

WPŁYW PARAMETRÓW SUSZENIA ROZPYŁOWEGO NA AKTYWNOŚĆ PEKTYNOMETYLOESTERAZY I WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNE SUCHYCH PREPARATÓW*

Katarzyna Samborska, Justyna Zdrojewska,
Dorota Witrowa-Rajchert, Anna Kamińska-Dwórznicza
Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Streszczenie. Suszeniu rozpyłowemu poddawano, z zastosowaniem maltodekstryny DE15 jako nośnika, preparat pektynometyloesterazy (PME) pochodzącej z *Aspergillus aculeatus*. Stosowano temperaturę powietrza wlotowego 160, 180 i 200°C oraz prędkość obrotową dysku 34 000, 35 000 i 36 000 obr./min. Po suszeniu oznaczano aktywność enzymu oraz właściwości fizyczne proszków: zawartość wody, rozkład wielkości cząstek, gęstość nasypową luźną i utrzęsioną, rozpuszczalność i higroskopijność. Stwierdzono, że suszenie rozpyłowe jest dobrą metodą utrwalania preparatu PME, ponieważ względna aktywność enzymu po suszeniu wynosiła od 67,8 do 81,0%. Otrzymane proszki miały dobrą rozpuszczalność oraz syplność, a parametry fizyczne preparatów uzależnione były od parametrów suszenia. Po przechowywaniu przez 12 tygodni proszki odznaczały się wysoką aktywnością względną PME.

Słowa kluczowe: maltodekstryna, aktywność względna, rozkład wielkości cząstek, rozpuszczalność

WSTĘP

Preparaty enzymów pektynolitycznych są jednymi z najczęściej stosowanych w przemyśle owocowo-warzywnym i winiarskim, m.in. do zwiększenia wydajności tłoczenia miazgi, klarowania soków i win. Pektynometyloesteraza (pektynoesteraza, PME, E.C.3.1.1.11) należy do enzymów pektynolitycznych rozkładających pektynę [Laratta i in. 2008]. Głównym składnikiem pektyny jest kwas poligalakturonowy, w którym resz-

*Badania finansowane przez NCN w ramach grantu nr N312 267 140 w latach 2011–2015.

Adres do korespondencji – Corresponding author: Katarzyna Samborska, Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie, Wydział Nauk o Żywności, Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji, ul. Nowoursynowska 159c, 02-776 Warszawa, e-mail: katarzyna_samborska@sggw.pl

ty cukrowe połączone są wiązaniami α 1,4-glikozydowymi, a grupy karboksylowe są w różnym stopniu zestyfikowane metanolem [Galas i in. 1998]. PME należy do esteraz, a jej działanie polega na oddzieleniu metanolu od zestyfikowanej grupy karboksylowej przez dołączenie cząsteczki wody do grupy metoksylowej. Preparaty czystej pektynometyloesterazy stosowane są do otrzymywania pektyny niskometylowanej. Taka pektyna w obecności jonów wapnia poprawia strukturę przetwarzanych owoców i warzyw, którymi wzbogaca się np. napoje, jest również wykorzystywana w trakcie wytwarzania mrożonych oraz konserwowanych owoców jako środek zapobiegający ich mięknięciu [Bielecki i in. 2001].

Preparaty enzymatyczne występują w dwóch formach: ciekłej i stałej. Produkcja preparatów w formie ciekłej jest znacznie tańsza, ale takie formy są mniej stabilne [Leman 2007]. Suszenie jest jedną z metod utrwalania preparatów enzymatycznych, suszone preparaty charakteryzują się wysoką trwałością, są łatwiejsze w transporcie i przechowywaniu, a ich stosowanie ułatwia automatyzację i mechanizację procesu produkcyjnego [Witrowa-Rajchert i Samborska 2002, Sloth i in. 2008, Kamińska-Dwórznička i Skoniecka 2013]. Dobór odpowiednich parametrów procesu suszenia decyduje o aktywności enzymu i możliwości zastosowania w danym procesie technologicznym. Podczas suszenia w cząsteczce enzymu może dochodzić do licznych niekorzystnych zmian biochemicznych, chemicznych i fizycznych, które powodują utratę ich aktywności biologicznej.

Celem pracy był dobór odpowiednich parametrów (temperatury i prędkości obrotowej dysku rozpylającego) suszenia rozpyłowego preparatu enzymu pektynolitycznego umożliwiających uzyskanie proszku o wysokiej aktywności enzymu oraz korzystnych właściwościach fizycznych.

MATERIAŁ I METODY

Materiały

Suszono ciekły preparat pektynometyloesterazy PME (E.C.3.1.1.11) Pectinex Ultra SP-L, (Novo Nordisk A/S) z *Aspergillus aculeatus*. Nośnikiem w procesie suszenia była maltodekstryna DE15 (Hortimex Sp. z o.o), a substratem w reakcji enzymatycznej pektyna cytrusowo-jabłkowa NECJA2 (Pektowin S.A.).

