

1 Noż. 5100 - 2, 2023

Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie
Instytut Nauk o Żywności

Mgr inż. Alicja Barańska

**Niskotemperaturowe suszenie rozpyłowe
z zastosowaniem osuszonego powietrza jako
metoda otrzymywania innowacyjnych proszków
spożywczych**

Low-temperature spray drying with the application of
dehumidified air as a method of obtaining innovative food
powders

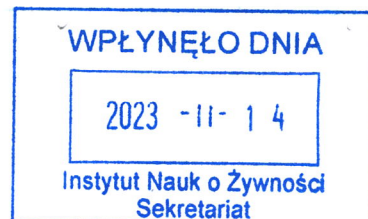
Rozprawa doktorska
Doctoral thesis

Rozprawa doktorska wykonana pod kierunkiem
dr hab. Katarzyny Samborskiej, prof. SGGW
Instytut Nauk o Żywności
Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji

Promotor pomocniczy
dr inż. Aleksandra Jedlińska
Instytut Nauk o Żywności
Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji



Warszawa, 2023 r.



1 Noż / 36 / 2023 Jed
legz. dla promotora

1 Noż / 36 / 2023 Jed
legz. wraz z załącznikami

Podziękowania

Chciałabym serdecznie podziękować moim Rodzicom, przede wszystkim za nieocenione wsparcie i cierpliwość na każdym etapie mojej nauki. To dzięki Nim mogłam spełniać marzenia.

W szczególny sposób dziękuję także profesor Katarzynie Samborskiej oraz doktor inżynier Aleksandrze Jedlińskiej za opiekę, wsparcie, codzienną motywację i pomoc w walce z niepowodzeniami, ale przede wszystkim za ciepło i zrozumienie na każdym etapie pracy.

Dziękuję również firmie Maspex Food Sp. z o.o. za udostępnienie urządzeń niezbędnych do osuszania powietrza procesowego i realizacji badań.

Oświadczenie promotora pracy

Oświadczam, że niniejsza rozprawa doktorska została przygotowana pod moim kierunkiem i stwierdzam, że spełnia ona warunki do przedstawienia jej w postępowaniu o nadanie stopnia naukowego.

Data 13. M. 2023..... Podpis promotora pracy K. G. W......

Oświadczenie autora pracy

Świadom odpowiedzialności prawnej oświadczam, że niniejsza rozprawa doktorska została napisana przez mnie samodzielnie i nie zawiera treści uzyskanych w sposób niezgodny z obowiązującymi przepisami.

Oświadczam również, że przedstawiona praca nie była wcześniej przedmiotem procedur związanych z uzyskaniem stopnia naukowego w wyższej uczelni.

Oświadczam ponadto, że niniejsza wersja pracy jest identyczna z załączoną wersją elektroniczną.

Data 13. M. 2023.....

Podpis autora pracy Alija Baraćko.....

Streszczenie

Niskotemperaturowe suszenie rozpyłowe z zastosowaniem osuszonego powietrza jako metoda otrzymywania innowacyjnych proszków spożywczych

Celem pracy była analiza możliwości otrzymania innowacyjnych proszków spożywczych na bazie surowców o wysokiej zawartości cukrów (miód, melasa z morwy białej, koncentraty i pulpy owocowe i warzywne) dzięki zastosowaniu osuszonego powietrza w suszeniu rozpyłowym. Proszki te charakteryzowały się zmniejszoną zawartością nośnika (z 50% do 10% w s.s., w/w) bądź jego eliminacją, co było możliwe dzięki obniżeniu temperatury suszenia (ze 180/80°C na wlocie/wylocie do 80/50°C na wlocie/wylocie) w efekcie obniżenia wilgotności powietrza procesowego. W proszkach, w których niemożliwe było wyeliminowanie nośnika, badano możliwość zastąpienia maltodekstryny nośnikami wzbogacającymi proszki w wartość dodaną: odtłuszczonym mlekiem w proszku, prebiotyczną nutriozą, białkiem z grochu, serwatką w proszku, koncentratem białek serwatkowych oraz maślanką w proszku. Otrzymane proszki scharakteryzowano pod względem właściwości fizycznych i zawartości związków bioaktywnych (zawartość związków fenolowych, aktywność przeciwutleniająca) oraz ich retencji w czasie suszenia i biodostępności. Zawartość związków fenolowych w otrzymanych proszkach była analizowana zarówno z wykorzystaniem metod spektroskopowych, jak i ultrasprawnej chromatografii cieczowej (UPLC). Zbadano także wydajność i energochłonność procesu suszenia.

Zaobserwowano korzystny wpływ zmniejszenia wilgotności i temperatury powietrza suszącego na wydajność suszenia oraz na niektóre właściwości fizykochemiczne (morfologię cząstek, wielkość cząstek czy syplność oraz zawartość związków fenolowych). Zauważono, że cząstki proszków miodowych, z melasy, z morwy białej oraz wiśniowych wyróżniały się bardziej regularnym, kulistym kształtem bez skupisk w wariantach wysuszonych z zastosowaniem osuszonego powietrza, w porównaniu z otrzymanymi metodą tradycyjną, co świadczy o łatwiejszym przebiegu procesu suszenia. Zanotowano także istotnie niższą medianę wielkości cząstek w proszkach wysuszonych z zastosowaniem osuszonego powietrza w porównaniu do metody tradycyjnej, co także wskazywało na korzystniejszy przebieg procesu suszenia i mniejszą tendencję cząstek do sklejanania się między sobą. Należy podkreślić, że analiza energochłonności procesu z zastosowaniem osuszonego powietrza dostarczyła danych, które pozwoliły zaobserwować brak poprawy sprawności cieplnej procesu suszenia. Stwierdzono więc, że zastosowanie tej metody na skalę przemysłową powinno być poprzedzone analizą ewentualnych korzyści, będących efektem zwiększonego udziału surowca w proszku, jak i konsekwencji w postaci niskiej sprawności cieplnej.

Zwiększenie zawartości związków bioaktywnych wynikało ze zwiększonego udziału surowca w proszku, co było możliwe do osiągnięcia wyłącznie dzięki aplikacji osuszonego powietrza. Zwrócono także uwagę na istotny wpływ wyboru metody analitycznej w przypadku określania zawartości związków fenolowych w badanych proszkach, wynikający z niespecyficzności metody Folina-Ciocalteu.

Słowa kluczowe - suszenie rozpyłowe, osuszone powietrze, proszki spożywcze, czysta etykieta

Abstract

Low-temperature spray drying with the application of dehumidified air as a method of obtaining innovative food powders

The aim of this work was to analyze the possibility of obtaining innovative food powders using dehumidified air assisted spray drying from sugar-rich raw materials (honey, white mulberry molasses, fruit and vegetable pulps and concentrates). The powders were characterized by a reduced carrier content (from 50% to 10% solids, w/w) or its elimination, which was possible thanks to lowering the drying temperature (from 180/80°C inlet/outlet to 80/50°C inlet/ outlet) as a result of lowering the humidity of the process air. In powders where it was impossible to eliminate the carrier, the possibility of replacing maltodextrin with other carriers, that enriched the powders with added value (skimmed milk powder, prebiotic nutriose, pea protein, whey, whey protein concentrate and buttermilk), was investigated. The obtained powders were characterized in terms of physical properties, the content of phenolics, antioxidant activity, and their retention during drying and bioavailability. Phenolics content in the obtained powders was analyzed both using spectroscopic methods and ultra-performance liquid chromatography (UPLC). The yield and energy efficiency of the drying process were also examined.

A beneficial effect of reducing the drying air humidity and temperature on powder recovery and on some physicochemical properties (including particle morphology, particle size, flowability and the content of phenolic compounds), was observed. It was noted that the particles in honey, white mulberry molasses and sour cherry powders had a more regular, spherical shape and did not form clusters in the variants dried using dehumidified air compared to powders obtained using the traditional method, which indicates an easier course of drying. A significantly lower median particle size was also recorded in powders dried using dehumidified air compared to the traditional method, which also indicated an easier course of drying resulting from a reduced tendency for particles to stick together. It should be emphasized that the analysis of energy consumption of the spray drying using dehumidified air as a drying medium provided data that allowed to observe no improvement in the energy efficiency of the drying process. It was therefore concluded that the use of this method on an industrial scale should be preceded by an analysis of possible benefits resulting from the increased content of a raw material in powder, as well as the consequences - low thermal efficiency.

The improvement in the content of bioactive compounds resulted from the increased content of raw material in powder, which was only possible thanks to the application of dehumidified air. The significance of the impact of the choice of analytical method in determining the content of phenolic compounds in the tested powders was underlined as well, resulting from the non-specificity of the Folin-Ciocalteu method.

Key words – spray drying, dehumidified air, low temperature, food powders, clean label

Spis treści

| | |
|---|-----|
| Wykaz skrótów i oznaczeń..... | 13 |
| Wykaz publikacji stanowiących pracę doktorską..... | 15 |
| 1. WSTĘP..... | 17 |
| 2. PRZEGLĄD PIŚMIENICTWA..... | 18 |
| 2.1. Proszki spożywcze..... | 18 |
| 2.2. Suszenie rozpyłowe..... | 19 |
| 2.3. Efekt „stickiness”..... | 19 |
| 2.3.1. Zapobieganie efektowi „stickiness” - nośniki..... | 21 |
| 2.3.2. Zapobieganie efektowi „stickiness” – temperatura suszenia..... | 23 |
| 3. CEL PRACY I HIPOTEZY BADAWCZE..... | 25 |
| 4. ORGANIZACJA BADAŃ, MATERIAŁY I METODY..... | 26 |
| 4.1. Organizacja badań..... | 26 |
| 4.2. Materiały..... | 28 |
| 4.3. Metody technologiczne..... | 28 |
| 4.3.1. Przygotowanie materiałów do suszenia..... | 28 |
| 4.3.2. Suszenie rozpyłowe..... | 28 |
| 4.4. Metody analityczne..... | 29 |
| 4.4.1. Analiza przebiegu procesu suszenia..... | 29 |
| 4.4.2. Analiza lepkości roztworów podawanych do suszenia..... | 29 |
| 4.4.3. Analiza właściwości fizykochemicznych proszków..... | 29 |
| 4.5. Metody statystyczne..... | 32 |
| 5. OMÓWIENIE I DYSKUSJA WYNIKÓW..... | 33 |
| 5.1. Badanie możliwości zmniejszenia lub eliminacji dodatku nośnika suszarniczego w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w czasie suszenia rozpyłowego..... | 33 |
| 5.2. Badanie możliwości zmniejszenia efektu „stickiness”, poprawy wydajności procesu suszenia oraz właściwości fizykochemicznych proszków o standardowej zawartości nośnika w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w czasie suszenia rozpyłowego..... | 52 |
| 5.3. Badanie możliwości poprawy sprawności cieplnej suszenia w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w czasie suszenia rozpyłowego..... | 58 |
| 5.4. Badanie możliwości otrzymania proszków o zwiększonej zawartości związków fenolowych oraz aktywności przeciwutleniającej w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w czasie suszenia rozpyłowego..... | 60 |
| 5.5. Badanie możliwości zastąpienia maltodekstryny innymi nośnikami o wartości dodanej..... | 76 |
| 6. PODSUMOWANIE I WNIOSKI..... | 85 |
| 7. SPIS LITERATURY..... | 87 |
| 8. DOROBEK NAUKOWY..... | 97 |
| 9. PUBLIKACJE STANOWIĄCE PRACĘ DOKTORSKĄ WRAZ Z OŚWIADCZENIAMI WSPÓLAUTORÓW..... | 101 |

Wykaz skrótów i oznaczeń

| Symbol | Znaczenie i jednostka |
|-----------------------|---|
| a^* | barwa czerwona/zielona [-] |
| ANTH | zawartość antocyjanów [mg/g s.s.] |
| a_w | aktywność wody [-] |
| b^* | barwa żółta/niebieska [-] |
| BC | koncentrat soku z czarnej porzeczki |
| BI | indeks brązowienia [-] |
| BM | maślanka |
| CHE | ekstrakty chemiczne |
| D_{50} | mediana wielkości cząstek [μm] |
| D_{ap} | gęstość pozorna [g/ml] |
| DASD | suszenie rozpyłowe z zastosowaniem osuszonego powietrza |
| D_L | gęstość nasypowa luźna [g/ml] |
| D_T | gęstość utrżęsiona [g/ml] |
| EC ₅₀ ABTS | aktywność przeciwutleniająca [mg s.s./ml] |
| E_f | początkowa wartość zużycia energii odczytanej z miernika mocy [kWh] |
| E_i | końcowa wartość zużycia energii odczytanej z miernika mocy [kWh] |
| E_s | jednostkowe zużycie energii [MJ/kg H ₂ O] |
| FLV | flawonole [mg/g s.s.] |
| FRAP | potencjał redukcyjny [mg TE/g s.s.] |
| GA | guma arabska |
| GI | indeks glikemiczny |
| H | higroskopijność [%] |
| HR | sypkość [-] |
| KB | pulpa z mini kiwi |
| L^* | jasność [-] |
| M | pulpa z mango |
| MC | zawartość wody [%] |
| MD | maltodekstryna |
| MP | odtłuszczone mleko w proszku |
| N | nutrioza |

| | |
|-----------------|---|
| PA | kwasy fenolowe [mg/g s.s.] |
| PC | koncentrat soku z marchwi purpurowej |
| POLY | związków fenolowe [mg/g s.s.] |
| PP | białko grochu |
| Q | zużycie energii [kW] |
| RBF | względny współczynnik biodostępności |
| RC | współczynnik retencji [%] |
| REF | względny współczynnik efektywności antyoksydacyjnej |
| S | zagęszczony sok z kiszonej kapusty |
| SD | tradycyjne suszenie rozpyłowe |
| t | czas suszenia rozpyłowego [min] |
| T | pulpa pomidorowa |
| TAC | ogólna zawartość antocyjanów [mg CGE/g s.s.] |
| TAEC ABTS | aktywność przeciwutleniająca [mg TE/g s.s.] |
| T_g | temperatura przemiany szklistej [°C] |
| T_{out} | temperatura powietrza wylotowego suszarki [°C] |
| TPC | ogólna zawartość polifenoli [mg GAE/g s.s.] |
| W | serwatka |
| WPC | koncentrat białka serwatkowego |
| WSI | rozpuszczalność [%] |
| ΔE | całkowita różnica barwy [-] |
| ε_L | porowatość [%] |
| η | sprawność cieplna [%] |

Wykaz publikacji stanowiących pracę doktorską

[P1] **Barańska A.***, Jedlińska A., Samborska K.: 2021. Dehumidified-air-assisted spray drying of buckwheat honey with maltodextrin and skim milk powder as carriers. *Applied Sciences*, 11(7), 3150. doi.org/10.3390/app11073150

IF: 2,838; MEiN₂₀₂₁: 100 pkt.¹

[P2] Samborska K., Edris A., Jedlińska A., **Barańska A.***: 2022. The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying. *Journal of Food Process Engineering*, 45(1), e13928. doi.org/10.1111/jfpe.13928

IF: 2,356; MEiN₂₀₂₃: 100 pkt.

[P3] **Barańska A.***, Świeca M., Samborska K.: 2023. Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier - Physical properties, antioxidant activity and in vitro bioaccessibility. *Drying Technology*, 41(3), 444-459. doi.org/10.1080/07373937.2022.2096060

IF: 3,556; MEiN₂₀₂₃: 100 pkt.

[P4] **Barańska, A.***, Michalska-Ciechanowska, A., Wojdyło, A., Mykhailyk, V. A., Korinchevska, T. V., Samborska, K. 2023. Carriers based on dairy by-products and dehumidified-air spray drying as novel multiple approach towards improved retention of phenolics in powders: sour cherry juice concentrate case study. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. doi.org/10.1002/jsfa.13033

IF: 4,1; MEiN₂₀₂₃: 100 pkt.

[P5] **Barańska, A.***, Jedlińska, A., Samborska, K. 2023. Is it possible to produce carrier-free fruit and vegetable powders by spray drying? *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 73(3), 214-223. doi.org/10.31883/pjfns/168709

IF: 2,111; MEiN₂₀₂₃: 100 pkt.

Łączna wartość IF: 19,061, punktów MEiN: 500 pkt.

* autor korespondencyjny

¹ Wartości współczynników Impact Factor poszczególnych publikacji podano w oparciu o dane udostępnione na InCites™ Journal Citation Reports® dn. 11.09.2023 r.; punktację czasopism podano w oparciu o wykazy czasopism naukowych i recenzowanych materiałów z konferencji międzynarodowych wraz z przypisaną liczbą punktów, stanowiące załączniki do komunikatu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 1 grudnia 2021 r. i 17 lipca 2023 r. (według roku publikacji).

1. WSTĘP

W wyniku zwiększającej się świadomości i wiedzy konsumentów, obserwuje się coraz częstsze zainteresowanie produktami o krótkim, „czystym” składzie. Proszki owocowe i warzywne, będące kluczowymi składnikami wielu produktów spożywczych, zawierają najczęściej maltodekstrynę, która jest dodawana jako nośnik suszarniczy, pozwalający na przeprowadzenie procesu suszenia bez problemów związanych z niską temperaturą przemiany szklistej materiału. Jednakże, maltodekstryna, z powodu wysokiego indeksu glikemicznego, nie cieszy się dobrą opinią wśród konsumentów. Ponadto, w celu osiągnięcia pożądanego efektu technologicznego, konieczny jest wysoki jej dodatek do surowca, często wynoszący ponad 50% suchej substancji proszku. Zmusza to producentów proszków do poszukiwania rozwiązań, które umożliwią bezproblemowe przeprowadzenie procesu suszenia rozpyłowego, skutkujące otrzymaniem proszków wysokiej jakości, charakteryzujących się zmniejszoną zawartością nośnika. Jednym z takich rozwiązań, które opisują dane literaturowe jest zastosowanie powietrza suszącego o zmniejszonej wilgotności, które pozwala na suszenie w niskiej temperaturze, co skutkuje ograniczeniem problemów bez konieczności zwiększenia udziału substancji dodatkowych.

Dostępna literatura w niewystarczającym stopniu dostarcza informacji na temat związku wilgotności medium suszącego z przebiegiem procesu suszenia rozpyłowego oraz właściwościami proszków. Ponadto, szeroko nie został opisany wpływ osuszenia powietrza na właściwości biologiczne proszków, które w obecnym trendzie żywności funkcjonalnej oraz prozdrowotnej zdają się odgrywać istotną rolę w wyborach konsumenckich. Dotychczasowo brakuje także informacji na temat energochłonności procesu, która pozwoliłaby na ocenę opłacalności wprowadzenia suszenia rozpyłowego z zastosowaniem osuszonego powietrza na szeroką skalę, dzięki czemu możliwa by była ocena potencjału aplikacyjnego.

2. PRZEGLĄD PIŚMIENNICTWA

2.1. Proszki spożywcze

Proszki to rozdrobnione materiały w stałym stanie skupienia. W zależności od rozmiaru cząstek wyróżnia się pyły (5-100 μm), proszki (50-200 μm), aglomeraty czy granulaty (200-4000 μm). Produkty w postaci proszku, ze względu na małe rozmiary cząstek, są łatwe m.in. w: dozowaniu (w tym małych ilości), transporcie pneumatycznym w rurociągach, rozpuszczaniu, przechowywaniu, mieszaniu i rozdzielaniu [Domian i Lenart 2010, Bhandari 2013]. Głównym celem produkcji żywności w formie proszku jest przedłużenie trwałości poprzez usunięcie wody [Fitzpatrick i Ahm 2005]. Ze względu na swoje właściwości w przemyśle spożywczym są często stosowane jako składnik wielu innych produktów spożywczych. Do żywności występującej w postaci proszku zalicza się m.in.: mąki, kasze, przyprawy, sól, płatki śniadaniowe, dodatki do żywności, sproszkowane napoje (np.: kawa, herbata, kakao, mleko), żywność dla dzieci, produkty kulinarne, proszki owocowe i warzywne, sproszkowane mikroorganizmy [Dhanalakshmi i wsp. 2011, Bhandari i wsp. 2013]. Wśród tych produktów, proszki owocowe, warzywne oraz miodowe stanowią interesującą grupę ze względu na ich skład, bogaty w związki biologicznie aktywne (m.in. witaminy, kwas askorbinowy, karotenoidy) oraz w niektórych przypadkach w błonnik pokarmowy, co pozwala na ich zastosowanie w produktach funkcjonalnych czy nutraceutykach. Ponadto, ze względu na krótki czas przydatności do spożycia owoców oraz warzyw przetwarzanie tych surowców do postaci proszków pozwala na przedłużenie ich trwałości [Jiang i wsp. 2013]. Miód w postaci preparatów sproszkowanych jest łatwy w dozowaniu, aplikacji w produktach, przechowywaniu, transporcie oraz magazynowaniu [Samborska 2019]. Należy także podkreślić walory smakowe, aromatyczne oraz barwę proszków owocowych, warzywnych oraz miodowych, które pozwalają na ich szerokie zastosowanie jako składnik wielu innych produktów, jednocześnie umożliwiając tworzenie produktów o czystej etykietce („clean-label”) ze względu na ich naturalne pochodzenie.

Proszki spożywcze można otrzymać z produktów stałych, poprzez ich rozdrabnianie, mieszanie oraz granulację, lub z postaci płynnej, stosując suszenie rozpyłowe, liofilizację, suszenie bębnowe, suszenie taśmowe oraz krystalizację. Suszenie rozpyłowe jest jedną z najczęściej stosowanych metod do produkcji proszków na skalę przemysłową, ze względu na swoją prostotę oraz efektywność. Polega ona na wytworzeniu proszku z roztworu w jednej, krótkiej i ciągłej operacji. Dzięki odpowiedniemu sterowaniu procesem, właściwości otrzymywanego proszku są powtarzalne i kontrolowane [Bhandari 2013, Samborska i wsp. 2022].

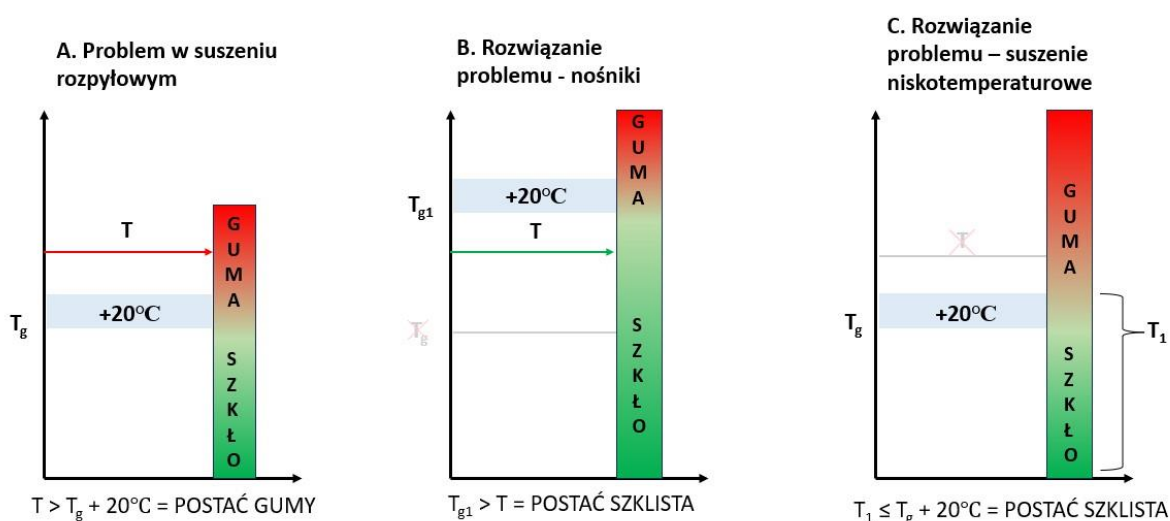
2.2. Suszenie rozpyłowe

Suszenie rozpyłowe jest szeroko stosowane w przemyśle chemicznym, biotechnologicznym, farmaceutycznym oraz spożywczym. Polega na rozpyleniu cieczy do postaci mgły wewnątrz komory suszarki oraz odparowaniu wody w wyniku kontaktu kropel ze strumieniem gorącego suszącego powietrza. Czas odparowywania wody w komorze suszenia jest bardzo krótki (< 20 s), ze względu na bardzo dużą powierzchnię odparowywania. Należy także podkreślić znaczenie tzw. „efektu chłodzącego odparowania”, który jest wynikiem pobrania ciepła przemiany fazowej z cząstek w bardzo krótkim czasie. Dzięki temu zjawisku temperatura suszonego materiału jest dużo niższa niż temperatura powietrza wlotowego. Przyjmuje się więc, że w układzie współprądowym temperatura na powierzchni suszonych cząstek nie przekracza temperatury powietrza na wylocie (T_{out}) [Samborska 2008].

