

Česká zemědělská univerzita v Praze

Fakulta agrobiologie, potravinových a přírodních zdrojů

Katedra kvality a bezpečnosti potravin



**Fakulta agrobiologie,
potravinových a přírodních zdrojů**

**Optimalizace enkapsulace chmelového extraktu pomocí
sprejového sušení**

Diplomová práce

Bc. Jakub Mazur

Kvalita a zpracování zemědělských produktů

doc. Ing. Adéla Fraňková, Ph.D.

© 2024 ČZU v Praze

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci "Optimalizace enkapsulace chmelového extraktu pomocí sprejového sušení" jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že jsem v souvislosti s jejím vytvořením neporušil autorská práva třetích osob.

V Praze dne 19. 4. 2024

Poděkování

Rád bych touto cestou poděkoval doc. Ing. Adéle Fraňkové, Ph.D. za její ochotu, trpělivost, rady a věnovaný čas při zpracování této diplomové práce. Poděkování patří také mé přítelkyni a rodině, kteří mě po celou dobu studia podporovali.

Optimalizace enkapsulace chmelového extraktu pomocí sprejového sušení

Souhrn

Chmelový extrakt se díky svým vlastnostem využívá v mnoha odvětvích. Je znám pro své pozitivní vlastnosti, a především pro použití v pivovarnictví. Díky špatné rozpustnosti je však jeho použití omezené. Ke zlepšení této vlastnosti by se dalo docílit pomocí sprejového sušení. Extrakt je pro správné sušení nutné navázat na správný nosič a následně přijít takéž na vhodné parametry samotného sušení.

V předkládané literární rešerší byly shrnutý základní poznatky o chmelu a následně i chmelovém extraktu. Následně byly popsány základní enkapsulační techniky, vybrané nosiče a podrobně popsáno sprejové sušení.

Experimentální část práce byla zaměřena především na navázání chmelového extraktu na vhodný nosič. Při práci byly jako nosiče využity arabská guma, karboxymethylcelulóza, maltodextrin, želatina a xantan. Roztoky nosičů byly smíchány s chmelovým extraktem, který se připravil v kombinaci s ethanolem nebo olejem. Po smíchání vzorků byla díky špatným vlastnostem roztoru nebo jeho nepodařenému sprejovému sušení většina vyzkoušených variant zamítnuta. Pro následné hodnocení parametrů byly vybrány pouze dvě varianty, které jako nosiče obsahovaly z arabské gumy a karboxymethylcelulózy.

K hodnocení nasušených variant byly vybrány čtyři parametry. Velikost částic se mezi jednotlivými vzorky lišila. Oba vzorky nebyly homogenní a skládaly se z různě velikých částic v poměrně širokém rozpětí. Smáčivost vzorků byla horší, jelikož se čas potřebný k ponoření všech částic pohyboval od 30 minut až do 70 minut. Rozpustnost se oproti samotnému extraktu zlepšila, avšak ve srovnání s ostatními rostlinnými extrakty je stále nižší. Mezi vzorky byl nalezen zhruba pětiprocentní rozdíl v obsahu sušiny ($91,66 \pm 1,22\%$ a $86,63 \pm 4,77\%$), ovšem oba se pohybovaly v rozmezí zmiňovaném v jiných studiích. Průměrná výtěžnost byla jednoznačně lepší u varianty, kde byl extrakt smíchaný s nosičem arabskou gumou ($1,21 \pm 0,35\text{ g}$). U varianty, kde byla jako nosič použita kombinace arabské gumy a karboxymethylcelulózy byla průměrná výtěžnost stanovena na $0,55 \pm 0,20\text{ g}$. Při hodnocení parametrů však neměl ani jeden vzorek jednoznačně lepší výsledky.

V budoucnu se bude potřeba více zaměřit především na to, zda lze navázat chmelový extrakt na jiný vhodný nosič nebo upravit poměry kombinací extraktu a nosičů zmiňovaných v této práci, což následně umožní lepší a podrobnější prozkoumání parametrů prášku.

Klíčová slova: chmelový extrakt, sprejové sušení, enkapsulace

Optimization of the spray-drying process to encapsulate hop extract

Summary

Thanks to its properties, hop extract is used in many industries. It is known for its positive properties, and especially for its use in brewing. However, its use is limited due to poor solubility. This property could be improved using spray drying. For proper drying, the extract must be attached to the correct carrier and then also find suitable parameters for the drying itself.

The presented literature review summarized the basic knowledge about hops and subsequently hop extract. Furthermore, basic encapsulation techniques, selected carriers and spray drying were described in detail.

The experimental part of the work was mainly focused on binding the hop extract to a suitable carrier. Arabic gum, carboxymethyl cellulose, maltodextrin, gelatin and xanthan were used as carriers. Carrier solutions were mixed with hop extract, which was prepared in combination with ethanol or oil. After mixing the samples, most of the tested variants were rejected due to the poor properties of the solution or its unsuccessful spray drying. For the subsequent evaluation of the parameters, only two variants were selected, which contained Arabic gum and carboxymethyl cellulose as carriers.

Four parameters were selected to evaluate the dried variants. Particle size varied between samples. Both samples were not homogeneous and consisted of particles of different sizes in a relatively wide range. The wettability of the samples was worse, as the time required to immerse all the particles varied from 30 minutes up to 70 minutes. Solubility has improved compared to the extract alone but was still lower compared to other plant extracts. A roughly five percent difference in dry matter content was found between the samples ($91.66 \pm 1.22\%$ and $86.63 \pm 4.77\%$), but both were within the range mentioned in other studies. The average yield was clearly better for the variant where the extract was mixed with the arabic gum used as carrier (1.21 ± 0.35 g). For the variant, where a combination of arabic gum and carboxymethylcellulose was used as a carrier, the average yield was set at 0.55 ± 0.20 g. However, when evaluating the parameters, not a single sample had clearly better results.

In the future, it will be necessary to focus more on whether it is possible to bind the hop extract to another suitable carrier or adjust the ratios with the combinations of extract and carriers mentioned in this work, which will subsequently allow a better and more detailed investigation of the powder parameters.

Keywords: hop extract, spray-drying, encapsulation

Obsah

1	Úvod	8
2	Vědecká hypotéza a cíle práce.....	9
3	Literární rešerše	10
3.1	Chmel otáčivý.....	10
3.1.1	Botanická charakteristika	10
3.1.2	Chemické složení chmelové hlávky	10
3.1.3	Zpracování chmele a jeho využití	11
3.1.4	Chmelový extrakt	12
3.2	Enkapsulace	13
3.2.1	Metody enkapsulace	14
3.2.2	Nejčastější nosiče využívané při sprejovém sušení	17
3.3	Sprejové sušení	23
3.3.1	Základní kroky sprejového sušení.....	23
3.3.2	Parametry ovlivňující vlastnosti výsledných částic	25
3.3.3	Enkapsulace rostlinných extractů.....	28
4	Metodika	30
4.1	Chemikálie a laboratorní vybavení	30
4.2	Příprava vzorků	30
4.3	Sprejové sušení	31
4.4	Hodnocení vybraných parametrů usušených prášků	32
4.4.1	Velikost částic	32
4.4.2	Smáčivost	32
4.4.3	Rozpustnost	33
4.4.4	Sušina	33
5	Výsledky	34
5.1	Sprejové sušení	34
5.1.1	Optimalizace sušení.....	34
5.1.2	Výtěžnost procesu sprejového sušení	35
5.2	Hodnocení vybraných parametrů usušených prášků	35
5.2.1	Velikost částic	35
5.2.2	Smáčivost	37
5.2.3	Rozpustnost	38
5.2.4	Stanovení sušiny	39

6	Diskuze	40
6.1	Sprejové sušení	40
6.2	Hodnocení vybraných parametrů usušených vzorků	41
7	Závěr	44
8	Literatura	45

1 Úvod

Chmelový extrakt je koncentrovaná forma samičích květů chmele, které jsou známé především pro své použití při vaření piva. Obsahuje cenné sloučeniny, jako jsou alfa kyseliny, beta kyseliny, polyfenoly, flavonoidy a silice, které jsou klíčové pro předávání hořkosti, aroma a chuti při výrobě piva. Tento extrakt nachází využití mnoha odvětvích přes potravinářství, zdravotnictví až po kosmetické výrobky. Mezi největší nevýhody tohoto extraktu patří především špatná rozpustnost ve vodě, která se mimo jiné metody může zlepšit pomocí enkapsulace.

V účinnosti enkapsulace a při uvolňování enkapsulovaného chmelového extraktu hraje zásadní roli volba nosiče. Nejčastěji se používají nosiče jako maltodextrin, arabská guma a modifikované škroby díky jejich schopnosti tvořit stabilní matrice a chránit zapouzdřený materiál během sušení (Zuidam et al. 2009). Pokud jde o enkapsulaci, tak optimalizace procesu je nezbytná pro účinné uchování těchto sloučenin. Z enkapsulačních metod je pro chmelový extrakt nejvhodnější sprejové sušení, které je široce používanou technikou v potravinářském a farmaceutickém průmyslu pro enkapsulaci bioaktivních sloučenin, příchutí a vůni.

Samotný proces sprejového sušení je náročný na obsluhu a je ovlivňován několika parametry. Mezi ty, které nejvíce ovlivňují sprejové sušení patří teplota vstupního vzduchu, rychlosť přívodu směsi sušeného extraktu nebo poměr nosiče k chmelovému extraktu. Optimalizací procesu je možné dosáhnout vysoké účinnosti enkapsulace, zvýšené stability a vylepšené funkčnosti enkapsulovaného chmelového extraktu pro různé aplikace v potravinářském a nápojovém průmyslu.

2 Vědecká hypotéza a cíle práce

Hypotéza: Navázání chmelového extraktu na vhodný nosič umožní jeho lepší dávkování, a také zlepší jeho rozpustnost ve vodě.

Cílem práce bylo najít optimální parametry a nosiče pro enkapsulaci chmelového extraktu pomocí sprejového sušení. Dále byl hodnocen vliv procesu na fyzikálně chemické vlastnosti extraktu.

3 Literární rešerše

3.1 Chmel otáčivý

3.1.1 Botanická charakteristika

Chmel otáčivý se řadí do čeledi *Cannabaceae* (konopovité), která zahrnuje rody konopí (*Canabis*) a chmel (*Humulus*). Jedná se o vytrvalou dvoudomou rostlinu, dožívající se až několik desítek let (Almaguer et al. 2014; Moir 2000).

Podzemní část rostliny je tvořena bohatým kořenovým systémem. Nadzemní částí chmele je lodyha, která je popínava, pravotočivá a má příchytné chloupky. Dosahuje výšky 3–5 metrů. Listy v horní části rostliny jsou střídavé laločnaté nebo celistvé. Ve střední části rostou listy s trojlaločnou až pětilaločnou čepelí (Korpelainen a Pietiläinen 2021).

Samčí rostliny tvoří květy s tyčinkami a prašníky, které vyrůstají v chudých latách. Samičí květenství vytváří laty, které jsou složeny z malých hvězdicovitě rozložených květů s pěti tyčinkami uvnitř. Samičí rostliny vytváří pestíkové květy, které vyrůstají ve světle zelených 2 - 3 cm dlouhých šupinatých šišticích. Plodenstvím chmele je chmelová hlávka s lupulinovými žlázkami, která nese semena se šnekovitě stočeným klíčkem (Almaguer et al. 2014).

3.1.2 Chemické složení chmelové hlávky

Hlavními složkami chmele jsou pryskyřice, silice a fenoly. Pryskyřice jsou složitý komplex látek těžko rozpustných ve vodě, vytvářející typickou hořkou chuť piva. Dělí se na měkké a tvrdé pryskyřice. Mezi měkké pryskyřice se řadí α , β hořké kyseliny a nespecifické pryskyřice. Na typické chuti piva se nejvíce podílí především α hořké kyseliny. Tyto kyseliny snadno podléhají oxidaci, při které se přeměňují na nespecifické, nebo tvrdé pryskyřice, a proto se chmel musí skladovat při omezeném přístupu kyslíku v chladu a temnu (Moir 2000; Paventi et al. 2020).

Charakteristickou vůni chmele způsobují chmelové silice, těkavé látky, které jsou tvořeny směsí organických látek, především terpenů, tvořících až 90 % chmelových silic. V chmelové hlávce jsou silice přítomny v lupulinových zrnech. Fenolické látky chmele neboli chmelové třísloviny, ovlivňují proces výroby piva, kdy působí na jeho varný proces, čeření a charakteristickou chuť. Jedná se o ve vodě rozpustné a poměrně reaktivní látky, snadno podléhající oxidačně redoxním procesům (Zanolí a Zavatti 2008).

Dle Almaguer et al. (2014) řadíme mezi vedlejší složky chmele sacharidy, dusíkaté látky a vodu. Čerstvě sklizený chmel obsahuje až 80 % vody, avšak ihned po usušení hlávky obsah vody klesne na 8-12 %. Přesné složení záleží na odrůdě chmele, místě pěstování a posklizňových úpravách. Průměrné složení chmelové hlávky je uvedeno v tabulce č. 1.

Tabulka č. 1: Průměrné chemické složení chmelové hlávky

Složka	Obsah [%]
celulóza	40-50
celkové pryskyřice	15-20
α kyseliny	2-17
β kyseliny	2-10
silice	0,5-3
polyfenoly	3-6
monosacharidy	2
vosky a mastné kyseliny	1-5
minerální látky	6-8
aminokyseliny	0,1
vlhkost	8-12

Zdroj: Almaguer et al. 2014

3.1.3 Zpracování chmele a jeho využití

Chmel podléhá při skladování díky mikrobiálním a oxidačním procesům degradaci. Aby se předešlo rychlému znehodnocení biologicky aktivních látek, jsou tedy surové hlávky dále zpracovávány. Chmelové přípravky se vyrábí mechanickou úpravou (drcený chmel a pelety), extrakcí nebo chemickou úpravou (Korpelainen a Pietiläinen 2021).

Ihned po sklizni se chmelové hlávky pečlivě suší umělým teplem: obsah vody pro skladování je nutné snížit z 65–80 % na 8–10 %. Největší podíl chmele se zpracovává pro pivovarnický průmysl, a to ve formě sušených chmelových šištic (Hrnčič et al. 2019).

Kowalska et al. (2022) uvádí, že v lidovém léčitelství je chmel znám již od pravěku a je známo mnoho způsobů jeho využití. Nejčastěji využívanou částí chmele jsou šištice samičích rostlin, ale zajímavé jsou i další části rostliny. V lékařství se využívá pro své antiseptické, antioxidační a sedativní účinky ve formě doplňku stravy. Extrakty z chmelových šišek vykazují sedativní účinek, snižují krevní tlak, zvyšují sekreci žaludečních šťáv a zlepšují chuť k jídlu. Chmelové šištice mají ve výživě člověka dlouhou tradici, a proto se používají jako součást doplňků stravy podporujících organismus při stavech nervového vypětí nebo nespavosti. Humulony z chmelových hlávek výrazně snižují hladinu cholesterolu v krvi.