Suszenie rozpyłowe

W suszarce rozpyłowej Anhydro Lab S1 (Dania) suszono 500 g roztworu zawierającego 461,5 g 30-procentowego roztworu maltodekstryny i 38,5 g 0,9-procentowego roztworu preparatu PME. Suszenie przeprowadzono przy stałej prędkości zasilania surowcem $0,9 \text{ cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ w temperaturze powietrza wlotowego 160, 180 i 200°C oraz przy prędkości obrotowej dysku rozpylającego 32 000, 34 000 i 36 000 obr./min.

Metody analityczne

Oznaczenie aktywności PME w preparacie ciekłym i suszonym. Oznaczenie wykonywano poprzez pomiar pH w czasie 20 minut reakcji enzymatycznej (aparat Titrand 888, Metrohm, Szwajcaria). Zmiany pH wynikały z katalizowania przez PME reakcji demety-

lacji pektyny, uwalniania cząsteczek metanolu oraz powstawania wolnych grup karboksylowych. Mieszanina reakcyjna składała się z 0,5% roztworu pektyny, 30% roztworu malto-dekstryny oraz 0,9% roztworu preparatu Pectinex Ultra SP-L. Współczynnik kierunkowy prostej zmian pH w czasie uznano za miarę aktywności enzymu. Oznaczenie aktywności PME w proszkach wykonywano analogicznie, po odtworzeniu proszku do 30% s.s. oraz po dodaniu 0,5% roztworu pektyny i wyrażano jako aktywność względną w stosunku do aktywności preparatu ciekłego. Naważkę proszku obliczano każdorazowo na podstawie zawartości suchej substancji w suszach. Otrzymane susze przechowywano w opakowaniach foliowych w temperaturze 25°C i po 12 tygodniach oznaczano aktywność PME.

Oznaczenia właściwości fizycznych proszków. Zawartość suchej substancji oznaczano poprzez suszenie w suszarce komorowej (4 h/105°C). W celu oznaczenia higroskopijności około 1 g proszku umieszczano w eksykatorze zawierającym nasycony roztwór NaCl (wilgotność względna 75%) w temperaturze 25°C. Higroskopijność wyrażano jako masę wody wchłoniętą przez 100 g s.s. proszku po 48 godzinach [Goula i Adamopoulos 2010]. **Gęstość nasypową luźną (D_L)** oznaczono na podstawie objętości 20 g proszku materiału luźno usypanego w szklanym cylindrze o pojemności 50 cm³. W celu wyznaczenia **gęstości nasypowej utrzęsionej (D_T)**, cylindrem postukiwano 10 razy (za każdym razem unosząc cylinder na wysokość około 15 cm) i ponownie odczytywano objętość proszku [Tonon i in. 2010]. Na podstawie gęstości nasypowej luźnej i utrzęsionej obliczano wartość liczbową współczynnika Hausnera $HR = D_T/D_L$ określającą kohezynność proszków. W celu oznaczenia rozpuszczalności, homogenizacji poddawano 0,5 g proszku w 50 cm³ wody destylowanej przez 5 minut. Następnie próbki wirowano przez 5 minut przy prędkości 3000 obr./min. Supernatant (25 cm³) przenoszono na szalki Petriego i suszono przez 5 godzin w temperaturze 105°C. Rozpuszczalność obliczano jako różnicę masy szalek przed i po suszeniu, biorąc pod uwagę teoretyczną masę suchej substancji, jaka znalazłaby się na szalce po suszeniu przy 100% rozpuszczalności [Cano-Chauca i in. 2005]. Fotografie proszków wykonywano przy powiększeniu 10× za pomocą mikroskopu stereoskopowego MST 131 (PZO) po rozprośczeniu próbki na szkiełku podstawowym w izopropanolu. Analizę fotografii prowadzono, wykorzystując program MultiScan 13.11. Na podstawie średnic zastępczych 150 cząstek proszku wyznaczano skumulowany rozkład wielkości cząstek oraz medianę d_{50} – średnicę cząstek wyznaczającą dokładnie 50% rozkładu.

Metody statystyczne

Do oceny wpływu dwóch zmiennych parametrów suszenia na właściwości proszków wykonano dwuczynnikową analizę wariancji (test Tukeya HSD, $p \leq 0,05$).

WYNIKI I DYSKUSJA

Przebieg suszenia

Temperatura powietrza wylotowego. W czasie suszenia temperatura powietrza wylotowego utrzymywała się na stałym poziomie i wynosiła od 69 do 84°C (tab. 1). Wraz ze wzrostem temperatury wlotowej wielkość temperatury wylotowej również rosła, z kolei zmiana prędkości obrotowej dysku nie miała jednoznacznego wpływu na ten parametr.