2.3. Efekt „stickiness”

Istotnym czynnikiem, wpływającym na możliwość przeprowadzenia efektywnego suszenia rozpyłowego, jest temperatura przemiany szklistej (T_g) materiału poddawanego suszeniu oraz jej relacja z temperaturą materiału w czasie suszenia (tak jak wcześniej wspomniano, najczęściej przyjmuje się, że jest to T_{out}) [Samborska i wsp. 2023]. T_g jest to temperatura, w której następuje zmiana postaci materiału amorficznego pomiędzy formą gumowatą a szklistą. Poniżej T_g materiał występuje w formie stałej – szklistej i w przypadku materiałów suszonych rozpyłowo przyjmuje formę sypkiego proszku. Cząsteczki w takiej szklistej matrycy są unieruchomione, ich ruchy na poziomie molekularnym ograniczone są do wibracji oraz rotacji. W temperaturze wyższej niż T_g cząsteczki mają zwiększoną ruchliwość, a stan materiału przyjmuje postać gumowatą, podobną do cieczy, jednak o charakterystycznym lepkiem przepływie [Sperling 2006]. W związku z powyższym, w celu przeprowadzenia efektywnego suszenia rozpyłowego (a także w kontekście późniejszego przechowywania produktu), które ma na celu otrzymanie sypkiego proszku w postaci szklistej, niezwykle istotne jest uwzględnienie wartości T_g suszonego surowca oraz jej relacji z temperaturą materiału w czasie suszenia [Samborska i wsp. 2023]. Zależności te przedstawiono na rysunku 1 (część A). Problem związany z niską T_g suszonego materiału, skutkujący pozostawaniem materiału w czasie suszenia rozpyłowego w postaci gumy, nazywany jest efektem „stickiness”. Przejawia się on sklejeniem się cząstek pomiędzy sobą oraz przyklejeniem materiału do ścian komory suszenia. Forma materiału nie przyjmuje postaci szklistej, nawet przy niskiej zawartości wody, lecz pozostaje w postaci odwodnionego syropu. Badacze zajmujący się tą tematyką stwierdzili, że efekt ten zaczyna być widoczny, gdy materiał osiąga temperaturę

10-20°C powyżej T_g [Roos i Karel 1991, Adhikari i wsp. 2004], co zaznaczono na rysunku 1 jako strefę bezpieczną kolorem szarym. Intensywność efektu „stickiness” najczęściej określa się na podstawie obserwacji przebiegu suszenia oraz określenia tzw. wydajności suszenia lub odzysku proszku (z ang. *yield, powder recovery*), ponieważ prowadzi on do zmniejszenia ilości otrzymywanego proszku, a w niektórych przypadkach całkowicie uniemożliwia jego otrzymanie. Wydajność procesu suszenia określa się jako stosunek ilości suchej substancji zawartej w otrzymanym proszku do zawartości suchej substancji w roztworze przed suszeniem. W przypadku suszenia w skali laboratoryjnej przyjmuje się, że wydajność od 50% uznawana jest za satysfakcjonującą [Bhandari i wsp. 1997a].



Rys. 1. Graficzne przedstawienie problemu występującego w suszeniu rozpyłowym, wynikającego z relacji pomiędzy temperaturą materiału (T) i temperaturą przemiany szklistej (T_g) oraz możliwych jego rozwiązań.

Soki i koncentraty owocowe, warzywne, jak również miody, syropy i niektóre melasy, są surowcami szczególnie podatnymi na występowanie wyżej opisanego efektu, ponieważ w ich skład wchodzi przede wszystkim cukry proste oraz kwasy organiczne (kwas cytrynowy, kwas jabłkowy czy kwas winowy), charakteryzujące się niską wartością T_g (Tabela 1). Wysoka zawartość tych związków przyczynia się do występowania problemów, które bez zastosowania odpowiednich rozwiązań, uniemożliwią wytworzenie sypkich proszków. Quek i wsp. [2007] suszyli rozpyłowo czysty sok z arbuza bez dodatkowych nośników i zaobserwowali brak wytworzenia sypkiego proszku. Proszek nie był możliwy do odzyskania ani z komory suszenia, ani z cyklonu, więc autorzy zanotowali wydajność procesu suszenia na poziomie 0%.

Należy zwrócić uwagę, że masa cząsteczkowa związków wpływa w istotny sposób na wartość T_g , która zwiększa się wraz ze wzrostem masy cząsteczkowej [Bhandari i wsp. 1997b]. W związku z czym możliwe jest wysuszenie mleka bez dodatkowych pomocy, ponieważ zawarta w nim laktoza, będąca dwucukrem, charakteryzuje się wartością T_g wynoszącą 101°C [Bhandari i wsp. 1997b]. Jedlińska i wsp. [2023] otrzymali proszek z melasy z trzciny cukrowej bez dodatkowych modyfikacji surowca i procesu, przy wydajności prawie 93%, co wynikało z wysokiej zawartości sacharozy w składzie surowca, która ma T_g równą 62°C [Bhandari i wsp. 1997b].

Tabela 1. Temperatura przemiany szklistej (T_g) wybranych związków chemicznych występujących w produktach spożywczych [Bhandari i wsp. 1997b, Roustapour i wsp. 2006, MatveP5 i wsp. 1997, Sobulska i Zbiciński 2020].

| Związek chemiczny | T_g [°C] |
|---------------------------------|------------|
| <i>Cukry i polisacharydy</i> | |
| Fruktoza | 5 |
| Glukoza | 31 |
| Laktoza | 101 |
| Sacharoza | 62 |
| Skrobia | 243 |
| Maltodekstryna DE 5 | 188 |
| Maltodekstryna DE 10 | 160 |
| Maltodekstryna DE 20 | 141 |
| Inulina DP 7 | 111 |
| Inulina DP 13 | 125 |
| Inulina DP 27 | 145 |
| <i>Białka i pochodne białek</i> | |
| Białko grochu | 165 - 184 |
| Białko sojowe | 174 - 186 |
| Izolat białek serwatkowych | 127 |
| Kazeinian sodu | 132 |
| <i>Kwasy organiczne</i> | |
| Kwas jabłkowy | 11,03 |
| Kwas cytrynowy | 15,73 |
| Kwas winowy | 20,57 |
| Woda | -135 |

2.3.1. Zapobieganie efektowi „stickiness” - nośniki

Najczęściej stosowaną metodą rozwiązania problemów związanych z efektem „stickiness” w trakcie suszenia materiałów o dużej zawartości związków o niskiej wartości T_g , jest zastosowanie tzw. nośników suszarniczych o dużej masie cząsteczkowej, które charakteryzują się wysoką wartością T_g (Rys. 1B) [Bhandari i wsp. 1997b]. Najpopularniejszymi nośnikami stosowanymi w suszeniu rozpyłowym proszków owocowych oraz warzywnych są polisacharydy: maltodekstryna (MD) i guma arabska (GA) [Shishir i Chen

2017]. Dzięki dodatkowi nośnika o wysokiej T_g , zwiększa się w konsekwencji wartość T_g całego roztworu podawanego do suszenia i przy tej samej temperaturze suszenia możliwe jest otrzymanie proszku w stanie szklistym. Jednakże, w celu osiągnięcia pożądanego efektu technologicznego, konieczny jest znaczący dodatek nośnika do suszonego surowca, często wynoszący ponad 50% s.s. roztworu (a więc i finalnego produktu). Horuz i wsp. [2012] suszyli nieklarowny sok z granatu i stwierdzili, że aby otrzymać proszek o 74% wydajności konieczny jest dodatek MD na poziomie 60% (w s.s., w/w). Aragüez-Fortes i wsp. [2019] stwierdzili konieczność zastosowania jeszcze wyższej zawartości MD (75% w s.s., w/w) w produkcji proszku z pulpy z guawy, aby otrzymać wydajność na poziomie 70,2%. Sarabandi i wsp. [2017] wyprodukowali proszek z koncentratu soku wiśniowego z dodatkiem 50% (w s.s., w/w) nośników: MD, GA oraz koncentratu białek serwatkowych (WPC). Jednak, autorzy osiągnęli wydajności na niesatysfakcjonującym poziomie, od 42,2 do 57,1%. Aktualnie, w wyniku zwiększającej się świadomości i wiedzy konsumentów, obserwuje się coraz częstsze zainteresowanie tzw. produktami „clean label”. Choć nie istnieją dokładne przepisy definiujące, czym są produkty „clean label”, to powszechnie przyjmuje się, że są to produkty zawierające krótką listę składników, surowce pochodzenia naturalnego, mało przetworzone oraz takie, które są szeroko znane i używane przez konsumentów [Noguerol i wsp. 2021, Maruyama i wsp. 2021]. W związku z powyższym proszki, które w swoim składzie zawierają wysoki udział nośnika, nie mogą zostać uznane za produkty „clean label”. Należy także zwrócić uwagę, że zgodnie z definicją nie tylko zmniejszenie zawartości samego nośnika, ale również wybór jego pochodzenia może odegrać istotną rolę. Zastosowanie nośników, które uznawane są za bardziej „zielone” („green”), może umożliwić otrzymanie produktu wpisującego się w trend „clean label”. Określenie „green” odnosi się do materiałów, które mają pochodzenie naturalne lub są produktami ubocznymi z przemysłu spożywczego, a ich zastosowanie jako nośnika sprawia, że procesy przetwórcze stają się bardziej zrównoważone [Samborska i wsp. 2021]. Proszki owocowe i warzywne, będące kluczowymi składnikami wielu produktów (m.in. wyroby ciastkarskie, barwniki, aromaty, suplementy diety, produkty funkcjonalne, nutraceutyki), zawierają najczęściej znaczny dodatek MD, która nie wprowadza do produktów żadnej wartości dodanej, a z powodu wysokiego indeksu glikemicznego (GI) [Rytz i wsp. 2019], nie jest składnikiem pożądanym przez konsumentów. W związku z powyższym, konieczne jest poszukiwanie rozwiązań, które pozwalają na efektywne przeprowadzenie procesu suszenia i otrzymanie sypkiego proszku, który będzie akceptowalny zarówno przez producentów, jak i konsumentów. Efekt ten może być uzyskany zarówno przez zmniejszenie dodatku nośnika, jak i zastosowanie alternatywnego nośnika o wartości dodanej, w tym

nośników określanych jako „green”. Takimi alternatywami mogą być inne nośniki polisacharydowe czy białkowe, które dodatkowo wzbogacają produkt finalny, np. we właściwości prebiotyczne, czy pozwalają na zagospodarowanie surowców uznawanych za odpadowe w przemyśle spożywczym. Jedlińska i wsp. [2019] zastosowali prebiotyczną nutriozę (N) w suszeniu rozpyłowym miodu rzepakowego oraz spadziowego i otrzymali produkt, który może się wpisywać w trend “clean label”. Miravet i wsp. [2016] wyprodukowali proszek ze skoncentrowanego soku z grejfruta z dodatkiem błonnika, odpornej dekstryny (N) oraz fruktooligosacharydów. Samborska i wsp. [2020] suszyli rozpyłowo koncentrat soku jabłkowego oraz miód z prebiotyczną nutriozą, kleptożą oraz odtłuszczonym mlekiem w proszku jako nośnikami. Muzaffar i Kumar [2016] otrzymali proszki z tamaryndowca z tradycyjną MD oraz izolatem białka sojowego i zaobserwowali, że aby osiągnąć efektywne suszenie konieczny był dodatek aż 55% MD oraz tylko 20% izolatu białka sojowego. Kaderides i Goula [2017] kapsułkowali metodą suszenia rozpyłowego ekstrakt ze skórek grejfruta za pomocą nośnika wyprodukowanego z odpadów pozostałych po wyciśnięciu soku z pomarańczy. Przedstawione przykłady literaturowe wskazują na efektywne próby stosowania innych nośników, które mogą się wpisywać w trend “clean label”, oraz także na ciągłą potrzebę poszukiwania alternatyw dla tradycyjnej MD.

2.3.2. Zapobieganie efektowi „stickiness” – temperatura suszenia

Obok zastosowania nośników, innym sposobem na ograniczenie problemów wynikających z efektu „stickiness”, może być obniżenie temperatury suszenia. Postępowanie takie powoduje, że wartość graniczna temperatury 10-20°C powyżej T_g suszonego materiału nie zostaje osiągnięta (Rys. 1C), a więc możliwe jest otrzymanie proszku w postaci szklistej. Jednakże, obniżenie temperatury może przyczynić się do problemów z odparowaniem wody z materiału i w takim przypadku kluczowe jest również zmniejszenie wilgotności powietrza procesowego. Jak wcześniej wyjaśniono, wilgotność powietrza suszącego odgrywa istotną rolę w przebiegu suszenia rozpyłowego, stanowiąc siłę napędową procesu. W wyniku zmniejszenia wilgotności powietrza suszącego rośnie gradient zawartości wody w powietrzu oraz w suszonym materiale, co powoduje zwiększenie siły napędowej procesu. W konsekwencji możliwe jest więc obniżenie temperatury wlotowej powietrza, przy jednocześnie efektywnym odparowaniu wody z materiału. Dzięki aplikacji osuszonego powietrza jako medium suszącego możliwe jest obniżenie temperatury na wlocie, a więc także na wylocie suszarki. Tym samym w konsekwencji ogranicza się ryzyko wystąpienia problemów związanych z efektem „stickiness”, ponieważ materiał nie osiągnie temperatury

granicznej 10-20°C powyżej T_g . Ponadto, poprzez ograniczenie ryzyka przejścia suszonego surowca do postaci gumy w wyniku obniżenia temperatury suszenia, możliwe jest zmniejszenie dodatku nośnika. W dalszej części pracy to podejście nazywane jest skrótowo jako DASD, od ang. „dehumidified air spray drying”.

Samborska i wsp. [2019a] i Jedlińska i wsp. [2019] zastosowali metodę DASD w suszeniu rozpyłowym miodu. Autorzy jako pierwsi dzięki niej z sukcesem obniżyli zawartość nośnika w proszkach do 20% (w s.s., w/w), co wcześniej nie zaprezentowano w literaturze dotyczącej suszenia rozpyłowego miodu. Zmniejszenie wilgotności powietrza suszącego pozwoliło im na obniżenie temperatury suszenia do 75/50°C (wlot/wylot). Ponadto, zaobserwowano wysoką wydajność procesu suszenia, powyżej 80%, nawet w wariantach o niskiej zawartości nośnika. Wyniki tych badań były przesłanką do prowadzenia dalszych prac nad zastosowaniem metody DASD w suszeniu innych surowców, zmniejszeniem dodatku nośników poniżej 20% oraz aplikacją nośników innych niż MD.

3. CEL PRACY I HIPOTEZY BADAWCZE

Celem pracy doktorskiej była analiza możliwości otrzymania innowacyjnych proszków spożywczych na bazie surowców o wysokiej zawartości cukrów dzięki zastosowaniu osuszonego powietrza w suszeniu rozpyłowym. Proszki te miały charakteryzować się zmniejszoną zawartością nośnika bądź jego eliminacją oraz podwyższoną zawartością związków fenolowych i aktywnością przeciwutleniającą. W proszkach, w których niemożliwe było wyeliminowanie nośnika, badano możliwość zastąpienia maltodekstryny nośnikami wzbogacającymi proszki w wartość dodaną. Otrzymane proszki zostały scharakteryzowane pod względem właściwości fizycznych i zawartości związków bioaktywnych oraz ich retencji w czasie suszenia. Ponadto, zbadana została wydajność i energochłonność procesu suszenia.

Hipotezy badawcze:

- H1.** Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, poprzez obniżenie temperatury suszenia, pozwala na zmniejszenie dodatku nośnika suszarniczego lub jego eliminację.
- H2.** Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, poprzez obniżenie temperatury suszenia, prowadzi do zmniejszenia efektu „stickiness” i poprawy wydajności suszenia oraz właściwości fizykochemicznych proszków o standardowej zawartości nośnika.
- H3.** Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza prowadzi do poprawy sprawności cieplnej suszenia.
- H4.** Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza umożliwia otrzymanie proszków o zwiększonej zawartości związków fenolowych oraz aktywności przeciwutleniającej.
- H5.** Maltodekstryna może być zastąpiona innymi nośnikami, które wzbogacają otrzymane proszki w wartość dodaną.

4. ORGANIZACJA BADAŃ, MATERIAŁY I METODY

4.1. Organizacja badań

Badania prowadzono w pięciu etapach, obejmujących eksperymenty związane z zastosowaniem do procesu suszenia różnych surowców, które zostały opublikowane jako publikacje [P1], [P2], [P3], [P4] i [P5]. W poszczególnych etapach weryfikowano różne hipotezy badawcze, co zaprezentowano w Tabeli 2.

W I etapie pracy podstawowym surowcem był miód gryczany (*Fagopyrum esculentum* Moench). Roztwór podawany do suszenia (50% s.s., w/w) zawierał miód oraz MD lub mleko w proszku (MP) jako nośniki suszarnicze, a stosunek zawartości s.s. miodu do nośnika wynosił 50:50 lub 75:25 (w s.s., w/w).

W II etapie pracy podstawowym surowcem była melasa z morwy białej (*Morus alba* L.). Roztwór podawany do suszenia (50% s.s., w/w) zawierał melasę oraz MD lub N jako nośniki suszarnicze, a stosunek zawartości s.s. melasy do nośnika wynosił 50:50, 60:40, 70:30, 80:20 lub 90:10 (w s.s. w/w).

W III etapie pracy podstawowym surowcem był koncentrat soku z wiśni (*Prunus cerasus* L.). Roztwór podawany do suszenia (50% s.s., w/w) zawierał koncentrat oraz MD lub MD z białkiem grochu (PP) (1:1), a stosunek zawartości s.s. koncentratu do nośnika wynosił 50:50 lub 70:30 (w s.s., w/w). Część badań w tym etapie wykonano w ramach współpracy w Katedrze Biochemii i Chemii Żywności (Wydział Nauk o Żywności i Biotechnologii, Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie)

W IV etapie pracy podstawowym surowcem był koncentrat soku z wiśni (*Prunus cerasus* L.). Roztwór podawany do suszenia (50% s.s., w/w) zawierał koncentrat oraz MD jako pojedynczy nośnik, MD z serwatką w proszku (W) (1:1), MD z koncentratem białek serwatkowych w proszku (WPC) (1:1), MD z maślanką w proszku (1:1) oraz W jako pojedynczy nośnik, a stosunek zawartości s.s. koncentratu do nośnika wynosił 50:50 lub 70:30 (w s.s., w/w). Część badań w tym etapie wykonano w ramach współpracy w Katedrze Technologii Owoców, Warzyw i Nutraceutyków Roślinnych (Wydział Biotechnologii i Nauk o Żywności, Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu).

W V etapie pracy podstawowymi surowcami były: koncentrat soku z czarnej porzeczki, koncentrat soku z marchwi purpurowej, zagęszczony sok z kiszanej kapusty, pulpa z mini kiwi, pulpa pomidorowa, pulpa z mango. Surowce te suszono bez dodatku nośnika.

Tabela 2. Organizacja badań ze wskazaniem etapów, w których weryfikowano poszczególne hipotezy badawcze.

| <p>Etap badań</p> <p>Hipoteza</p> | <p>I - [P1] Miód gryczany</p> <p>Nośniki: MD, MP</p> <p>50:50, 75:25*</p> | <p>II - [P2] Melasa z morwy białej</p> <p>Nośnik: N</p> <p>50:50, 60:40, 70:30, 80:20, 90:10*</p> | <p>III - [P3] Koncentrat soku z wiśni</p> <p>Nośniki: MD, MDPP</p> <p>50:50, 70:30*</p> | <p>IV - [P4] Koncentrat soku z wiśni</p> <p>Nośniki: MD, MDWPC, MDW, MDBM, W</p> <p>50:50, 70:30*</p> | <p>V - [P5] Koncentrat soku z czarnej porzeczki, koncentrat soku z marchwi purpurowej, pulpa z mango, sok z kiszanej kapusty, pulpa pomidorowa, pulpa mini kiwi</p> |
|---|--|--|--|--|--|
| <p>H1. Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, poprzez obniżenie temperatury suszenia, pozwala na zmniejszenie dodatku nośnika suszarniczego bądź jego eliminację</p> | + | + | + | + | + |
| <p>H2. Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, poprzez obniżenie temperatury suszenia, prowadzi do zmniejszenia efektu „stickiness” i poprawy wydajności suszenia oraz właściwości fizykochemicznych proszków o standardowej zawartości nośnika</p> | + | + | + | + | |
| <p>H3. Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem suszonego powietrza prowadzi do poprawy sprawności cieplnej suszenia</p> | + | | | | |
| <p>H4. Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza umożliwia otrzymanie proszków o zwiększonej zawartości związków fenolowych oraz aktywności przeciwutleniającej</p> | + | + | + | + | |
| <p>H5. Maltodekstryna może być zastąpiona innymi nośnikami, które wzbogacają otrzymane proszki w wartość dodaną</p> | + | + | + | + | |

* stosunek zawartości s.s. surowca do nośnika w roztworze poddawany suszeniu

4.2. Materiały

- surowce: miód gryczany (Miody Mazurskie, Polska), melasa z morwy białej (NaturAvena, Polska), koncentrat soku z wiśni (Białuty, Polska), koncentrat soku z czarnej porzeczki (Maspex, Polska), koncentrat soku z marchwi purpurowej (Maspex, Polska), sok z kiszanej kapusty (Słoneczne Pole, Polska), owoce mini kiwi (odmiana Weiki), pulpa pomidorowa (EkoWital, Polka), pulpa z mango (Purena, Polska),
- nośniki: maltodekstryna DE15 (Amylon, Czechy, MD), odtłuszczone mleko w proszku (Mlekovita, Polska, MP), nutrioza FM10 (Roquette, Francja, N), serwatka w proszku (Mlekovita, Polska, W), koncentrat białek serwatkowych (Mlekovita, Polska, WPC), maślanka w proszku (Zielony Klub, Polska, BM), białko grochu (Nutralys S85F, Roquette, Francja, PP),
- odczynniki: odczynnik Folina-Ciocalteau (POCH, Polska oraz Sigma-Aldrich, Polska), ABTS (sól diamonowa 2,2'-azobis(3-etylobenzotiazolino-6-sulfonianu) (POCH, Polska oraz Sigma-Aldrich, Polska), $AlCl_3$ (Sigma-Aldrich, Polska), NaOH (Sigma-Aldrich, Polska), $NaNO_2$ (Sigma-Aldrich, Polska), $FeCl_3$ (Sigma-Aldrich, Polska), $K_3[Fe(CN)_6]$ (Sigma-Aldrich, Polska), α -amylaza (52,7 U/mg) (Sigma-Aldrich, Polska), pankreatyna (4 x UPS) (Sigma-Aldrich, Polska), pepsyna (541 U/mg) (Sigma-Aldrich, Polska), ekstrakt żółci (Sigma-Aldrich, Polska).