Díky pozitivním vlastnostem na pokožku se chmel hojně využívá v kosmetickém průmyslu, pro výrobu krémů, šampónů, pleťových vod a dalších. Tyto produkty pomáhají proti akné, lupům a léčí mastnou pleť. Chmelové složky lze navíc přidávat do parfémů a deodorantů pro vůni, ale jsou užitečné i pro své konzervační vlastnosti (Hrnčič et al. 2019).

Chmel lze taktéž použít jako doplněk krmiva pro hospodářská zvířata. Obvykle se používají v sušené nebo peletizované formě a působí na lepší trávení a zklidnění zvířat. Mimo to může být chmel využíván jako insekticid. Insekticidy získané z chmele jsou často považovány za ekologičtější alternativy syntetických chemikálí, protože se v prostředí rychleji rozkládají a mají nižší toxicitu pro necílové organismy (Korpelainen a Pietiläinen 2021).

3.1.4 Chmelový extrakt

Chmelový extrakt se řadí mezi fyzikálně upravené produkty. Připravuje se extrakcí chmelových šištic rozpouštědly. K výrobě těchto extractů se využívá dvou extrakčních postupů. První využívá k extrakci ethanol a druhý oxid uhličitý. Výhodou těchto extractů je velmi malý obsah polárních složek. Ethanol i oxid uhličitý vznikají běžně v pivu při kvašení a jsou zdravotně nezávadné a vhodné pro chmelení (Korpelainen a Pietiläinen 2021).

Ethanolové extracty se připravují z hlávkového chmele, který se extrahuje 90% mírně polárním ethanolem. Z chmelu se vyluhuje podíl třísloviny a pryskyřičný extract. Od vstupní suroviny se ethanolový extract liší svým chemickým složením.

CO₂ extracty jsou velmi stabilní a na rozdíl od ethanolových se připravují výhradně z granulovaného chmele, což zvyšuje náklady na výrobu těchto extractů (Moir 2000). Extrakce probíhá v nadkritickém nebo subkritickém stavu za změněné teploty a tlaku ve vysokotlakých nádobách. Finální extract téměř neobsahuje polární látky chmele – polyfenolické látky a dusičnan (Navarro-Flores et al. 2020).

Velkým problémem chmelových extractů je jejich špatná rozpustnost a biodostupnost (Hrnčíč et al. 2019). Mezi techniky, které se využívají k překonání těchto nedostatků se řadí techniky enkapsulace, především pak sprejové sušení a chlazení. Tyto techniky umožňují výrobu prášku z kapalných chmelových extractů se snadnou manipulací, dávkováním a dodáváním do finálních produktů se zlepšenými technologickými funkcemi a stabilitou (Tatasciore et al. 2023).

3.2 Enkapsulace

Technologie enkapsulace jsou hojně využívány od 70. let minulého století v různých odvětvích, například potravinářském a nápojovém průmyslu, rostlinné a živočišné výrobě, lékařství a farmacii, energetice, strojírenství atd. Enkapsulace je metoda sloužící k zachycení aktivních látek do nosiče za účelem jejich ochrany a zachycení/zapouzdření (Ghodke et al. 2020). Mezi hlavní přínosy enkapsulace patří ochrana aktivních látek před vypařováním nebo chemickými reakcemi, kontrolované dodávání a zachování stability bioaktivních látek během zpracování a skladování, prevence nežádoucích interakcí s jinými složkami v potravinách (Nedovic et al. 2010).

Enkapsulací se vytvoří částice, které dosahují velikosti průměru několika nanometrů až milimetrů. Podle velikosti částic mohou být enkapsuláty rozděleny například na mikrokapsle, nanočástice, mikrorezervoáry atd. Samotný proces enkapsulace probíhá více způsoby, většinou však s podobným principem. Metody jsou založeny na vytváření kapiček aktivní látky (v plynné, kapalné nebo práškové formě). Tyto kapičky jsou následně obklopeny nosičem v plynné nebo kapalné fázi prostřednictvím různých fyzikálně-chemických procesů. Výjimkou může být příprava extrudátů z taveniny, lipozomů, technologie tvorby inkluzních komplexů a použití přírodních enkapsulátů, jako jsou kvasinkové buňky (Navarro-Flores et al. 2020; Zuidam et al. 2009).

Ghodke et al. (2020) uvádějí, že nejčastěji dochází k enkapsulaci citlivých a bioaktivních složek potravin. Nedávné výzkumné práce se zaměřují na zvýšení funkčnosti a zdravotních přínosů zpracovaných potravin a zvýšení působení probiotik a cíleného dodávání různých enzymů, koenzymů a bioaktivních peptidů. V potravinářství se enkapsulace často využívá například u aromat, kdy jsou při enkapsulaci pokryta ochranným materiélem a tím chráněna před nežádoucím migrováním v potravinách, chemickými reakcemi a především odpařování. Kromě toho se používá k zamaskování nežádoucích vlastností jídla, jako je trpkost, hořkost (Nedovic et al. 2010).

V kosmetickém průmyslu se využívá enkapsulace k výrobě sprchových gelů, pleťových vod a krémů, vlasových přípravků, opalovacích krémů, make-upů, parfémů, zubních past a dalších. Enkapsulace přináší pro kosmetický průmysl řadu inovací a umožňuje výrobu produktů pro ochranu proti degradaci, lepších senzorických vlastnostech, a především vyšší stabilitě produktů (Casanova a Santos 2016; Mudalip et al. 2021).

3.2.1 Metody enkapsulace

Obecně se metody enkapsulace dělí na fyzikální, chemické a fyzikálně chemické metody. Různé metody se pak využívají podle požadavků jednotlivých průmyslových odvětví.

- Sprejové sušení

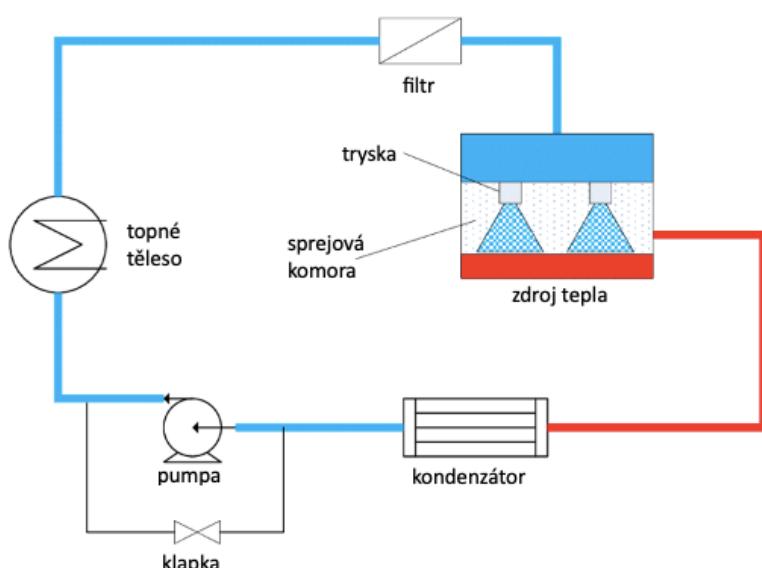
Tato kapitola bude podrobněji popsána v kapitole 3.3

- Sprejové chlazení a mražení

Obě tyto metody jsou jedním z technologických postupů výroby lipidem potažené aktivní látky. Nejprve jsou kapičky roztavených lipidů atomizovány do chlazené komory, což má za následek ztuhnutí lipidů, a nakonec jejich regeneraci na jemné částice. Jako nosiče se využívají lipidy, konkrétně především oleje (Oxley 2012).

Obě tyto, na sprejovém sušení založené, metody jsou si velmi podobné. Směs obalového materiálu a aktivní látky je vstříkována do chlazeného prostoru, kde se kapsle vytvoří ztuhnutím obalového materiálu kolem jádra. Hlavním rozdílem mezi těmito metodami je teplota tání lipidů, která je u sprejového chlazení vyšší. Díky lipidové vrstvě jsou kapsle nerozpustné ve vodě a využívají se k enkapsulaci například minerálů, vitaminů a enzymů (Zuidam et al. 2009).

Dle Desai (2005) je při metodě sprejového chlazení neboli lyofilizaci, nejprve vytvořena směs obalového materiálu a aktivní látky, která je zmražena, a následována vlastním procesem sprejového chlazení. Pozitivem této metody je odstranění vody pomocí sublimace za sníženého tlaku. K jejímu odstranění a následnému vytvoření kapslí dojde bez vystavení vyšší teplotě. Lyofilizace se využívá k enkapsulaci látek rozpustných ve vodě.

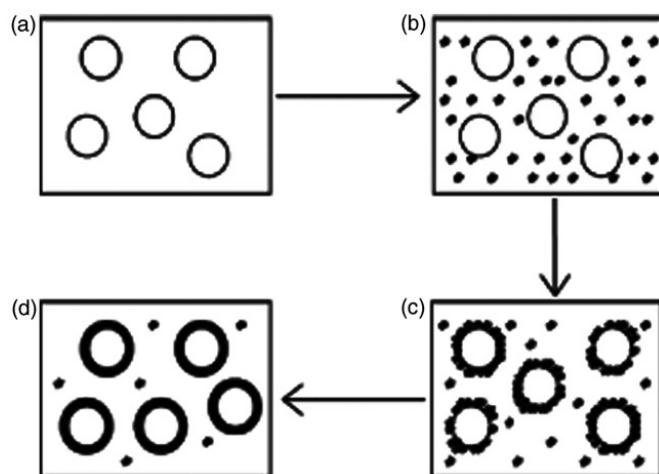


Obrázek č. 1: Schéma sprejového chlazení (Desai 2005)

- Koacervace

Při této metodě dochází k rozdělení polymerního roztoku na 2 navzájem nemísitelné kapalné fáze, konkrétně na koacervační fázi a medium (Bajerová et al. 2009). Podle mechanismu ji dělíme na jednoduchou, při které dochází k fázové separaci v přítomnosti jen jednoho typu makromolekulárního materiálu, a komplexní koacervaci, při které k separaci dojde v přítomnosti dvou a více různě nabitých polymerů. Jednoduchá koacervace je využívána ve farmaci nebo v potravinářství k maskování nepříjemných chutí. Komplexní koacervace nachází své využití v potravinářství při enkapsulaci umělých sladidel, silic, konzervantů a barviv, dále se využívá při genetických výzkumech a v zemědělství. Velkou nevýhodou koacervace je vysoká cena této metody (Battaglia et al. 2010).

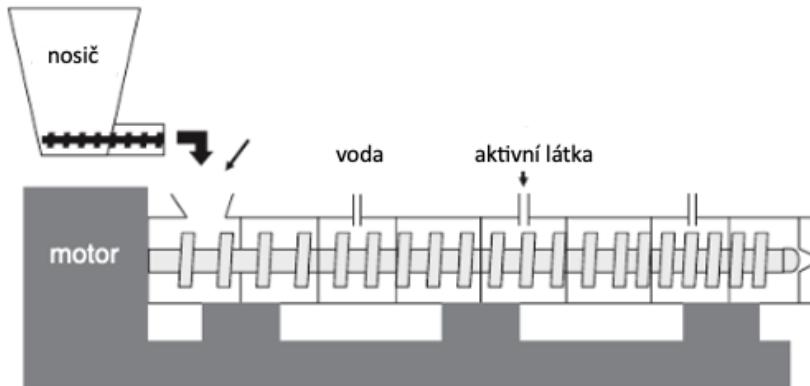
Na následujícím obrázku je schematicky znázorněna koacervace, kde písmena označují jednotlivé fáze: (a) disperze materiálu v roztoku polymeru obalu; (b) oddělení koacervátu z roztoku; (c) potažení materiálu jádra mikrokapkami koacervátu; (d) koalescence koacervátu za vzniku souvislého obalu kolem částic jádra.



Obrázek č. 2: Schéma koacervace (Jyothi et al. 2008)

- Extruze

Principem této metody je protlačování emulze za vysokého tlaku přes otvory pipet, stříkaček, trysek. Pomocí extruze se vyrobí větší částice než u ostatních metod, a to až do 2000 µm. Velkou nevýhodou této metody je omezené množství nosičů, které lze využít – využívají se především dextróza a škrob. Extruze zajišťuje stabilitu produktů vůči oxidaci a je vhodná pro enkapsulaci těkavých látek. Dochází k ní přes matrici, která je poháněná motorem. Nosič, voda a extrudovaná látka jsou poté přidávány otvory současně nebo postupně (Zuidam et al. 2009).

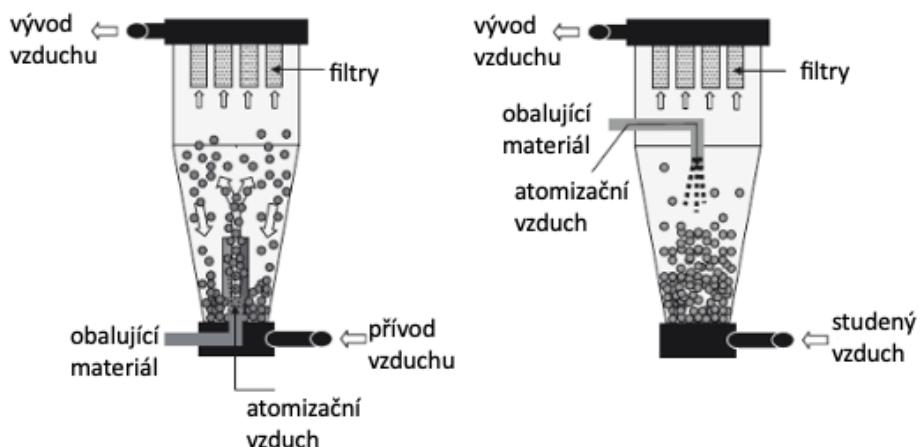


Obrázek č. 3: Schéma extruze (Zuidam et al. 2009)

- Fluidní vrstva

Desai (2005) uvádí, že během této metody jsou enkapsulované částice fluidizovány v obalovací komoře horkým atomizačním vzduchem, kde je obalující materiál rozprašován za specifické teploty. Největší výhodou je vznik mikrokapslí s dobrou stabilitou, životaschopností a texturou. Využívá se např. při enkapsulaci vitaminů nebo v masném a pekařském průmyslu, největší uplatnění však zatím stále nachází ve farmaceutickém průmyslu. Nevýhodou této metody je velikost částic, jelikož lze připravit pouze větší částice v rozmezí $\geq 100 \mu\text{m}$. Příprava velmi malých částic není možná kvůli elektrostatickým silám, které působí při pohybu částic v komoře a zabraňují správnému průběhu fluidizace.

Na obrázku, který ve své publikaci zmiňují Zuidam et al. (2009) jsou znázorněna dvě schémata metody fluidní vrstvy. Vlevo znázorněna tzv. Würsterova nanášecí sestava, při které je nosič nastříkán na práškové částice ve vnitřní koloně. Vpravo je znázorněno uspořádání, ve kterém je nosič stříkán seshora na částice prášku.