Tabela 1. Temperatura powietrza wylotowego, wydajność suszenia oraz właściwości fizyczne proszków uzyskanych podczas suszenia rozpyłowego preparatu PME przy zmiennych parametrach suszenia: temperaturze powietrza wlotowego oraz prędkości obrotowej dysku

Table 1. Outlet air temperature, yield of drying and the physical properties of powders obtained during spray drying of PME at variable parameters: inlet air temperature and atomisation speed

Parametry suszenia: temperatura wlotowa [°C]/ prędkość obrotowa dysku [obr./min]	Temperatura powietrza wylotowego Outlet air temperature [°C]	d_{50} [µm]	Zawartość wody Moisture content [%]	Rozpuszczal- ność Solubility [%]	Gęstość nasypana Luźna Loose bulk density [g·100 g ⁻¹]	Gęstość nasypana utrąszona Tapped bulk density [g·100 g ⁻¹]	Współczynnik Hausnera Hausner ratio	Higroskopijność Hygroscopicity [g·100 g ⁻¹]
160/34000	69 ±1	27,1	5,25 ±0,09	95,3 ±1,5	0,49 ±0,01	0,56 ±0,02	1,15 ±0,05	4,68 ±0,23
160/35000	71 ±2	19,3	5,12 ±0,48	95,5 ±1,0	0,48 ±0,01	0,53 ±0,01	1,11 ±0,01	4,75 ±0,24
160/36000	72 ±1	16,6	4,35 ±0,22	96,5 ±0,6	0,43 ±0,01	0,49 ±0,02	1,14 ±0,02	6,01 ±0,30
180/34000	79 ±2	21,8	4,19 ±0,38	98,0 ±0,8	0,47 ±0,01	0,54 ±0,01	1,17 ±0,03	5,04 ±0,256
180/35000	77 ±1	21,2	4,40 ±0,51	98,8 ±1,3	0,46 ±0,02	0,52 ±0,02	1,14 ±0,03	5,14 ±0,26
180/36000	78 ±1	17,0	4,76 ±0,09	98,8 ±1,5	0,44 ±0,02	0,53 ±0,01	1,18 ±0,04	8,93 ±0,45
200/34000	86 ±1	20,9	3,87 ±0,49	98,0 ±1,2	0,45 ±0,01	0,54 ±0,01	1,19 ±0,03	5,06 ±0,25
200/35000	83 ±1	17,2	4,30 ±0,34	99,5 ±0,6	0,43 ±0,01	0,51 ±0,01	1,20 ±0,02	5,53 ±0,28
200/36000	84 ±1	16,3	3,73 ±0,25	99,8 ±0,5	0,42 ±0,02	0,51 ±0,02	1,20 ±0,01	10,62 ±0,53

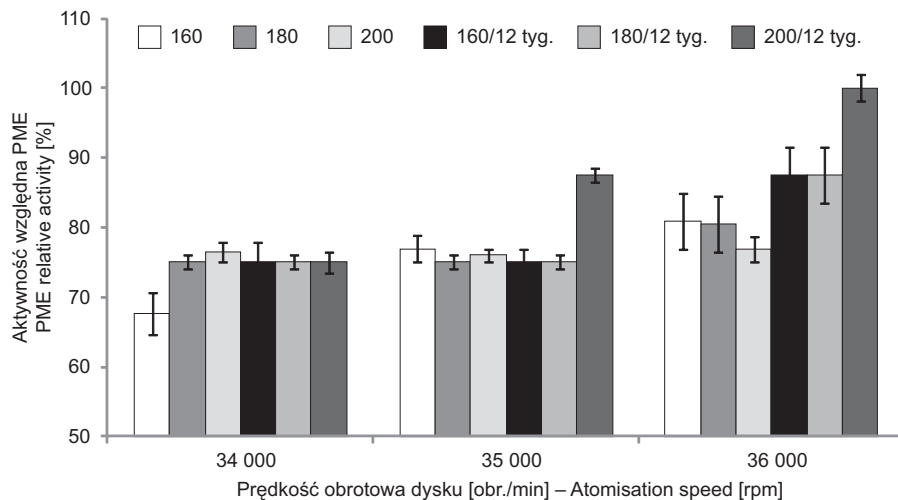
Aktywność PME po suszeniu oraz przechowywaniu

Pomimo zastosowania w procesie suszenia wysokiej temperatury powietrza wlotowego uzyskano wysoką aktywność względną preparatu PME – wynosiła ona od 67,8 do 81,0% (rys. 1). Suszenie rozpyłowe pozwala na zachowanie wysokiej aktywności enzymów, dzięki krótkiemu czasowi suszenia (wynoszącemu kilka sekund) oraz relatywnie niskiej temperaturze cząstek w czasie suszenia. Przyjmuje się, że w wyniku tzw. chłodzącego efektu odparowania, cząstki materiału w czasie suszenia rozpyłowego osiągają najwyżej temperaturę powietrza wlotowego [Millqvist-Fureby 1999, Samborska 2010, Búrki i in. 2011]. Ponadto, zachowanie aktywności enzymatycznej w czasie suszenia rozpyłowego jest wynikiem charakterystycznej właściwości enzymów jako substancji białkowych: zwiększonej odporności cieplnej w warunkach obniżonej zawartości i aktywności wody. Suszenie powoduje obniżanie aktywności wody w preparacie enzymatycznym, przez co prowadzi do zmniejszenia mobilności cząsteczek i sprawia, że białko enzymatyczne jest mniej podatne na występowanie niekorzystnych zmian strukturalnych prowadzących do denaturacji np. w wyniku działania podwyższonej temperatury [Samborska 2010]. Dodatkowym czynnikiem, wspomagającym utrzymanie aktywności PME w czasie suszenia rozpyłowego, mogły być szklistotwórcze właściwości maltodekstryny, która w czasie szybkiego suszenia przyjmuje stan szklisty o wysokiej lepkości, ograniczający ruchliwość cząstek, a przez to prowadzący do zahamowania zmian konformacyjnych w strukturze enzymu [Alloué i in. 2007, Samborska 2010].

