۰ <sup>a</sup>	۴/۴۵ <sup>b</sup>	۰/۰۹
دانسیته توده (کیلوگرم/مترمکعب)	۲۴۹/۳۳ <sup>a</sup>	۲۲۶/۸۳ <sup>b</sup>	۱۹۷/۵۳ <sup>c</sup>	۶/۵۶
اندازه قطر ذرات (میکرومتر)	۴۷/۷۱ <sup>a</sup>	۴۳/۱۹ <sup>b</sup>	۴۳/۳۶ <sup>b</sup>	۰/۴۸
دمای گذار شیشه‌ای (درجه سلسیوس)	۳۹/۳۱ <sup>a</sup>	۳۰/۹۹ <sup>b</sup>	۲۹/۲۹ <sup>b</sup>	۰/۸۵

اعداد دارای حداقل یک حرف مشترک در هر ردیف از لحاظ آماری تفاوت معنی‌داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن،  $P < 0.05$ ).

دمای انتقال شیشه‌ای، دمای آغاز حرکت مولکولی در پلیمر است و پایین‌تر از این دما مولکول‌های ماده قابلیت تحرک ندارند و شیشه‌مانند و سخت‌اند. اما پلیمرها در بالاتر از دمای انتقال شیشه‌ای حالت لاستیکی و نرم دارند. در دمای بالاتر از دمای انتقال شیشه‌ای، امکان رهایش و انتقال مواد هسته به خارج از دیواره وجود دارد (Biliaderis *et al.*, 1999). جدول ۴ نشان می‌دهد دمای انتقال شیشه‌ای تمام ریزکپسول‌ها از دمای محیط بالاتر است. بنابراین، هیچ یک از ریزکپسول‌های تهیه شده در دمای محیط به دمای انتقال شیشه‌ای نمی‌رسد،

گولا و آداموپولوس (Goula & Adamopoulos, 2008) نشان دادند که بیشتر بودن دانسیته حجمی را می‌توان با بیشتر بودن وزن مولکولی پودر تعریف کرد. مواد سنگین‌تر به آسانی بین فضای ذرات جا می‌گیرند بنابراین با فضای کمتری موجب بیشتر شدن توده حجمی می‌شوند.

تعیین اندازه ذرات ریزکپسول‌ها نیز بسیار مهم است زیرا این ذرات بر بافت مواد غذایی تأثیر می‌گذارند. اندازه ذرات ریزکپسول‌ها به شکل مؤثری به درصد ماده دیواره وابسته است. هر چقدر مقدار دیواره بیشتر باشد قطر ذرات نیز بیشتر خواهد بود.

کم به خارج از کپسول انتشار می‌یابند. این پوشش جامد به‌عنوان غشایی نیمه تراوا اجازه خروج به مولکول‌های آب را می‌دهد؛ در حالی که موجب کاهش یا حتی توقف خروج ترکیبات فرار از درون ریزکپسول‌ها می‌گردد (Thijssen *et al.*, 1968). بنابراین، با افزایش غلظت مواد دیواره، به دلیل افزایش سرعت تشکیل و ضخامت ماده دیواره در اطراف ترکیبات هسته، میزان اتلاف ترکیبات هسته کاهش می‌یابد.

ری و لئو (Ré & Liu, 1996)، باراناسکینی و همکاران (Baranauskienė *et al.*, 2007)، دامیان و واسک (Domian & Wasak, 2008) و آذربژه و همکاران (Azarpazhooh *et al.*, 2018) نیز در مورد افزایش راندمان ریزپوشانی ترکیبات مؤثر با افزایش غلظت مواد دیواره نتایج مشابه گزارش داده‌اند.

در نتیجه امکان رهائش و انتقال مواد هسته به خارج از دیواره وجود ندارد.