4.3. Metody technologiczne

4.3.1. Przygotowanie materiałów do suszenia

W zależności od rodzaju surowca, materiał do suszenia przygotowywano poprzez mieszanie składników za pomocą mieszadła, wyciskanie surowca (pulpa z mini kiwi) z użyciem wyciskarki wolnoobrotowej NS-621CES (Kuvings, Korea) oraz zagęszczanie (sok z kiszanej kapusty) z wykorzystaniem wyparki Rotavapor R-124 (BUCHI, Szwajcaria).

4.3.2. Suszenie rozpyłowe

Suszeniu rozpyłowemu poddawano porcje 500 g, w dwóch powtórzeniach dla każdego wariantu eksperymentalnego. Stosowano suszarkę rozpyłową MOBILE MINOR (GEA), wyposażoną w obrotowy dysk rozpyłowy. Suszenia prowadzono dwoma sposobami: metodą tradycyjną wysokotemperaturową (SD) oraz niskotemperaturową z zastosowaniem osuszonego powietrza (z ang. Dehumidified Air Spray Drying – DASD). W wariantach DASD powietrze osuszano przy użyciu systemu złożonego z jednostki chłodzącej TECH020 (TAEP5o, MTA),

osuszacza kondensacyjnego (SWEGON) oraz osuszacza adsorpcyjnego ML270 (MUNTERS). Prędkość obrotowa dysku wynosiła 26000 obr./min, a szybkość podawania roztworu 0,20 ml/s. Zastosowano następujące parametry suszenia:

- SD (wilgotność bezwzględna powietrza suszącego 9 g/m³):
temperatura suszenia (wlot/wylot): 180/80°C,
- DASD (wilgotność bezwzględna powietrza suszącego < 0,3 g/m³):
temperatura suszenia (wlot/wylot): 80/50°C.

4.4. Metody analityczne

4.4.1. Analiza przebiegu procesu suszenia

Wydajność procesu suszenia [**P1**, **P2**, **P3**, **P4**, **P5**] wyrażano procentowo jako stosunek ilości suchej substancji zawartej w otrzymanym proszku (który został omieciony z komory suszarki oraz zebrany z cyklonu) do zawartości suchej substancji w roztworze przed suszeniem.

Zużycie energii oraz sprawność cieplną wyrażano następująco [**P1**]:

- zużycie energii Q [kW] wyznaczono z równania $Q = (E_f - E_i)/t$, gdzie E_i i E_f [kWh] były odpowiednio początkową i końcową wartością zużycia energii odczytanej z miernika mocy (Pawbol), a t było czasem suszenia rozpyłowego,
- jednostkowe zużycie energii (E_s) wyrażono jako energię zużytą podczas suszenia rozpyłowego na 1 kg odparowanej wody,
- sprawność cieplną (η) obliczono jako stosunek energii zużytej do odparowania wody do energii dostarczonej do suszarki rozpyłowej.

4.4.2. Analiza lepkości roztworów podawanych do suszenia

Lepkość roztworów analizowano za pomocą reometru MARS40 (Haake) ze współosiową geometrią cylindra [**P1**, **P3**, **P4**]. Próbki mierzono w temperaturze 25°C, przy szybkości ścinania od 0 do 100 s⁻¹. Reogramy określano za pomocą modeli empirycznych, a następnie obliczano lepkość jako zależność naprężenia ścinającego i szybkości ścinania (wszystkie badane roztwory były cieczami newtonowskimi).

4.4.3. Analiza właściwości proszków

- Zawartość wody (MC): suszarka komorowa (105°C/4 h) [**P1**, **P2**, **P3**, **P4**, **P5**],
- Aktywność wody (a_w): Hygro Lab Rotronic (25°C) [**P1**, **P2**, **P3**, **P4**, **P5**],

- Higroskopijność (H): metoda statyczna (1 g proszku przetrzymywano w 25°C nad nasyconym roztworem NaCl przez 144 h; wyniki przedstawiono jako masę wody zaadsorbowaną przez 100 g proszku i wyrażano w procentach) [P1, P2, P3, P4, P5],
- Morfologia cząstek: skaningowy mikroskop elektronowy XL (Phenom), powiększenie 500× lub 1000×, napięcie 5 kV [P1, P2, P3, P4, P5],
- Wielkość cząstek (mediana D_{50}): analizator wielkości cząstek z dyfrakcją laserową 1190 (CILAS), do zdyspergowania proszków zastosowano etanol przy obskurancji max. 10% [P1, P2, P3, P4, P5],
- Temperatura przemiany szklistej (T_g): różnicowy mikrokolorymetr skaningowy DSM-2M [P3, P4],
- Gęstość nasypowa luźna (D_L) i utręszona (D_T): aparat STAV 2003 (Engelsmann AG) [P1, P2, P3, P4, P5],
- Sympkość proszku: określona poprzez obliczenie współczynnika Hausnera (HR) [P1, P2, P3, P4, P5],
- Gęstość pozorną (D_{ap}): piknometr helowy (STEREOPYCNOMETR) [P1, P2, P3, P4, P5],
- Porowatość złoża (ε_L): obliczona na podstawie wzoru $\varepsilon_L=1-(D_L/D_{ap})$, gdzie D_L to gęstość nasypowa luźna, a D_{ap} to gęstość pozorną [P1, P2, P3, P4, P5],
- Rozpuszczalność (WSI): zgodnie z metodą opisaną przez Jafari i wsp. [2017] z kilkoma modyfikacjami. Wynik wyrażono procentowo jako WSI (Water Solubility Index) [P5],
- Barwa roztworów przed suszeniem, proszków po wysuszeniu oraz roztworów po odtworzeniu: kolorymetr CR-5 (Konica-Minolta), przestrzeń barw CIE $L^*a^*b^*$ (L^* - jasność, a^* - udział barwy czerwonej i zielonej, b^* - udział barwy niebieskiej i żółtej) [P1, P2, P3, P4, P5], wyznaczono całkowitą zmianę barwy ΔE roztworów po odtworzeniu w stosunku do roztworów przed suszeniem oraz indeks brązowienia BI [P3, P4]:

$$\Delta E = \sqrt{(L_0^* - L^*)^2 + (a_0^* - a^*)^2 + (b_0^* - b^*)^2},$$

$$BI = \left[\frac{100 \cdot \left(\left(\frac{a^* + 1.75L^*}{5.645L^* + a^* - 0.3012b^*} \right) - 0.31 \right)}{0.17} \right]$$

- Aktywność przeciwutleniająca:
 - wobec roztworu ABTS; wyrażono jako stężenie [mg s.s/ml] zdolne do zneutralizowania 50% wolnych rodników w roztworze ABTS [P1, P2] oraz jako równoważniki Trolox w mg/g s.s. proszku [P3, P4],
 - metoda FRAP zgodnie z protokołem opracowanym przez Pulido i wsp. [2000]; wyrażono jako równoważniki Trolox w mg/g s.s. [P3, P4],
- Zawartość związków fenolowych za pomocą metody Folina-Ciocalteu [P2, P3] oraz metodą UPLC [P5]. Ekstrakty do analizy UPLC wykonano zgodnie z metodą opisaną przez Wojdyło i wsp. [2014]. Analizę związków fenolowych przeprowadzono przy użyciu systemu Acquity UPLC (Waters, Milford, USA) ze spektrometrem mas Q-Tof (Waters, Manchester, Wielka Brytania). Wyniki przeanalizowano za pomocą oprogramowania Empower 3 i wyrażono w mg/g s.s. proszku. Oznaczenia wykonano dwukrotnie,
- Zawartość antocyjanów [P3]: użyto zestawu do oceny zawartości antocyjanów Bioquochem Llanera-Asturias zgodnie z procedurą producenta. Zawartość antocyjanów ogółem wyrażono w mg równoważników 6-O-glukozydu cyjanidyny (CGE) na g s.s. proszku,
- Strawność *in vitro* i biodostępność [P3]: zgodnie z metodą Brodkorb i wsp. [2019]. Próbki po trawieniu były odwirowane (15 min/6978 x g) i następnie zmieszane z metanolem w stosunku 1:1, aby zatrzymać przebieg reakcji enzymatycznej, wyniki wyrażano jako względny współczynnik biodostępności (RBF), czyli stosunek stężenia związków bioaktywnych (związków fenolowych oraz antocyjanów) po symulacji trawienia do stężenia po ekstrakcji chemicznej, oraz względny współczynnik efektywności antyoksydacyjnej (REF) czyli stosunek aktywności przeciwutleniającej po symulacji trawienia do aktywności po ekstrakcji chemicznej,
- Współczynnik retencji związków bioaktywnych (Retention coefficient - RC): w [P2] zaproponowano nowy sposób wyrażania retencji związków bioaktywnych lub aktywności przeciwutleniającej, jako procentowe porównanie tych wartości w surowcu obecnym w proszku z surowcem przed suszeniem, z wyłączeniem zawartości nośnika; sposób ten zastosowano w omówieniu wyników w [P2], [P3] i [P4].

4.5. Metody statystyczne

Oznaczenia wykonywano w 3 powtórzeniach, a wartości przedstawiono jako wartość średnią z odchyleniem standardowym (\pm SD) Przeprowadzono następujące analizy statystyczne (z wykorzystaniem programu STATISTICA 13.3): analiza wariancji ANOVA, test Tukey'a (podział na grupy jednorodne), korelacja Pearsona, analiza składowych głównych PCA (wyniki analizy prezentowane jako wykres biplot), analiza skupień HCA (wyniki analizy prezentowane jako wykres dendrogram). Analizy zostały przeprowadzone przy poziomie istotności $\alpha = 0,05$.

5. OMÓWIENIE I DYSKUSJA WYNIKÓW

5.1. Badanie możliwości zmniejszenia lub eliminacji dodatku nośnika suszarniczego w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w czasie suszenia rozpyłowego

Weryfikacja hipotezy H1: Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, poprzez obniżenie temperatury suszenia, pozwala na zmniejszenie dodatku nośnika suszarniczego bądź jego eliminację.

Celem tej części pracy było zbadanie możliwości obniżenia zawartości nośnika bądź jego eliminacji w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w suszeniu rozpyłowym. Wyniki pozwalające na weryfikację tej hipotezy zaprezentowano w publikacjach [P1]-[P5]. W celach porównawczych suszenie prowadzono również metodą tradycyjną – wysokotemperaturową. Zasadniczą przesłanką, pozwalającą przypuszczać, że suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza może prowadzić do zmniejszenia dodatku nośnika suszarniczego bądź jego eliminacji, jest możliwość suszenia w obniżonej temperaturze. Dzięki zmniejszeniu wilgotności powietrza suszącego możliwe było obniżenie temperatury suszenia, ponieważ niska wilgotność powietrza suszącego zapewniła dodatkową siłę napędową procesu odparowania. Jak przedstawiono w przeglądzie literatury, w niższej temperaturze stopień kleistości (ang. „stickiness effect”) jest mniejszy. Wynika to z teorii, według której problem kleistości występuje, gdy temperatura materiału w czasie suszenia przekracza o 20°C wartość T_g suszonego materiału [Bhandari i wsp. 1997a], a zatem istotne jest zmniejszenie wilgotności powietrza suszącego, ponieważ w konsekwencji umożliwia to na obniżenie temperatury suszenia. W takich warunkach temperatura cząstek również jest niższa, co zapobiega przekroczeniu granicznej temperatury ($T_g + 20^\circ\text{C}$), powodującej efekt „stickiness”, i umożliwia uzyskanie proszku. Daje to możliwość obniżenia zawartości lub eliminacji nośnika, który jest dodawany w celu podwyższenia T_g materiału.

W badaniach przedstawionych w publikacji [P1] hipotezę H1 weryfikowano na przykładzie suszenia roztworów miodu gryczanego. W ostatnich latach wzrosło zainteresowanie badaczy proszkiem miodowym, co można zaobserwować w doniesieniach naukowych oraz patentach. Przykładowo, Nurhadi i wsp. [2012] otrzymali proszek z miodu Perhutani z 50% dodatkiem MD oraz gumy arabskiej (GA), a Samborska i wsp. [2015] uzyskali proszek z miodu rzepakowego oraz gryczanego z 50% zawartością GA (w s.s., w/w) jako nośnikiem oraz 1-2% dodatkiem białka - kazeinianu sodu. Z danych literaturowych wynikało, że zastosowanie klasycznego nośnika - MD i standardowego

suszenia rozpyłowego w wysokiej temperaturze pozwala na osiągnięcie maksymalnej zawartości miodu w proszku na poziomie 50% s.s. (w/w) [Samborska i wsp. 2019b, Jedlińska i wsp. 2019]. Badania rozpoczęto zatem od tego poziomu zawartości miodu, a następnie zawartość nośnika obniżono do 25% s.s. (w/w). Wybrano dwa znacznie różniące się od siebie rodzaje nośników: powszechnie stosowaną MD oraz odtłuszczone MP, gwarantujące dodatkowo uzyskać tzw. “czystą etykietę”, gdyż w skład proszku wchodziły jedynie produkty spożywcze, a nie substancje dodatkowe. Zastosowanie osuszonego powietrza jako medium suszącego umożliwiło otrzymanie proszków o obniżonej zawartości nośników (25% s.s.) zarówno w przypadku MD, jak i MP. Uzyskanie proszków metodą tradycyjną, wysokotemperaturową o zredukowanej zawartości nośnika nie było możliwe ze względu na zbyt dużą różnicę pomiędzy temperaturą materiału w trakcie suszenia (temperatura powietrza wylotowego) a wartością T_g . Przekroczenie wartości $T_g + 20^\circ\text{C}$ spowodowało, że materiał pozostał w postaci gumy, a nie został zamieniony do formy amorficznego proszku. W ostatnich latach Jedlińska i wsp. [2019] oraz Samborska i wsp. [2019a] wysuszyli miód rzepakowy oraz spadziowy z zastosowaniem osuszonego powietrza z dodatkiem prebiotycznej N i udało im się otrzymać proszek o 80% zawartości miodu (w/w). Należy jednak podkreślić, że wcześniejsze doniesienia naukowe nie opisywały udanych prób otrzymania proszku miodowego o niskiej zawartości nośnika (poniżej 50% s.s.) o cechach pozwalających na stworzenie produktu o “czystej etykietce”.

Proszki z miodem gryczanym z obniżoną zawartością nośnika charakteryzowały się największymi wydajnościami procesu suszenia (86,9% - z MD oraz 96,8% - z MP), statystycznie istotnie większymi niż pozostałe warianty suszenia (Tabela 3). Przebieg procesu suszenia rozpyłowego miodu gryczanego został wcześniej zbadany tylko przez Samborską i wsp. [2015]. Autorzy ci zanotowali wydajność w przedziale od 67,8 do 75,8%, jednak badania prowadzone były przy innych parametrach, w tym przy wyższej temperaturze suszenia oraz przy większej zawartości nośnika (50% s.s., w/w). A zatem, wysokie wydajności procesu suszenia, wynoszące ponad 85%, nawet przy zmniejszonej zawartości nośnika, jakie uzyskano w tej części pracy, są potwierdzeniem korzystnego wpływu zmniejszenia wilgotności i temperatury powietrza na przebieg procesu suszenia rozpyłowego.

Zmniejszenie zawartości nośnika spowodowało otrzymanie proszków o bardziej sklejonych cząstkach, tworzących skupiska, co wynikało z wyższej zawartości miodu (Rys. 2). Należy jednak podkreślić, że pomimo morfologii wskazującej teoretycznie

na wysoką kleistość cząstek i problematyczny przebieg procesu suszenia, nie znalazło to potwierdzenia w wydajności procesu, ponieważ oba warianty o zmniejszonej zawartości nośnika (DASDMD75 oraz DASDMP75) charakteryzowały się jednocześnie najwyższymi wydajnościami suszenia.

Proszki o najwyższym udziale miodu w przypadku obu nośników (DASDMD75 oraz DASDMP75) charakteryzowały się najmniejszą higroskopijnością (H) wśród wszystkich otrzymanych wariantów², co świadczy o korzystnym wpływie zastosowanej innowacyjnej metody suszenia na ten parametr, także przy niskiej zawartości nośnika. Uzyskane wyniki potwierdzają doniesienia Bringas-Lantingua i wsp. [2016], którzy zaobserwowali zmniejszenie H proszków wraz z obniżeniem temperatury suszenia w produkcji miodu wielokwiatowego. Suhag i Nanda [2016] oraz Jedlińska i wsp. [2019] otrzymali proszki miodowe o wyższej H w zakresie odpowiednio od 20,11 do 27,28% oraz od 20,1 do 27,4%, co świadczy ponownie o pozytywnym wpływie zmniejszenia wilgotności i temperatury powietrza suszącego na poprawę niektórych właściwości proszków miodowych, przy jednocześnie znacząco ograniczonej zawartości nośnika.

² $H = 10,1 \pm 0,6\%^a$ - DASDMD75 oraz $H = 11,9 \pm 0,3\%^b$ - DASDMP75

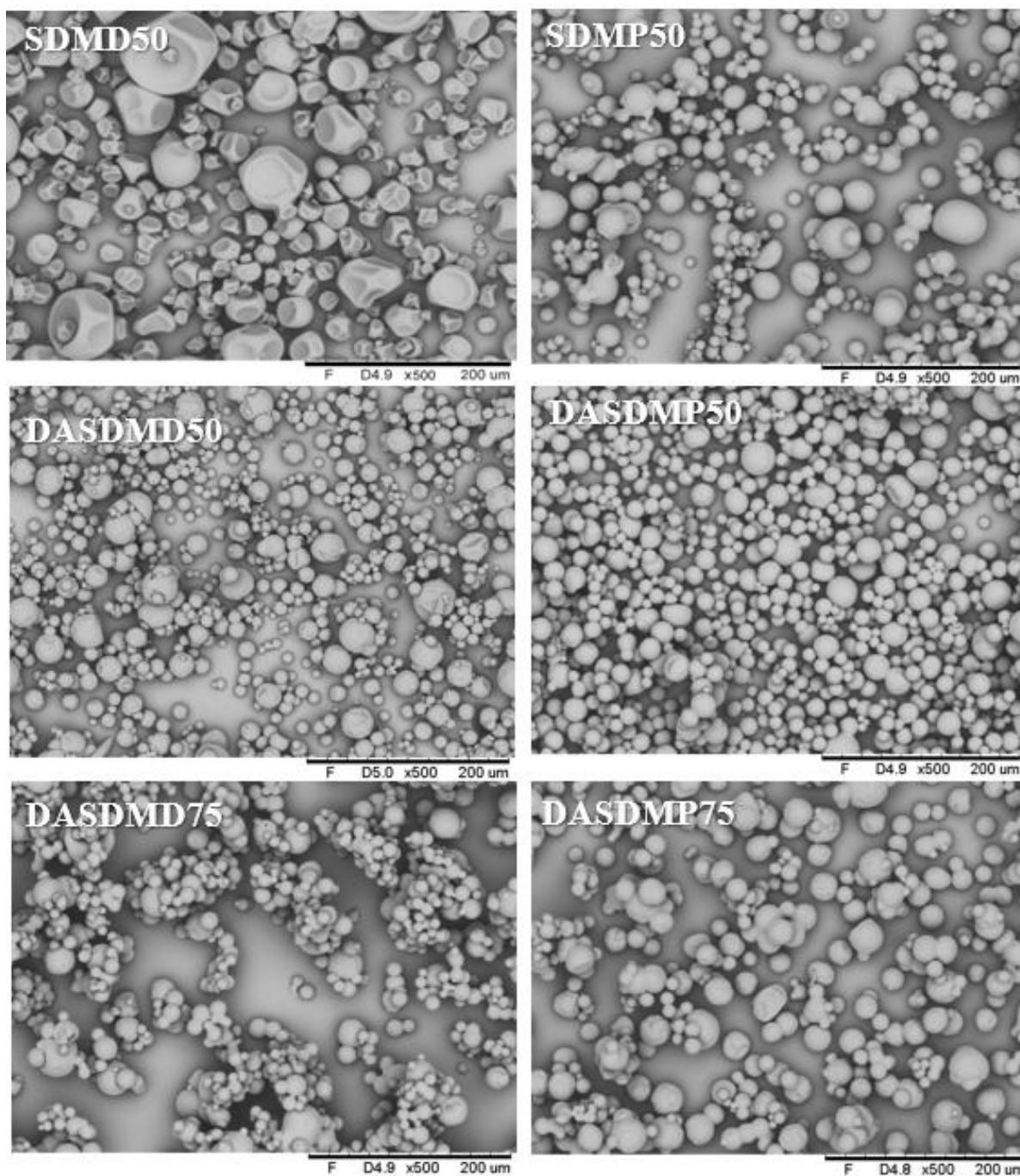
Tabela 3. Wydajność suszenia rozpyłowego [%] przeprowadzonego metodą tradycyjną (SD, kolor czerwony) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD, kolor niebieski) różnych materiałów z nośnikami (zawartość nośnika 10-50% s.s., oznaczenia 50-90 określają udział procentowy głównego materiału w proszku w odniesieniu do suchej substancji) lub bez nośnika (oznaczenie 100); tło oznacza suszenia, które nie były wykonywane.

| Materiał i nośnik | Metoda suszenia i zawartość surowca w suchej substancji proszku (w s.s., w/w) | | | | | | | | |
|---|---|------------------------|-----------------------|------------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------|-------|------------------------|
| | 50SD* | 50DASD | 60DASD | 70DASD | 75DASD | 80DASD | 90DASD | 100SD | 100DASD |
| [P1] Miód gryczany | | | | | | | | | |
| MD** | 62,9±2,1 _a | 78,6±5,2 _b | | | 86,9±6,2 _c | | | | |
| MP | 71,0±3,6 _{ab} | 80,4±4,9 _b | | | 96,8±5,2 _d | | | | |
| [P2] Melasa z morwy białej | | | | | | | | | |
| N | 71,5±5,2 _a | 96,5±4,9 _b | 94,0±1,4 _b | 95,0±5,7 _b | | 89,0±6,7 _b | 64,0±3,9 _a | | |
| [P3] Koncentrat soku z wiśni | | | | | | | | | |
| MD | 53,9±0,0 _c | 69,9±0,2 _d | | 52,6±0,8 _c | | | | | |
| MDPP | 40,7±7,3 _b | 55,6±1,3 _c | | 34,1±2,8 _a | | | | | |
| [P4] Koncentrat soku z wiśni | | | | | | | | | |
| MD | 54,0±0,1 _{cd} | 70,1±0,9 _{ii} | | 52,9±0,4 _{cd} | | | | | |
| MDWPC | 70,1±1,8 _k | 72,5±1,8 _{ii} | | 70,5±3,4 _{ii} | | | | | |
| MDW | 43,0±5,3 _{ad} | 72,2±0,2 _{ii} | | 67,7±4,9 _{ii} | | | | | |
| MDBM | 48,7±1,0 _{bc} | 58,6±2,0 _{de} | | 40,7±4,0 _a | | | | | |
| W | 55,2±0,1 _{cd} | 61,9±4,0 _{ef} | | 49,0±0,3 _{bc} | | | | | |
| [P5] Pulpa z mini kiwi | | | | | | | 28,1±4,5 _{de} | | 41,7±0,7 _b |
| [P5] Przecier pomidorowy | | | | | | | 23,9±0,5 ^a | | 23,8±1,9 _a |
| [P5] Koncentrat soku z czarnej porzeczki | | | | | | | | | 73,7±6,7 _a |
| [P5] Koncentrat soku z marchwi purpurowej | | | | | | | | | 60,9±1,7 _a |
| [P5] Pulpa z mango | | | | | | | | | 41,7±4,7 _{bc} |
| [P5] Zagęszczony sok z kiszanej kapusty | | | | | | | | | 31,7±0,5 _{cd} |