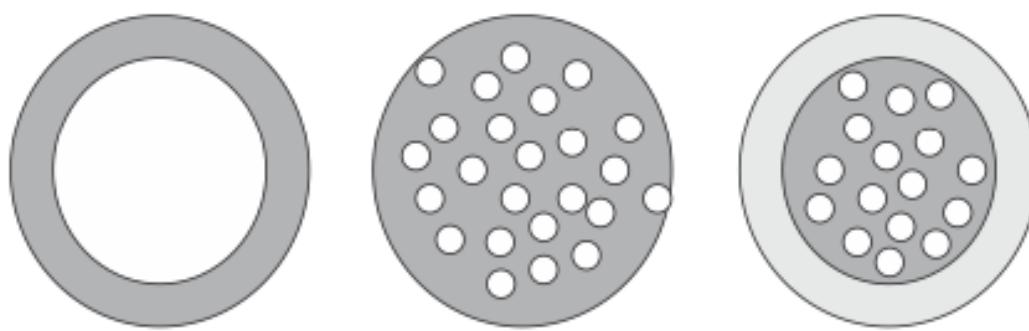
Obrázek č. 4: Schémata metody fluidní vrstvy (Zuidam et al. 2009)

3.2.2 Nejčastější nosiče využívané při sprejovém sušení

Volba vhodného obalového materiálu je důležitá, protože značně ovlivňuje průběh enkapsulace a finální stabilitu kapsle. Materiál se volí vzhledem k požadavkům na stabilitu, skladování i cenu. Dochází k využití především přírodních materiálů schopných biodegradace a taktéž schopných vytvořit dostatečně silnou ochrannou vrstvu okolo enkapsulované látky (Fang et al. 2010).

Nosič musí být schopen uvolňovat aktivní látky do okolí. Nosiče enkapsulátů musí být potravinářské, biologicky rozložitelné a schopné tvořit bariéru mezi vnitřní fází a jejím okolím. Existuje více typů nosičů, nejčastěji se používá následujících modelů (viz obrázek č. 5). Prvním typem je rezervoár neboli kapsule, kdy se okolo jádra vytvoří obalová vrstva. Působení tlaku však může vést k rozbití tohoto typu a tím k uvolnění jeho obsahu. Druhým typem je matrix, kdy je v obalovém materiálu uzavřeno seskupení jader. Třetím typem je matrix v obalové vrstvě, kdy se jedná o kombinaci prvních dvou jmenovaných (Fang et al. 2010; Zuidam et al. 2009).

Aktivní látky určené k enkapsulaci tvoří jádro kapsule a mohou být pevného, kapalného i plynného skupenství. Tyto látky zahrnují lipidy, vitamíny, peptidy, mastné kyseliny, antioxidanty, minerály a živé buňky, jako jsou probiotika (Zuidam et al. 2009).



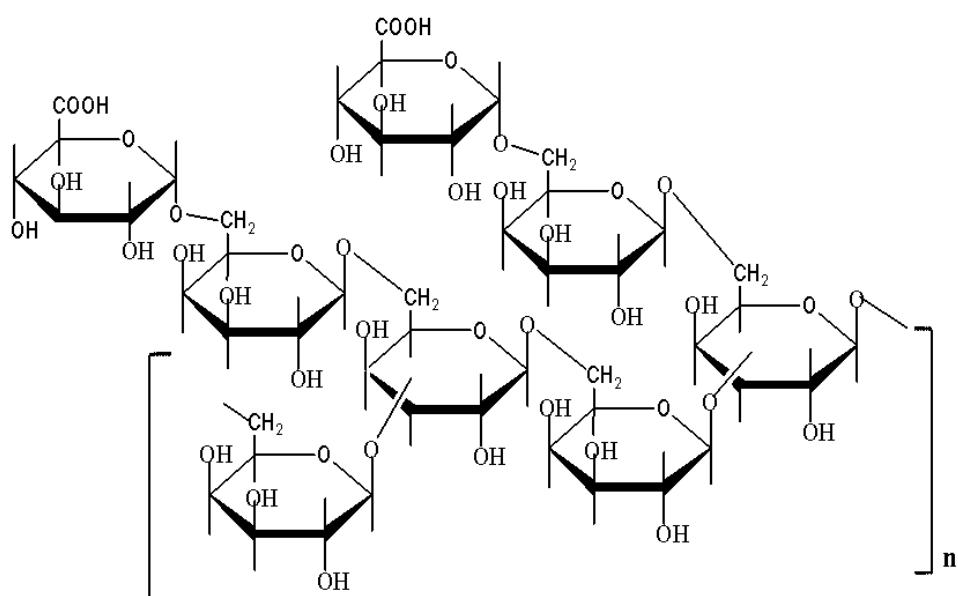
Obrázek č. 5: Nejčastěji používané typy nosičů k enkapsulaci, zleva: kapsule, matrix, matrix v obalové vrstvě (Zuidam et al. 2009)

Předpisy pro potravinářská aditiva jsou však přísnější než u léčiv. Různé sloučeniny, akceptované pro enkapsulaci léčiv, nebyly schváleny pro použití v potravinářském průmyslu, protože pro použití v potravinářství musí být schváleny jako obecně bezpečné – GRAS. K enkapsulaci potravin mohou být použity různé přírodní nebo syntetické polymery, které splňují bezpečnostní požadavky vládních agentur, jako je Food and Drug Administration (FDA) nebo Evropský úřad pro bezpečnost potravin (EFSA) (Mudalip et al. 2021; Wandrey et al. 2009).

Nedovic et al. (2011) zmiňují, že se jako nosiče nejčastěji využívají polysacharidy a látky s lipidovým a proteinovým charakterem. Mezi nejvíce využívané polysacharidy řadíme škrob, celulózu, pektiny, chitosan, alginát a arabskou gumu. K dalším látkám řadíme například mastné kyseliny, vosky, fosfolipidy, želatinu a proteiny. V této kapitole je následně popsáno několik vybraných nosičů, které se používaly v experimentální části práce.

- Arabská guma

Jedná se o jeden z nejstarších typů přírodní gumy, vyskytující se v pryskyřicích akácií, široce používané v průmyslových výrobcích po celém světě (Khaly et al. 2020). Je tvořena polysacharidy a glykoproteiny. Přesné chemické složení arabské gumy se může mírně lišit v závislosti na místě původu, sezóně sklizně, stáří stromu a podmínkách během zpracování. Skládá se z mnoha velkých makromolekul, většinou s vysokými koncentracemi sacharidů tvořených jednotkami d-galaktózy a l-arabinózy a omezeným množstvím bílkovin. Využívá se jako emulgátor a stabilizátor (Al-Hamayda et al. 2023).

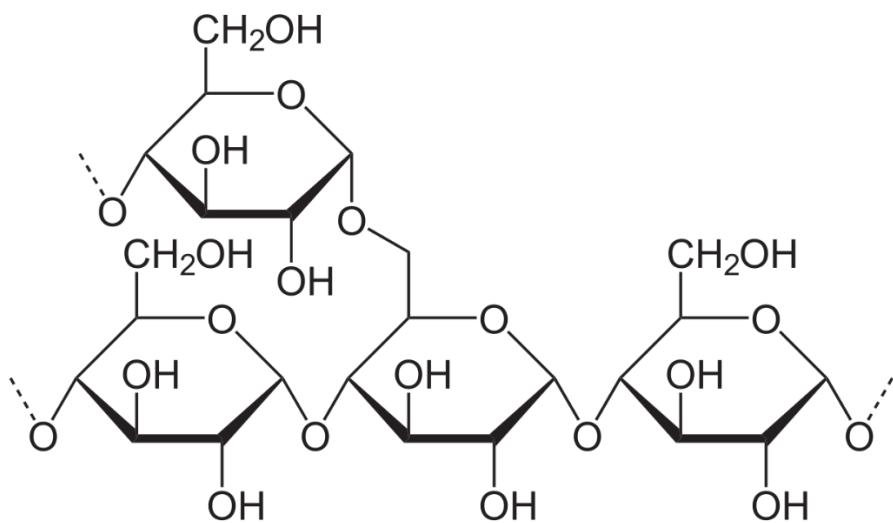


Obrázek č. 6: Vzorec arabské gumy (Khaly et al. 2020)

- Škrob

Jedná se o hlavní zásobní polysacharid v rostlinách. Škrob je složený z amylozy a amylopektinu, kdy u amylozy jsou její glukózové jednotky vázány α -(1→4) glykosidickou vazbou, u amylopektinu se přibližně po 25 jednotkách vyskytuje α -(1→6) vazba, což má za následek větvení polymeru (Parker a Ring 2001).

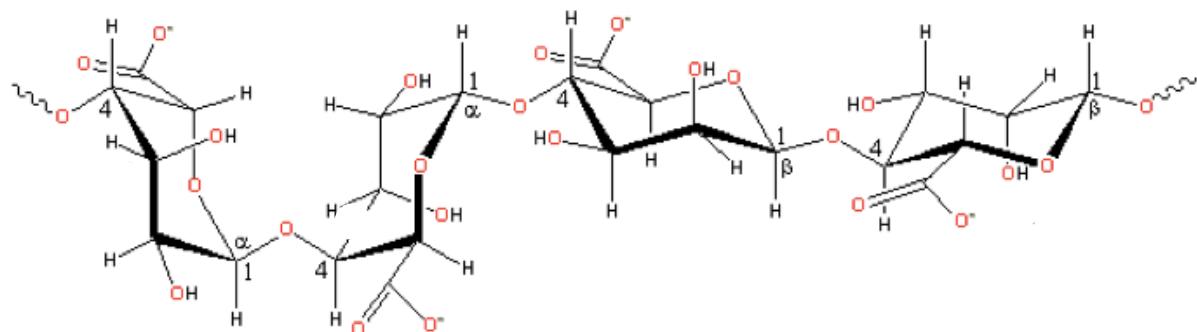
Běžně se používají škroby a jejich deriváty – amylová, amylopektin, dextriny, maltodextriny, polydextróza (Nedovic et al. 2011). Škrob je přirozenou součástí stravy a je používán v potravinářství a dalších průmyslových odvětvích. K enkapsulaci se nejčastěji využívá škrob z různých přírodních zdrojů (většinou z kukuřice) v nativní nebo modifikované formě (Zhu 2017).



Obrázek č. 7: Vzorec škrobu (Zhu 2017)

- Alginát

Alginát je lineární kopolymer β -D-mannuronové kyseliny a α -L-guluronové kyseliny spojených β -(1→4) glykosidovými vazbami (vzorec viz obrázek č. 2). Je to látka, která pochází z mořských řas rodu *Phaeophyceae* rostoucích na pobřeží severního Atlantiku. Komerční alginát, který se využívá k enkapsulaci, je dostupný ve formě rozpustné soli. Tato sůl se po převodu na vápenatou sůl, kdy se sráží roztok alginátu sodného roztokem chloridu vápenatého za vzniku stabilního gelu, stává nerozpustnou, čehož se následně využívá při enkapsulaci (Draget et al. 2006; Wandrey et al. 2009).



Obrázek č. 8: Vzorec alginátu (Lembre a Lorentz 2011)

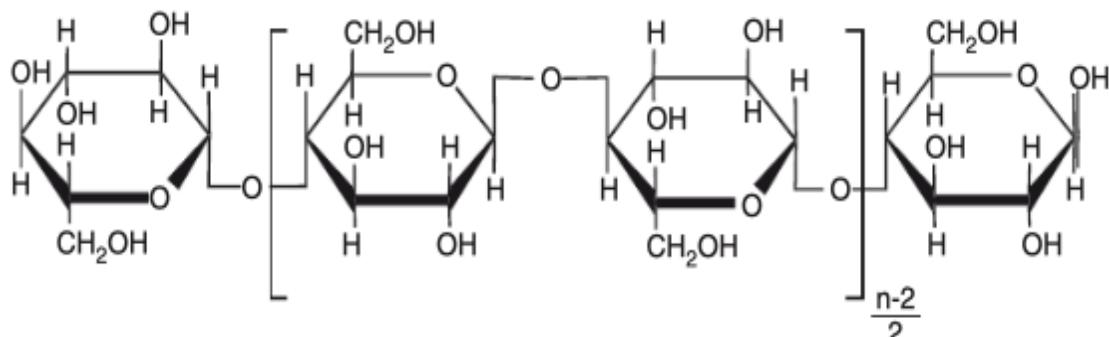
- Želatina

Jako v podstatě čistá proteinová potravinová složka se želatina získává částečnou hydrolýzou kolagenu získaného z kůže, bílé pojivové tkáně a kostí zvířat. Primární struktura kolagenu se skládá z přibližně 1050 aminokyselin (Meng a Cloutier 2014).

Při výrobě želatiny se surový materiál obsahující kolagen nejprve předem upraví kyselinou nebo zásadou, aby se částečně rozštěpily příčné vazby, což vede ke dvěma typům želatiny. Želatina typu A se vyrábí kyselým procesem, který se používá hlavně u vepřové a rybí kůže a kolagen zde není silně zesítovaný. Želatina typu B je naopak předběžně upravena alkalickým procesem. Alkalický proces se používá pro silně zesítovaný kolagen, jako je hovězí kůže, a trvá déle (Haug a Draget 2011).

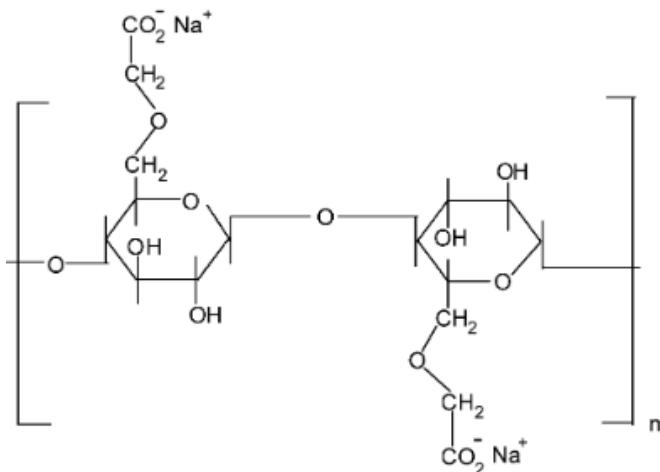
- Celulóza

Molekula celulózy, nejrozšířenějšího sacharidu v přírodě, se skládá z řady jednotek β -D-glukopyranózy, spojených β -(1→4) glykosidickou vazbou. Na rozdíl od škrobu, kde jsou všechny skupiny CH₂OH orientovány podél stejné strany molekulární roviny, jsou tyto skupiny v celulóze orientovány střídavě nad a pod rovinou, čímž vznikají dlouhé lineární řetězce viz obrázek č. 3 (Murray 2000).



Obrázek č. 9: Chemická struktura celulózy (Wandrey et al. 2009)

Derivátem přírodní celulózy je připravována karboxymethylcelulóza (CMC). Opakující se jednotky jsou spojeny β -1,4-glykosidickými vazbami. Hlavním rozdílem mezi CMC a celulózou jsou pouze některé aniontové karboxymethylové skupiny ve struktuře CMC, které nahrazují atomy vodíku z některých hydroxylových skupin přítomných v celulóze (Rahman et al. 2021).