Najniższą aktywność PME miał proszek 160/34000, a najwyższą 160/36000. Dwuczynnikowa analiza wariancji nie wskazała na istotność wpływu obu zmiennych parametrów na aktywność względną PME po suszeniu. Jednakże różnice między wariantami 160/34000 i 160/36000 oraz 160/34000 i 180/36000 były istotne statystycznie, co wskazuje, że zastosowanie niższych temperatur suszenia i najwyższej prędkości obrotowej dysku było korzystne z punktu widzenia zachowania aktywności PME. Zwiększanie intensywności procesu suszenia poprzez zwiększanie prędkości obrotowej prowadziło do podwyższenia aktywności względnej PME po suszeniu. Samborska i Witrowa-Rajchert [2006] przedstawiły podobne zjawisko w czasie suszenia rozpyłowego α -amylazy – zwiększanie intensywności suszenia prowadziło do zwiększenia aktywności względnej, co tłumaczono szybszym osiągnięciem podwyższonej termoodporności enzymu w środowisku o niskiej zawartości wody.

Po 12 tygodniach przechowywania średnia aktywność względna PME wynosiła od 75 do 100% w stosunku do aktywności ciekłego preparatu, a więc była na poziomie zbliżonym lub wyższym niż bezpośrednio po suszeniu (rys. 1). Henley i Sadana [1984] przedstawili mechanizm dezaktywacji termicznej enzymów, w którym enzym natywny może przechodzić odwracalnie w formy pośrednie, a każda z tych form może podlegać dezaktywacji nieodwracalnej. Zgodnie z tym modelem można przypuszczać, że w czasie suszenia rozpyłowego następowała częściowo odwracalna inaktywacja PME – po ustaniu działania czynnika denaturującego struktura natywna białka mogła wracać do stanu wyjściowego, dlatego w niektórych wariantach aktywność względna PME po przechowywaniu była wyższa niż bezpośrednio po suszeniu.

Wysoka stabilność PME w suszonym preparacie może też wynikać z właściwości ochronnych maltodekstryny związanych z wytwarzaniem stanu szklistego w czasie suszenia. Belghith i in. [2001] wykazali, że dodatek maltodekstryny stabilizował suszony preparat cellulazy podczas 8 miesięcy przechowywania.

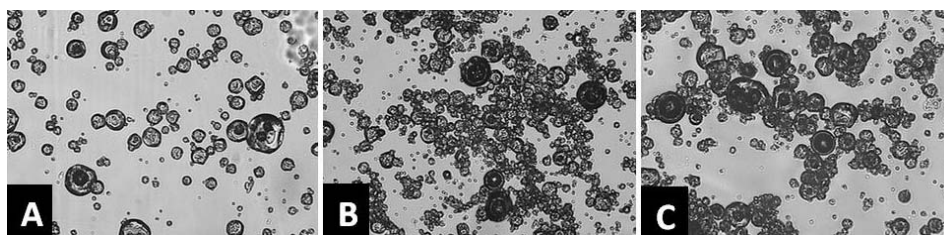


Rys. 1. Względna aktywność PME po suszeniu rozpyłowym oraz po 12 tygodniach przechowywania

Fig. 1. Relative PME activity after spray drying and 12 weeks of storage

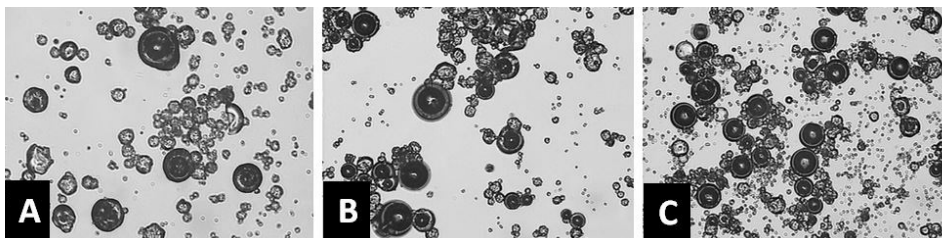
Właściwości fizyczne proszków

Morfologia oraz rozkład wielkości cząstek. Cząstki proszków uzyskanych podczas suszenia rozpyłowego miały kulisty kształt i gładką powierzchnię, co jest charakterystyczne dla proszków uzyskanych tą metodą (rys. 2–4) [Tonon i in. 2008]. Na fotografiach nie zaobserwowano dużej liczby cząstek popękanych lub zniszczonych. Komputerowa analiza fotografii cząstek wykazała, że różniły się one wielkością w zależności od parametrów suszenia, zwiększanie prędkości obrotowej wywoływało zmniejszanie wielkości cząstek, wpływ temperatury nie był jednoznaczny. Na podstawie skumulowanej częstości występowania cząstek o różnych średnicach (rys. 5) określono wielkości mediany d_{50} wyznaczającej dokładnie 50% rozkładu. Najmniejszy rozmiar cząstek o średnicy d_{50} wynoszącej 16,3 μm charakteryzował wariant 200/36000, a największy (27,1 μm) obserwowano w wariantcie 160/34000 (tab. 1).