با توجه به جدول ۵ مشاهده می‌شود که مقادیر ترکیبات فنلی و آنتوسیانینی و قدرت آنتی‌اکسیدانی ریزکپسول‌ها با افزایش غلظت مواد دیواره به‌طور معنی‌داری افزایش می‌یابد ( $P < 0.05$ ). تأثیر افزایش غلظت ماده دیواره بر میزان ابقای ترکیبات ریزپوشانی شده (هسته) را می‌توان به تئوری انتشار انتخابی<sup>۱</sup> نسبت داد. برابر این تئوری، با کاهش غلظت آب در سطح قطره، ضریب انتشار ترکیبات فرار چندین برابر بیشتر از ضریب انتشار آب کاهش می‌یابد. پس می‌توان نتیجه گرفت در حین فرآیند خشک کردن، آب با سرعتی معین و به‌طور مداوم از میان پوسته تشکیل شده خارج می‌شود؛ در حالی که ترکیبات فرار هسته، به دلیل گرفتار شدن در داخل توده‌ای از مواد جامد (مواد دیواره)، با سرعتی بسیار

جدول ۵- تأثیر فرآیند ریزپوشانی بر ویژگی‌های عملکردی ریزکپسول‌ها

خطای استاندارد میانگین	مالتودکسترین (درصد)			ویژگی‌ها
	۱۵	۱۰	۵	
۲/۷۵	۲۷۴/۸۹ <sup>a</sup>	۲۶۴/۸ <sup>b</sup>	۲۵۳/۰ <sup>c</sup>	ترکیبات فنلی کل (میلی‌گرم در گرم)
۲/۹۳	۱۴۳/۷۷ <sup>a</sup>	۱۳۴/۱ <sup>b</sup>	۱۱۹/۹ <sup>c</sup>	مقدار آنتوسیانین (سیانیدین-۳- گلیکوزید، میلی‌گرم در گرم)
۰/۶۳	۹۴/۱۶ <sup>a</sup>	۹۰/۸۴ <sup>b</sup>	۸۶/۷۷ <sup>c</sup>	راندمان ریزپوشانی ترکیبات آنتوسیانینی کل (درصد)
۵۶/۶۲	۱۳۷۷/۱۰ <sup>a</sup>	۱۲۴۷/۴۳ <sup>a</sup>	۱۱۸/۵۸ <sup>b</sup>	FRAP (میکرومول Fe <sup>+2</sup> /L)
۰/۹۳	۸۰/۴۸ <sup>a</sup>	۷۵/۳۶ <sup>b</sup>	۶۹/۹۳ <sup>c</sup>	DPPH (درصد)

اعداد دارای حداقل یک حرف مشترک در هر ردیف از لحاظ آماری تفاوت معنی‌داری با یکدیگر ندارند (آزمون دانکن ( $P < 0.05$ )).

با افزایش بیشتر این فاکتورها کاهش پیدا می‌کند ( $p < 0.05$ ). در حالی که با افزایش زمان فرآیند، قدرت احیاکنندگی آهن و گیرندگی رادیکال آزاد عصاره به‌طور معنی‌داری کاهش می‌یابد ( $p < 0.05$ ). بنابراین، ترکیبات فنلی و آنتی‌اکسیدانی در زمان‌های اولیه

## نتیجه‌گیری

نتایج حاصل از این بررسی نشان می‌دهد که با افزایش شدت فراصوت، مقدار ترکیبات فنلی کل، قدرت احیاکنندگی آهن و گیرندگی رادیکال آزاد عصاره استخراجی ابتدا به‌طور معنی‌دار افزایش، اما

متوسط ذرات ریزکپسول‌ها افزایش می‌یابد ( $p < 0.05$ ). دمای انتقال شیشه‌ای تمام ریزکپسول‌ها از دمای محیط بیشتر است و بنابراین هیچ یک از ریزکپسول‌های تهیه شده در دمای محیط به دمای انتقال شیشه‌ای نمی‌رسد؛ در نتیجه، امکان رهایش و انتقال مواد هسته به خارج از دیواره وجود ندارد. همچنین مقادیر ترکیبات فنلی و آنتوسیانینی و قدرت آنتی‌اکسیدانی ریزکپسول‌ها، با افزایش غلظت مواد دیواره به‌طور معنی‌داری افزایش نشان می‌دهد ( $p < 0.05$ ).