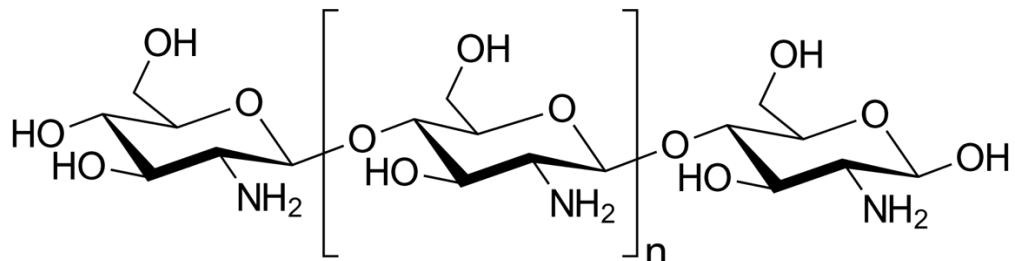


Obrázek č. 10: Chemický vzorec jednotky karboxymethylcelulózy (Rahman et al. 2021)

- Chitosan

Chitosan je polysacharid, vyráběný z chitinu, který je základní stavební látkou exoskeletu korýšů. Je složen z glukosaminových a N-acetylglukosaminových β (1→4) glykosidickými vazbami spojených jednotek. V potravinářství se využívá jako emulgátor. Hojně využíván díky nízké toxicitě a biodegradabilitě (Terbojevich 2000).

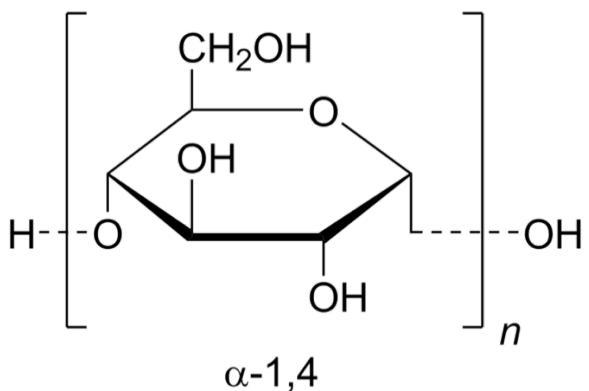
Wandrey et al. 2009 zmiňují, že se samotný chitosan v přírodě vyskytuje mnohem méně. Byl pozorován pouze u některých mikroorganismů a některých hub. Teprve velmi nedávno začala izolace přímo z hub. Hlavní proces získání chitosanu z exoskeletu korýšů je alkalická deacetylace.



Obrázek č. 11: Chemický vzorec chitosanu (Terbojevich 2000)

- Maltodextrin

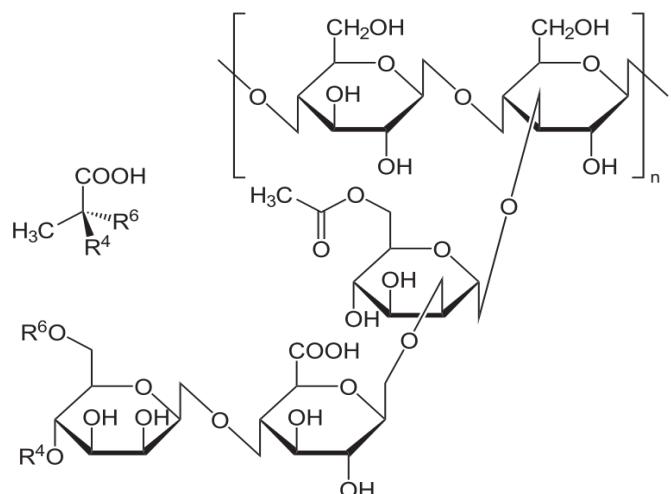
Maltodextrin se získává kyselou nebo řízenou enzymatickou hydrolýzou škrobu a je to polymer D-glukózy spojené α -(1,4) a α -(1,6) vazbami. Obsahuje 2–3 % glukózy a 5–7 % maltózy a lze z něj vyrobit bílý hygroskopický suchý prášek (Xiao et. al. 2022). Je mírně sladký, téměř bez chuti, snadno rozpustný ve vodě, snadno dispergovatelný a těžce nebo téměř nerozpustný v alkoholu. Maltodextrin má nízkou viskozitu a dobrou rozpustnost i při vysokých koncentracích. Má schopnost vytvářet komplexy s různými sloučeninami. Maltodextriny však postrádají emulgační a povrchově aktivní vlastnosti. Maltodextrin je tedy kombinován s jinými obalovými materiály, což vede ke vzniku stabilnějších kapslí (Mazumder a Ranganathan 2019).



Obrázek č. 12: Základní cukerná jednotka maltodextrinu (Xiao et al. 2022)

- Xantan

Jedná se o látku přírodního původu získávanou fermentací glukózy nebo sacharózy. Je příkladem ve vodě rozpustných aniontových přírodních polysacharidových gum, která se široce používá v různých aplikacích, jako je potravinářství, kosmetika, biomedicína a jiné. Jeho struktura je složena z opakujících se pentasacharidových jednotek, ze kterých jsou dvě d-glukózové jednotky spojené β (1–4) glykosidickou vazbou v páteřním řetězci, což je podobné celulózové páteři, která je spojena s trisacharidovými jednotkami v postranním řetězci (Hanna a Saad 2019).



Obrázek č. 13: Vzorec xantantu (Hanna a Saad 2019)

3.3 Sprejové sušení

Sprejové sušení je průmyslově nejrozšířenější metodou enkapsulace, metoda byla vyvinuta ve 30. letech minulého století a principem je přeměna kapalné látky na výsledný produkt ve formě prášku. Dochází k rozprášení disperze za tvorby kapek, které jsou ihned díky přívodu tepla vysušeny a stávají se suchými částicemi. Proces této metody se skládá z několika kroků: atomizace, konverze kapek na výsledné částice a jejich následný sběr. Velikost kapek se pohybuje v rozmezí 10–100 μm , výsledné částice pak 0,5-50 μm (Cal a Sollohub 2010; Vehring 2008).

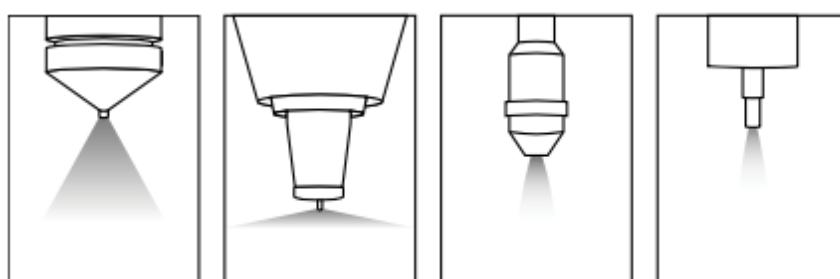
Mezi výhody této metody patří nízké provozní náklady, možnost kontinuální přípravy, dobrá efektivnost enkapsulace, vysoká rozpustnost ve vodě a následná stabilita enkapsulátu. Výhodou je také možnost plně automatizovaného, nepřetržitého provozu. V závislosti na velikosti sušárny a vlastnostech sušené látky může být během hodiny usušeno několik gramů až několik tun výsledného materiálu (Gradon a Sosnowski 2014; Geranpour et al. 2020).

3.3.1 Základní kroky sprejového sušení

- Atomizace

Během atomizace dochází k tvorbě práškové nebo kapalné suspenze a v případě kapaliny ke zmenšení velikosti částic. Hlavním principem této části je zmenšení velikosti kapiček za současného zvětšení povrchu, což vede k lepšímu sušení v pozdějších krocích metody. Atomizér rozprašuje kapalinu na velké množství malých kapek, ze kterých je pomocí sušicího média následně odvedena vlhkost. Tato fáze dělá z procesu sprejového sušení metodu nejen pro sušení látek citlivých na teplo, ale také, a což je také důležitější, jedinou metodu sušení umožňující tvorbu částic s požadovanými fyzikálně-chemickými a morfologickými vlastnostmi. Atomizace usnadňuje vysoušení termolabilních látek, snižuje celkové náklady na provoz metody a zvyšuje kvalitu výsledných produktů (Cal a Sollohub 2010; Jain et al. 2011).

K atomizaci dochází pomocí několika typů zařízení, které jsou zobrazeny na následujícím obrázku.



Obrázek č. 14: Zařízení využívané k atomizaci, zleva – rotační disk, rotační atomizér, tlakové trysky, ultrazvukový rozprašovač (Büchi 2020)

- Konverze kapek na výsledné částice

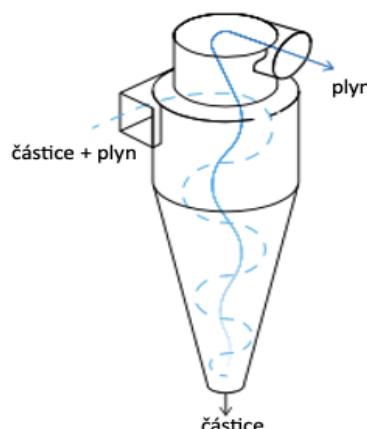
Bezprostředně po atomizaci jsou rozprášené kapky vystaveny působení horkého sušicího média, které usnadňuje odpaření rozpouštědla, a bývá jím nejčastěji atmosférický vzduch. Cílem tohoto kroku je dostatečné vysušení produktu před vstupem do sušicí komory (Cal a Sollohub 2010).

V tomto kroku existují tři provozní konfigurace – uzavřený, polouzavřený a otevřený cyklus. Uzavřený cyklus využívá inertní plyn, nejčastěji dusík, jako sušicí médium a využívá se k sušení látek s hořlavými rozpouštědly, toxických látek a látek citlivých na přítomnost kyslíku. Otevřený cyklus využívá vzduch, který je přiváděn pomocí kompresoru, zahříván a následně využíván v sušicí komoře. Tato konfigurace je nejčastěji využívána především díky vysoké stabilitě a nízkým nákladům. Polouzavřený cyklus je pak kombinací dvou předešlých a je využíván k sušení materiálů s vysokou citlivostí na přítomnost kyslíku (Jain et al. 2011).

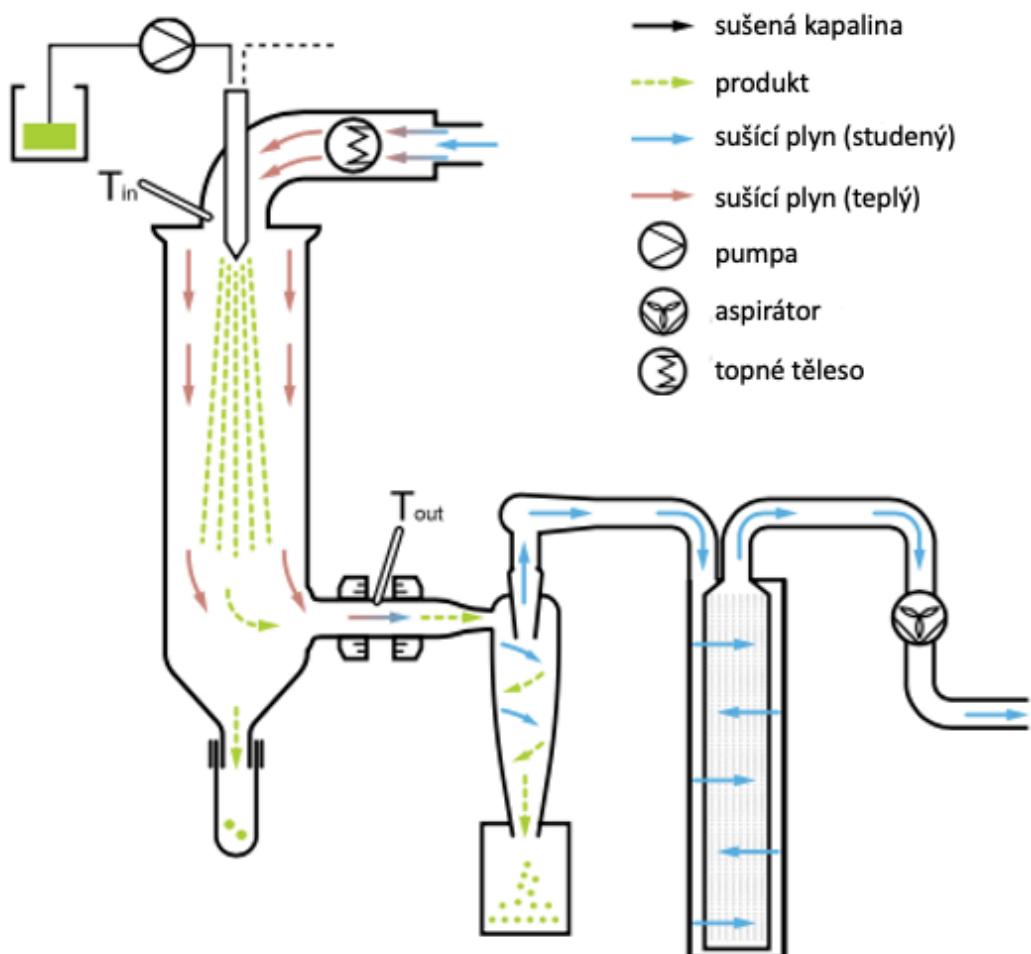
Dle Santos et al. (2018) se v komoře kapky pohybují v různých proudech vzduchu, což je způsobeno jeho nelaminárním prouděním komorou. Proto každá kapka podléhá různým teplotním a vlhkostním podmínkám, což ovlivňuje různé velikosti finálních částic. U každé kapky dochází ke ztrátě rozpouštědla za různých podmínek a může tak tvořit specifický typ vysušené částice.

- Sběr částic

Po procesu sušení sestupují částice produktu ke dnu sušicí komory. Částice se mohou usazovat na dně a být shromažďovány vhodnými zařízeními, nebo mohou opouštět komoru společně s odcházejícím vzduchem (Gradon a Sosnowski 2014). V druhém případě se separace provádí v cyklonech nebo pytlových filtroch, zatímco první vyžaduje použití vnitřních stíracích zařízení. Nejčastěji používaná separační zařízení, cyklóny, oddělují pevné částice ze vzduchu pomocí odstředivé síly vytvořené nastavením vzduchu do rychlého rotačního pohybu. Částice jsou poté směrovány ke stěnám zařízení a jsou odděleny od vzduchového jádra vytvořeného kolem osy zařízení (Vehring 2008).



Obrázek č. 15: Separace částic v cyklóně (Büchi 2020)



Obrázek č. 16: Schéma procesu sprejového sušení (Büchi 2020)

3.3.2 Parametry ovlivňující vlastnosti výsledných částic

Jelikož má obsluha sušárny významný vliv na množství parametrů, ovlivňujících vlastnosti technologického procesu sušení, jedná se o jednu ze složitějších enkapsulačních technik. Aby se předešlo následným nežádoucím chybám, je potřeba parametry správně nastavit a kontrolovat. Chyby tak mohou vznikat především díky špatnému nastavení vstupní teploty, rychlosti proudění sušicího vzduchu, rychlosti dodávky kapaliny a jejího proudění, koncentrace sušené kapaliny a tlaku proudění atomizovaného plynu (Cal a Sollohub 2010).

Mimo zmiňované ovlivňují finální vlastnosti produktu taktéž výstupní teplota sušicího vzduchu, volba rozpouštědla, velikost kapiček, efektivnost sušení (změna hmotnosti) a fyzikální vlastnosti sušeného produktu, jako jsou např.: velikost částic, hygroskopické vlastnosti a jeho vlhkost. Všechny zmíněné parametry dohromady ovlivňují výsledné vlastnosti produktů (Kalahaji a Ghandiha 2022; Vehring 2008).