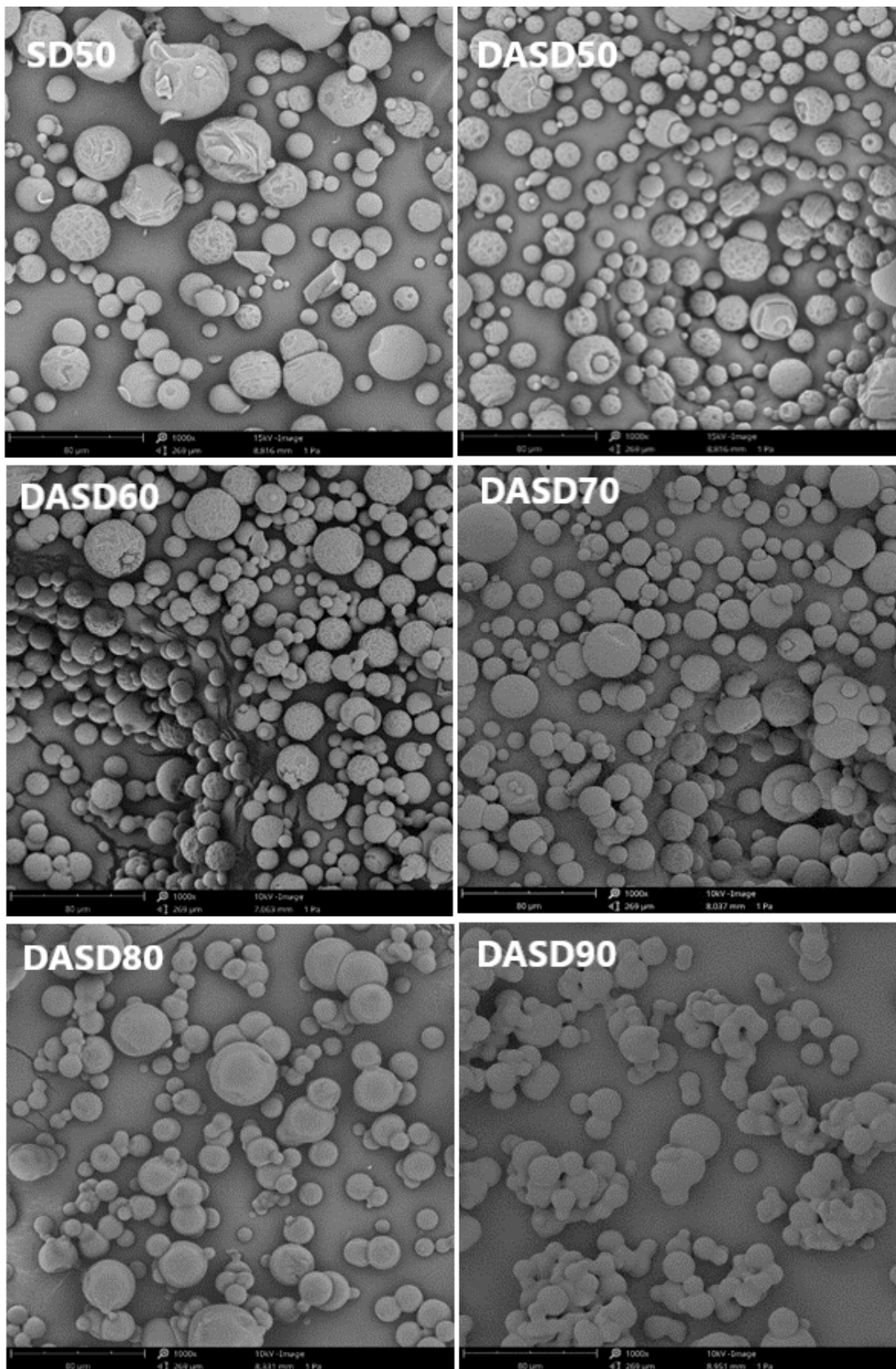
* 50-100: udział głównego surowca w suszonym roztworze i otrzymanym proszku (w s.s.. w/w)

** MD - maltodekstryna, MP - odłuszczone mleko w proszku, N - nutrioza, MDPP - mieszanka maltodekstryny i białka grochu (1:1), MDWPC - mieszanka maltodekstryny i koncentratu białek serwatkowych (1:1), MDW - mieszanka maltodekstryny i serwatki (1:1), MDBM - mieszanka maltodekstryny i maślanki (1:1), W - serwatka

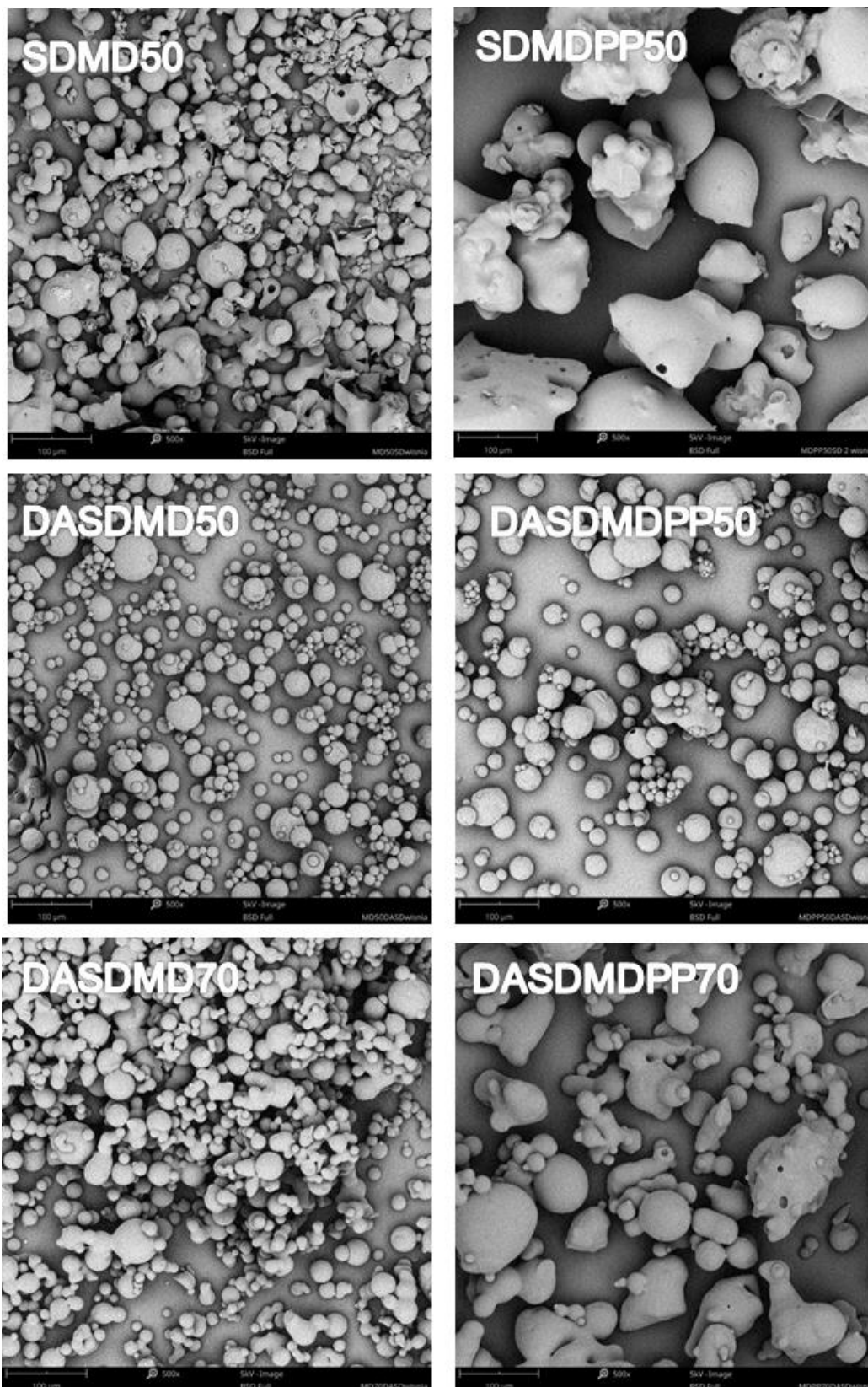
a-g: różnice między średnimi wartościami oznaczonymi różnymi literami w ramach poszczególnych etapów/publikacji są istotne statystycznie ($p < 0,05$).



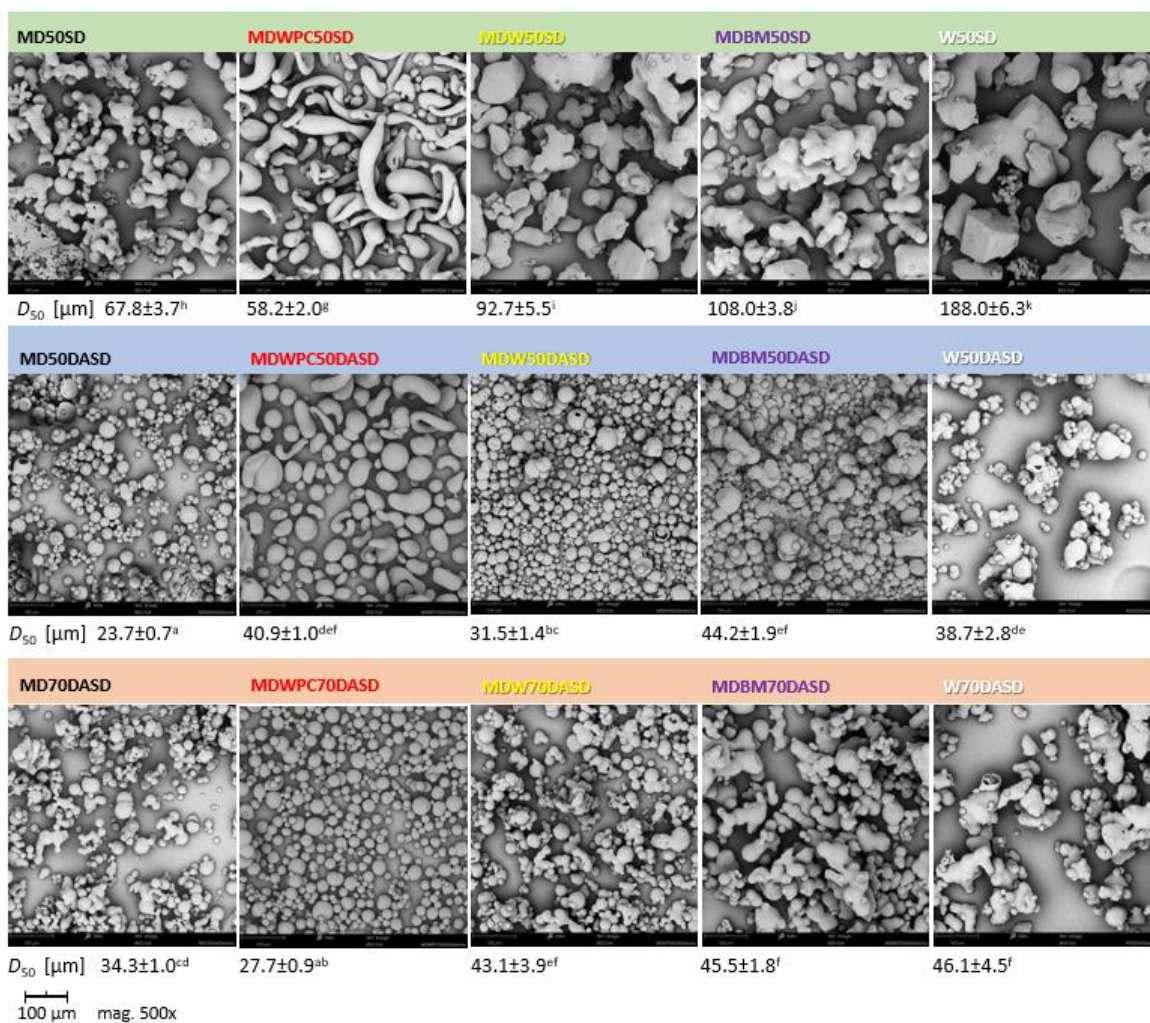
Rys. 2. Zdjęcia SEM (pow. 500×) cząstek proszków zawierających 50 i 75% **miodu gryczanego** (w s.s., w/w) oraz maltodekstrynę (MD) lub odtłuszczone mleko w proszku (MP), otrzymanych metodą tradycyjną (SD) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD) [P1].



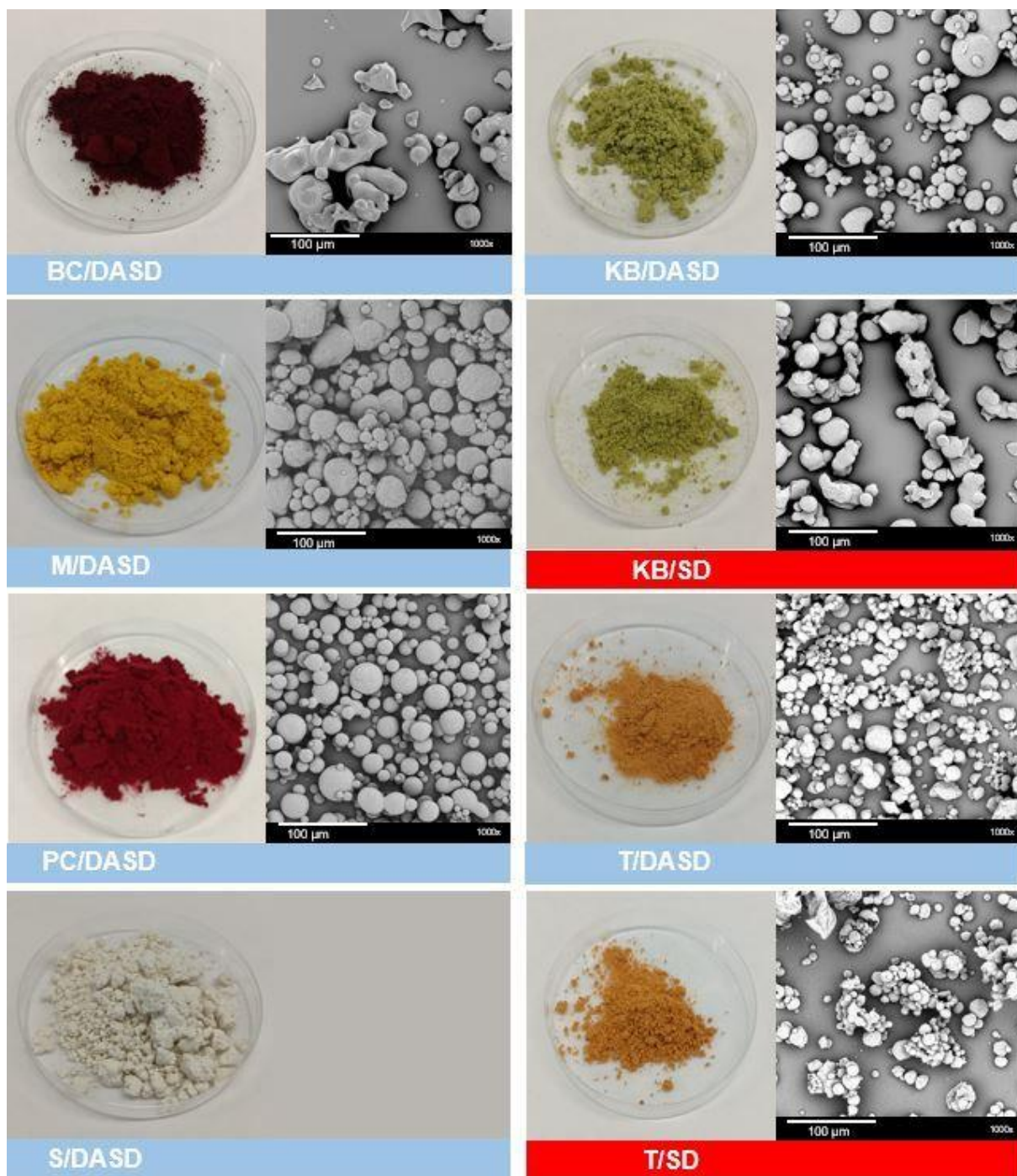
Rys. 3. Zdjęcia SEM (pow. 500×) cząstek proszków zawierających 50-90% (w s.s., w/w) melasy z morwy białej oraz nośnik - nutriozę, otrzymanych metodą tradycyjną (SD) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD) [P2].



Rys. 4. Zdjęcia SEM (pow. 500×) cząstek proszków zawierających 50 i 70% (w s.s., w/w) **koncentratu soku z wiśni** oraz nośniki: maltodekstrynę (MD) lub mieszankę (1:1, s.s., w/w) maltodekstryny z białkiem grochu (MDPP), otrzymanych metodą **tradycyjną** (SD) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD) [P3].



Rys. 5. Zdjęcia SEM (pow. 500 \times) cząstek proszków, zawierających 50 i 70% (w s.s., w/w) koncentratu soku z wiśni oraz nośniki: maltodekstrynę (MD) lub mieszanę (1:1, s.s., w/w) maltodekstryny z koncentratem białek serwatkowych (MDWPC), maltodekstryny z serwatką (MDW), maltodekstryny z maślaną (MDBM) oraz z samą serwatką (W), otrzymanych metodą tradycyjną (SD) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD) [P4].



Rys. 6. Wygląd proszków oraz zdjęcia SEM (pow. 1000×) cząstek proszków otrzymanych bez dodatku nośnika z koncentratu soku z **czarnej porzeczki** (BC), pulpy z **mango** (M), koncentratu z **marchwi purpurowej** (PC), z zagęszczonego soku z **kiszzonej kapusty** (S), z pulpy z **mini kiwi** (KB) i z przecieru **pomidorowego** (T) otrzymanych metodą tradycyjną (SD) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD) [P5].

Warto także zwrócić uwagę, że proszki DASDMD75 oraz DASDMP75 wyróżniały się większą porowatością złoza³ niż proszki otrzymane metodą tradycyjną, co było efektem występowania skupisk cząstek utrudniających upakowywanie się złoza. Taka właściwość proszków może przekładać się na zwiększoną podatność na utlenianie w trakcie przechowywania, w wyniku występowanie większej ilości porów wypełnionych powietrzem. Wariant o obniżonej zawartości MD (DASDMD75) charakteryzował się najlepszą sypkością wśród wszystkich proszków, pomimo wysokiej zawartości miodu⁴, co było efektem aglomeracji cząstek. Shishir i wsp. [2014] także zaobserwował poprawę sypkości proszków wraz z obniżeniem temperatury suszenia oraz zawartości nośnika w suszeniu rozpyłowym różowej gujawy (*Psiidium guajava*).

Po stwierdzeniu pozytywnego wpływu osuszonego powietrza na możliwość zmniejszenia dodatku nośnika w proszku z miodem w badaniach przedstawionych w publikacji [P1], w kolejnych badaniach, przedstawionych w [P2], podjęto próbę otrzymania proszków o jeszcze mniejszej zawartości nośnika. Jako materiał badawczy zastosowano melasę z morwy białej, a zawartość nośnika (prebiotycznej N) zmniejszono w zakresie od 50 do 10% (w s.s., w/w). Podobnie jak poprzednio, w celach porównawczych zastosowano także wysokotemperaturową metodę suszenia rozpyłowego. Jednakże, podobnie jak w przypadku miodu, wytworzenie proszków z melasą z morwy białej metodą tradycyjną nie było możliwe z zawartością nośnika poniżej 50% s.s. (w/w). Wynikało to z profilu cukrowego surowca i wysokiej zawartości glukozy (26,14 g/100 g) oraz fruktozy (36,12 g/100 g), które charakteryzują się niskimi wartościami T_g (Tabela 1). W związku z powyższym, zawartość nośnika na poziomie 50% s.s. (w/w) była punktem wyjściowym do wytwarzania proszków z zastosowaniem osuszonego powietrza, a jego zawartość finalnie została zmniejszona do zaledwie 10% s.s. (w/w). Należy podkreślić, że jest to wynik, który do tej pory nie został zaprezentowany w literaturze dla materiału o wysokiej zawartości cukrów prostych. Dostępne dane literaturowe dostarczają informacji o otrzymaniu proszku z miodu rzepakowego oraz spadziowego o zmniejszonej do 20% (w s.s., w/w) zawartości nośnika [Jedlińska i wsp. 2019, Samborska i wsp. 2019b]. Autorzy zaobserwowali bardzo dużą wydajność procesu, powyżej 90%, przy jednocześnie bardzo małej zawartości nośnika, dzięki zastosowaniu osuszonego powietrza oraz obniżeniu temperatury suszenia. Goula i Adamopoulos [2010] wysuszyli koncentrat soku pomarańczowego z zawartością MD jako nośnika zmniejszoną do 20% (w s.s., w/w),

³ $\varepsilon_L = 67,8 \pm 0,8\%$ - DASDMD75 oraz $\varepsilon_L = 60,6 \pm 1,0\%$ - DASDMP75

⁴ $HR = 1,17 \pm 0,02^a$

stosując system osuszania powietrza. Badacze zanotowali także wysoką wydajność procesu suszenia - do 88%.

Wydajność procesu suszenia wariantu o zawartości nośnika zmniejszonej do 10% (w s.s., w/w) wynosiła 64%, co jest niezwykle satysfakcjonującym wynikiem (Tabela 3), chociaż istotnie niższym ($p < 0,05$) od pozostałych wariantów, które charakteryzowały się wydajnością w zakresie od 71,5 do 96,5%. Zmniejszenie zawartości nośnika jako konsekwencja zmniejszenia wilgotności powietrza, nie wpłynęła jednak istotnie na poprawę wydajności procesu suszenia. Samborska i wsp. [2019a] oraz Jedlińska i wsp. [2019] także zastosowali powietrze o zmniejszonej wilgotności w celu otrzymania proszków o wysokiej zawartości cukrów prostych przy zmniejszonej zawartości nośnika. Samborska i wsp. [2019a] uzyskali proszek z miodu rzepakowego o zawartości nośnika zmniejszonej do 20%, przy wysokiej wydajności powyżej 80%. Jedlińska i wsp. [2019] wysuszyli miód rzepakowy oraz spadziowy również o zmniejszonej do 20% zawartości nośnika, notując wydajność dla proszku z miodu spadziowego powyżej 90%.

Morfologia cząstek proszków o zwiększającym się udziale melasy różniła się od proszków o tradycyjnej zawartości nośnika (50% w s.s., w/w), zarówno wytworzonych przy użyciu suszenia konwencjonalnego, jak i z zastosowaniem osuszonego powietrza (SD50, DASD50) (Rys. 3). Im większa była zawartość melasy, tym cząstki miały gładze powierzchnie, co mogło wynikać z plastyfikującego efektu cukrów prostych. Równocześnie, warto zwrócić uwagę na proszek o najmniejszej zawartości nośnika (DASD90), ponieważ wyróżniał się on cząstkami widocznie bardziej posklejanymi oraz połączonymi płynnymi mostkami, co związane było z bardzo dużą zawartością melasy w proszku i wskazywało na podwyższoną kleistość. Podwyższona kleistość została także potwierdzona najniższą wydajnością procesu suszenia, w przeciwieństwie do poprzednich wyników dotyczących suszenia miodu, gdzie proszki o najbardziej zmienionej morfologii (posklejane cząstki) charakteryzowały się wysoką wydajnością. Jednakże, podobna zależność zmienionej morfologii i zmniejszonej wydajności została także zaobserwowana przez Samborską i wsp. [2019a] oraz Samborską i wsp. [2020]. Należy jednak podkreślić, że proszek zawierający tylko 10% nośnika (w s.s., w/w) (DASD90) wykazał mniejszą skłonność do sklejanania niż proszki miodowe zawierające 20% nośnika (w s.s., w/w) otrzymane przez Samborską i wsp. [2019a] oraz Jedlińską i wsp. [2019]. Rozkład wielkości cząstek wszystkich proszków wysuszonych metodą DASD miał węższy zakres (do 100 μm) niż proszku otrzymanego metodą tradycyjną (SD50) (do 300 μm),

co świadczy o łatwiejszym przebiegu procesu suszenia i korzystnym wpływie obniżenia temperatury procesu suszenia w wyniku zmniejszenia wilgotności powietrza suszącego.