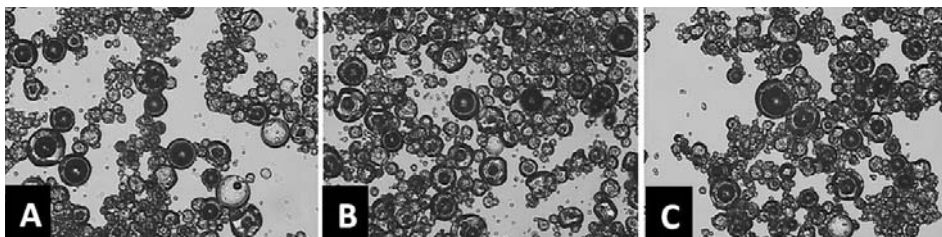
Rys. 2. Cząstki proszków uzyskane podczas suszenia w temperaturze powietrza wlotowego 160°C i prędkości obrotowej dysku 34 000 (A), 35 000 (B), 36 000 (C) obr./min (pow. 10 \times)

Fig. 2. Powder particles after spray-drying at inlet air temperature 160°C and atomisation speed 34 000 (A), 35 000 (B), 36 000 (C) rpm (mag. 10 \times)



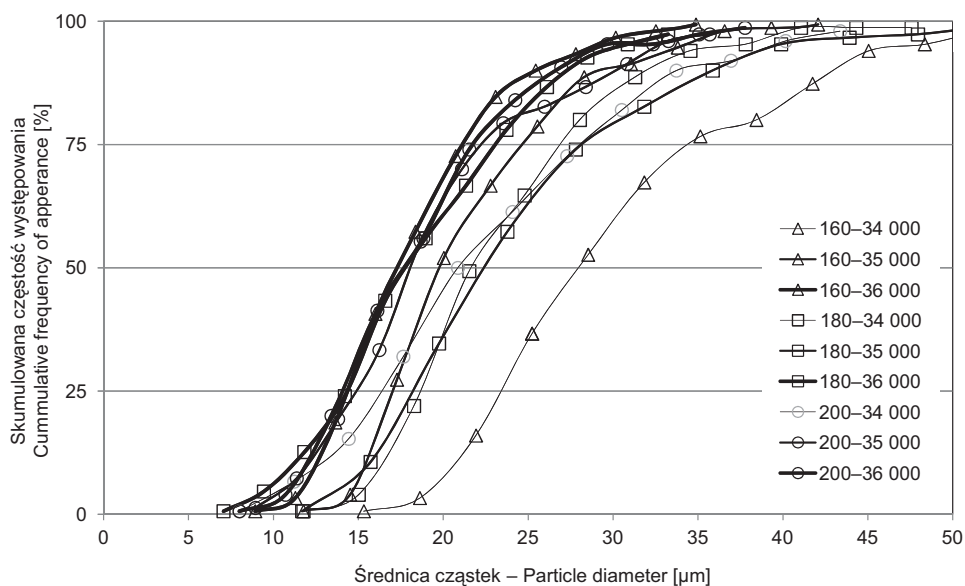
Rys. 3. Cząstki proszków uzyskane podczas suszenia w temperaturze powietrza wlotowego 180°C i prędkości obrotowej dysku 34 000 (A), 35 000 (B), 36 000 (C) obr./min (pow. 10×)

Fig. 3. Powder particles after spray-drying at inlet air temperature 180°C and atomisation speed 34 000 (A), 35 000 (B), 36 000 (C) rpm (mag. 10×)



Rys. 4. Cząstki proszków uzyskane podczas suszenia w temperaturze powietrza wlotowego 200°C i prędkości obrotowej dysku 34 000 (A), 35 000 (B), 36 000 (C) obr./min (pow. 10×)

Fig. 4. Powder particles after spray-drying at inlet air temperature 200°C and atomisation speed 34 000 (A), 35 000 (B), 36 000 rpm (C) (mag. 10×)



Rys. 5. Skumulowana częstość występowania cząstek proszków otrzymanych po suszeniu rozpyłowym w zależności od temperatury powietrza wlotowego oraz prędkości obrotowej dysku

Fig. 5. Cumulative distribution curves of powder particles produced by spray drying at different inlet air temperature and atomisation speed