- Vstupní teplota plynu

Čím je vyšší vstupní teplota, tím rychleji dochází k odpařování vlhkosti, ale zároveň je zde vyšší riziko narušení fyzikálně chemických vlastností produktů především u tepelně citlivých látek. Tato teplota se měří před prvním kontaktem se sušicím médiem před vstupem do sušicí komory. Vstupní teplota sušicího plynu odráží jeho schopnost vysušit vlhké atomizované kapičky, a čím vyšší je hodnota vstupní teploty, tím rychleji dochází k odpařování rozpouštědla (Patel et al. 2009; Santos et al. 2018).

Tato teplota je upravena tak, aby umožňovala nejlepší možnou tepelnou účinnost procesu bez rizika spálení produktu. Teplota sušicího vzduchu spolu s vlhkostí vzduchu současně ovlivňují konečný obsah rozpouštědla v produktu. Vlhkost přiváděného vzduchu má významný vliv na výkon a efektivnost celého procesu sušení (Cal a Sollohub 2010).

- Tlak a rychlosť prútku plynu

Změna prútku nebo rychlosťi aspirátoru umožňuje regulaci množství sušicího plynu vstupujícího do sušicí komory, což má významný vliv na výsledné vlastnosti častic. Optimální nastavení je třeba určit experimentálně. Obecně platí, že vyšší výkon aspirátoru vede k vyššímu stupni separace v cyklonu. Nižší sací výkon má za následek nižší obsah zbytkové vlhkosti. Rychlosť prútku plynu ovlivňuje rozdíl mezi konečnou velikosťí častic, vstupní a výstupní teplotou. Při konstantním prútku rozprašovacího plynu vede zvýšení rychlosťi přívodu ke zvětšení velikosti kapiček (Kalahaji a Ghandiha 2022; Paudel et al. 2012).

Vysoký prútok plynu zrychluje pohyb častic uvnitř komory, čímž se minimalizuje doba interakce vzduch-kapky. Kromě toho se uvádí, že čím vyšší je prútok sušicího plynu, tím větší účinnosti bude dosaženo během cyklónové separace. To znamená, že prútok sušicího plynu by měl být dostatečně vysoký, aby zajistil úplné odstranění vlhkosti častic (Jafari et al. 2023; Santos et al. 2018).

- Výstupní teplota plynu

Teoreticky je výstupní teplota nejvyšší teplotou, na kterou lze sušený prášek zahřát, a je ovlivněna vstupní teplotou, prútokem, rychlosťí sání a koncentrací stříkaného materiálu (Patel et al. 2009). Výstupní teplotu plynu není možné žádným způsobem regulovat. V důsledku intenzivního přenosu tepla a hmoty spolu se ztrátou vlhkosti je teplota častic blízká teplotě plynu na výstupu. Výstupní teplota je výsledkem všech výměn tepla a hmoty uvnitř sušicí komory, a proto není přímo regulována obsluhou. Jedná se o teplotu vzduchu obsahujícího vysušené částice těsně před tím, než dochází k jejich shromáždění ve sběrné nádobě (Cal a Sollohub 2010).

- Volba rozpouštědla

Pro správný průběh metody je potřeba použít rozpouštědlo, ve kterém se bude rozpouštět jak sušená látka, tak nosič. Nejvyužívanější rozpouštědla jsou voda, ethanol, aceton a některá další organická rozpouštědla. Nevýhodou organických rozpouštědel je jejich hořlavost, díky které nemohou být při větších koncentracích použity při otevřeném cyklu, avšak je využito menší množství energie, než při použití vody jako rozpouštědla (Cal a Sollohub, 2010).

- Vlastnosti sušeného roztoku

Mezi tyto vlastnosti se řadí například koncentrace a viskozita. Vysoká viskozita brání správné tvorbě kapek. Se snižující se viskozitou je zapotřebí méně energie nebo tlaku k vytvoření konkrétních částic. Čím koncentrovanější je roztok, tím je vyšší velikost výsledných částic z důvodu atomizace roztoku. Jestliže je roztok více koncentrovaný, tak tím dochází ke snížení množství vody nutné k odpaření. Nejčastěji se využívají roztoky o koncentraci přibližně 20 % (Patel et al. 2009; Vehring 2008).

V následující tabulce je zobrazeno, jak jednotlivé parametry ovlivňují některé vlastnosti výsledných částic. V případě pozitivního ovlivnění dané vlastnosti je v tabulce uvedena šipka nahoru, v případě negativního ovlivnění pak šipka dolů.

Tabulka č. 2: Ovlivnění vlastností výsledných částic parametry sprejového sušení

	Parametry							
	Aspirátor	Vlhkost v sušicí komoře	Vstupní teplota	Rychlosť průtoku roztoku	Koncentrace vzorku	Rychlosť proudění plynu	Použití organického rozpouštědla	
Výstupní teplota	↑	↑	↑	↓	↓	↑	↑	
Velikost částic	-	-	-	↑	↑	↑	↓	
Vlhkost ve výsledném produktu	↓	↑	↓	↑	↓	-	↓	
Výtěžnost	↑	↑	↑	↑↓	↑	-	↑	

Zdroj: Büchi 2020

3.3.3 Enkapsulace rostlinných extraktů

Přírodní extrakty jsou komplexní směsi chemických látek s biologickými vlastnostmi získávané především z listů, stonků, plodů nebo kořenů rostlin. Mezi významné účinky rostlinných extraktů patří antioxidační, antibiotické, protirakovinné, protiplísňové a anti parazitické vlastnosti. Složky rostlinných extraktů jsou většinou sekundární metabolity rostlin, které lze rozdělit na polyfenoly, polysacharidy, flavonoidy, terpeny, alkaloidy, proteiny a lipidy. Pro získání těchto extraktů se obvykle používají organická rozpouštědla (např. methanol, ethanol, hexan, dichlormethan atd.) (Wu et al. 2023).

Rostlinné extrakty se často používají ve farmaceutických přípravcích pro své léčivé vlastnosti. Slouží jako aktivní složky v léčích zaměřených na různé zdravotní stavů, jako je úleva od bolesti, snížení zánětu, hojení ran a antimikrobiální terapie. V kosmetickém průmyslu jsou ceněny pro své vlastnosti vyživující a omlazující pokožku, díky čemuž jsou běžnou součástí kosmetiky a produktů osobní péče. Používají se ve formulacích pro produkty péče o pleť, vlasy a tělo, poskytují hydratační, antioxidační a UV ochranu. Rostlinné extrakty mají využití v zemědělství jako biopesticidy, repelenty hmyzu a stimulátory růstu rostlin. Používají se v ekologickém zemědělství a integrovaných strategiích ochrany proti škůdcům za účelem kontroly škůdců, chorob a plevelů při minimalizaci dopadu na životní prostředí (Oliveira et al. 2006; Armendáriz et al. 2016).

Nejvíce využívané jsou však extrakty jako přírodní barviva a dochucovadla v potravinářském a nápojovém průmyslu. Dodávají produktům charakteristické chutě a vůně a zvyšují jejich smyslovou přitažlivost. Výtažky z ovoce, bylin, koření a květin se běžně používají k přidání různých chutí a vůní široké škále spotřebního zboží (Wu et al. 2023).

Enkapsulace je cenným nástrojem pro maximalizaci potenciálu rostlinných extraktů v různých průmyslových odvětvích. Nejčastěji využívanými metodami enkapsulace rostlinných extraktů jsou sprejové sušení a lyofilizace (Armendáriz et al. 2016; Reddy et al. 2022).

V zemědělství se v posledních letech začíná častěji využívat technologie enkapsulace pesticidů, která je slibným postupem pro zvýšení efektivnosti jejich aktivních složek při současném snížení expozice na člověka a dopadu na životní prostředí. I přes předpokládané příznivé vlastnosti enkapsulovaných pesticidních přípravků na lidské zdraví je nutné systematicky posuzovat, zda jsou pro lidské zdraví méně škodlivé než běžné pesticidní přípravky (Makame et al. 2023; Tchabo et al. 2019).

Dle Reddy et al. (2022) lze mezi nejčastěji enkapsulované rostlinné extrakty zařadit následující látky – kurkumin, zelený čaj, ostrostřečec, ginkgo biloba a ženšen. Všechny zmíněné extrakty se využívají především pro své pozitivní účinky na zdraví. Například extrakt ze zeleného čaje, který je bohatý na katechiny, je enkapsulován pro použití v doplňcích stravy. Enkapsulace pomáhá chránit katechiny před degradací a oxidací a zachovává jejich zdravotní přínosy.

Mudalip et al. (2021) uvádí, že sprejové sušení nabízí několik výhod pro zpracování rostlinných extraktů, silic a dalších. Sprejového sušení rostlinných extraktů je uváděno jako nejekonomičtější způsob enkapsulace. Při této metodě dochází ke zvýšení stability bioaktivních sloučenin přítomných v extraktech rychlým odstraněním vlhkosti a minimalizací vystavení teplu, světu a kyslíku, které mohou způsobit degradaci. Přeměna kapalných extraktů nebo olejů do práškové formy zvyšuje jejich povrch, čímž se zvyšuje rozpustnost ve vodných systémech nebo systémech na bázi lipidů (Wu et al. 2023).

Taktéž umožňuje zachovat charakteristické aroma a chuťové profily esenciálních olejů během procesu sušení, zachovat jejich senzorické vlastnosti a bioaktivitu. Nastavení správných parametrů sušení umožňuje přesnou kontrolu nad distribucí velikosti částic výsledného prášku, kterou lze přizpůsobit konkrétním aplikacím. Jemné prášky jsou vhodné pro suché směsi, zatímco hrubší částice mohou být preferovány pro určité potravinářské produkty nebo kosmetické aplikace (Reddy et al. 2022; Oliveira et al. 2006).

Je však důležité poznamenat, že sprejové sušení může představovat problémy pro sloučeniny citlivé na teplo nebo těkavé oleje, protože vystavení vysokým teplotám během procesu sušení může vést ke ztrátě účinnosti nebo změnám senzorických charakteristik. Pro minimalizaci těchto vlivů a dosažení požadované kvality produktu je nezbytná optimalizace procesních parametrů, jako je teplota vstupního vzduchu, rychlosť přiváděného proudu a tlak rozprašování (Armendáriz-Barragán et al. 2016; Tchabo et al. 2019).

4 Metodika

4.1 Chemikálie a laboratorní vybavení

Pro enkapsulaci chmelového extraktu byly použity následující chemikálie: chmelový extrakt CO₂ (Hop products s.r.o., ČR), 96 % ethanol (VWR, ČR), řepkový olej (Burge Zrt, Maďarsko). Jako nosiče byly použity xanthanová guma (Akras, Rakousko), arabská guma (Profikoření s.r.o., Itálie), karboxymethylcelulóza – CMC (Akras, Rakousko), želatina (Dr. Oetker, Německo), maltodextrin (Aldrich, Německo).

Sprejové sušení probíhalo na sprejové sušárně B-290 (BÜCHI, Švýcarsko). Pro homogenizaci vzorků se využil homogenizér Ultra turrax T25 (IKA, Německo). K určení vybraných parametrů se následně v laboratoři využil laserově difrakční analyzátor velikosti částic MASTERSIZER 3000 (Malvern panalytical, Velká Británie), centrifuga UNIVERSAL 320 R (Hettich, Německo), sušárna (Memmert, Německo) a analyzátor vlhkosti DBS (KERN, Česká republika). K vyhodnocení dat bylo využito programu STATISTICA 12.

4.2 Příprava vzorků

Vzorky připravené ke sprejovému sušení se vždy skládaly ze dvou separátně připravených částí, a to roztoku chmelového extraktu smíchaného s roztokem nosiče. V rámci optimalizace byla hledána optimální kombinace extraktu a nosiče, která povede k získání práškové formy chmelového extraktu.

V prvé řadě byly připraveny dva 50% roztoky (w/v) chmelového extraktu. Jako rozpouštědlo posloužil 96% ethanol a řepkový olej. Obě varianty byly homogenizovány pomocí Ultra turraxu. Dále byly v destilované vodě připraveny roztoky různých nosičů (viz tabulka č. 3) v koncentraci od 1 do 10 % (w/v). Směs byla opět homogenizována pomocí Ultra turraxu.

Následně bylo vždy připraveno 50 ml směsi chmelového roztoku a roztoku obsahující nosiče v poměru nosič ku extraktu 5:3. Varianty byly homogenizovány a sledovalo se, jestli dojde k vytvoření emulze vhodná k sušení, tj. bez shluků, o správné viskozitě a bez oddělení jednotlivých fází. Vzorky, které splňovaly kritéria a vytvořily vhodnou emulzi poté byly sušeny na sprejové sušárně, tentokrát však v množství 200 ml.

V následující tabulce jsou zobrazeny varianty. V prvním sloupci je označení varianty, v dalších je uvedeno rozpouštědlo, ve kterém byl extrakt rozpuštěn a jejich koncentrace. Následně je uvedena kombinace nosičů a jejich koncentrace ve vodném roztoku. V posledním sloupci je uvedeno rozhodnutí, zdali je varianta vhodná ke sprejovému sušení.

Tabulka č. 3: Přehled variant připravených ke sprejovému sušení. Směsi byly připraveny v poměru nosič ku extraktu 5:3, tedy v koncentraci extrakt 37,5 % a nosič 62,5 %. Poměr nosičů v případech, kde se jednalo o kombinaci dvou byl 1:1.

varianta	rozpuštědlo	koncentrace roztoku extraktu [%]	nosič 1	nosič 2	koncentrace nosiče ve vodě [%]	vhodné k sušení
A1	olej	50	xantan	arabská guma	1	NE
A2	ethanol	50	xantan	arabská guma	1	NE
B1	olej	50	arabská guma	-	10	NE
B2	ethanol	50	arabská guma	-	10	ANO
C1	olej	50	arabská guma	CMC	5	ANO
C2	ethanol	50	arabská guma	CMC	5	ANO
D	ethanol	50	xantan	-	5	ANO
E	ethanol	50	želatina	-	5	NE
F	ethanol	50	CMC	maltodextrin	5	ANO

Použité zkratky: CMC – karboxymethylcelulóza

4.3 Sprejové sušení

Samotné sušení probíhalo na sprejové sušárně, na které byly experimentálně nastavovány a upravovány parametry ovlivňující výsledný produkt sušení – proud sušicího vzduchu, teplota, rychlosť čerpadla, rychlosť aspirátoru (viz tabulka č. 4 ve výsledkové časti).



Obrázek č. 17: Sestavená sprejová sušárna během procesu sušení.

4.4 Hodnocení vybraných parametrů usušených prášků

4.4.1 Velikost částic

Metoda analýzy velikosti částic je založena na vychýlení laserového paprsku v kapalině souborem částic v ní rozptýlených. K analýze velikosti částic se malé množství vzorku smíchalо s přibližně 15 ml destilované vody a po dobu jedné minuty protřepalo na vortexu. Samotná analýza probíhala na laserově difrakčním analyzátoru velikosti částic MASTERSIZER 3000, kdy se do kádinky s destilovanou vodou přidávalo kapátkem 10–20 kapek vzorku a nechalo se analyzovat v 5 měřeních při nastavených hodnotách. Každý vzorek se změřil ve dvou opakováních. Všechna měření se následně vyhodnocovala v programu MASTERSIZER 3000.