فرآیند فراصوت استخراج می‌شوند و زمان‌های بیشتر تأثیر چندانی بر روند استخراج این ترکیبات ندارد. شرایط بهینه برای استخراج عصاره آبی پسماند انگور شدت فراصوت ۶۰ درصد به مدت ۸/۷۸ دقیقه تعیین شده است. در این شرایط راندمان استخراج، میزان ترکیبات فنلی، FRAP و DPPH در این شرایط به ترتیب ۱۴/۹۹ درصد، ۵۶/۲۶ میلی‌گرم بر گرم، ۱۶۰۸/۹۴ میکرومول آهن دو ظرفیتی بر لیتر و ۷۸/۸۰ درصد به‌دست آمد. با افزایش غلظت مواد دیواره، راندمان تولید، رطوبت، دانسیته توده و قطر

### قدردانی

نویسندگان مقاله از صندوق حمایت از پژوهشگران و فناوران کشور (INSF) برای حمایت مالی از این پروژه تشکر و قدردانی می‌نمایند.

### تعارض منافع

نویسندگان در انتشار این مقاله از اخلاق نشر تبعیت کرده و از موارد سوء اخلاق از جمله سرقت ادبی، سوء رفتار، جعل داده‌ها و یا ارسال و انتشار دوگانه، پرهیز نموده‌اند و منافع تجاری در این راستا وجود ندارد.

### مراجع

- Abyari, M., Heidari, R. and Jamei, R. 2006. The Effects of Heating, UV Irradiation and pH on Stability of Siahe Sardasht Grape Anthocyanin-copigment Complex. *Journal of Biological Sciences*. 6(4): 638-645.
- Almeida, M. L. B., de Souza Freitas, W. E., de Moraes, P. L. D., Sarmento, J. D. A. and Alves, R. E. 2016. Bioactive compounds and antioxidant potential fruit of *Ximenia Americana* L. *Food Chemistry*. 192: 1078-1082.
- Apintanapong, M. and Noomhorm, A. 2003. The use of spray-drying to microencapsulated 2-acetyl-1-pyrroline, a major flavour component of aromatic rice. *Food Science and Technology*. 38(2): 95-102.
- Azarpazhooh, E., Sharayei, P., Zomorodi, S. and Ramaswamy, H.S. 2018. Physicochemical and phytochemical characterization and storage stability of freeze-dried encapsulate pomegranate peel anthocyanin and in vitro evaluation of its antioxidant activity. *Food and Bioprocess Technology*. 12(2):199-210.
- Baranauskienė, R., Bylaite, E., Zukauskaitė, J. and Venskutonis, R. 2007. Flavor retention of peppermint (*Mentha piperita* L.) essential oil spray dried in modified starches during encapsulation and storage. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 55(8): 3027-3036.