Proszek o największej zawartości melasy (DASD90) charakteryzował się największą zawartością wody ($MC = 5,5 \pm 3,2\%^d$), jednakże równocześnie wyróżniał się najmniejszą aktywnością wody ($a_w = 0,133 \pm 0,004^a$), co świadczyło o wystąpieniu wody związanej strukturalnie, a więc niedostępnej dla rozwoju mikroorganizmów. Proszki o zmniejszającym się udziale nośnika różniły się od siebie istotnie pod względem wartości MC - warianty o zawartości 10 oraz 30% nośnika (w s.s., w/w) wyróżniały się największą wartością MC^5 . Większa zawartość melasy w roztworze podawanym do suszenia, czyli większa zawartość cukrów prostych, przyczyniała się do trudniejszego odparowania wody, z powodu tendencji cząstek do sklejania się oraz wiązania wody przez cukry. W wyniku tych zjawisk proszki charakteryzowały się wyższą wartością MC [Goula i Adamopoulos 2008, Bhandari i Hartel 2002]. W przypadku a_w otrzymanych proszków zaobserwowano odwrotną zależność - zmniejszanie wartości tego parametru wraz ze zmniejszeniem zawartości nośnika⁶. Do podobnych obserwacji doszli Samborska i wsp. [2019a], którzy otrzymali proszki z miodu rzepakowego z dodatkiem MD i/lub N. Było to tłumaczone wiążącym działaniem cukrów na cząsteczki wody.

Zanotowano także istotny wpływ zmniejszenia dodatku nośnika na H proszków. Wraz ze zmniejszającym się udziałem N, wzrastała wartość H^7 . Zjawisko to mogło być konsekwencją porowatości proszków, która także zwiększała się z redukcją udziału nośnika. Znacząca porowatość proszków może prowadzić do zwiększonej adsorpcji wody w wyniku większej powierzchni wchłaniania. Kolejną przyczyną mógł być wzrost udziału melasy w proszkach, co spowodowało zwiększenie zawartości cukrów prostych, charakteryzujących się wysoką wartością H . Do podobnych wniosków doszli także Muzaffar i Kumar [2015], Ferrari i wsp. [2012] oraz De Souza i wsp. [2015], pomimo suszenia innych surowców z zastosowaniem wysokiej temperatury oraz innych nośników.

Zwiększenie udziału melasy w otrzymanych proszkach nie pogorszyło ich sypkości⁸. Jedlińska i wsp. [2019] także zanotowali podobne obserwacje w przypadku suszenia

⁵ $MC = 4,9 \pm 1,0\%^{cd}$ - DASD70, $MC = 5,5 \pm 3,2\%^d$ - DASD90

⁶ $a_w = 0,233 \pm 0,006^d$ - DASD50, $a_w = 0,186 \pm 0,009^c$ - DASD60, $a_w = 0,184 \pm 0,009^c$ - DASD70, $a_w = 0,155 \pm 0,005^b$ - DASD80, $a_w = 0,133 \pm 0,004^a$ - DASD90

⁷ $H = 22,7 \pm 0,3\%^a$ - DASD50, $H = 26,1 \pm 0,8\%^b$ - DASD60, $H = 27,9 \pm 0,7\%^c$ - DASD70, $H = 28,6 \pm 2,0\%^{cd}$ - DASD80, $H = 30,1 \pm 0,6\%^d$ - DASD90

⁸ $HR = 1,14 \pm 0,03^a$ - DASD50, $HR = 1,17 \pm 0,09^{ab}$ - DASD60, $HR = 1,19 \pm 0,06^{ab}$ - DASD70, $HR = 1,26 \pm 0,05^b$ - DASD80, $HR = 1,24 \pm 0,08^{ab}$ - DASD90

rozpyłowego miodu z zastosowaniem osuszonego powietrza oraz o zmniejszonej do 20% (w s.s., w/w) zawartości nośnika. Jak wcześniej wspomniano, wraz z redukcją udziału N, porowatość proszków zwiększała się⁹. Było to efektem sklejaną się cząstek w wyniku zwiększającego się udziału melasy w proszkach, co przyczyniło się do utworzenia wielu przestrzeni międzycząsteczkowych wypełnionych powietrzem.

W przypadku parametrów barwy, zaobserwowano istotny wpływ zmniejszającej się zawartości nośnika na jasność otrzymanych proszków¹⁰. De Souza i wsp. [2015] zanotowali taką samą zależność w proszkach z pigmentem, otrzymanych z produktów ubocznych w procesie winifikacji winogron, co wynikało ze zmniejszonego udziału białego nośnika. W badaniach [P2] stwierdzono także wpływ zmniejszonej zawartości nośnika na parametry a^* oraz b^* . Proszki ze zmniejszającym się udziałem N charakteryzowały się większym udziałem barwy czerwonej¹¹ oraz żółtej¹². Daza i wsp. [2016] także stwierdzili wzrost parametru a^* oraz b^* w proszkach z ekstraktu z Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC) w wyniku zmieniającego się rozcieńczenia roztworu.

Kolejnym materiałem testowanym pod kątem możliwości zmniejszenia zawartości nośnika był koncentrat soku z wiśni, wybrany ze względu na, podobnie jak wcześniej, dużą zawartość cukrów prostych, lecz dodatkowo także dużą zawartość kwasów organicznych. Kwasy organiczne zawarte w sokach oraz koncentraty owocowych, takie jak kwas cytrynowy, kwas jabłkowy czy kwas winowy charakteryzują niską wartością T_g , odpowiednio 15,73°C, 11,03°C oraz 20,57°C [Roustapour i wsp. 2006]. W badaniach, przedstawionych w publikacji [P3] jako nośniki zastosowano MD oraz mieszkankę MD z PP w stosunku 1:1 (s.s., w/w). Możliwe było otrzymanie proszków o zawartości nośników zmniejszonej z 50 do 30% (w s.s., w/w) w wyniku zastosowania osuszonego powietrza jako medium suszącego. Zaobserwowano istotny ($p < 0,05$) wpływ zawartości nośnika na wartość T_g - zmniejszenie zawartości nośnika spowodowało obniżenie T_g proszków¹³, co związane było z większym udziałem koncentratu soku z wiśni w proszku (koncentrat charakteryzował się wysoką zawartością glukozy - 40,68% i fruktozy - 30,28%

⁹ $\epsilon_L = 54,5 \pm 1,4\%^a$ - DASD50, $\epsilon_L = 59,2 \pm 3,2\%^{bc}$ - DASD60, $\epsilon_L = 61,3 \pm 1,5\%^{cd}$ - DASD70, $\epsilon_L = 64,7 \pm 1,0\%^{de}$ - DASD80, $\epsilon_L = 68,5 \pm 4,2\%^e$ - DASD90

¹⁰ $L^* = 63,3 \pm 0,4e$ - DASD50, $L^* = 60,5 \pm 0,4d$ - DASD60, $L^* = 56,9 \pm 0,3c$ - DASD70, $L^* = 53,4 \pm 0,4b$ - DASD80, $L^* = 51,2 \pm 0,3a$ - DASD90

¹¹ $a^* = 5,8 \pm 0,2^a$ - DASD50, $a^* = 7,1 \pm 0,2^b$ - DASD60, $a^* = 8,6 \pm 0,3^d$ - DASD70, $a^* = 10,8 \pm 0,3^c$ - DASD80, $a^* = 11,9 \pm 0,1^f$ - DASD90

¹² $b^* = 30,9 \pm 0,4^a$ - DASD50, $b^* = 33,4 \pm 0,7^b$ - DASD60, $b^* = 35,9 \pm 0,5^c$ - DASD70, $b^* = 39,0 \pm 0,5^d$ - DASD80, $b^* = 40,3 \pm 0,2^e$ - DASD90

¹³ $T_g = 21,9 \pm 0,2^\circ C^b$ - DASDMD70 vs $T_g = 44,5 \pm 0,1^f$ - DASDMD50; oraz $T_g = 13,3 \pm 0,1^\circ C^a$ - DASDMDPP70 vs $T_g = 32,3 \pm 0,2^c$ - DASDMDPP50

o niskiej wartości T_g). Wiedza na temat wartości T_g jest niezwykle istotna do wyjaśnienia zjawiska otrzymania sypkich proszków o niskiej zawartości nośnika (30% s.s., w/w), przy jednocześnie niskiej wartości T_g wyprodukowanego proszku, i jej powiązania z wydajnością procesu suszenia. Możliwość otrzymania sypkich proszków przy zastosowanych parametrach oraz dodatku nośnika wynikała ze związku między faktyczną temperaturą cząstek w trakcie suszenia oraz temperaturą, przy której następuje ich sklejenie. Należy podkreślić, że uważa się, że temperatura na powierzchni cząstek w trakcie suszenia osiąga temperaturę 10-20°C niższą niż temperatura na wylocie suszarki (która w czasie suszenia DASD wynosiła 55°C). Dodatkowo, sklejenie się cząstek, które może wystąpić w trakcie suszenia jako efekt przejścia ze stanu szklistego do stanu gumy, zachodzi, gdy temperatura na powierzchni cząstek jest o 10-20°C wyższa niż wartość T_g . Mając na uwadze powyższe założenia, można stwierdzić, że krytyczna temperatura materiału nie została osiągnięta, a więc otrzymano sypkie proszki zarówno w temperaturze 55°C (suszenie DASD) oraz 80°C (suszenie SD) na wylocie. Jednakże, w przypadku tradycyjnego suszenia wysokotemperaturowego (SD) nie było możliwe otrzymanie sypkich proszków o zawartości nośnika mniejszej niż 50% (w s.s., w/w), gdyż w tym przypadku temperatura materiału była powyżej granicznej wartości, umożliwiającej przejście płynnego roztworu w stan amorficzny szklisty.

Tylko kilku badaczy podjęło się w swoich pracach analizy przebiegu procesu suszenia rozpyłowego koncentratów oraz soków wiśniowych. Can Karaca i wsp. [2016] otrzymali proszki wiśniowe metodą tradycyjną SD o zawartości 25, 35,7 oraz 50% koncentratu (w s.s.). Autorzy zaobserwowali wydajność procesu suszenia do 92%, jednakże należy podkreślić, że był to proszek o zawartości aż 75% maltodekstryny (w s.s.) oraz otrzymany w temperaturze powietrza wlotowego 140°C. W publikacji [P3] zanotowano mniejszą (DASDMDPP70) bądź bez istotnej różnicy (DASDMD70) wydajność procesu suszenia w porównaniu do proszków otrzymanych zarówno metodą konwencjonalną oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza o tradycyjnej zawartości nośnika (SDMD50, DASDMD50, SDMDPP50, DASDMDPP50) (Tabela 3). Należy zwrócić uwagę, że koncentrat soku z wiśni ze względu na wysoką zawartość zarówno cukrów prostych, jak i kwasów organicznych o niskiej T_g , może być uznany za materiał trudny do wysuszenia, pomimo obniżenia temperatury suszenia w wyniku aplikacji osuszonego powietrza w przypadku niskiej zawartości takich nośników jak MD oraz mieszanka MD i PP.

Morfologia cząstek proszków o zmniejszonej zawartości nośników nie różniła się

istotnie od wariantów wysuszonych w wysokiej temperaturze o tradycyjnej zawartości nośników (SDMD50, SDMDPP50), a mediana wielkości cząstek D_{50} była nawet istotnie ($p < 0,05$) mniejsza, co dowodzi zasadności zastosowania osuszonego powietrza oraz obniżonej temperatury w suszeniu rozpyłowym tego materiału (Rys. 4). Należy podkreślić, że proszek o najmniejszej zawartości mieszanki MDPP, który charakteryzował się tendencją do sklejaną cząstek, charakteryzował się najmniejszą wydajnością procesu suszenia, co świadczy o najtrudniejszym przebiegu procesu. W przypadku najmniejszego udziału MD w proszku nie zaobserwowano takiej zależności. Ponadto, zanotowano poprawę sypkości (HR) proszków o zredukowanej zawartości nośnika¹⁴ w porównaniu do wariantów o 50-procentowej zawartości nośnika, wysuszonych zarówno w wysokiej, jak i niskiej temperaturze (SDMD50, DASDMD50, SDMDPP50, DASDMDPP50). Walton [2000] stwierdził, że proszki o dużych, sferycznych cząstkach charakteryzują się lepszą sypkością, co potwierdzono w przypadku wariantu DASDMDPP70, wyróżniającego się największą medianą wielkości cząstek D_{50} ($139,7 \pm 8,4 \mu\text{m}^2$). W przypadku zarówno MC ¹⁵, jak i a_w ¹⁶ stwierdzono takie same zależności jak w publikacji [P2]. Zanotowano zwiększenie wartości MC oraz zmniejszenie a_w wraz ze zredukowaną zawartością nośnika. Podobnie jak w proszkach z melasy z morwy białej [P2] mogło to być wynikiem większego udziału zawartości koncentratu o dużej zawartości cukrów prostych w roztworze podawanym do suszenia. Zdolność cukrów prostych do wiązania wody wpłynęła na zwiększenie wartości MC w wariantach o najmniejszym dodatku nośników. Ponadto zanotowano także istotny wpływ zmniejszenia dodatku nośnika na indeks brązowienia (BI). Proszki o największym BI wyróżniały się najmniejszą zawartością nośników¹⁷. Można więc stwierdzić, że zmniejszona zawartość nośnika w wyniku zastosowania osuszonego powietrza nie była wystarczająca, aby zapobiec brązowieniu, pomimo obniżonej temperatury suszenia.

Warto zwrócić uwagę, że proszki wiśniowe o mniejszej zawartości nośnika charakteryzowały się wartością T_g niższą bądź bliską temperatury pokojowej¹⁸. Istotne jest więc, aby proszki były przechowywane w warunkach chłodniczych w szczelnie zamkniętych, barierowych opakowaniach, ponieważ w temperaturze pokojowej może

¹⁴ $HR = 1,16 \pm 0,03^a$ - DASDMD70 oraz $HR = 1,16 \pm 0,03^a$ - DASDMDPP70

¹⁵ $MC = 4,7 \pm 0,6\%^b$ - DASDMD50, $MC = 6,2 \pm 0,5\%^d$ - DASDMD70, $MC = 5,6 \pm 0,6\%^{cd}$ - DASDMDPP50, $MC = 8,4 \pm 0,3\%^e$ - DASDMDPP70

¹⁶ $a_w = 0,188 \pm 0,007^d$ - DASDMD50, $a_w = 0,130 \pm 0,008^b$ - DASDMD70, $a_w = 0,202 \pm 0,007^e$ - DASDMDPP50, $a_w = 0,165 \pm 0,002^c$ - DASDMDPP70

¹⁷ $BI = 74,8 \pm 1,6^d$ - DASDMD70 oraz $BI = 83,8 \pm 1,7^e$ - DASDMDPP70

¹⁸ $T_g = 21,9 \pm 0,2^\circ\text{C}$ - DASDMD70 oraz $T_g = 13,3 \pm 0,1^\circ\text{C}$ - DASDMDPP70

dojść do ich przejścia do postaci gumy i utracenia właściwości sypkiego produktu. Ponadto, adsorbowana w trakcie przechowywania woda może przyczynić się dodatkowo do obniżenia T_g materiału, gdyż woda odgrywa rolę plastyfikatora [Roos 2010].

W kolejnym etapie badań [P4] surowcem ponownie testowanym pod kątem możliwości redukcji zawartości nośnika był koncentrat soku z wiśni, a jako nośniki zastosowano MD, mieszanę MD z WPC, mieszanę MD z W, mieszanę MD z BM w stosunku 1:1 (s.s., w/w) oraz samą serwatkę (W). Możliwe było otrzymanie proszków o zawartości nośników zmniejszonej z 50 do 30% (w s.s., w/w) w wyniku zastosowania metody DASD. W przypadku badania wpływu zmniejszenia dodatku nośnika na wydajność procesu suszenia zanotowano pogorszenie bądź brak istotnej różnicy po zwiększeniu udziału koncentratu w proszku (Tabela 3).

Porównując warianty z tym samym rodzajem nośnika, ale o jego obniżonym udziale, cząstki otrzymanych proszków wykazywały większą tendencję do sklejanania się i tworzenia płynnych mostków oraz konglomeratów (Rys. 5), co świadczyło o trudniejszym przebiegu procesu suszenia. Zmniejszenie dodatku nośnika przyczyniło się do zwiększenia zawartości wody (MC) w otrzymanych proszkach¹⁹. Tak jak w przypadku poprzednich badanych surowców było to efektem zdolności cukrów obecnych w koncentracie do wiązania wody. Z tego samego powodu zaobserwowano także zmniejszenie wartości a_w w wariantach o zwiększonym udziale koncentratu²⁰. W przypadku T_g zanotowano istotne obniżenie tego parametru wraz ze zmniejszaniem dodatku nośnika²¹, co było efektem zwiększonego udziału koncentratu i w efekcie także obecności większej ilości cukrów prostych, które charakteryzują się niską wartością T_g . Zmniejszenie udziału nośnika wpłynęło także na poprawę sypkości proszków (z wyjątkiem wariantu z samą W)²².

W kolejnym etapie badania kontynuowano, zmierzając do eliminacji nośnika.

¹⁹ $MC = 4,4 \pm 0,4\%^c$ - MD50DASD, $MC = 5,9 \pm 0,7\%^d$ - MDWPC50DASD, $MC = 5,9 \pm 0,4\%^d$ - MDW50DASD, $MC = 6,9 \pm 0,1\%^d$ - MDBM50DASD, $MC = 8,0 \pm 0,2\%^e$ - W50DASD, $MC = 6,1 \pm 0,5\%^d$ - MD70DASD, $MC = 8,7 \pm 0,5\%^{ef}$ - MDWPC70DASD, $MC = 8,3 \pm 0,5\%^e$ - MDW70DASD, $MC = 9,4 \pm 0,4\%^f$ - MDBM70DASD, $MC = 9,6 \pm 0,4\%^f$ - W70DASD

²⁰ $a_w = 0,189 \pm 0,004^h$ - MD50DASD, $a_w = 0,206 \pm 0,004^i$ - MDWPC50DASD, $a_w = 0,157 \pm 0,003^f$ - MDW50DASD, $a_w = 0,204 \pm 0,006^i$ - MDBM50DASD, $a_w = 0,141 \pm 0,003^{de}$ - W50DASD, $a_w = 0,136 \pm 0,003^{de}$ - MD70DASD, $a_w = 0,128 \pm 0,003^d$ - MDWPC70DASD, $a_w = 0,095 \pm 0,003^b$ - MDW70DASD, $a_w = 0,172 \pm 0,006^g$ - MDBM70DASD, $a_w = 0,110 \pm 0,004^c$ - W70DASD

²¹ $T_g = 44,4 \pm 0,1^\circ C^j$ - MD50DASD, $T_g = 43,5 \pm 0,1^\circ C^i$ - MDWPC50DASD, $T_g = 43,1 \pm 0,1^\circ C^{hi}$ - MDW50DASD, $T_g = 46,2 \pm 0,0^\circ C^l$ - MDBM50DASD, $T_g = 32,5 \pm 0,0^\circ C^f$ - W50DASD, $T_g = 21,6 \pm 0,1^\circ C^b$ - MD70DASD, $T_g = 28,7 \pm 0,1^\circ C^e$ - MDWPC70DASD, $T_g = 26,8 \pm 0,1^\circ C^c$ - MDW70DASD, $T_g = 21,8 \pm 0,3^\circ C^b$ - MDBM70DASD, $T_g = 17,7 \pm 0,1^\circ C^a$ - W70DASD

²² $HR = 1,24 \pm 0,02^{cd}$ - MD50DASD, $HR = 1,23 \pm 0,02^{cd}$ - MDWPC50DASD, $HR = 1,45 \pm 0,03^{hi}$ - MDW50DASD, $HR = 1,41 \pm 0,03^{sh}$ - MDBM50DASD, $HR = 1,32 \pm 0,02^{ef}$ - W50DASD, $HR = 1,15 \pm 0,02^{ab}$ - MD70DASD, $HR = 1,19 \pm 0,01^{bc}$ - MDWPC70DASD, $HR = 1,37 \pm 0,02^{fg}$ - MDW70DASD, $HR = 1,25 \pm 0,02^d$ - MDBM70DASD, $HR = 1,33 \pm 0,03^{ef}$ - W70DASD

Podjęto próbę wytworzenia proszków składających się wyłącznie z pulp bądź koncentratów owocowych i/lub warzywnych. Wyniki tych badań przedstawiono w publikacji [P5]. W efekcie zastosowania zmniejszonej wilgotności i temperatury powietrza możliwe było otrzymanie proszków całkowicie pozbawionych nośnika z: koncentratu soku z czarnej porzeczki, koncentratu soku z marchwi purpurowej, pulpy z mango, pulpy pomidorowej, pulpy z mini kiwi, zagęszczonego soku z kiszanej kapusty. Natomiast zastosowanie metody tradycyjnej SD doprowadziło do uzyskania proszków bez dodatku nośnika wyłącznie w przypadku pulpy pomidorowej oraz pulpy z mini kiwi. Mogło to wynikać ze składu tych surowców, bogatych w pektyny oraz błonnik pokarmowy [Baranowska-Wójcik i Szwałajgier 2019, Del Valle i wsp. 2006]. Zarówno naturalnie występujące pektyny, jak i błonnik mogły spełnić rolę nośników polisacharydowych. Ich rola jako nośników została zbadana m.in. przez Pieczykolan i Kurek [2019] w mikrokapsułkowaniu antocyjanów z aronii oraz Kaderides i Goula [2019] w mikrokapsułkowaniu związków fenolowych ze skórki grejpfruta. Należy podkreślić, że proszek otrzymany z zagęszczonego soku z kiszanej kapusty jako jedyny wariant nie został poddany dalszym badaniom, ponieważ po opuszczeniu cyklonu przechodził bardzo szybko w stan gumy w temperaturze pokojowej. Otrzymane wyniki stanowią ważny postęp w rozwoju suszenia rozpyłowego surowców o wysokiej zawartości cukrów prostych, ponieważ tylko kilka zespołów badawczych podjęło się badania problemu suszenia proszków bez dodatku nośnika suszarniczego, jednakże badali oni materiały, które nie są uznawane za typowe surowce o wysokiej zawartości cukrów prostych [Chin i wsp. 2008, Goula i wsp. 2021, Pereira i wsp. 2020, Zotarelli i wsp. 2022]. Przykładowo, Chin i wsp. [2008] otrzymali proszek z pulpy z duriana w wyniku tradycyjnego suszenia rozpyłowego w temperaturze 160°C i zaobserwowali 99-procentowe straty związków lotnych. Goula i Adamopoulos [2004] zbadali suszenie rozpyłowe pulpy pomidorowej w temperaturze powietrza wlotowego 110-140°C metodą tradycyjną oraz z systemem osuszonego powietrza i stwierdzili, że w obu metodach wraz ze zwiększeniem stężenia roztworu zwiększała się wielkość cząstek otrzymanego proszku. Jedlińska i wsp. [2021] uzyskali proszek z pulpy z buraka z zastosowaniem osuszonego powietrza w temperaturze powietrza wlotowego 90 i 130°C. Autorzy podali, że wydajność procesu suszenia w przypadku wariantu otrzymanego w temperaturze 130°C była powyżej 90%.

Jak wcześniej wspomniano, suszenie rozpyłowe w skali laboratoryjnej można uznać za satysfakcjonujące, jeśli uzyskuje się wydajność procesu powyżej 50%. Zgodnie z tym

stwierdzeniem wydajności proszków otrzymanych z koncentratu z marchwi purpurowej ($60,9 \pm 1,7\%$ dla PC/DASD) oraz z czarnej porzeczki ($73,7 \pm 6,7\%$ dla BC/DASD) mogą zostać uznane za akceptowalne (Tabela 3). Jednakże, warto podkreślić, że pomimo niskich wydajności pozostałych wariantów ($< 48\%$), możliwe było uzyskanie sypkich proszków bez dodatku nośnika, co jest istotnym osiągnięciem w suszeniu rozpyłowym. Demircan i Velioglu [2023] wysuszyli rozpyłowo puree z marchwi purpurowej metodą tradycyjną z MD jako nośnikiem i zanotowali wydajności od 82,59 do 97,14%. Należy jednak podkreślić, że autorzy zastosowali 15-35-procentowy dodatek nośnika, inne parametry suszenia ($170-190^{\circ}\text{C}$) oraz surowiec w postaci puree, a więc zawierający także błonnik, który mógł ułatwić przebieg procesu suszenia.