4.4.2 Smáčivost

Smáčivost je definována jako čas potřebný k úplnému ponoření prášku nasypaného na hladinu kapaliny. V tomto případě se vzalo 0,2 g každého vzorku, který se nasypal na 200 ml destilované vody a měřil se čas ponoření všech částic.

4.4.3 Rozpustnost

Jedná se o hodnotu, která udává koncentraci rozpouštěné látky v roztoku za daných podmínek. Pro její určení se 200 mg nasušeného prášku smíhalo s 20 ml destilované vody. U variant nasušených ve větším množství se rozpustnost testovala ve dvou opakováních, u ostatních jedna. Jako srovnávací varianta posloužila hodnota rozpustnosti použitých nosičů – arabská guma a arabská guma s CMC. Všechny varianty se poté po dobu 45 sekund mixovaly na Ultra turraxu IKA.

Následně byly vzorky centrifugovány na centrifuze po dobu tří minut, při otáčkách 8000 a teplotě 22 °C. Všechny vzorky se poté nechaly stát 30 minut při pokojové teplotě a po uplynutí této doby bylo z každé varianty přeneseno vždy 10 ml vzorku do předvážených Petriho misek. Takto vytvořené varianty byly sušeny při 105 °C v sušárně. Po usušení se všechny misky nechaly vychladit 10 minut v exikátoru a následně se převážily. Výsledná rozpustnost se vypočítala ze změny váhy Petriho misky, což byla váha toho, kolik vzorku se reálně rozpustilo.

4.4.4 Sušina

Sušina je podíl zbývající po vysušení vzorku při teplotě (102 ± 2) °C do konstantní hmotnosti za podmínek metody. Stanovovala se pomocí analyzátoru vlhkosti DBS, kde se na misku navážilo 100 mg vzorku a nechalo se vysušit.

5 Výsledky

5.1 Sprejové sušení

5.1.1 Optimalizace sušení

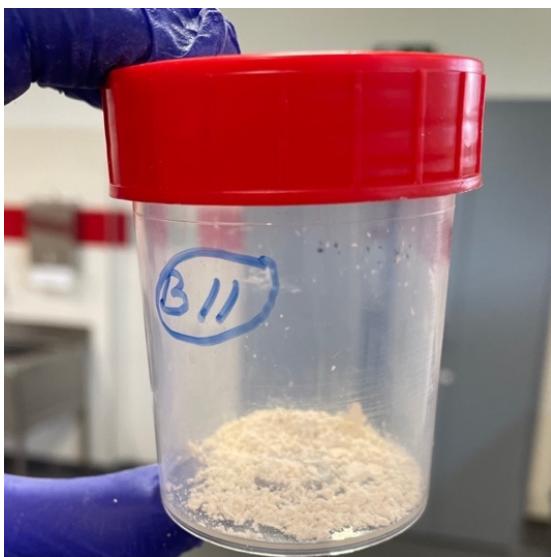
Na základně primárního hodnocení nebyly 3 z 8 variant, zmíněných v předchozí kapitole, vybrány ke sprejovému sušení. Vzorky nebyly vybrány vzhledem k jejich vysoké viskozitě, špatné stabilitě, která vedla k tvorbě shluků nebo oddělených fází. Vybrané vzorky se připravily v množství 50 ml a následně se zkoušely usušit při parametrech nastavených na sprejové sušárny (viz tabulka č. 4). Parametry byly vybrány na základě předchozích sušení rostlinných extraktů dohledaných v literatuře. Vzorky byly sušeny při vstupní teplotě nad 160 °C, jelikož při nižších teplotách nedošlo k usušení vzorku, který zůstával v tekutém skupenství a netvořily se shluky. Jako sušící medium byl u všech vzorků využit vzduch.

Po sprejovém sušení se u všech vzorků pozorovaly vlastnosti, na jejichž základě se vybraly 2 varianty, které se následně připravily ve větším množství. Mezi nechtěné vlastnosti prášku patřila malá výtěžnost, tvorba hloučků nebo vysoká lepivost.

Tabulka č. 4: Přehled připravených variant a parametry nastavené na sprejové sušárně při jejich sušení. Průtok vzduchu je uveden v milimetrech podle stupnice, která se nachází na sušárně. V posledním sloupci je uvedeno, zdali se vzorky podařilo úspěšně usušit.

vzorek	vstupní teplota [°C]	účinnost aspirátoru [%]	výkon pumpy [%]	frekvence čištění trysek	průtok vzduchu [l/h]	úspěšně usušeno
B2	160	100	25	2	357	ANO
C1	165	100	22	4	473	NE
C2	170	100	40	2	414	ANO
D	165	100	35	4	473	NE
F	175	100	28	3	414	NE

Na obrázku č. 18 je usušená varianta B2 (extrakt, ethanol a arabská guma), která splňovala vlastnosti vyžadované pro výsledný prášek, zatímco na obrázku č. 19 je varianta F (extrakt, ethanol, CMC a maltodextrin), kde se jednalo pouze o velmi lepivé hloučky usušeného extraktu.



Obrázek č. 18: Usušená varianta B2



Obrázek č. 19: Usušená varianta F

5.1.2 Výtěžnost procesu sprejového sušení

K následnému hodnocení parametrů se na základě předchozí kapitoly vybraly vzorky B2 a C2, které se následně usušily ve větším množství. Varianty se tentokrát nepřipravovaly v 50 ml množství, ale ve 200 ml. V následující tabulce je uvedeno usušené množství každé varianty.

Varianta B2 bylo dohromady nasušena v množství 7,68 g při sedmi opakováních. Průměrná výtěžnost vzorku byla $1,21 \pm 0,35$ g. Varianty C2 bylo usušeno 2,18 g při čtyřech opakováních. Průměrná výtěžnost tohoto vzorku byla $0,55 \pm 0,20$ g.

5.2 Hodnocení vybraných parametrů usušených prášků

5.2.1 Velikost částic

Rozptyl a homogenita se posuzuje podle tří hodnot četnosti částic v intervalech. Dx (10) je hodnota, která udává velikost částic, při které je 10 % vzorku menší než daná hodnota. Hodnota Dx (50) představuje medián neboli prostřední hodnotu daného vzorku. Hodnota Dx (90) poté představuje velikost částic, při které je 90 % ostatních částic menší. Toto statistické rozdělení vypočtené z výsledků pomocí průměrů četnosti částic jednotlivých měření bylo vyhodnocené programem podle Britského standartu BS2955:1993.

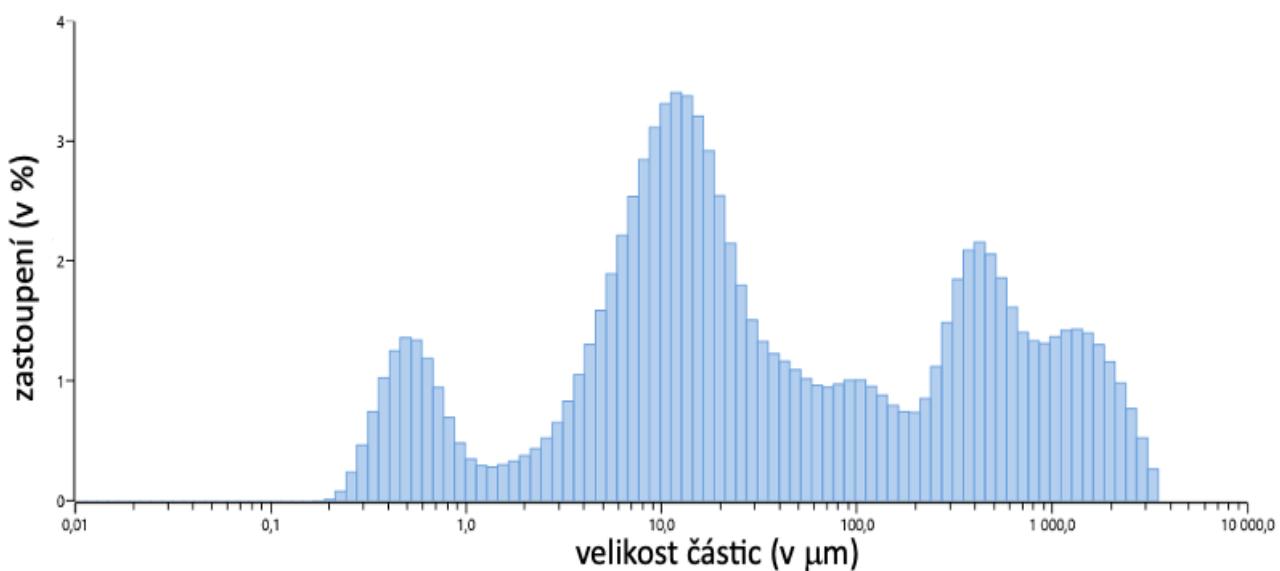
Pomocí Scheffého metody bylo zjištěno, že na hladině $\alpha=0,05$ neexistuje statisticky významný rozdíl, jak mezi jednotlivými velikostmi částic B2 ($p=0,65$), tak i velikostmi částic C2 ($p=0,27$). Pro následující tabulku se zprůměrovaly hodnoty jednotlivých četností částic měření stejných vzorků a vypočítal se průměr a směrodatná odchylka.

Tabulka č. 6: Velikost částic měření u variant B2 a C2.

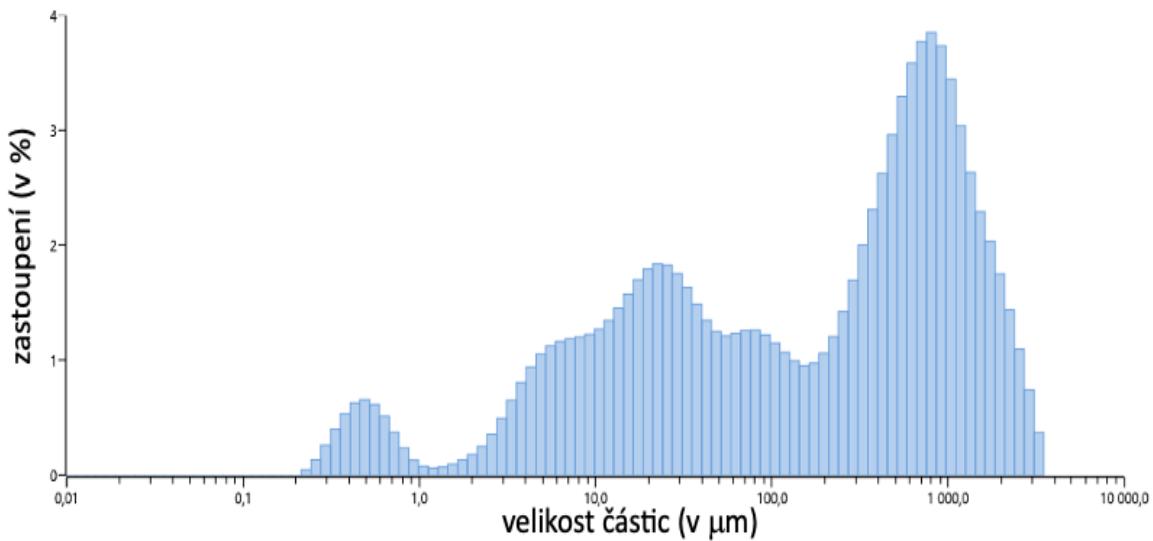
vzorek	průměrná velikost částic $\pm \sigma$ [μm] ve vybraných intervalech		
	Dx (10)	Dx (50)	Dx (90)
B2	$9,46 \pm 18,1$	$168 \pm 243,65$	$812 \pm 633,55$
C2	$19 \pm 26,06$	$224 \pm 163,59$	$1400 \pm 236,22$

Použité zkratky: σ - směrodatná odchylka, Dx (10) – velikost, pod kterou se nachází 10 % vzorku, Dx (50) – prostřední hodnota, Dx (90) – velikost, pod kterou se nachází 90 % vzorku

U vzorků B2 bylo největší množství částic ve velikosti $10 \mu\text{m}$, zatímco u vzorků C2 se průměrná velikost částic pohybovala okolo $1000 \mu\text{m}$. U varianty B2 se ve velikosti pod $10 \mu\text{m}$ nacházelo 35 % vzorku (viz Graf č. 1), zatímco u varianty C2 se pod touto hranicí nacházelo asi 18 % vzorku (viz Graf 2). U vzorků se ideálně očekával jeden ostrý peak, na grafech je vidět, že ani jeden vzorek jej nemá, což znamená, že usušený prášek je nehomogenní.



Graf č. 1: Průměrné rozdělení velikosti částic vzorku B2 – arabská guma
(měření ze 14 opakování)



Graf č. 2: Průměrné rozdělení velikosti částic vzorku C2 – arabská guma a CMC
(měření z 8 opakování)

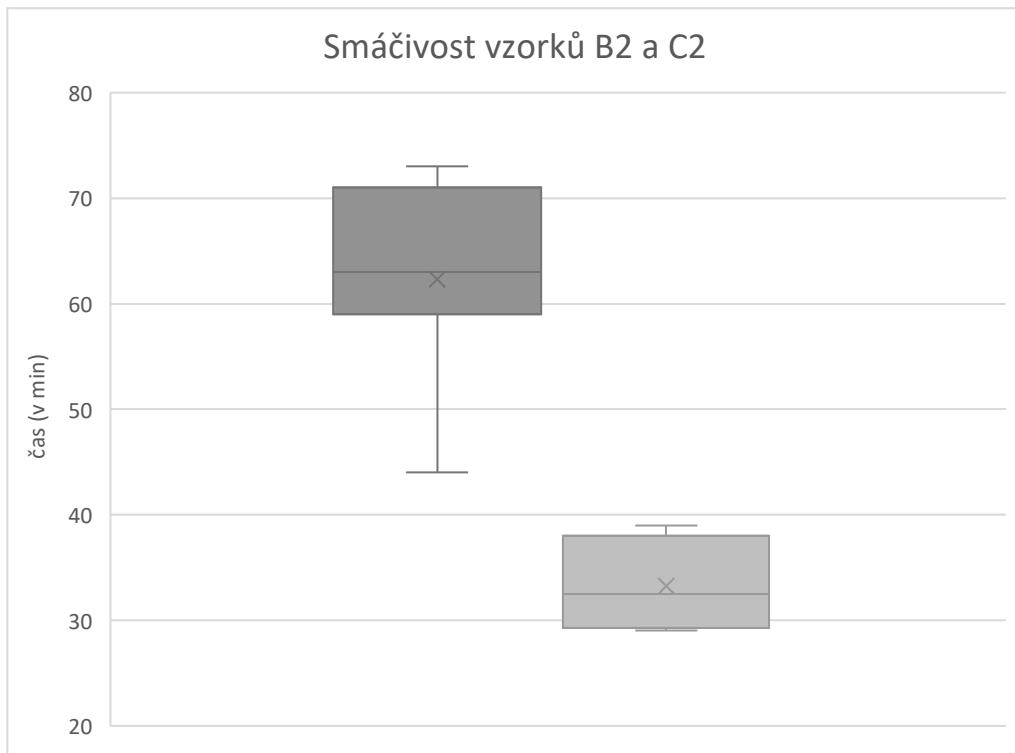
5.2.2 Smáčivost

Průměrný čas potřebný k úplnému ponoření prášku vzorků B2 byl dvojnásobně delší než u vzorků C2, konkrétně u vzorků B2 byl 62 minut a u C2 vzorků 33 minut. Časy jednotlivých variant a vybrané statistické ukazatele jsou uvedeny v následující tabulce.