- Biliaderis, C. G., Lazaridou, A. and Arvanitoyannis, I. 1999. Glass transition and physical properties of polyol-plasticized pullulan-starch blends at low moisture. *Carbohydrate Polymers*. 40(1): 29-47.
- Chemat, F., Huma, Z. and Khan, M. K. 2011. Applications of ultrasound in food technology : Processing, preservation and extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*. 18(4): 813-835.
- Csepregi, K., Neugart, S., Schreiner, M. and Hideg, É. 2016. Comparative evaluation of total antioxidant capacities of plant polyphenols. *Molecules*. 21(2): 208, 17 pages.
- Domian, E. and Wasak, I. 2008. Microencapsulation of rapeseed oil based on the spray drying method. *Journal of Food Nutrition Science*. 58(4): 477-483.
- Ersus, S. and Yurdagel, U. 2007. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucuscarota L.*) by spray drier. *Journal of Food Engineering*. 80(3):805-812
- Ghafoor, K., Choi, Y. H., Jeon, J. Y. and Jo, I. H. 2009. Optimization of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds, antioxidants, and anthocyanins from grape (*Vitis vinifera*) seeds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 57(11): 4988-4994.
- Goula, A.M. and Adamopoulos, K.G. 2008. Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. Drying kinetics and product recovery. *Drying Technology*. 26(6): 714-725.
- Hammi, K. M., Jdey, A., Abdelly, C., Majdoub, H. and Ksouri, R. 2015. Optimization of ultrasound-assisted extraction of antioxidant compounds from Tunisian *Zizyphus lotus* fruits using response surface methodology. *Food Chemistry*. 184, 80-89.
- Huang, J. and Ling, Y. 2011. Microencapsulation of anthocyanins from fruits of *berberis kaschgarica* rupr. *Food Science*. 32(16): 16-21.
- Jadidi, M. and Motamedzadegan, A. 2012. Comparison of phenolic compounds and antioxidant properties of extracts, concentrates and pomace produced from black grape processing. The 21<sup>st</sup> National Congress of Food Science and Technology, Shiraz, Shiraz University. (in Persian).
- Kaderides, K., Goula, A.M. and Adamopoulos, K.G. 2015. A process for turning pomegranate peels into a valuable food ingredient using ultrasound-assisted extraction and encapsulation. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 31, 204-215.
- Kanakdande, D., Bhosale, R.S. and Singhal, R. 2007. Stability of cumin oleoresin microencapsulated in different combination of gum Arabic, maltodextrin and modified starch. *Carbohydrate Polymers*. 67(4):536-541.
- Li, B.B., Smith, B. and Hossain, M.M. 2006. Separation and purification in the food industry extraction of phenolics from citrus peels: II. Enzyme-assisted extraction method. *Separation and Purification Technology*. 48 (2): 189-196.
- Liu, G., Xu, X., Hao, Q. and Gao, Y. 2009. Supercritical CO<sub>2</sub> extraction optimization of pomegranate (*Punica granatum L.*) seed oil using response surface methodology. *Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie*, 42: 1491-1495.
- Montgomery, D.C. 2005. *Design and Analysis of Experiments: Response Surface Method and Designs*. New Jersey: John Wiley and Sons, Inc.
- Nassiri Asl, M. and Hosseinzadeh, H. 2009. Review of the pharmacological effects of *Vitis vinifera* (Grape) and its bioactive compounds. *Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Pharmacological and Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives*. 23(9): 1197-1204.
- Nogala-Kalucka, M., Korczak, J., Dratwia, M., Lampart-Szczapa, E., Siger, A. and Buchowski, M. 2005. Changes in antioxidant activity and free radical scavenging potential of rosemary

- extract and tocopherols in isolated rapeseed oil triacylglycerols during accelerated tests. *Food Chemistry*. 93, 227–235.
- Pan, Z., Qu, W., Ma, H., Atungulu, G. G. and McHugh, T. H. 2011. Continuous and pulsed ultrasound-assisted extractions of antioxidants from pomegranate peel. *Ultrasonics Sonochemistry*. 19(2):365-372.
- Re, M. I. and Liu, Y. J. 1996. Microencapsulation by spray drying: Influence of wall system on the retention of the volatile compounds. *Proceeding of the 10<sup>th</sup> International Drying Symposium, Krakow, Poland*, 541-549.
- Rocco, A., Fanali, C., Dugo, L. and Mondello, L. 2014. A nano LC/UV method for the analysis of principal phenolic compounds in commercial citrus juices and evaluation of antioxidant potential. *Electrophoresis*. 35(11): 1701-1708.
- Rostagno, M.A., Palma, M. and Barroso, C.G. 2003. Ultrasound-assisted extraction of soy isoflavones. *Journal of Chromatography A*. 1012 (2): 119–128.
- Sanchez, F.D., Santos Lopez, E.M., Kerstupp, S.F., Ibarra, R.V. and Scheinvar, I. 2006. Colorant extraction from red prickly pear (*Opuntia Lasiacantha*) for food application. *Electron. Journal Environ Agriculture and Food Chemistry*. 5, 1330-1337.
- Sharayei, P., Azarpazhooh, E., Zomorodi, S. and Ramaswamy, H.S. 2019. Ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from pomegranate (*Punica granatum L.*) peel. *LWT – Food Science and Technology* 101, 342-350.
- Skotti, E., Anastasaki, E., Tarantilis, P. and Polissiou, M. 2016. Total phenolic compounds, antioxidant activity and toxicity of selected Greek medicinal and aromatic plants. *Industrial Crops and Products*. 53, 46–54.
- Tabaraki, R. and Nateghi, A. 2011. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of natural 477 antioxidants from rice bran using response surface methodology. *Ultrasonics Sonochemistry*. 18(6): 1279-1286
- Tabaraki, R., Heidarzadi, E. and Benvidi, A. 2012. Optimization of ultrasonic assisted extraction of pomegranate (*Punica granatum L.*) peel antioxidants by response surface methodology. *Separation and Purification Technology*. 98, 16–23.
- Thijssen, H. A. C. and Rulkens, W. H. 1968. Retention of aromas in drying food liquids. *De Ingenieur*. 80: 45-56.
- Tian, Y., Xu, Z., Zheng, B. and Lo, Y.M. 2013. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of pomegranate (*Punica granatum L.*) seed oil. *Ultrasonics Sonochemistry*. 20(1): 202–208.
- Tiwari, B. K., Patras, A., Brunton, N., Cullen, P. J. and O'Donnell, C. P. 2010. Effect of ultrasound processing on anthocyanins and color of red grape juice. *Journal of Ultrasound Sonochemistry*. 17(3): 598-604.
- Ya-Qin, M. and Jian-Chu, C. 2009. Simultaneous extraction of phenolic compound of citrus peel extracts: Effect of ultrasound. *Journal of Ultrasonics Sonochemistry*. 16(1): 57-62.
- Zhang, L. L., Xu, M., Wang, Y. M., Wu, D. M. and Chen, J. H. 2010. Optimizing ultrasonic ellagic acid extraction conditions from in fructescence of *Platycarya strobilacea* using response surface methodology. *Molecules*. 15(11): 7923-7932.