Zawartość wody. Temperatura suszenia wpływała statystycznie istotnie na zawartość wody w suszach, z kolei prędkość obrotowa dysku nie miała istotnego wpływu na wielkość tego parametru (tab. 1). Najwyższą zawartość wody ($5,25 \pm 0,09\%$) zanotowano w proszku uzyskanym po suszeniu w najmniej intensywnych warunkach 160/34000, najniższą zawartością wody ($3,73 \pm 0,25\%$) charakteryzował się natomiast proszek uzyskany podczas suszenia prowadzonego w najbardziej intensywnych warunkach 200/36000. Przy stałej prędkości obrotowej dysku rozpylającego i rosnącej temperaturze suszenia zawartość wody w proszkach malała w wyniku zwiększenia intensywności wymiany ciepła pomiędzy suszonym roztworem a czynnikiem suszącym. Taką samą zależność otrzymali Anandharamakrishnan i inni [2008], którzy suszyli roztwór białek serwatkowych zawierający α -laktoalbuminy i β -laktoglobuliny. Zawartość wody w proszkach była odwrotnie proporcjonalna do temperatury powietrza wylotowego, czyli do właściwej temperatury materiału w czasie suszenia. Stwierdzono również wpływ wielkości cząstek proszku na zawartość wody. Wraz ze wzrostem wielkości cząstek zawartość wody w suszach rosła. Największe cząstki proszku 160/34000 ($27,1 \mu\text{m}$) były najgorzej wysuszone. Goula i Adamopoulos [2005], susząc rozpyłowo przecier pomidorowy również zaobserwowali wzrost zawartości wody wraz ze wzrostem wielkości cząstek. Stwierdzili, że w czasie suszenia mniejsze cząstki tworzą większą powierzchnię całkowitą materiału, co powoduje lepsze wnikanie ciepła do ich wnętrza. Ponadto w mniejszych kroplach odległość, jaką musi pokonać woda z centrum cząstki, jest krótsza.

Rozpuszczalność. Średnia rozpuszczalność proszków wynosiła od 95 do 100% (tab. 1). Najlepszą rozpuszczalność miał proszek 200/36000, a najgorszą susz 160/34000. Temperatura suszenia oraz prędkość obrotowa dysku miały statystycznie istotny wpływ na rozpuszczalność proszków – proszki suszone w wyższej temperaturze i przy większej prędkości obrotowej dysku wykazywały lepszą rozpuszczalność. Wyższa temperatura suszenia powodowała, że cząstki proszku charakteryzowały się niższą zawartością wody, a przez to lepszą rozpuszczalnością. Im wyższa była prędkość obrotowa dysku, tym rozpuszczalność również była wyższa.

Tak dobrą rozpuszczalność otrzymanych proszków można tłumaczyć faktem, że susz składał się w dużej mierze z maltodekstryny, która ma wysoką rozpuszczalność w wodzie. Cano-Chauca i inni [2005] suszyli rozpyłowo sok z mango z maltodekstryną DE 20 w temperaturze powietrza wlotowego 160°C , a wylotowego $70\text{--}75^\circ\text{C}$. Otrzymane proszki miały również wysoki indeks rozpuszczalności – powyżej 90%. W suszach, które zawierały dodatek celulozy, rozpuszczalność zmalała do 72%. Domian i Balik [2006] podczas suszenia rozpyłowego soku jabłkowego z maltodekstryną DE 9,6 w temperaturze wlotowej 150°C i wylotowej 70°C uzyskały proszki charakteryzujące się całkowitą rozpuszczalnością.

Stwierdzono istnienie zależności między wielkością cząstek oraz zawartością wody a rozpuszczalnością. Im mniejsza zawartość wody oraz mniejsze cząstki, tym lepsza rozpuszczalność. Goula i Adamopoulos [2005] również stwierdzili, że wzrost zawartości wody w proszkach prowadzi do zmniejszenia rozpuszczalności.

Gęstość nasypowa luźna i utrzęsiona. Analiza statystyczna wykazała, że wielkość gęstości nasypowej luźnej zależała od temperatury powietrza wlotowego i prędkości

obrotowej dysku rozpylającego (tab. 1). Przy stałej temperaturze suszenia i wzrastającej prędkości obrotowej dysku wielkości gęstości malały. W czasie suszenia, przy stałej prędkości obrotowej dysku rozpylającego 34 000 i 35 000 obr./min, wielkość gęstości malała wraz ze wzrostem temperatury wlotowej, co można tłumaczyć faktem, że następowało zwiększanie porowatości cząstek spowodowane włączaniem się strumienia czynnika suszącego do proszku oraz do poszczególnych jego cząstek [Domian i Balik 2006]. Stwierdzono, że wielkość gęstości nasypowej luźnej wzrastała wraz ze wzrostem zawartości wody i wielkości cząstek. Taką samą zależność otrzymały Janiszewska i Witrowa-Rajchert [2007], mikrokapsułkując aromat rozmarynowy podczas suszenia rozpyłowego. Również Jedlińska i inni [2012] otrzymali taką samą relację, susząc rozpyłowo modelowe roztwory glukozy i fruktozy oraz ich mieszanin. W przedstawionych wynikach proszek 160/34000 miał najwyższą zawartość wody, największe cząstki proszku, a przez to najwyższą wielkość gęstości nasypowej luźnej. Inną zależność otrzymali Goula i Adamopoulos [2005] – gęstość nasypowa suszonego rozpyłowo proszku rosła przy obniżeniu się zawartości wody.

Współczynnik Hausnera. Współczynnik Hausnera HR określa kohezynność i sypkość proszków. Im osiąga większą wartość, tym proszek jest bardziej spoisty, ponieważ wzrastają siły międzycząsteczkowe. Większość otrzymanych proszków miało współczynnik poniżej lub równy 1,2 (tab. 1), co świadczy o tym, że odznaczały się niską kohezynnością i dobrą sypkością. Temperatura wlotowa powietrza i prędkość obrotowa dysku miały statystycznie istotny wpływ na HR. Wzrost współczynnika Hausnera następował wraz ze wzrostem zawartości wody w proszkach. Według Daggupati i innych [2011], proszki zawierające większą zawartość wilgoci mają wyższy HR, ponieważ wpływa ona na zwiększoną spoistość proszków.