Tabulka č. 7: Smáčivost jednotlivých vzorků uvedená v minutách

opakování	smáčivost [min]	
	vzorek	
B2	C2	
1	44	29
2	65	35
3	63	30
4	73	39
5	71	-
6	59	-
7	61	-
průměr $\pm \sigma$	$62,29 \pm 8,58$	$32,25 \pm 4,02$

Použité zkratky: σ - směrodatná odchylka



Graf č. 1: Krabicový graf, který vyjadřuje smáčivost jednotlivých variant. Vlevo je zobrazena varianta B2, vpravo varianta C2

5.2.3 Rozpustnost

Ve většině variant vzorků B2 se rozpustnost stanovovala jako průměr ze dvou měření. Z důvodu menšího množství vzorků C2, u nich bylo provedeno pouze jedno měření. Kromě nasušených vzorků byly připraveny a měřeny i dva vzorky nosičů jednotlivých variant jako referenční hodnota.

Oproti referenčním vzorkům se rozpustnost v obou případech snížila. U opakování B2 však ne tak signifikantně, jako u opakování C2. Pomocí Sheffeho metody bylo stanoveno, že mezi rozpustností vzorků B2 a C2 existuje statisticky významný rozdíl na hladině $\alpha=0,05$, jelikož $p=0,000018$. V následující tabulce jsou zobrazeny průměrné změny vah a průměrná rozpustnost jednotlivých variant a jejich referenčních vzorků.

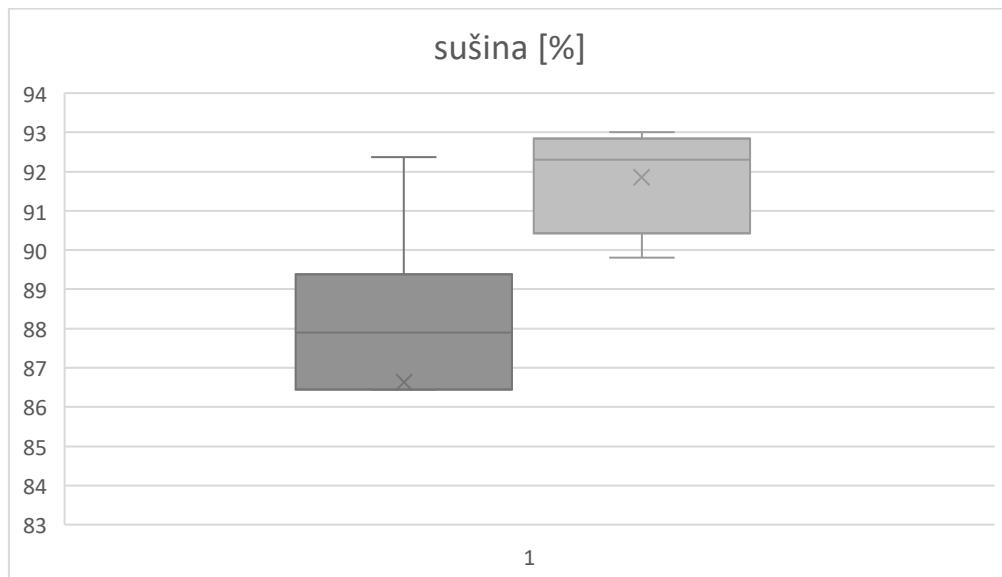
Tabulka č. 8: Průměrné změny váhy jednotlivých vzorků a jejich rozpustnost

	vzorek			
	B2	arabská guma	C2	arabská guma a CMC (poměr 1:1)
průměrná změna váhy $\pm \sigma$ [mg]	$50,8 \pm 8,29$	85	$22,5 \pm 4,33$	90
rozpustnost $\pm \sigma$ [mg/ml]	$5,08 \pm 0,83$	8,5	$2,6 \pm 0,43$	9

Použité zkratky: CMC – karboxymethylcelulóza, σ - směrodatná odchylka

5.2.4 Stanovení sušiny

Aritmetický průměr procentuálního podílu sušiny v nasušených vzorcích varianty B2 byl $86,63 \pm 4,77\%$. U variant C2 byl průměr procentuálního podílu sušiny $91,66 \pm 1,22\%$. Z tohoto lze vyčíst, že vzorky C2 mezi sebou lišili méně než vzorky B2.



Graf č. 2: Krabicový graf, který vyjadřuje stanovení sušiny jednotlivých variant. Vlevo je zobrazena varianta B2, vpravo varianta C2

6 Diskuze

6.1 Sprejové sušení

Jak již bylo v předchozích kapitolách uváděno, správný průběh sprejového sušení závisí na mnoha faktorech. Po vyzkoušení několika variant byly vybrány dvě, které splňovaly vyžadované vlastnosti. Nejúspěšnější varianta byla složena z chmelového extraktu, ethanolu a 10% roztoku arabské gumy. Většina variant, které nebyly vybrány pro sprejové sušení, měla špatnou konzistenci, kdy byly příliš husté nebo s přidaným nosičem nevytvářily stabilní směs. Ačkoliv bylo vybráno více variant ke sprejovému sušení, nepodařilo se je všechny správně usušit. Mezi nejčastější důvody, proč se usušení nepovedlo, bylo to, že zůstal prášek nalepený v cyklóně, došlo ke tvorbě hloučků, došlo k upání trysky nebo přilehlé hadičky, která přiváděla extrakt.

Jelikož je sprejová sušárna z velké části tvořena skleněnými částmi, tak manipulace s nimi a čištění všech částí po každém cyklu trvá téměř stejnou dobu jako samotný proces sušení. Komponenty, jako jsou trysky, atomizéry a sušící komory, je třeba pravidelně čistit, kontrolovat a vyměňovat, aby se zabránilo upání, opotřebení nebo korozi (Cal a Sollohub 2010). Nevýhodou sprejové sušárny je právě to, že mezi každými dvěma cykly musí být kompletně rozložena, umyta a znova sestavena. Z důvodu, že je chmelový extrakt velmi lepkavý a na samotné sušárně je spoustu špatně dosažitelných míst, je jeho omytí ze sušárny složité. Největší problém při mytí představovala cyklóna, která se nedá rozložit a dostat se do všech míst a záhybů je velmi komplikované.

I při úspěšném navázání chmelového na vhodný nosič a jeho následné úspěšné sušení byla velkým nedostatkem jeho sušení výtěžnost. Z 200 ml roztoku vzorků bylo vždy usušeno pouze okolo jednoho gramu prášku, jelikož při samotném sušení zůstávalo velké množství vzorku přilepeno v cyklóně a přilehlých částech sušárny. Během procesu sušení se mohou ztratit jemné částice nebo prach, což snižuje celkovou výtěžnost a účinnost produktu. Změny ve složení nástřiku, provozních podmínkách nebo nastavení zařízení mohou také vést k nesrovnalostem v kvalitě prášku a výtěžku od šarže k šarži (Zuidam 2012). Na následujících obrázcích je vidět množství prášku, které zůstalo v cyklóně přilepeno po jednom ze sušení. Na obrázku č. 20 je zobrazena část, která přímo sousedí se sušící komorou. Na obrázku č. 21 je pak celá cyklóna po dokončení cyklu a rozložení sušárny.



Obrázek č. 20: Množství extraktu přilepené na hrdle cyklóny



Obrázek č. 21: Cyklóna po jednom cyklu

6.2 Hodnocení vybraných parametrů usušených vzorků

Informace o sprejovém sušení chmelového extraktu a následné charakterizaci parametrů usušeného prášku jsou v literatuře nedostupné, proto není možné výsledky hodnocení porovnat s výsledky jiných studií.

Velikost částic chmelového extraktu po sprejovém sušení rozprašováním se může lišit v závislosti na několika faktorech, včetně složení samotného chmelového extraktu a specifických podmínek sušení rozprašováním. Počáteční velikost kapiček ovlivňuje konečnou velikost částic sušeného prášku. Menší kapičky obecně vedou k tvorbě jemnějších částic v sušeném prášku. Velikost částic sušeného prášku chmelového extraktu může být také ovlivněna složením extraktu použitého pro sušení, včetně přidaného nosiče (Krofta et al. 2009; Kupetz et al. 2019).

Velikost částic prášku chmelového extraktu se po sprejovém sušení typicky pohybuje od několika mikrometrů do desítek mikrometrů. V mnoha případech je velikost částic sušeného prášku chmelového extraktu řízena tak, aby se dosáhlo jemné a rovnoměrné distribuce částic, což mimo jiné zajišťuje lepší rozpustnost. Často se u rostlinných extraktů cílí na velikosti částic v rozmezí 1 až 50 mikrometrů, protože tento rozsah poskytuje především dobrý povrch částic a vhodné rekonstituční vlastnosti (Roberts 2016). Cegleti et al. (2022) se ve své studii, kde pozorují parametry kopřivového extraktu, zmiňují, že velikost částic se liší v závislosti na použitém nosiči. Při této práci byly jako nosiče využity maltodextrin a arabská guma. Velikost výsledných částic byla nehomogenní a pohybovala se od 2 do 12 µm.

Chong et al. (2014) uvádí, že čím je výtěžnost prášku z rostlinného extraktu nižší, tím vyšší je výsledná velikost částic. Ke zvětšení částic dochází v důsledku přidání nosičů a neschopnosti vody se rychle odpařit, protože nosič je zadržuje a rychlé vysychání při vysokých teplotách vede k tvorbě nepravidelných částic. Naměřené hodnoty velikosti částic se pohybovaly v rozmezí od několika μm až do velikosti 1 mm. Velikosti částic vzorku C2 se z největší části pohybovaly v okolí jednoho milimetru a jedná se o větší částice, než je vyžadováno. Na druhé straně velikosti částic vzorku B2 se pohybovaly okolo 10 μm . O obou variantách lze říct, že částice byly velmi nehomogenní. Mezi jednotlivými opakováními neexistuje statisticky významný rozdíl.

Smáčivost prášku chmelového extraktu je kritickým parametrem, který ovlivňuje rychlosť rozpouštění a disperze v následných aplikacích. Kratší doba smáčení ukazuje na lepší smáčivost, zatímco delší doba smáčení naznačuje špatnou smáčivost nebo pomalejší disperzi v kapalném médiu (Srivastava et al. 2010). Doba smáčení se u opakování B2 pohybovala téměř na dvojnásobném čase než v případě vzorku C2. V obou případech se tedy jedná o vzorky se špatnou smáčivostí. Ve studii, která se zabývala parametry usušeného prášku ethanolového extraktu klasnatky brvité, je zmíněno že smáčivost prášku se zvyšovala se zvyšující se koncentrací materiálu stěny. Čím vyšší je koncentrace nosiče, tím delší byla smáčivost. Pro srovnání, doba potřebná k úplnému navlhnutí prášků tohoto extraktu se pohybovala od $40 \pm 4,95$ do $348 \pm 2,83$ s (Pudziuvelty et al. 2019).

Při porovnání s referenčními hodnotami nosiče se lépe rozpouští prášek B2 než C2. Lépe rozpustný prášek se rozpouštěl zhruba o třetinu hůře než samotný nosič, zatímco vzorky C2 se rozpouštěly hůř o více než polovinu. Ve srovnání se samotným chmelovým extraktem, který ve vodě není rozpustný, se tato vlastnost u usušeného prášku výrazně zlepšila. Rozpustnost je zásadní parametr, který ovlivňuje výkon a funkčnost prášku z rostlinného extraktu pro další použití. Nejvíce závisí na jeho chemickém složení, které zahrnuje bioaktivní sloučeniny, které spolu s nosiči mohou ovlivnit charakteristiky rozpustnosti prášku (Susantikarn a Donlao 2016).

Ti také uvádí, že výrobci pro zvýšení rozpustnosti prášku často využívají sprejového sušení nebo dalších metod enkapsulace. Výběr správného rozpouštědla nebo nosiče může také ovlivnit jeho rozpustnost. Studie, kterou provedli Daza et al. (2016) uvádí, že v některých případech mohou být prášky rostlinného extraktu méně rozpustné než nosič, zatímco v jiných případech mohou mít srovnatelnou nebo dokonce vyšší rozpustnost. To je ovlivněno především složením extraktu a velikostí částic. Susantikarn a Donlao (2016) zkoumali rozpustnost extraktu z čaje a zjistili, že jeho rozpustnost se pohybovala v rozmezí od 0,36 do 0,48 g / ml, což je v porovnání s výzkumem této práce mnohonásobně vyšší.

Daza et al. (2016) mimo jiné hodnotili rozpustnost prášků ovocných extraktů získaných za použití různých nosičů a pozorovali, že rozpustnost byla silně ovlivněna typem nosiče a v některých případech i jeho koncentrací. Kromě toho uvádí, že se rozpustnost sprejově usušeného prášku, obsahujícího arabskou gumu zvýšila ve srovnání se shodným vzorkem připraveným lyofilizací. To mimo jiné prokázalo vysokou rozpustnost arabské gumy, díky čemuž je hojně využívaná při sprejovém sušení.

Obsah sušiny prášku z chmelového extraktu se může lišit v závislosti na několika faktorech, včetně metody extrakce, podmínek zpracování a technik přípravy. Obecně má prášek chmelového extraktu vysoký obsah sušiny. Roberts (2016) uvádí, že obsah sušiny se typicky pohybuje od 90 % do 98 %, v závislosti na použité extrakční metodě a podmínkách zpracování. Vyšší obsah sušiny ukazuje na koncentrovanější extrakt, vhodný pro použití v menších množstvích k dosažení požadovaných profilů chuti, vůně a hořkosti v pivovarnictví a dalších odvětvích.

Pokud je použitý nosič vysoko hygroskopický, může to mít za následek zvýšení obsahu vlhkosti v prášku v průběhu času. Toto zvýšení obsahu vlhkosti by následně vedlo ke snížení obsahu sušiny v prášku. Správné podmínky skladování, jako je nízká vlhkost a kontrolovaná teplota, mohou pomoci zmírnit hygroskopický účinek nosiče na prášek z chmelového extraktu. Udržení obsahu sušiny v prášku z chmelového extraktu je zásadní pro zajištění jeho kvality, stability a trvanlivosti.

Cegleti et al. (2022) zmiňují, že obsah sušiny ethanolového extraktu kopřivy dvoudomé byl průměrně 95,95 %. Z výsledků plyne, že zatímco u vzorků C2 se sušina pohybovala průměrně v hodnotě 91,66 %, což je v rozmezí kde se obsah sušiny běžně pohybuje, byl ve vzorcích B2 naměřen obsah sušiny pouze 86,63 %.