Original Research

## The Effect of Ultrasound and Microencapsulation on Characteristics of Bioactive Compounds of Extracted from Grape Pomace Rashe Sardasht Cultivar

Sh. Zomorodi\*, E. Aazarpazhooh and P. Sharayei

\* Corresponding Author: Associate Professor, Department of Engineering Research, West Azerbaijan Agricultural, Education and Natural Resources Research Center, Agricultural Research, Education and Extension Organization (AREEO), Urmia, Iran. Email: s.zomorodi@areeo.ac.ir

Received: 5 July 2019, Accepted: 21 January 2020

<http://doi: 10.22092/fooder.2020.126933.1229>

### Abstract

In this research, the effects of ultrasound and microencapsulation on quantitative and qualitative characteristics of bioactive compounds extracted from red grape of Roshe Sardasht cultivar were investigated. Response surface method was used to study the effects of intensity and process time of ultrasound. Independent variables included ultrasound intensity at three levels 20, 60 and 100% and process time also at three levels 5, 10, and 15 minutes. The results showed that with increasing ultrasound intensity, total phenolic compounds, Ferric reducing activity of plasma (RRAP) and DPPH free radical-scavenging assay increased, but then decreased ( $P < 0.05$ ). Also with increasing the process time, the RRAP and DPPH assay decreased ( $P < 0.05$ ). , Ultrasound intensity at level of 60% and process time at level of 8.78 minutes were determined as optimum conditions for extraction of aqueous grape pomace. In this condition, the extraction efficiency, total phenolic compounds, the RRAP and DPPH assay were obtained 14.99%, 55.56 mg/g, 1608.94  $\mu\text{mole Fe}^{2+}/\text{L}$  and 78.80% respectively.

Using the mixture of calcium alginate (0.1%) and maltodextrin with three concentration (5, 10 and 15%), the optimal extract of red grape pomace was microencapsulated by freeze drying method.

The results of statistical analysis of the data showed that encapsulation yield, moisture, bulk density and particle size of the microencapsulated powders increased ( $P < 0.05$ ) with increasing the concentration of wall materials. The glass transition temperature of all microcapsules was higher than the ambient temperature. Microencapsulated powder with 15% maltodextrin had the highest phenolic content, FRAP, DPPH assay and glass transition temperature.

**Keywords:** Agricultural by-product, Antioxidant, Process by-product, Sardasht