Higroskopijność. Wysoka higroskopijność proszków jest czynnikiem niekorzystnym, ponieważ wpływa na pogorszenie jakości suszy, obniżenie rozpuszczalności oraz utratę sypkości [Sulek i Domian 2012]. Średnia higroskopijność proszków po 48 godzinach wynosiła od 4,68 do 10,62 g·100 g⁻¹ s.s. (tab. 1). Najwyższą higroskopijnością charakteryzowały się proszek suszony w najintensywniejszych warunkach (200/36000), a najniższą suszony w najmniej intensywnych warunkach (160/34000). Analiza statystyczna wykazała statystycznie istotny wpływ temperatury suszenia oraz prędkości obrotowej dysku na higroskopijność otrzymanych proszków.

Wzrost higroskopijności następował wraz ze wzrostem temperatury powietrza wlotowego przy stałej prędkości obrotowej oraz prędkości obrotowej przy stałej temperaturze suszenia. Można to wytłumaczyć faktem, iż mniejsze cząstki powstające przy wyższych prędkościach obrotowych dysku rozpylającego tworzyły większą powierzchnię chłonną. Proszki suszone w większych temperaturach były bardziej suche, co sprzyjało chłonięciu wody. Figiel i inni [2005] suszyli rozpyłowo brzeczkę słodową przy różnych ciśnieniach powietrza w rozpylaczu. Zmniejszenie ciśnienia powodowało powstanie większych cząstek i zmniejszenie higroskopijności otrzymanego suszu. Unde i inni [2011] zaobserwowali, że małe cząstki proszku mają silniejsze właściwości higroskopijne niż większe cząstki.

WNIOSKI

1. Suszenie rozpyłowe jest dobrą metodą utrwalania pektynometyloesterazy (PME), za pomocą której można otrzymać syпки preparat o aktywności zbliżonej do aktywności preparatu ciekłego.

2. Temperatura powietrza wlotowego oraz prędkość obrotowa dysku rozpylającego wpływają na rozpuszczalność, gęstość nasypową, współczynnik Hausnera oraz higroskopijność proszków.

3. Optymalnymi, spośród badanych, wariantami suszenia rozpyłowego preparatu pektynometyloesterazy, gwarantującymi zachowanie wysokiej aktywności enzymu oraz uzyskanie proszku o odpowiednich właściwościach fizycznych, jest temperatura powietrza wlotowego wynosząca 160°C oraz prędkość obrotowa dysku 36 000 obr./min.

LITERATURA

- Alloue W.A.M., Destain J., Amighi K., Thonart P., 2007. Storage of *Yarrowia lipolytica* lipase after spray-drying in the presence of additives. *Proc. Biochem.* 42, 1357–1361.
- Anandharamakrishnan C., Rielly C.D., Stapley A.G.F., 2008. Loss of solubility of α -lactalbumin and β -lactoglobulin during the spray drying of whey proteins. *LWT-Food Sci. Technol.* 41, 270–277.
- Belghith H., Chaabouni S.E., Gargouri A., 2001. Stabilization of *Penicillium occitanis* cellulases by spray drying in presence of maltodextrin. *Enzyme Microbiol Technol.* 28, 253–258.
- Bielecki S., Kalinowska H., Turkiewicz M., 2001. Nowe enzymy w produkcji żywności, soków, soków zagęszczonych i napojów. *Przem. Ferm. Owoc.-Warz.* 45 (10), 30–34.
- Bürki K., Jeon I., Arpagaus C., Betz G., 2011. New insights into respirable protein powder preparation using a nano spray dryer. *Int. J. Pharm.* 408, 248–256.
- Cano-Chauca M., Stringheta P.C., Ramos A.M., Cal-Vidal J., 2005. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* 6, 420–428.
- Daggupati V.N., Naterer G.F., Gabriel K.S., Gravelsins R.J., Wang Z.L., 2011. Effects of atomization conditions and flow rates on spray drying for cupric chloride particle formation. *Int. J. Hydrogen Energy* 36, 11353–11359.
- Domian E., Balik E., 2006. Wybrane właściwości soku jabłkowego w proszku. *Acta Agrophys.* 8 (4), 803–814.
- Figiel A., Zdrojewski Z., Peroń S. 2005. Wpływ warunków suszenia rozpyłowego na właściwości higroskopijne brzożki słodowej. *Inż. Rol.* 3 (63), 175–182.
- Goula A.M., Adamopoulos K.G., 2005. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. The effect on product recovery. *J. Food Eng.* 66, 25–34.
- Goula A.M., Adamopoulos K.G., 2010. A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* 11, 342–351.
- Henley J.P., Sadana A., 1984. A mathematical analysis of enzyme stabilization by a series type mechanism: influence of chemical modifiers. *Biotechnol. Bioeng.* 26, 959–969.
- Janiszewska E., Witrowa-Rajchert D., 2007. Mikrokapsulacja aromatu rozmarynowego podczas suszenia rozpyłowego. *Post. Techn. Przetw. Spoż.* 17 (2), 33–36.
- Jedlińska A., Samborska K., Witrowa-Rajchert D., 2012. Właściwości fizyczne proszków otrzymanych metodą suszenia rozpyłowego modelowych roztworów glukozy, fruktozy i ich mieszanin. *Acta Agrophys.* 19 (2), 303–317.