Cząstki proszku z koncentratu z czarnej porzeczki (BC/DASD) istotnie wyróżniały się swoją morfologią wśród innych proszków - były mniej sferyczne i łączyły się w skupiska przez płynne mostki, tworząc konglomeraty (Rys. 6). Można więc na tej podstawie uznać, że przebieg procesu suszenia tego surowca był trudniejszy niż pozostałych proszków. Z drugiej jednak strony, wariant ten wyróżniał się najwyższą wydajnością suszenia, co świadczy o łatwiejszym przebiegu procesu. W związku z powyższym, prawdopodobną przyczyną wyższej wydajności był większy rozmiar cząstek ($D_{50} = 68,0 \pm 1,3 \mu\text{m}^2$), który przyczynił się do poprawy wydajności cyklonu. Proszek ten wyróżniał się także bimodalnym oraz najszerszym rozkładem wielkości cząstek, co było wynikiem tendencji do sklejaniania się cząstek, jednak jednocześnie przyczyniło się, jak wcześniej wyjaśniono, do poprawy wydajności procesu suszenia. Wariant otrzymany z pulpy z mango (M/DASD) charakteryzował się cząstkami o małej średniej średnicy ($D_{50} = 23,7 \pm 1,3 \mu\text{m}^2$), co było wartością znacząco mniejszą niż dane przedstawiane w literaturze. Zotarelli i wsp. [2017] także wysuszyli rozpyłowo pulpę z mango bez dodatku nośników, jednakże metodą tradycyjną i zanotowali wartość D_{50} równa $198 \mu\text{m}$. W związku z powyższym można stwierdzić, że suszenie metodą DASD ma korzystny wpływ na zmniejszenie rozmiaru cząstek proszku z pulpy z mango, a więc na ułatwienie przebiegu procesu suszenia. Warianty otrzymane z koncentratu z czarnej porzeczki (BC/DASD) oraz z marchwi purpurowej charakteryzowały się jednymi z najwyższych zawartości wody²³, co prawdopodobnie wynikało z dużej zawartości w surowcach glukozy oraz fruktozy. Jak wcześniej wyjaśniono, efektywność suszenia obniża się w wyniku zdolności cukrów do wiązania wody oraz większej tendencji do sklejaniania się materiału

²³ $MC = 14,5 \pm 1,7\%^b$ - BC/DASD, $MC = 13,6 \pm 0,3\%^b$ - PC/DASD

z powodu wysokiej zawartości cukrów prostych, co przyczynia się do trudniejszego odparowania wody, a więc w konsekwencji powoduje otrzymanie proszków o większej wartości *MC*. Zotarelli i wsp. [2017] oznaczyli zawartość wody w proszku z pulpy z mango na poziomie 1,5%, co było wartością mniejszą niż w uzyskana w niniejszych badaniach [P4]²⁴. Należy mieć jednak na uwadze, że autorzy, pomimo że otrzymali proszek również bez dodatku nośnika, otrzymali go metodą wysokotemperaturową.

W przypadku sypkości proszków stwierdzono, że najlepszą sypkością charakteryzował się proszek otrzymany z koncentratu z czarnej porzeczki (BC/DASD), przy jednocześnie największym rozmiarze cząstek ($HR = 1,21 \pm 0,04^d$). Jak wcześniej wspomniano, duże wymiary cząstek mogą świadczyć o problematycznym przebiegu procesu suszenia, jednakże mogą także przyczyniać się do poprawy wydajności czy sypkości proszków, co także stwierdzono w publikacjach [P1] oraz [P3].

Należy także zwrócić uwagę na rozpuszczalność otrzymanych proszków. Rozpuszczalność (WSI) proszku z pulpy z mango (M/DASD) wyniosła $95,5 \pm 2,1\%^a$, co było wartością większą niż te zaprezentowane w literaturze. Zotarelli i wsp. [2022] podali, że rozpuszczalność proszków z pulpy z mango z dodatkiem MD lub bez, wysuszonych metodą tradycyjną (150°C), wynosiła odpowiednio 77,2 oraz 78,6%. W związku z tym, należy podkreślić istotny wpływ zastosowania metody DASD w produkcji proszków o bardzo dobrej rozpuszczalności, przy jednoczesnym zagwarantowaniu „czystej etykiety”.

Porównując proszki, które zostały otrzymane dwoma metodami, warto zwrócić uwagę na korzystny wpływ zmniejszenia wilgotności i temperatury powietrza suszącego. Proszki DASD z pulpy pomidorowej oraz pulpy z mini kiwi (T/DASD i KB/DASD) charakteryzowały się mniej sklejonymi cząstkami niż odpowiadające im warianty otrzymane metodą wysokotemperaturową (T/SD, KB/SD) (Rys. 6). Ponadto, proszki otrzymane metodą DASD były istotnie mniej higroskopijne²⁵, co także potwierdza zasadność aplikacji osuszonego powietrza w celu poprawy właściwości produktu. Tak jak w przypadku publikacji [P2] oraz [P3], zaobserwowano wysoką zawartość wody (*MC* powyżej 5,3%) w otrzymanych proszkach (z wyjątkiem wariantu KB/SD o $MC = 3,8 \pm 0,2\%^d$), jednakże a_w zanotowano poniżej granicznej, bezpiecznej wartości 0,2, co świadczyło o obecności wody związanej strukturalnie. Należy także podkreślić,

²⁴ $MC = 5,3 \pm 0,3\%^c$ - M/DASD

²⁵ $H = 25,1 \pm 0,6\%^f$ - KB/DASD, $H = 36,3 \pm 0,5\%^b$ - T/DASD, $H = 26,1 \pm 0,9\%^e$ - KB/SD, $H = 37,9 \pm 0,2\%^a$ - T/SD

że osuszenie powietrza pozytywnie wpłynęło na sypkość proszku z pulpy pomidorowej w porównaniu do metody tradycyjnej²⁶. Ponadto zauważono, że obniżenie temperatury suszenia w przypadku proszku z pulpy z mini kiwi spowodowało otrzymanie produktu o większym udziale barwy zielonej niż w przypadku proszku uzyskanego metodą tradycyjną²⁷, co świadczyło o lepszym zachowaniu termolabilnych chlorofili odpowiedzialnych za zieloną barwę owoców [Lawes 1989].

Reasumując, uzyskane wyniki, przedstawione we wszystkich publikacjach, pozwoliły na **potwierdzenie hipotezy badawczej H1** mówiącej, że suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, poprzez obniżenie temperatury suszenia, pozwala na zmniejszenie dodatku nośnika suszarniczego, a także w niektórych przypadkach jego eliminację. Jednocześnie należy podkreślić, że wydajność procesu suszenia w niskiej temperaturze przy zredukowanej zawartości nośnika była najczęściej większa niż procesu prowadzonego metodą tradycyjną. Ponadto, właściwości fizyczne proszków o zmniejszonej zawartości nośnika były także w większości przypadków akceptowalne, a w niektórych przypadkach lepsze niż proszków „standardowych”. Jednak zmniejszanie udziału nośnika najczęściej powodowało zwiększenie zawartości wody, wynikające z większej zawartości surowca, a więc cukrów prostych w suszonym roztworze, ale przy jednocześnie niskiej aktywności wody, świadczącej o stabilności produktu.

5.2. Badanie możliwości zmniejszenia efektu „stickiness”, poprawy wydajności procesu suszenia oraz właściwości fizykochemicznych proszków o standardowej zawartości nośnika w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w czasie suszenia rozpyłowego

Weryfikacja hipotezy H2: Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, poprzez obniżenie temperatury suszenia, pozwala na zmniejszenie efektu „stickiness” i poprawę wydajności suszenia oraz właściwości fizykochemicznych proszków o standardowej zawartości nośnika.

Celem tej części pracy było zbadanie możliwości obniżenia efektu „stickiness”, poprawy wydajności procesu suszenia oraz właściwości fizykochemicznych proszków o standardowej zawartości nośnika na poziomie 50% (w s.s., w/w) w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w czasie suszenia rozpyłowego. Wyniki badań wykonanych w celu

²⁶ $HR = 1,29 \pm 0,05^{cd} - T/DASD$, $HR = 1,47 \pm 0,06^a - T/SD$

²⁷ $a^* = -8,8 \pm 0,4^f - KB/DASD$, $a^* = -7,3 \pm 0,3^e - KB/SD$

weryfikacji tej hipotezy zaprezentowano w publikacjach [P1], [P2], [P3] i [P4]. Jak wcześniej wspomniano (w punkcie 4.1.), suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza pozwala na obniżenie temperatury procesu suszenia, a przez to możliwe jest zmniejszenie zawartości nośnika lub w niektórych przypadkach jego eliminacja. Natomiast w tej części pracy skupiono się na porównaniu wpływu zmniejszenia temperatury suszenia na przebieg suszenia roztworów miodu gryczanego, melasy z morwy białej oraz koncentratu soku z wiśni o standardowej zawartości nośnika na poziomie 50% (w s.s., w/w). Takie roztwory są możliwe do wysuszenia zarówno metodą tradycyjną SD, jak i innowacyjnym sposobem DASD. Jednakże, w przypadku suszenia SD obserwowana jest znaczna „kleistość”, objawiająca się obniżoną wydajnością suszenia, zmienioną morfologią cząstek. A zatem, obniżenie temperatury suszenia jest przesłanką pozwalającą przypuszczać, że wydajność suszenia może zostać podwyższona, a właściwości fizykochemiczne proszków poprawione, w wyniku m.in. obniżenia ryzyka wystąpienia lub zmniejszenia intensywności efektu „stickiness”.

W badaniach przedstawionych w publikacji [P1] hipotezę **H2** weryfikowano na przykładzie suszenia roztworów miodu gryczanego. Zaobserwowano istotną poprawę wydajności procesu suszenia w przypadku zastosowania osuszonego powietrza oraz MD jako nośnika (DASDMD50) w porównaniu do proszku otrzymanego metodą tradycyjną (SDMD50) (Tabela 3). Jednocześnie, pod względem morfologii cząstek, wariant wysuszony metodą SD w wysokiej temperaturze (SDMD50) znacząco różnił się od wariantu otrzymanego w niskiej temperaturze – cząstki były wyraźnie większe i nieregularne, co świadczy o najtrudniejszym przebiegu procesu suszenia związanym z większą tendencją do sklejania się cząstek, spowodowaną niską wartością T_g [Samborska i wsp. 2020] (Rys. 2). Wynik ten został także potwierdzony najmniejszą wydajnością procesu suszenia proszku SDMD50, co potwierdza zasadność zastosowania osuszonego powietrza w celu poprawy właściwości fizykochemicznych proszków, także przy standardowej 50% zawartości nośnika suszarniczego.

Obniżenie temperatury suszenia w przypadku zastosowania jako nośnika MP (DASDMP50) nie miało wpływu na poprawę wydajności. Nie zaobserwowano również w tym przypadku wpływu zmniejszenia wilgotności powietrza na wielkość cząstek (D_{50}). Może to świadczyć o korzystnych właściwościach MP jako nośnika, nawet w wariacie suszenia wysokotemperaturowego, a zatem po obniżeniu temperatury nie zanotowano istotnej poprawy wydajności.

Obniżenie temperatury suszenia w wyniku osuszenia powietrza spowodowało otrzymanie proszków o istotnie niższej porowatości złoża²⁸ w porównaniu do proszków otrzymanych metodą tradycyjną w przypadku proszków o standardowej zawartości nośnika²⁹, co może wpływać na obniżoną degradację związków bioaktywnych w wyniku utleniania jako efekt mniejszej ilości porów międzycząsteczkowych wypełnionych powietrzem. Proszki otrzymane metodą tradycyjną³⁰ charakteryzowały się jednak mniejszą zawartością wody *MC* niż warianty o tym samym dodatku nośnika otrzymane w niskiej temperaturze³¹, co było efektem wyższej temperatury w czasie suszenia SD. Jednakże, zanotowane wartości *MC*, również w przypadku wariantów DASD, były zgodne z danymi literaturowymi, dotyczącymi proszków miodowych. Przykładowo, Shi i wsp. [2013] zaobserwowali *MC* proszków miodowych wyprodukowanych metodą tradycyjną w temperaturze 150°C w przedziale od 3,1 ± 0,5 do 5,0 ± 0,9%. Według danych literaturowych proszki mogą być uznane za stabilnie mikrobiologicznie, jeśli ich *MC* wynosi 5-6% [Tkacz i wsp. 2020, Čakarević i wsp. 2020], co oznacza, że otrzymane proszki miodowe można za takie uznać.

Warianty, które zostały otrzymane w wysokiej temperaturze były ciemniejsze³², wyróżniały się większym udziałem barwy czerwonej³³ oraz żółtej³⁴ w porównaniu do proszków otrzymanych metodą DASD³⁵. Świadczy to o powstaniu produktów reakcji Maillard'a w wyniku brązowienia jako efekt działania wysokiej temperatury.

W publikacji [P2] przedstawiono wyniki związane z suszeniem melasy z morwy białej. Podobnie jak w przypadku miodu, również porównywano wydajność suszenia oraz właściwości proszków otrzymanych ze standardowym poziomem zawartości nośnika 50% (w s.s., w/w) dwoma metodami - SD oraz DASD. Dzięki obniżeniu temperatury suszenia w metodzie DASD zaobserwowano wyższą wydajność suszenia w porównaniu do proszku otrzymanego metodą SD, co było konsekwencją zmniejszenia ryzyka wystąpienia efektu „stickiness” (Tabela 3). Na podstawie zdjęć SEM cząstek proszków oraz mediany wielkości cząstek *D*₅₀ można zauważyć, że cząstki proszku DASD w wyniku obniżenia temperatury suszenia wyróżniały się istotnie (*p* < 0,05) mniejszymi, bardziej

²⁸ $\epsilon_L = 56,6 \pm 0,6\%^b$ - DASDMD50 oraz $\epsilon_L = 50,5 \pm 0,6\%^a$ - DASDMP50

²⁹ $\epsilon_L = 63,3 \pm 0,8\%^d$ - SDMD50 oraz $\epsilon_L = 59,9 \pm 0,8\%^c$ - SDMP50

³⁰ $MC = 0,9 \pm 0,2\%^a$ - SDMD50 oraz $MC = 3,3 \pm 0,3\%^d$ - SDMP50

³¹ $MC = 2,8 \pm 0,3\%^c$ - DASDMD50 oraz $MC = 5,0 \pm 0,5\%^e$ - DASDMP50

³² $L^* = 83,7 \pm 0,3\%^c$ - SDMD50 oraz $L^* = 79,8 \pm 0,1\%^a$ - SDMP50

³³ $a^* = 0,6 \pm 0,1\%^e$ - SDMD50 oraz $a^* = 0,6 \pm 0,1\%^e$ - SDMP50

³⁴ $b^* = 13,7 \pm 0,3\%^b$ - SDMD50 oraz $b^* = 23,8 \pm 0,9\%^f$ - SDMP50

³⁵ $L^* = 86,7 \pm 0,35\%^f$ - DASDMD50 oraz $L^* = 84,9 \pm 0,3\%^e$ - DASDMP50; $a^* = 0,0 \pm 0,0\%^b$ - DASDMD50 oraz $a^* = -0,5 \pm 0,1\%^a$ - DASDMP50; $b^* = 10,4 \pm 0,4\%^a$ - DASDMD50 oraz $b^* = 15,8 \pm 0,4\%^d$ - DASDMP50

kulistymi i gładkimi cząstkami ($D_{50} = 21,7 \pm 1,4 \mu\text{m}^a$ dla DASD50) niż cząstki proszku otrzymanego metodą SD ($D_{50} = 54,4 \pm 1,7 \mu\text{m}^c$ dla SD50) (Rys. 3). Szybkie odparowanie wody, wynikające z wysokiej temperatury suszenia w metodzie konwencjonalnej (SD50), mogło spowodować utworzenie się struktury cząstek na samym początku procesu, zapobiegając ich kurczeniu się. Mniejsze wymiary cząstek w proszku otrzymanym w niskiej temperaturze suszenia (DASD50) świadczyły o mniej problematycznym przebiegu procesu suszenia w wyniku zmniejszenia efektu „stickiness”, co także potwierdzono wyższą wydajnością procesu suszenia. Jedlińska i wsp. [2019] także zaobserwowali cząstki o nieregularnym kształcie w proszkach z miodu rzepakowego oraz spadziowego, otrzymanych metodą tradycyjną. Tonon i wsp. [2008] również stwierdzili, że niższa temperatura suszenia prowadzi do otrzymania proszków o mniejszych cząstkach w suszeniu rozpyłowym proszku z acai (*Euterpe oleraceae* Mart.). Ponadto, proszek wyprodukowany metodą DASD cechował się istotnie ($p < 0,05$) większą zawartością wody ($MC = 4,2 \pm 0,7\%^{bc}$) oraz mniejszą higroskopijnością ($H = 22,7 \pm 0,3\%^a$ dla DASD50) niż proszek o tej samej zawartości nośnika, otrzymany metodą wysokotemperaturową SD ($MC = 1,3 \pm 0,7\%^a$, $H = 26,1 \pm 0,3\%^b$ dla SD50), co ponownie świadczy o pozytywnym wpływie wybranej metody suszenia. Proszki różniły się między sobą istotnie ($p < 0,05$) również parametrami barwy w zależności od zastosowanej metody suszenia, podobnie jak w przypadku proszków z miodem gryczanym w publikacji [P1]. Wariant wysokotemperaturowy był ciemniejszy, bardziej czerwony oraz bardziej żółty³⁶ w porównaniu do proszku wysuszonego w niskiej temperaturze o tej samej zawartości nośnika³⁷. Ciemniejsza barwa proszku SD50 spowodowana była brązowieniem w wyniku działania wysokiej temperatury oraz powstaniem produktów reakcji Maillard’a. Podobne zjawisko zaobserwowali Quek i wsp. [2007] oraz Baysan i wsp. [2019] w suszeniu rozpyłowym soku z arbuza oraz w procesie mikrokapsułkowania propolisu.

W publikacji [P3] hipoteza **H2** weryfikowana była na przykładzie koncentratu soku z wiśni suszonego z MD oraz mieszanką MDPP. Pozytywny efekt zastosowania osuszonego powietrza został zaobserwowany w przypadku wydajności procesu suszenia. Proszki o takiej samej 50% (w s.s., w/w) zawartości nośnika (SDMD50 i DASDMD50, SDMDPP50 i DASDMDPP50), ale wysuszone dwoma metodami charakteryzowały się istotnie większymi wydajnościami wariantów DASD (Tabela 3). Obniżenie temperatury suszenia pozwoliło na zmniejszenie występowania zjawiska sklejanego cząstek (tzw. efekt

³⁶ $L^* = 56,8 \pm 0,6^c$; $a^* = 7,9 \pm 0,2^c$; $b^* = 33,6 \pm 0,6^b$ - SD50

³⁷ $L^* = 63,3 \pm 0,4^e$; $a^* = 5,8 \pm 0,2^a$; $b^* = 30,9 \pm 0,4^a$ - DASD50

„stickiness”). Zmniejszenie wilgotności powietrza suszącego umożliwiło także zmniejszenie mediany wielkości cząstek D_{50} w przypadku zarówno zastosowania samej MD³⁸, jak i mieszanki MDPP³⁹, co świadczy o pozytywnym wpływie osuszenia powietrza na ułatwienie przebiegu procesu suszenia oraz ponownie o zmniejszeniu efektu „stickiness”. Moghaddam i wsp. [2017] otrzymali proszki z koncentratu soku wiśniowego, które charakteryzowały się cząstkami o wymiarach 1-6 μm , natomiast nie zaobserwowali wpływu temperatury na średnicę cząstek. Warto jednak podkreślić, że autorzy suszyli proszki w temperaturach powietrza wlotowego 100-140°C oraz wyłącznie z MD jako nośnikiem na poziomie 30-50% (w/w). Sarabandi i wsp. [2017] zanotowali natomiast wartości D_{50} w przedziale od 42,65 do 57,88 μm w przypadku proszków wiśniowych otrzymanych metodą tradycyjną w temperaturze powietrza wlotowego 170°C z 50% zawartością nośnika (w s.s., mieszanina MD oraz gumy arabskiej w różnym stosunku). Należy więc podkreślić, że otrzymane wyniki, odnoszące się do proszków z MD, uzasadniają korzystny wpływ obniżenia temperatury suszenia na wielkość cząstek proszku. Zanotowano także, podobnie jak w przypadku publikacji [P2], wpływ temperatury procesu suszenia na wartość MC w otrzymanych proszkach – warianty wysuszone metodą tradycyjną SD wyróżniały się mniejszą MC ⁴⁰ niż proszki otrzymane z zastosowaniem osuszonego powietrza⁴¹, co było oczywistym efektem wyższej temperatury suszenia. Ponownie, jak w przypadku poprzednich publikacji, H proszków wysuszonych w niższej temperaturze była istotnie ($p < 0,05$) mniejsza⁴² niż w przypadku wariantów otrzymanych w wysokiej temperaturze⁴³. Dane literaturowe dostarczają informacji o większej higroskopijności proszków wiśniowych. Sarabandi i wsp. [2017] zaobserwowali H na poziomie od 19,06 do 25,13%, a Moghaddam i wsp. [2017] zanotowali wartości od 19,0 do 30,1%. Proszki o H powyżej 20% uznawane są za proszki o wysokiej higroskopijności, a więc można stwierdzić, że zmniejszenie wilgotności powietrza miało korzystny wpływ na poprawę higroskopijności proszków i zwiększenie ich stabilności przechowalniczej. Zanotowano także zmniejszenie porowatości złoża wariantu otrzymanego z zastosowaniem osuszonego powietrza oraz z MD jako nośnikiem ($\varepsilon_L = 62,5 \pm 2,8\%$ ^c dla DASDMD50) w porównaniu do proszku wysuszonego metodą wysokotemperaturową

³⁸ $D_{50} = 67,8 \pm 4,2 \mu\text{m}^d$ - SDMD50 oraz $D_{50} = 23,9 \pm 0,9 \mu\text{m}^a$ - DASDMD50

³⁹ $D_{50} = 176,2 \pm 6,7 \mu\text{m}^f$ - SDMDPP50 oraz $D_{50} = 51,2 \pm 4,4 \mu\text{m}^c$ - DASDMDPP50

⁴⁰ $MC = 3,3 \pm 0,3\%^a$ - SDMD50 oraz $MC = 5,3 \pm 0,1\%^{bc}$ - SDMDPP50

⁴¹ $MC = 4,7 \pm 0,6\%^b$ - DASDMD50 oraz $MC = 5,3 \pm 0,1\%^{cd}$ - DASDMDPP50

⁴² $H = 8,9 \pm 0,5\%^a$ - DASDMD50 oraz $H = 8,6 \pm 0,5\%^a$ - DASDMDPP50

⁴³ $H = 18,2 \pm 0,6\%^c$ - SDMD50 oraz $H = 18,0 \pm 0,3\%^c$ - SDMDPP50

($\varepsilon_L = 68,9 \pm 1,4\%^d$ dla SDMD50). Wynikało to z poprawionej morfologii cząstek i mniejszej ilości zlepień cząstek, utrudniających upakowanie złoża. Nie zaobserwowano jednakże istotnego wpływu osuszania powietrza na ten parametr w przypadku mieszanki MDPP (SDMDPP50 oraz DASDMDPP50). Podobnie jak w publikacjach [P1] oraz [P2], zaobserwowano jaśniejszą barwę proszków, otrzymanych w niskiej temperaturze suszenia dzięki zastosowaniu osuszonego powietrza⁴⁴, niż uzyskanych w wysokiej temperaturze suszenia⁴⁵.