7 Závěr

Cílem této práce bylo najít optimální parametry a nosiče pro enkapsulaci chmelového extraktu pomocí sprejového sušení. Dále byl hodnocen vliv procesu na fyzikálně chemické vlastnosti extraktu. Po vyzkoušení několika variant se úspěšně podařilo připravit dvě varianty, které se následně podrobily dalším testům. Mnoho variant se nepodařilo usušit z důvodu špatné konzistence, špatné mísetelnosti s nosiči či jiných již zmiňovaných nevhodných vlastností. Pro správné usušení se příšlo na správné parametry sprejové sušárny, při kterých vznikl výsledný prášek. Samotný proces sprejového sušení je velmi náročný na čas a údržbu a v kombinaci s velmi lepkavým chmelovým extraktem, který musí projít velmi úzkou tryskou, jde o náročnou metodu. Chmelový extrakt se podařilo úspěšně navázat na nosič a také se příšlo na vhodné dávkování, avšak velkým problémem zůstává výtěžnost, kdy se z 200 ml extraktu podařilo usušit průměrně gram prášku.

Pro další zkoumání byly u dvou připravených vzorků vybrány 4 parametry. Velikost částic se u obou pohybovala v rozmezí od několika μm až do jednoho milimetru. Ve srovnání s jinými studiemi byly vzorky hůře rozpustné ve vodě, avšak oproti samotnému chmelovému extraktu se rozpustnost mnohem zlepšila. Smáčivost na povrchu vody byla z důvodu dlouhého času stanovení špatná. Sušina se při jejím stanovení pohybovala v rozmezí 90-98 %, které se u chmelového extraktu nejčastěji uvádělo. Podle zjištěných informací v této práci byla potvrzena hypotéza: Navázání chmelového extraktu na vhodný nosič umožní jeho lepší dávkování, a také zlepší jeho rozpustnost ve vodě.

Pro zlepšení vlastností, a především výtěžnosti prášku při sušení chmelového extraktu pomocí sprejového sušení bylo vhodné provést další studie na toto téma. Vhodné by bylo udělat studie, které by příšly například na jiné poměry a směsi nosičů, nižší vstupní teplotu sušení, jiný typ sušicího média. Jelikož se jedná o méně prozkoumanou oblast, tak další výzkum by pomohl zlepšení vlastností prášku a tím by pozitivně ovlivnil i již zmiňovaná průmyslová odvětví, kde dochází k využití tohoto produktu.

8 Literatura

1. Al-Hamayda A, Abu-Jdayil B, Ayyash M, Tannous J. 2023. Advances in microencapsulation techniques using Arabic gum: A comprehensive review. *Industrial Crops and Products* **205**.
2. Almaguer C, Schönberger C, Gastl M, Arendt EK, Becker T. 2014. *Humulus lupulus - a story that begs to be told. A review.* *Journal of the Institute of Brewing*:n/a-n/a.
3. Armendáriz-Barragán B, Zafar N, Badri W, Galindo-Rodríguez SA, Kabbaj D, Fessi H, Elaissari A. 2016. Plant extracts: from encapsulation to application. *Expert Opinion on Drug Delivery* **13**:1165-1175.
4. Bajerová; Dvořáčková; Gajdziok; Masteiková; Rabišková. Veterinární a farmaceutická univerzita Brno, Farmaceutická fakulta, Ústav technologie léků. Čes. slov. Farm. 2009 **58**: 191-199
5. Battaglia L, Gallarate M, Cavalli R, Trotta M. 2009. Solid lipid nanoparticles produced through a coacervation method. *Journal of Microencapsulation* **27**:78-85.
6. BÜCHI Switzerland. 2020. Spray-Drying Basic theory and applications.
7. Cal K, Sollohub K. 2010. Spray Drying Technique. I: Hardware and Process Parameters. *Journal of Pharmaceutical Sciences* **99**:575-586.
8. Casanova F, Santos L. 2015. Encapsulation of cosmetic active ingredients for topical application – a review. *Journal of Microencapsulation* **33**:1-17.
9. Cegledi E, Garofulić IE, Zorić Z, Roje M, Dragović-Uzelac V. 2022. Effect of Spray Drying Encapsulation on Nettle Leaf Extract Powder Properties, Polyphenols and Their Bioavailability. *Foods* **11**.
10. Daza LD, Fujita A, Fávaro-Trindade CS, Rodrigues-Ract JN, Granato D, Genovese MI. 2016. Effect of spray drying conditions on the physical properties of Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC.) fruit extracts. *Food and Bioproducts Processing* **97**:20-29.
11. Desai KGH, Jin Park H. 2005. Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. *Drying Technology* **23**:1361-1394.
12. Draget KI, Moe ST, Skjåk-Bræk G, Smidsrød O. 2006. Alginates. In: Stephen AM, Phillips GO, Williams PA. *Food polysaccharides and their applications*, 2nd edn. Taylor & Francis, Boca Raton, FL, pp 289–334
13. Fang Z, Bhandari B. 2010. Encapsulation of polyphenols – a review. *Trends in Food Science & Technology* **21**:510-523.
14. Gradon L, Sosnowski TR. 2014. Formation of particles for dry powder inhalers. *Advanced Powder Technology* **25**:43-55.
15. Geranpour, M., Assadpour, E. and Jafari, S.M., 2020. Recent advances in the spray drying encapsulation of essential fatty acids and functional oils. *Trends in food science & technology*, 102, pp.71-90.
16. Ghodke SA, Sonawane SH, Bhanvase BA, Joshi K. 2020. Encapsulation and delivery of active compounds using nanocontainers for industrial applications. 177-195 in *Encapsulation of Active Molecules and Their Delivery System*.

17. Hanna DH, Saad GR. 2019. Encapsulation of ciprofloxacin within modified xanthan gum- chitosan based hydrogel for drug delivery. *Bioorganic Chemistry* **84**:115-124.
18. Haug, I.J., Draget, K.I., 2011. Gelatin. In: Phillips, G.O., Williams, P.A. (Eds.), *Handbook of Food Proteins*. Woodhead Publishing, Cambridge, UK, pp. 92115.
19. Hrnčič Knez M, Španinger E, Košir I, Knez Ž, Bren U. 2019. Hop Compounds: Extraction Techniques, Chemical Analyses, Antioxidative, Antimicrobial, and Anticarcinogenic Effects. *Nutrients* **11**
20. Chong P.H., Yusof Y.A., Aziz M.G., Nazli N. Mohd.; Chin, N.L.; Muhammad, S.K.S. Effects of Spray Drying Conditions of Microencapsulation of Amaranthus Gangeticus Extract on Drying Behaviour. *Agric. Agric. Sci. Proc.* 2014;2:33–42.
21. Jafari, S., Jafari, S.M., Ebrahimi, M., Kijpatanasilp, I. and Assatarakul, K., 2023. A decade overview and prospect of spray drying encapsulation of bioactives from fruit products: Characterization, food application and in vitro gastrointestinal digestion. *Food Hydrocolloids*, 134, p.108068.
22. Jain, Manu S. et al. "Spray Drying in Pharmaceutical Industry: A Review." *Research Journal of Pharmaceutical Dosage Forms and Technology* 4 (2012): 74-79.
23. Jyothi NVN, Prasanna PM, Sakarkar SN, Prabha KS, Ramaiah PS, Srawan GY. 2010. Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. *Journal of Microencapsulation* **27**:187-197.
24. Kalajahi, S.E.M. and Ghandiha, S., 2022. Optimization of spray drying parameters for encapsulation of nettle (*Urtica dioica L.*) extract. *LWT*, 158, p.113149.
25. Khaly Cissé, Diadioly Gassama, Abdou Aziz Diagne and Mamadou Badji. Influence of the Inhibition of Corrosion of S235 Steel in a Solution of Perchloric Acid by Gum Arabic. *American Journal of Materials Science and Engineering*. 2020; **8**:17-21
26. Korpelainen H, Pietiläinen M. 2021. Hop (*Humulus lupulus L.*): Traditional and Present Use, and Future Potential. *Economic Botany* **75**:302-322.
27. Krofta K, Mikyška A, Hašková D. 2008. Antioxidant Characteristics of Hops and Hop Products. *Journal of the Institute of Brewing* **114**:160-166.
28. Kowalska G, Bouchentouf S, Kowalski R, Wyrosteck J, Pankiewicz U, Mazurek A, Sujka M, Włodarczyk-Stasiak M. 2022. The hop cones (*Humulus lupulus L.*): Chemical composition, antioxidant properties and molecular docking simulations. *Journal of Herbal Medicine* **33**.
29. Kupetz M, Backes L, Ramsauer B, Lenz R, Forster A, Gastl M, Becker T. 2019. An accurate approach to assessing the hop particle size and its filtration behavior during dry hopping. *European Food Research and Technology* **245**:1439-1449.
30. Lembre P, Lorentz C, Di P. 2012. Exopolysaccharides of the Biofilm Matrix: A Complex Biophysical World. in *The Complex World of Polysaccharides*. InTech.
31. Makame Ramadhan K, Sherif M, Östlundh L, Sándor J, Ádám B, Nagy K. 2023. Are encapsulated pesticides less harmful to human health than their conventional alternatives? Protocol for a systematic review of in vitro and in vivo animal model studies. *Environment International* **174**

32. Meng Y, Cloutier S. 2014. Gelatin and Other Proteins for Microencapsulation. 227-239 in Microencapsulation in the Food Industry. Elsevier. Available at <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780124045682000200>
33. Moir M. 2018. Hops—A Millennium Review. Journal of the American Society of Brewing Chemists **58**:131-146.
34. Mudalip AbdulSK, Khatiman MN, Hashim NA, Che Man R, Arshad ZIM. 2021. A short review on encapsulation of bioactive compounds using different drying techniques. Materials Today: Proceedings **42**:288-296.
35. Mazumder RahmanMA, Ranganathan TV. 2020. Encapsulation of isoflavone with milk, maltodextrin and gum acacia improves its stability. Current Research in Food Science **2**:77-83.
36. Murray JCF (2000) Cellulosics. In: Phillips GO, Williams PA (eds) Handbook of hydrocolloids. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England, pp 219–230
37. Navarro-Flores, M.J., Ventura-Canseco, L.M.C., Meza-Gordillo, R., Ayora-Talavera, T.D.R. and 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. Journal of Food Science and Technology, 57(11), pp.4111-4122.
38. Nedovic V, Kalusevic A, Manojlovic V, Levic S, Bugarski B. 2011. An overview of encapsulation technologies for food applications. Procedia Food Science **1**:1806-1815
39. Oliveira WP, Bott RF, Souza CRF. 2006. Manufacture of Standardized Dried Extracts from Medicinal Brazilian Plants. Drying Technology **24**:523-533.
40. Oxley, J. D. (2012). *Spray cooling and spray chilling for food ingredient and nutraceutical encapsulation. Encapsulation Technologies and Delivery Systems for Food Ingredients and Nutraceuticals*, 110–130
41. Patel RP. 2009. Spray drying technology: an overview. Indian Journal of Science and Technology **2**:44-47.
42. Parker R, Ring SG. 2001. Aspects of the Physical Chemistry of Starch. Journal of Cereal Science **34**:1-17.
43. Paudel A, Worku ZA, Meeus J, Guns S, Van den Mooter G. 2013. Manufacturing of solid dispersions of poorly water soluble drugs by spray drying: Formulation and process considerations. International Journal of Pharmaceutics **453**:253-284.
44. Paventi G, de Acutis L, De Cristofaro A, Pistillo M, Germinara GS, Rotundo G. 2020. Biological Activity of Humulus lupulus (L.) Essential Oil and Its Main Components against Sitophilus granarius (L.). Biomolecules **10**.
45. Pudziuvelyte L, Marks M, Jakstas V, Ivanauskas L, Kopustinskiene DM, Bernatoniene J. 2019. Microencapsulation of Elsholtzia ciliata Herb Ethanolic Extract by Spray-Drying: Impact of Resistant-Maltodextrin Complemented with Sodium Caseinate, Skim Milk, and Beta-Cyclodextrin on the Quality of Spray-Dried Powders. Molecules **24**.
46. Rahman MH, Wong CHN, Lee MM, Chan MK, Ho Y-P. 2021. Efficient encapsulation of functional proteins into erythrocytes by controlled shear-mediated membrane deformation. Lab on a Chip **21**:2121-2128.

47. Roberts TR. 2016. Hops. 47-75 in Brewing Materials and Processes. Elsevier. Available at <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780127999548000034>
48. Reddy CK, Agarwal RK, Shah MA, Suriya M. 2022. Encapsulation techniques for plant extracts. 75-88 in Plant Extracts: Applications in the Food Industry. Elsevier. Available at <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780128224755000089>
49. Santos D, Maurício AC, Sencadas V, Santos JD, Fernandes MH, Gomes PS. 2018. Spray Drying: An Overview. in Biomaterials - Physics and Chemistry - New Edition. InTech.
50. Srivastava SN. 2010. Emulsifying Efficiency Versus Wettability and Adsorbability of Some Finely Divided Solids Having Agricultural and Pharmaceutical Significance. 145-165 in Surface Phenomena and Fine Particles in Water-Based Coatings and Printing Technology. Springer US, Boston, MA.
51. Susantikarn P., Donlao N. Optimization of Green Tea Extracts Spray Drying as Affected by Temperature and Maltodextrin Content. *Int. Food Res. J.* 2016;23:1327–1331
52. Tatasciore S, Santarelli V, Neri L, González Ortega R, Faieta M, Di Mattia CD, Di Michele A, Pittia P. 2023. Freeze-Drying Microencapsulation of Hop Extract: Effect of Carrier Composition on Physical, Techno-Functional, and Stability Properties. *Antioxidants* **12**.
53. Terbojevich M (2000) Cellulosics. In: Phillips GO, Williams PA (eds) Handbook of hydrocolloids. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England, pp 367–378
54. Tchabo, W., Ma, Y., Kaptso, G.K., Kwaw, E., Cheno, R.W., Xiao, L., Osae, R., Wu, M. and Farooq, M., 2019. Process analysis of mulberry (*Morus alba*) leaf extract encapsulation: Effects of spray drying conditions on bioactive encapsulated powder quality. *Food and Bioprocess Technology*, 12(1), pp.122-146.
55. Vehring, Reinhard. Pharmaceutical particle engineering via spray drying. *Pharmaceutical research*, 2008, **25.5**: 999-1022.
56. Wandrey C, Bartkowiak A, Harding SE. 2010. Materials for Encapsulation. 31-100 in *Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing*. Springer New York, New York, NY.
57. Wu T et al. 2023. A review of natural plant extracts in beverages: Extraction process, nutritional function, and safety evaluation. *Food Research International* **172**.
58. Xiao Z, Xia J, Zhao Q, Niu Y, Zhao D. 2022. Maltodextrin as wall material for microcapsules: A review. *Carbohydrate Polymers* **298**.
59. Zanoli P, Zavatti M. 2008. Pharmacognostic and pharmacological profile of *Humulus lupulus L.* *Journal of Ethnopharmacology* **116**:383-396.
60. Zhu F. 2017. Barley Starch: Composition, Structure, Properties, and Modifications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* **16**:558-579.
61. Zuidam NJ, Shimon I. 2009. Overview of Microencapsulates for Use in Food Products or Processes and Methods to Make Them. 3-29 in *Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing*. Springer New York, New York, NY.
62. Zuidam NJ. 2012. An industry perspective on the advantages and disadvantages of iron micronutrient delivery systems. 505-540 in *Encapsulation Technologies and Delivery Systems for Food Ingredients and Nutraceuticals*. Elsevier.