- Kamińska-Dwórznicza A., Skoniecka A., 2013. Wpływ metody i warunków suszenia na aktywność drożdży piekarskich. Zesz. Probl. Post. Nauk Roln. 573, 35–42.
- Laratta B., De Masi L., Minasi P., Giovane A., 2008. Pectin methylesterase in *Citrus bergami* R.: purification, biochemical characterisation and sequence of the exon related to the enzyme active site. Food Chem. 110, 829–837.
- Leman J., 2007. Podstawy technologii wybranych bioproduktów. W: Podstawy biotechnologii przemysłowej (red. W. Bednarski, J. Fiedurek). WNT, Warszawa, 393, 400.
- Millqvist-Fureby A., Malmsten M., Bergenståhl B., 1999. Spray-drying of trypsin – surface characterisation and activity preservation. Int. J. Pharm. 188, 243–253.
- Samborska K., 2010. Suszenie rozpyłowe enzymów – przyczyny inaktywacji oraz metody i mechanizmy ich stabilizacji. Żywn. Nauka Technol. Jakość 6 (73), 7–17.
- Samborska K., Witrowa-Rajchert D., 2006. Enzyme spray-drying. The influence of water content on alpha-amylase activity. Inz. Chem. Proc. 27, 559–565
- Sloth J., Bach P., Jensen A.D., Kiil S., 2008. Evaluation method for the drying performance of enzyme containing formulations. Biochem. Eng. J. 40, 121–129.
- Sulek A., Domian E., 2010. Wpływ ciśnienia homogenizacji na zawartość tłuszczu powierzchniowego w suszonych rozpyłowo emulsjach stabilizowanych białkami mleka. Żywn. Nauka Technol. Jakość 6 (73), 168–176
- Tonon R.V., Brabet C., Hubinger M.D., 2010. Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents. Food Res. Int. 43, 907–914.
- Tonon R.V., Brabet C., Hubinger M.D., 2008. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced by spray drying. J. Food Eng. 88, 411–418.
- Unde P.A., Adagale P.V., Hashmi S.I., Raheem A., 2011. Effect of different particle sizes of jaggery powder on storability. World J. Agr. Sci. 7 (2), 157–160.
- Witrowa-Rajchert D., Samborska K., 2002. Metody suszenia mikroorganizmów i produktów syntezy mikrobiologicznej. Żywn. Nauka Technol. Jakość 2 (31), 5–15.

EFFECT OF SPRAY DRYING PARAMETERS ON THE ACTIVITY OF PECTIN METHYLESTERASE AND PHYSICAL PROPERTIES OF DRY FORMULATIONS

Summary. Drying is the method of enzyme preparations preservation. Dried preparations are characterized by high stability and long shelf life, are easy to transport and storage, and their use facilitates the automation and mechanization of the production process. The selection of appropriate parameters of the drying process determines the final enzyme activity and its utility in the process. During drying, the enzyme molecule can claim to numerous adverse changes in biochemical, chemical and physical properties, that cause the loss of their biological activity. The aim of the study was the selection of appropriate parameters (drying temperature and atomisation speed) for pectin methylesterase (PME) from *Aspergillus aculeatus* preparation spray drying capable of producing a powder of high enzyme activity and favourable physical properties. Liquid preparation of PME was spray dried with the use of maltodextrin DE15 as a carrier at inlet temperature 160, 180 and 200°C, and atomisation speed 34 000, 35 000 and 36 000 rpm. After drying PME activity was determined as well as the physical properties of powder: water content, particle size distribution, bulk density, solubility, and hygroscopicity. It was found that spray drying is a good method for the PME

preparation preservation, because the relative activity of the enzyme after drying ranged from 67.8 to 81.0%. Spray drying allows to maintain the high enzyme activity due to short drying time (few seconds) and the relatively low temperature of particles during drying. Moreover, this behaviour of the enzymatic activity during spray drying is the result of the characteristic properties of the enzymes as protein substances: increased thermal resistance under reduced content and water activity. After storage for 12 weeks powders still had high relative PME activity. Powder particles obtained during spray drying had a spherical shape and smooth surface, which is characteristic of the powders obtained by this method. The resulting powders had good solubility and flow properties. The physical parameters of preparations were dependent on drying parameters. Inlet air temperature and the atomisation speed affected the solubility, density, hygroscopicity and Hausner ratio of the powders. The optimum parameters, of the tested variants, for the spray drying of PME preparation, ensuring high activity of the enzyme and good physical properties of powders were: inlet air temperature 160°C and the atomisation speed 36 000 rpm.

Key words: maltodextrin, particle size distribution, relative activity, solubility