W [P4] hipoteza H2 weryfikowana była ponownie na przykładzie suszenia koncentratu soku z wiśni z MD (maltodekstryna) oraz mieszanką MD z WPC (koncentrat białek serwatkowych), mieszanką MD z W (serwatka), mieszanką MD z BM (maślanka) oraz samą W. W zależności od zastosowanego nośnika zaobserwowano poprawę (MDW50 oraz MDBM50) bądź brak istotnej różnicy w wydajności suszenia metodą tradycyjną oraz DASD przy tej samej zawartości nośnika 50% (w s.s., w/w) (Tabela 3). Porównując morfologię cząstek otrzymanych proszków (Rys. 5), można zaobserwować, że w wariantach 50DASD cząstki były mniejsze, o bardziej regularnym kształcie i nie tworzyły skupisk. Można więc stwierdzić, że przebieg procesu suszenia był łatwiejszy niż w przypadku proszków wysuszonych metodą SD. W przypadku MC zanotowano większe wartości w przypadku wariantów otrzymanych metodą DASD w porównaniu do suszenia konwencjonalnego⁴⁶, co było wynikiem mniejszej efektywności odparowywania wody. Jednocześnie, tak jak w przypadku poprzednich badań, zaobserwowano a_w poniżej wartości 0,2⁴⁷, co świadczyło ponownie o obecności wody związanej strukturalnie, w więc niedostępnej dla rozwoju mikroorganizmów. Porównując wartości T_g między wariantami otrzymanymi metodą tradycyjną a DASD, zanotowano korzystny wpływ obniżenia temperatury suszenia - proszki wysuszone w niższej temperaturze charakteryzowały się większymi T_g niż warianty tradycyjne⁴⁸.

⁴⁴ $L^* = 44,9 \pm 0,9^e$ - DASDMD50 oraz $L^* = 38,5 \pm 0,7^d$ - DASDMDPP50

⁴⁵ $L^* = 39,0 \pm 0,6^d$ - SDMD50 oraz $L^* = 28,2 \pm 0,2^a$ - SDMDPP50

⁴⁶ $MC = 3,3 \pm 0,3\%^{ab}$ - MD50SD, $MC = 3,8 \pm 0,2\%^{bc}$ - MDWPC50SD, $MC = 2,3 \pm 0,2^a$ - MDW50SD, $MC = 3,7 \pm 0,2\%^{bc}$ - MDBM50SD, $MC = 4,6 \pm 0,3\%^c$ - W50SD, $MC = 4,4 \pm 0,4\%^c$ - MD50DASD, $MC = 5,9 \pm 0,7\%^d$ - MDWPC50DASD, $MC = 5,9 \pm 0,4\%^d$ - MDW50DASD, $MC = 6,9 \pm 0,1\%^d$ - MDBM50DASD, $MC = 8,0 \pm 0,2\%^e$ - W50DASD

⁴⁷ $a_w = 0,113 \pm 0,003^c$ - MD50SD, $a_w = 0,056 \pm 0,002^a$ - MDWPC50SD, $a_w = 0,105 \pm 0,001^{bc}$ - MDW50SD, $a_w = 0,116 \pm 0,004^c$ - MDBM50SD, $a_w = 0,129 \pm 0,003^{de}$ - W50SD, $a_w = 0,189 \pm 0,004^h$ - MD50DASD, $a_w = 0,206 \pm 0,004^i$ - MDWPC50DASD, $a_w = 0,157 \pm 0,003^f$ - MDW50DASD, $a_w = 0,204 \pm 0,006^i$ - MDBM50DASD, $a_w = 0,141 \pm 0,003^{de}$ - W50DASD

⁴⁸ $T_g = 41,5 \pm 0,1^{\circ C^g}$ - MD50SD, $T_g = 45,2 \pm 0,1^{\circ C^k}$ - MDWPC50SD, $T_g = 41,0 \pm 0,1^{\circ C^g}$ - MDW50SD, $T_g = 42,7 \pm 0,1^{\circ C^h}$ - MDBM50SD, $T_g = 28,0 \pm 0,1^{\circ C^d}$ - W50SD, $T_g = 44,4 \pm 0,1^{\circ C^j}$ - MD50DASD, $T_g = 43,5 \pm 0,1^{\circ C^i}$ - MDWPC50DASD, $T_g = 43,1 \pm 0,1^{\circ C^{hi}}$ - MDW50DASD, $T_g = 46,2 \pm 0,0^{\circ C^l}$ - MDBM50DASD, $T_g = 32,5 \pm 0,0^{\circ C^f}$ - W50DASD

Wyniki przedstawione w publikacjach [P1], [P2], [P3] i [P4] pozwoliły na potwierdzenie hipotezy badawczej H2 mówiącej, że suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, poprzez obniżenie temperatury suszenia, pozwala na zmniejszenie efektu „stickiness” i poprawę wydajności suszenia oraz niektórych właściwości fizykochemicznych proszków o standardowej zawartości nośnika.

5.3. Badanie możliwości poprawy sprawności cieplnej suszenia w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w czasie suszenia rozpyłowego

Weryfikacja hipotezy H3: Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem suszonego powietrza pozwala na poprawę sprawności cieplnej suszenia.

W tym etapie badań celem było zbadanie możliwości poprawy sprawności cieplnej suszenia rozpyłowego w wyniku zastosowania osuszonego powietrza. Wyniki weryfikujące tę hipotezę zaprezentowano w publikacji [P1], dotyczącej suszenia roztworów z miodem gryczanym. Badania prowadzone do tej pory przez innych badaczy na temat zastosowania osuszonego powietrza w suszeniu rozpyłowym ograniczały się głównie do analizy wydajności procesu suszenia oraz właściwości otrzymanych proszków. W związku z powyższym uznano za niezbędne zbadanie procesu pod kątem zużycia energii oraz sprawności energetycznej, jako istotnego aspektu ekonomicznego suszenia rozpyłowego. Bhandari [2008] w swojej pracy stwierdził, że tradycyjne suszenie rozpyłowe w skali przemysłowej zużywa nawet do 5 MJ/kg odparowanej wody, jednocześnie podkreślając, że ta metoda suszenia nie jest metodą ekonomiczną w porównaniu do innych technik konwekcyjnych, jednakże pozwala, m.in. na wysuszenie materiałów termolabilnych, będąc metodą mniej energochłonną niż liofilizacja. W publikacji [P1] zbadano zarówno zużycie energii (Q), jak i właściwe zużycie ciepła (E_s) i zauważono, że wartości obu wielkości zwiększyły się w wyniku zastosowania osuszonego powietrza, co było efektem zastosowania dodatkowej aparatury - osuszacza powietrza (Tabela 4). Baker i McKenzie [2005] stwierdzili, że średnia wartość E_s dla suszarek przemysłowych wynosi od 3 do 20 MJ/kg wody, natomiast dla suszarek półtechnicznych oraz laboratoryjnych może zwiększyć się nawet pięciokrotnie, co potwierdzono w publikacji [P1]. Należy jednak podkreślić, że możliwa jest poprawa E_s , jeśli zwiększona zostanie szybkość podawania, ponieważ ta sama dostarczona energia zostanie wykorzystana na odparowanie większej ilości wody. Jednakże, Jedlińska i wsp. [2019]

oraz Samborska i wsp. [2020] w swoich pracach dotyczących suszenia rozpyłowego z zastosowaniem osuszonego powietrza zwróciły uwagę, że niskie temperatury suszenia wymagają niskiej szybkości podawania roztworu, aby zapewnić efektywne odparowanie wody. Sprawność cieplna procesu suszenia (η) roztworów miodu gryczanego wyniosła od $5,7 \pm 0,0$ do $10,5 \pm 1,2\%$ (Tabela 2). Zauważono istotny ($p < 0,05$) wpływ metody suszenia – pogorszenie η w wariantach DASD z zastosowaniem osuszonego powietrza. Otrzymane wyniki nie potwierdzają wniosków Aghbashlo i wsp. [2012] oraz Julklang i Golman [2015], mówiących, że η zwiększa się wraz ze wzrostem temperatury. Należy mieć jednak na uwadze, że poprzednie badania nie uwzględniały dodatkowej jednostki osuszającej powietrze. Na podstawie otrzymanych wyników można stwierdzić, że aplikacja osuszonego powietrza w suszeniu rozpyłowym na skalę przemysłową powinna być dokładnie przemyślana ze względu na niską sprawność cieplną procesu, przy jednoczesnym wzięciu pod uwagę potencjalnych korzyści, jak np.: zmniejszenie zawartości nośnika suszarniczego, obniżenie temperatury procesu suszenia zwłaszcza w przypadku materiałów termolabilnych, czy poprawa wydajności procesu suszenia.

Wyniki przedstawione w publikacji [P1] **nie potwierdziły** hipotezy badawczej **H3** mówiącej, że suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza pozwala na poprawę sprawności cieplnej suszenia.

Tabela 4. Zużycie energii (Q), właściwe zużycie ciepła (E_s), sprawność cieplna (η) suszenia proszków miodowych metodą tradycyjną (SD) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD) z maltodekstryną (MD) oraz odtłuszczonym MP (MP) jako nośnikami.

| | SDMD50 | DASDMD50 | DASDMD75 | SDMP50 | DASDMP50 | DASDMP75 |
|--|---------------------|------------------|------------------|--------------------|---------------------|------------------|
| Q [kW] | $3,4 \pm 0,0^a$ | $7,3 \pm 0,0^c$ | $7,2 \pm 0,8^c$ | $3,9 \pm 0,4^{ab}$ | $6,6 \pm 0,0^{bc}$ | $6,9 \pm 0,5^c$ |
| E_s [MJ/kg H₂O] | $24,8 \pm 0,1^{ab}$ | $41,8 \pm 0,9^c$ | $40,6 \pm 2,9^c$ | $22,9 \pm 2,6^a$ | $37,6 \pm 1,0^{bc}$ | $39,5 \pm 2,6^c$ |
| η [%] | $9,6 \pm 0,0^{bc}$ | $5,7 \pm 0,0^a$ | $5,9 \pm 0,4^a$ | $10,5 \pm 1,2^c$ | $6,4 \pm 0,0^{ab}$ | $6,1 \pm 0,0^a$ |

^{a-c} różnice między średnimi wartościami oznaczonymi różnymi literami w rzędach były istotne statystycznie ($p < 0,05$).

5.4. Badanie możliwości otrzymania proszków o zwiększonej zawartości związków fenolowych oraz aktywności przeciwutleniającej w wyniku zastosowania osuszonego powietrza w czasie suszenia rozpyłowego

Weryfikacja hipotezy H4: Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza pozwala na otrzymanie proszków o podwyższonej zawartości związków fenolowych oraz aktywności przeciwutleniającej.

Celem tego etapu badań było zbadanie możliwości otrzymania proszków o podwyższonej zawartości związków fenolowych i aktywności antyoksydacyjnej w czasie suszenia rozpyłowego z zastosowaniem osuszonego powietrza, w porównaniu do proszków uzyskanych tradycyjną metodą suszenia rozpyłowego w wysokiej temperaturze. Wyniki weryfikujące tę hipotezę zaprezentowano w publikacjach [P1], [P2], [P3] i [P4].

W publikacji [P1] hipotezę H4 weryfikowano na podstawie aktywności przeciwutleniającej otrzymanych proszków miodowych (z MD i MP), wyrażonej jako EC₅₀ ABTS. Zgodnie z danymi literaturowymi, wzrost temperatury suszenia wpływa niekorzystnie na aktywność przeciwutleniającą [Tuyen i wsp. 2010, Mishra i wsp. 2014], jednakże przeprowadzone badania nie potwierdziły tego stwierdzenia, tzn. proszki suszone metodą DASD nie w każdym przypadku miały większą aktywność niż odpowiadające im warianty suszone metodą SD (Tabela 5). Suhag i Nanda [2015], którzy suszyli rozpyłowo w temperaturze 160-180°C miód z WPC jako nośnikiem oraz dodatkiem wzbogacającym w postaci ekstraktu z indyjskiego agrestu (*Emblica officinalis. Gaertn*) oraz bazylii (*Ocimum sanctum*), zanotowali odwrotny związek między temperaturą suszenia i aktywnością przeciwutleniającą proszku. Wraz ze wzrostem temperatury zwiększał się poziom degradacji termolabilnych związków fenolowych, a więc zmniejszała się aktywność przeciwutleniająca. W publikacji [P1] zauważono, że większy wpływ na EC₅₀ ABTS miał rodzaj zastosowanego nośnika niż sposób/temperatura suszenia – wszystkie proszki otrzymane z MP charakteryzowały się wyższą aktywnością niż proszki z MD. Ponadto, niezależnie od zastosowanej metody suszenia i poziomu zawartości nośnika, różnice aktywności przeciwutleniającej proszków z MP były nieistotne statystycznie. Wśród wszystkich wariantów, proszek DASDMD50, wysuszony w niskiej temperaturze o zawartości MD 50% (s.s., w/w), miał najmniejszą zdolność do wyłapywania wolnych rodników. Należy jednak zwrócić uwagę, że wpływ na pogorszenie aktywności przeciwutleniającej w tym przypadku mogła mieć wielkość cząstek, ponieważ mniejsze

cząstki proszku wytworzyły większą powierzchnię narażoną na działanie podwyższonej temperatury, a więc ryzyko degradacji związków bioaktywnych mogło ulec zwiększeniu. Mogło to doprowadzić do mniejszej aktywności przeciwutleniającej niż w przypadku proszku otrzymanego tradycyjnie z tą samą zawartością MD (SDMD50), lecz który charakteryzował się większymi rozmiarami cząstek. Warto natomiast podkreślić, że w przypadku proszku o obniżonej zawartości MD (DASDMD75) zaobserwowano większą wartość EC_{50} ABTS niż w przypadku wariantu o tradycyjnym dodatku nośnika (DASDMD50), otrzymanego w niskiej temperaturze, co było efektem większego udziału miodu w proszku i jego wpływu na poprawę aktywności przeciwutleniającej.

Tabela 5. Aktywność przeciwutleniająca (EC_{50} ABTS) proszków miodowych, otrzymanych po suszeniu rozpyłowym metodą tradycyjną (SD) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD) z maltodekstryną (MD) oraz odtłuszczonym MP (MP) jako nośnikami [P1].

| | SDMD50 | DASDMD50 | DASDMD75 | SDMP50 | DASDMP50 | DASDMP75 |
|----------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| EC_{50} ABTS | 5,14 ± 0,11 | 8,24 ± 0,36 | 5,72 ± 0,04 | 0,27 ± 0,01 | 0,18 ± 0,00 | 0,39 ± 0,02 |
| [mg s.s./ml] | c | e | d | a | a | a |

^{a-e} Różnice między średnimi wartościami oznaczonymi różnymi literami są istotne statystycznie ($p < 0,05$).

Publikacja [P2] przedstawia weryfikację hipotezy **H4** na przykładzie proszków z melasy z morwy białej, w których oznaczono zawartość związków fenolowych ogółem (TPC) oraz aktywność przeciwutleniającą EC_{50} ABTS. Ponadto, w celu dokładniejszej analizy stopnia degradacji związków fenolowych wprowadzono nową metodę opisaną retencji związków bioaktywnych – współczynnik retencji (RC). TPC otrzymanych proszków wynosiła od 1412 ± 13 do 2852 ± 48 mg GAE/100 g s.s (Tabela 6). Do i Nguyen [2018] zbadali TPC w proszkach z soku z morwy czarnej otrzymanych w temperaturze 120-160°C i zaobserwowali wartości od 3435 ± 98 do 3832 ± 36 mg GAE/100 g s.s. Autorzy zanotowali większe wartości TPC, jednak należy podkreślić, że materiał badawczy stanowiła morwa czarna (*M. nigra*), która może charakteryzować się większą zawartością związków fenolowych niż *M. alba* [Mahmood i wsp. 2012, Ercisli i Orhan 2007]. Należy też zwrócić uwagę, że zastosowana metoda oznaczenia TPC (Folin-Ciocalteu) może zawyżać oznaczoną wartość, ponieważ stosowany odczynnik jest niespecyficzny, tzn. może także reagować z cukrami redukującymi, kwasem askorbinowym oraz produktami brązowienia enzymatycznego [Lammerskitten i wsp. 2019, Pico i wsp. 2020]. Zanotowano nieistotną statystycznie różnicę ($p > 0,05$) pomiędzy TPC proszków o zawartości 50% nośnika (s.s., w/w) wysuszonych metodą SD i DASD, a także istotne

statystycznie ($p < 0,05$) zwiększenie TPC wraz z obniżeniem zawartości nośnika. Zjawisko to mogło być związane ze wzrostem zawartości melasy w proszku, jak również z różnicą w stopniu degradacji w zależności od poziomu zawartości nośnika (zmniejszona zawartość nośnika mogła niekorzystnie wpływać na stopień degradacji). W związku z powyższym, aby prawidłowo stwierdzić, który z czynników wpływał na zaistniałe różnice w poziomie TPC pomiędzy wariantami o różnej zawartości nośnika, wprowadzono nowy sposób określania retencji związków bioaktywnych, który w bezpośredni sposób porównuje zawartość tych związków w proszku z surowcem, wykluczając zawartość nośnika suszarniczego. Pozwala to porównywać warianty o jego różnej zawartości. Zaproponowany współczynnik retencji (RC) może przyjmować wartości od 0 do 100%. Najmniejszy RC (77,4%) został zaobserwowany w proszku wysuszonym metodą tradycyjną (SD50). Tak jak w przypadku wartości bezwzględnej TPC, nie zanotowano istotnego wpływu ($p > 0,05$) obniżenia temperatury suszenia na RC (porównanie wariantów 50SD i 50DASD). Ponadto, wartość RC wzrastała wraz ze zmniejszającą się zawartością nośnika, jednakże były to różnice nieistotne statystycznie ($p > 0,05$). Ewentualna istotność tego wpływu mogłaby świadczyć o możliwym negatywnym wpływie nośnika na TPC, lecz ze względu na fakt, że różnice były nieistotne, wyciąganie takich wniosków jest nieuzasadnione. Niemniej, mimo iż poziom retencji był na podobnym poziomie niezależnie od zawartości nośnika, istotny jest fakt, że zastosowanie osuszonego powietrza umożliwiło osiągnięcie tak niskiego poziomu zawartości nośnika jak 10%, co wpłynęło istotnie na zawartość bezwzględną TCP i otrzymanie proszku o podwyższonej wartości biologicznej.

Ponadto, w publikacji [P2] jako drugi wskaźnik wartości biologicznej proszków badano ich aktywność przeciwutleniającą. Największe zmniejszenie aktywności przeciwutleniającej proszków w stosunku do melasy z morwy białej (aż pięciokrotnie niższy poziom aktywności) stwierdzono w przypadku wariantu otrzymanego metodą tradycyjną (SD50). Porównując warianty SD50 i DASD50 o takiej samej zawartości nośnika zaobserwowano istotny ($p < 0,05$), pozytywny wpływ obniżenia temperatury suszenia-na aktywność przeciwutleniającą. Dodatkowo, zmniejszanie zawartości nośnika w istotny sposób wpływało na polepszenie aktywności przeciwutleniającej. W proszku o najwyższej zawartości melasy z morwy białej (DASD90) zanotowano największą pojemność przeciwutleniającą, na tym samym poziomie (różnica statystycznie nieistotna, $p < 0,05$) co w melasie przed suszeniem. Na podstawie uzyskanych wyników można więc stwierdzić, że zmniejszenie wilgotności powietrza suszącego umożliwia nie tylko

zwiększenie aktywności przeciwutleniającej proszków z melasy z morwy białej jako efekt obniżenia temperatury suszenia, ale także dzięki możliwości zwiększenia udziału surowca w proszku, co jest niemożliwe w konwencjonalnym wysokotemperaturowym suszeniu rozpyłowym (nie jest możliwe otrzymanie proszku o tak niskiej zawartości nośnika ze względu na efekt „stickiness”, co przedstawiono w p. 5.1.).

Tabela 6. Zawartość związków fenolowych ogółem (TPC), współczynnik retencji (RC) oraz aktywność przeciwutleniająca (EC₅₀ ABTS) proszków z melasy z morwy białej, zawierających 10 - 50% nośnika - nutriozy (w s.s., w/w), otrzymanych metodą tradycyjną (SD) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD) [P2].

| | TPC [mg GAE/g s.s.] | RC _{TPC} [%] | EC ₅₀ ABTS [mg s.s./ml] |
|-----------------------|---------------------------|--------------------------|---------------------------------------|
| Melasa z morwy białej | 3,646±0,103 ^f | - | 0,05±0,00 ^a |
| SD50 | 1,412±0,013 ^a | 77,4±0,7 ^a | 0,23±0,04 ^c |
| DASD50 | 1,491±0,038 ^{ab} | 81,8±2,1 ^a | 0,15±0,01 ^b |
| DASD60 | 1,810±0,154 ^b | 82,8±7,1 ^a | 0,14±0,00 ^b |
| DASD70 | 2,145±0,063 ^c | 84,0±2,5 ^a | 0,12±0,00 ^b |
| DASD80 | 2,459±0,257 ^d | 84,3±8,8 ^a | 0,13±0,01 ^b |
| DASD90 | 2,852±0,048 ^e | 86,9±1,5 ^a | 0,10±0,01 ^a |

^{a-e} Różnice między średnimi wartościami oznaczonymi różnymi literami były istotne statystycznie ($p < 0,05$).

W publikacji [P3] hipotezę **H4** weryfikowano na podstawie analizy zawartości związków fenolowych ogółem (TPC), zawartości antocyjanów ogółem (TAC) oraz aktywności przeciwutleniającej (ABTS) i potencjału redukującego w proszkach otrzymanych z koncentratu soku wiśniowego. W każdym przypadku analizowano wartości bezwzględne, a także przeliczone na wartość RC. Ponadto, badano biodostępność *in vitro*, przedstawioną jako współczynnik względnej biodostępności (RBF) oraz współczynnik względnej aktywności przeciwutleniającej i potencjału redukcyjnego (REF).

W wariantach o tej samej zawartości nośnika, ale otrzymanych różnymi metodami (SDMD50, DASDMD50, SDMDPP50, DASDMDPP50) w przypadku TPC nie zaobserwowano istotnego wpływu temperatury suszenia w próbkach ekstrahowanych chemicznie (CHE) zarówno dla proszków z MD jak i mieszanką MDPP (Tabela 7). Jednakże, zanotowano istotny wpływ metody suszenia na TAC. Warianty wysuszone metodą DASD wyróżniały się wyższą zawartością TAC w próbkach CHE w przypadku obu rodzajów nośników. W badaniach *in vitro* stwierdzono natomiast korzystny wpływ obniżenia temperatury na potencjalną biodostępność (PAF), na zawartość TPC wyłącznie w przypadku zastosowania MD jako nośnika oraz na zawartość TAC w wariantach

z dodatkiem obu rodzajów nośników. Można więc stwierdzić, że obniżenie temperatury suszenia miało korzystny wpływ głównie na zawartość antocyjanów ogółem w otrzymanych proszkach wiśniowych. Należy także podkreślić, że potencjalna biodostępność antocyjanów proszków DASD z MD wynosiła 62 oraz 68%, co jest wynikiem zgodnym z doniesieniami Vergara i wsp. [2020], którzy badali mikrokapsułkowanie antocyjanów pochodzących z ziemniaka purpurowego. W przypadku aktywności przeciwutleniającej, wyrażonej jako właściwości przeciwrodnikowe oraz potencjał redukcyjny, nie zaobserwowano istotnego wpływu obniżenia temperatury suszenia w próbkach CHE. Stwierdzono natomiast korzystny wpływ zastosowania DASD w próbkach poddanych badaniom *in vitro*. W proszkach z MD zanotowano istotne zwiększenie wartości obu parametrów po obniżeniu temperatury suszenia, jednakże w wariantach z mieszanką MDPP zaobserwowano zmniejszenie się wartości obu parametrów po zastosowaniu DASD. Na podstawie otrzymanych wyników można stwierdzić, że rodzaj nośnika oraz wybór metody analitycznej odgrywał istotną rolę w określeniu wpływu obniżenia temperatury suszenia na aktywność przeciwutleniającą otrzymanych proszków.

W wariantach, które zostały otrzymane z niższą zawartością nośnika (DASDMD70 i DASDMDPP70) zaobserwowano istotnie wyższą TPC oraz TAC w próbkach CHE w porównaniu do proszków o standardowej zawartości nośników, także otrzymanych metodą DASD (DASDMD50 i DASDMDPP50) (Tabela 7). Ponadto, w próbkach, które zostały poddane badaniom *in vitro* (PAF) zanotowano również korzystny wpływ zmniejszenia dodatku nośnika na TAC w otrzymanych proszkach. W przypadku TPC nie stwierdzono istotnej różnicy między wariantami o tradycyjnej zawartości nośników oraz proszkami o ich zmniejszonej zawartości. Zaobserwowano także, że wraz ze zmniejszeniem dodatku nośnika w przypadku obu ich rodzajów, poprawie uległ potencjał redukcyjny zarówno w próbkach CHE, jak i w badaniach *in vitro* (PAF). Właściwości przeciwrodnikowe poprawiły się również w wariantach o zmniejszonym udziale nośników w próbkach CHE, natomiast w badaniach *in vitro* w proszkach o niższej zawartości MD (DASDMD70) zanotowano mniejszą wartość niż w wariacie o standardowym udziale nośnika (DASDMD50). W przypadku proszków z mieszanką MDPP nie stwierdzono istotnych różnic. Na podstawie otrzymanych wyników można więc wyciągnąć wniosek, że dzięki zastosowaniu osuszonego powietrza, które w konsekwencji pozwoliło na otrzymanie proszków o mniejszej zawartości nośnika, możliwe było uzyskanie produktu o lepszych właściwościach biologicznych niż proszków

o standardowym udziale nośnika, przy jednoczesnym zwiększeniu zawartości w nim surowca.

Współczynnik retencji (RC) pozwala na bezpośrednie porównanie między sobą otrzymanych wariantów z wyłączeniem obecności nośnika. W większości badanych proszków RC wynosił ponad 100% (Tabela 7), co mogło być spowodowane utworzeniem się nowych związków w wyniku reakcji Maillard'a bądź reakcjami, które zaszły w wyniku obecności nośników. W przypadku TPC zaobserwowano pogorszenie RC bądź brak wpływu w proszkach otrzymanych metodą DASD przy zmniejszającej się zawartości obu rodzajów nośników. Wartość RC antocyjanów ogółem (TAC) była większa po zastosowaniu osuszonego powietrza przy tej samej zawartości MD (SDMD50, DASDMD50), natomiast zmniejszyła się w wariacie o mniejszym udziale nośnika (DASDMD70) w porównaniu do wariantu o jego standardowej zawartości (DASDMD50). W proszkach z mieszanką MDPP zanotowano wzrost wartości RC po zmniejszeniu wilgotności powietrza suszącego (DASDMDPP50) oraz udziału nośnika (DASDMDPP70). Na podstawie otrzymanych wyników, można więc stwierdzić, że zwiększenie udziału koncentratu w roztworach podawanych do suszenia przyczyniło się do zwiększenia obecności związków biologicznie aktywnych, a także do większych wartości RC. Należy podkreślić, że zwiększenie zawartości koncentratu wiśniowego było efektem zastosowania DASD. W przypadku aktywności przeciwutleniającej nie zaobserwowano poprawy bądź stwierdzono obniżenie RC w wyniku zastosowania DASD w proszkach z dodatkiem obu rodzajów nośników.

Biodostępność wyrażona współczynnikiem RBF dla związków fenolowych ogółem (TPC) wynosiła dla połowy otrzymanych wariantów ponad 100%. W przypadku obniżenia temperatury suszenia w przypadku proszku z dodatkiem MD (DASDMD50) stwierdzono wyższy niż dla wariantu tradycyjnego (SDMD50), ponad 100% RBF, natomiast dla wariantu o mniejszym udziale nośnika (DASDMD70) wartość RBF była mniejsza w porównaniu do wariantu otrzymanego metodą tradycyjną (SDMD50), jak i otrzymanego metodą niskotemperaturową (DASDMD50). Proszki z mieszanką MDPP wysuszone w niższej temperaturze (DASDMDPP50, DASDMDPP70) charakteryzowały się mniejszą wartością RBF niż proszek otrzymany w wysokiej temperaturze (SDMDPP50), jednakże proszek o tradycyjnej zawartości nośnika (DASDMDPP50) wyróżniał się RBF powyżej 100%, tak jak wariant konwencjonalny (SDMDPP50). Wartość współczynnika ponad 100% po trawieniu *in vitro* może oznaczać bardziej efektywną enkapsulację związków bioaktywnych [Álvarez-Cervantes i wsp. 2021]. Podobne zjawisko

zaobserwowano w przypadku mikrokapsułkowania soku z grejpfruta [Álvarez-Cervantes i wsp. 2021] oraz kapsułkowania koncentratu soku wiśniowego metodą elektrosprężania [Isik i wsp. 2018]. W związku z powyższym można stwierdzić, że obniżenie temperatury suszenia w przypadku proszków z MD miało korzystny wpływ na biodostępność związków fenolowych przy wysokiej zawartości nośnika. W wariantach z dodatkiem PP należy natomiast podkreślić niekorzystny wpływ zastosowania osuszonego powietrza. Jednakże, w analizie otrzymanych wyników trzeba mieć na uwadze niespecyficzny charakter odczynnika Folina-Ciocalteu, który jak wspomniano wcześniej, reaguje także m.in. z cukrami redukującymi, produktami reakcji Maillard'a oraz kwasem askorbinowym, co mogło być również czynnikiem wpływającym na otrzymane wartości współczynnika RBF. Jest to zwłaszcza widoczne w wynikach dotyczących względnej biodostępności antocyjanów, których wartości wynosiły poniżej 100%. Ponadto, istotnie mniejsze wartości RBF w przypadku antocyjanów mogły wynikać z wrażliwości tych związków na pH, co także mogło mieć wpływ, wynikający z kwaśnego środowiska prowadzonej analizy [Mihaylova i wsp. 2021]. W przypadku aktywności przeciwutleniającej, należy zwrócić uwagę na zwiększenie wartości względnego współczynnika efektywności przeciwutleniającej (REF) w badaniach właściwości przeciwrodnikowych w wyniku obniżenia temperatury suszenia proszku o standardowej zawartości nośnika (DASDMD50) w porównaniu do wariantu otrzymanego metodą tradycyjną (SDMD50).

Tabela 7. Zawartość związków fenolowych ogółem (TPC), zawartość antocyjanów ogółem (TAC), aktywność przeciwutleniająca i potencjał redukcyjny oznaczone po ekstrakcji chemicznej (CHE), trawieniu *in vitro* (frakcja potencjalnie biodostępna - PAF) oraz współczynniki: biodostępności (RBF – względny współczynnik biodostępności, REF - względny współczynnik wydajności przeciwutleniającej) retencji (RC) w proszkach z koncentratu soku z wiśni zawierających 30 oraz 50% nośników: maltodekstryny (MD) oraz mieszanki maltodekstryny z białkiem grochu (MDPP), otrzymanych metodą tradycyjną (SD) oraz z zastosowaniem osuszonego powietrza (DASD) [P3].

| | | SDMD50 | DASDMD50 | DASDMD70 | SDMDPP50 | DASDMDPP50 | DASDMDPP70 |
|---|-----|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| TPC [mg GAE/g s.s.] | CHE | 11,2±0,32 ^{ef} | 11,2±0,19 ^e | 15,1±0,19 ^b | 10,2±0,17 ^f | 9,45±0,21 ^f | 13,5±0,12 ^c |
| | PAF | 10,1±0,59 ^f | 12,9±0,65 ^{cd} | 12,4±0,30 ^d | 19,5±1,10 ^a | 12,3±0,54 ^{cd} | 13,1±0,63 ^{cd} |
| | RBF | 0,92 | 1,15 | 0,82 | 1,92 | 1,30 | 0,94 |
| | RC | 119 | 119 | 115 | 108 | 101 | 103 |
| TAC [mg CGE/g s.s.] | CHE | 1,42±0,05 ^{de} | 1,63±0,15 ^c | 2,16±0,09 ^a | 1,26±0,08 ^f | 1,39±0,08 ^{de} | 2,06±0,08 ^b |
| | PAF | 0,64±0,04 ⁱ | 1,03±0,02 ^g | 1,5±0,05 ^d | 0,71±0,06 ⁱ | 0,86±0,02 ^h | 1,37±0,06 ^e |
| | RBF | 0,45 | 0,62 | 0,68 | 0,54 | 0,62 | 0,67 |
| | RC | 136 | 156 | 148 | 121 | 133 | 141 |
| Aktywność przeciwutleniająca [mg TE/g s.s.] | CHE | 16,5±0,24 ^g | 16,7±0,29 ^g | 20,4±0,24 ^{cd} | 15,3±0,44 ^h | 15,1±0,49 ^h | 19,6±0,45 ^e |
| | PAF | 20,9±0,68 ^{bc} | 24,3±0,56 ^a | 20,1±0,91 ^{de} | 21,2±1,32 ^b | 17,9±0,83 ^f | 17,9±1,20 ^f |
| | REF | 1,26 | 1,46 | 0,98 | 1,39 | 1,19 | 0,92 |
| | RC | 121 | 123 | 107 | 113 | 111 | 103 |
| Potencjał redukcyjny [mg TE/g s.s.] | CHE | 11,9±0,20 ^g | 12,0±0,21 ^g | 16,8±0,25 ^e | 10,22±0,19 ^h | 9,18±0,26 ^h | 14,4±0,42 ^f |
| | PAF | 20,8±0,15 ^{cd} | 22,9±0,15 ^b | 25,0±0,38 ^a | 22,2±0,80 ^b | 20,2±0,39 ^d | 21,9±1,27 ^{bc} |
| | REF | 1,75 | 1,91 | 1,48 | 2,17 | 2,20 | 1,52 |
| | RC | 114 | 115 | 115 | 98 | 88 | 98 |

^{a-i} Różnice między średnimi wartościami oznaczonymi różnymi literami w kolumnach były istotne statystycznie ($p < 0,05$)

Hipoteza **H4** była także weryfikowana w badaniach przedstawionych w [P4]. Wykonując badania do publikacji [P2] oraz [P3], zwrócono uwagę na niespecyficzność metody analitycznej zastosowanej do oznaczenia TPC, która mogła prowadzić do otrzymania zawyżonych wyników w wyniku reakcji odczynnika Folina-Ciocalteu z innymi związkami obecnymi w proszkach. W związku z powyższym, podjęto decyzję o zastosowaniu ultrasprawnej chromatografii cieczowej (UPLC) do analizy zawartości związków fenolowych w proszkach wiśniowych. Określono zawartość 6 kwasów fenolowych, 5 flawonoli i 6 antocyjanów, wyniki przedstawiono również jako sumy związków w tych 3 grupach (odpowiednio: PA, FLV i ANTH), oraz całkowitą zawartość związków fenolowych (POLY). Obliczono również RC poszczególnych związków, zsumowanych związków w 3 grupach oraz całkowitej zawartości POLY (Tabele 8-10).

Porównując warianty otrzymane metodą tradycyjną oraz niskotemperaturową o wysokiej zawartości nośnika (50SD i 50DASD), zanotowano generalnie korzystny wpływ obniżenia temperatury suszenia (Tabela 8). W przypadku wszystkich nośników

zawartość PA (suma zidentyfikowanych kwasów fenolowych) była większa w proszkach wysuszonych metodą DASD. Średnia zawartość POLY (suma zidentyfikowanych związków fenolowych) w proszkach otrzymanych metodą tradycyjną SD stanowiła tylko 69% ich średniej zawartości w wariantach DASD. Zmniejszenie wilgotności powietrza umożliwiło otrzymanie proszków o większej zawartości kwasu fenolowego 2 (Der2PA), kwasu fenolowego 1 (Der1PA), kwasu neochlorogenowego (NCA) oraz kwasu chlorogenowego (CA) w wariantach o wysokiej zawartości nośnika (50DASD) w porównaniu do proszków otrzymanych metodą tradycyjną (50SD). Średnia zawartość Der2PA w wariantach o tradycyjnej zawartości nośnika, otrzymanym w niskiej temperaturze (50DASD), stanowiła tylko do 47% średniej zawartości w proszku otrzymanym metodą wysokotemperaturową (50SD), dla Der1PA średnia zawartość wyniosła do 54%, dla NCA było to do 89%, a dla CA do 91%, zawartość FLV natomiast nie różniła się istotnie między wariantami otrzymanymi w wysokiej i niskiej temperaturze. Proszki wysuszone w niższej temperaturze o tradycyjnej zawartości nośnika (50DASD) charakteryzowały się większą zawartością ANTH niż warianty otrzymane w wysokiej temperaturze (50SD). Średnia zawartość ANTH w proszkach 50SD wynosiła 87% ich zawartości w 50DASD niezależnie od zastosowanego nośnika. Istotnie większe wartości Cy-3-glu, Pe-3-rut oraz Cy-3-glu-rut stwierdzono w wariantach otrzymanych w niskiej temperaturze przy większej zawartości nośnika (50DASD) niż w proszkach wysuszonych metodą tradycyjną (50SD). Średnio zawartość tych związków w wariantach 50SD wynosiła odpowiednio: 85, 74 i 85% ich zawartości w proszkach 50DASD. Należy podkreślić, że zmniejszenie dodatku nośników (70DASD) spowodowało zwiększenie zawartości wszystkich grup związków w otrzymanych proszkach z każdym z rodzajów nośnika. Można więc stwierdzić, że efekt ten mógł być wywołany zwiększeniem zawartości koncentratu w roztworach podawanych do suszenia, jednak było to możliwe wyłącznie dzięki obniżeniu temperatury suszenia poprzez aplikację osuszonego powietrza, ale także w wyniku większej wartości RC niektórych związków.

Średnia wartość RC dla POLY wyniosła 19%, co jest wynikiem istotnie mniejszym niż wartości otrzymywane w [P2] oraz [P3] (Rys. 7). Można, więc stwierdzić, że stosowana w poprzednich publikacjach metoda Folina-Ciocalteu ze względu na swoją niespecyficzność mogła przyczynić się do zawyżenia zawartości TPC w poprzednich badaniach. Zanotowano istotny wpływ temperatury suszenia na RC oraz POLY – proszki otrzymane w metodą DASD charakteryzowały się większymi wartościami POLY oraz RC. Retencja kwasów fenolowych (PA) była głównie związana z retencją kwasu

chlorogenowego (CA) (około 20%), natomiast istotnie większą wartość RC, powyżej 100%, zanotowano w przypadku kwasu 3,5- dikawoilochinowego (DCFA), ale tylko dla wariantów otrzymanych metodą SD. Ferracane i wsp. [2008] zaobserwowali termalnie indukowane tworzenie się nowych izomerów dikawoilochinowych w produktach pochodzenia roślinnego, co może wskazywać na ich powstanie w wariantach wysokotemperaturowych. W przypadku Der2PA stwierdzono natomiast większy RC w przypadku proszków otrzymanych w niskiej temperaturze, co może świadczyć o termolabilności tego związku. W związku z powyższym, można stwierdzić, że retencja wybranych PA jest silnie powiązana z metodą suszenia oraz składem surowca. Retencja sumy wszystkich ANTH wynosiła 19%, a największe wartości zanotowano w proszkach o najwyższym udziale koncentratu (70DASD).

Aktywność przeciwutleniająca proszków została zbadana metodą FRAP oraz TEAC ABTS i zaobserwowano istotny wpływ zawartości koncentratu soku wiśniowego, co było efektem obniżenia temperatury suszenia (Tabela 8-9). Wartości FRAP i TEAC ABTS w wariantach otrzymanych metodą tradycyjną (50SD) stanowiły średnio odpowiednio 95 i 96% średniej wartości w proszkach o tej samej zawartości nośnika wysuszonych z zastosowaniem osuszonego powietrza (50DASD). Ponadto, proszki o mniejszym udziale nośnika (70DASD) wyróżniały się średnio 40 i 30% większymi wartościami odpowiednio FRAP i TEAC ABTS niż warianty o standardowej zawartości nośnika (50DASD) (Tabela 9-10). Jak wcześniej wspomniano, zjawisko to było wynikiem zwiększenia udziału koncentratu w proszku jako efekt zastosowania osuszonego powietrza, przy jednoczesnym braku zmiany retencji wraz ze zmniejszeniem dodatku nośników, co potwierdzono wartościami RC, wynoszącymi ponad 100% w przypadku FRAP. W przypadku TAEC ABTS wzrost udziału koncentratu o 40% (z 50 do 70% w s.s., w/w) nie spowodował zwiększenia wartości TAEC ABTS o 40%, a jedynie średnio na poziomie 30%. Wskazuje to na mniejszą retencję przeciwutleniaczy, co także potwierdzono mniejszymi wartościami RC (Rys. 7).

Tabela 8. Zawartość związków fenolowych oraz aktywność przeciwutleniająca (mg/g s.s.) w koncentracie soku z wiśni oraz w proszkach zawierających 50% (w s.s., w/w) koncentratu soku z wiśni oraz nośniki: maltodekstrynę (MD), mieszanę (1:1) maltodekstryny oraz koncentratu białek serwatkowych (MDWPC), maltodekstryny oraz serwatki (MDW), maltodekstryny oraz maślanki (MDBM) i samą serwatkę (W), otrzymanych poprzez konwencjonalne suszenie rozpyłowe (SD) [P5].

| | SCJC | MD50SD | MDWPC50SD | MDW50SD | MDBM50SD | W50SD |
|--------------|---------------------|----------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| NCA | 1,924±0,001 | 0,129±0,004 ^{ab} | 0,129±0,019 ^{ab} | 0,136±0,001 ^{ab} | 0,136±0,004 ^a | 0,122±0,005 ^a |
| p-CuA | 0,162±0,000 | 0,075±0,004 ^b | 0,051±0,003 ^a | 0,050±0,000 ^a | 0,058±0,002 ^a | 0,047±0,002 ^a |
| CA | 7,953±0,056 | 0,597±0,023 ^{bc} | 0,552±0,052 ^{ab} | 0,591±0,009 ^{bc} | 0,598±0,005 ^{bc} | 0,519±0,011 ^a |
| Der1PA | 1,743±0,019 | 0,152±0,010 ^d | 0,118±0,002 ^{bc} | 0,132±0,003 ^{cd} | 0,152±0,003 ^d | 0,087±0,012 ^a |
| DCFA | 0,261±0,004 | 0,127±0,008 ^{efg} | 0,131±0,018 ^{fg} | 0,141±0,000 ^g | 0,119±0,013 ^{d-g} | 0,154±0,020 ^{gh} |
| Der2PA | 0,125±0,000 | 0,031±0,002 ^a | 0,040±0,011 ^a | 0,039±0,003 ^a | 0,032±0,001 ^a | 0,041±0,001 ^a |
| PA | 12,167±0,080 | 1,111±0,050^{a-d} | 1,021±0,104^{ab} | 1,089±0,011^{abc} | 1,093±0,028^{a-d} | 0,970±0,024^a |
| Q-3-glu | 1,074±0,010 | 0,071±0,011 ^{ab} | 0,080±0,014 ^{abc} | 0,086±0,001 ^{abcd} | 0,066±0,016 ^a | 0,074±0,011 ^{ab} |
| Q-3-gal | 2,912±0,003 | 0,187±0,026 ^a | 0,206±0,035 ^a | 0,208±0,019 ^a | 0,190±0,001 ^a | 0,194±0,021 ^a |
| Q-3-gluc | 0,363±0,000 | 0,071±0,007 ^{abc} | 0,070±0,000 ^{abc} | 0,099±0,010 ^{bcd} | 0,077±0,005 ^a | 0,068±0,007 ^{ab} |
| K-3-rut | 0,828±0,003 | 0,062±0,002 ^{ab} | 0,064±0,004 ^{ab} | 0,059±0,007 ^{ab} | 0,045±0,004 ^a | 0,038±0,001 ^a |
| K-7-glu | 1,173±0,023 | 0,078±0,000 ^{ab} | 0,088±0,009 ^{ab} | 0,103±0,012 ^{abc} | 0,091±0,005 ^a | 0,073±0,007 ^a |
| FLV | 6,349±0,000 | 0,468±0,043^a | 0,508±0,062^a | 0,555±0,049^a | 0,469±0,019^a | 0,448±0,011^a |
| Cy-3-so | 0,709±0,011 | 0,058±0,001 ^{ab} | 0,050±0,009 ^{ab} | 5,58±0,09 ^{ab} | 5,38±0,53 ^{ab} | 0,047±0,006 ^{ab} |
| Cy-3-glu-rut | 2,938±0,036 | 0,277±0,003 ^{bcd} | 0,194±0,031 ^a | 26,1±0,28 ^{abc} | 24,1±2,85 ^{ab} | 0,227±0,019 ^{ab} |
| Cy-3-glu | 0,016±0,000 | 0,005±0,000 ^{abc} | 0,003±0,000 ^a | 0,43±0 ^a | 0,44±0,13 ^a | 0,004±0,000 ^a |
| Cy-3-rut | 0,128±0,000 | 0,022±0,004 ^c | 0,014±0,001 ^{bc} | 1,84±0,06 ^{bc} | 1,22±0,29 ^{bc} | 0,016±0,001 ^{bc} |
| Pe-3-rut | 0,999±0,001 | 0,065±0,001 ^{ab} | 0,061±0,014 ^a | 8,36±0,14 ^{abcd} | 7,21±1,65 ^{abc} | 0,072±0,005 ^{abc} |
| Der1Cy | 0,267±0,001 | 0,014±0,001 ^{ab} | 0,014±0,002 ^{ab} | 2,08±0,56 ^{abcd} | 1,23±0,46 ^{ab} | 0,019±0,001 ^{abcd} |
| ANTH | 5,058±0,049 | 0,440±0,010^{ab} | 0,337±0,056^a | 0,444±0,011^{ab} | 0,396±0,059^a | 0,384±0,031^a |
| POLY | 23,347±0,179 | 2,020±0,007^{abc} | 1,865±0,225^{ab} | 2,088±0,050^{a-d} | 1,958±0,086^{ab} | 1,802±0,045^a |
| FRAP | - | 0,047±0,002^b | 0,039±0,000^{ab} | 0,045±0,000^{ab} | 0,039±0,001^{ab} | 0,037±0,001^a |
| ABTS | - | 0,042±0,001^a | 0,058±0,004^{bcde} | 0,051±0,001^{abc} | 0,049±0,003^{ab} | 0,044±0,001^a |

NCA – kwas neochlorogenowy; p-CoA – kwasy p-kumarowe; CA – kwas chlorogenowy; Der1PA – pochodne kwasu fenolowego 1; DCFA - kwas 3,5-dikawoiloichinowy; Der2PA – pochodne kwasu fenolowego 2; PA – suma zidentyfikowanych kwasów fenolowych; Q-3-glu – kwercetyna -3-O-glukozydaza; Q-3-gal – kwercetyna -3-O-galaktozydaza; Q-3-gluc – kwercetyna-3-O-glukuronidy; K-3-rut – kaempferol-3-O-rutynozyd; K-7-glu – kaempferol-7-O-glukozyd; FLV – suma zidentyfikowanych flawonoli; Cy-3-so - cyjanidyna-3-O-soforozyd; Cy-3-glu-rut - cyjanidyna-3-O-glukozył-rutynozyd; Cy-3-glu – cyjanidyna-3-O-glukozyd; Cy-3-rut – cyjanidyna-3-O-rutynozyd; Pe-3-rut – peonidyna-3-O-rutynozyd; Der1Cy – pochodne cyjanidyny 1; ANTH – suma zidentyfikowanych antocyjanów; POLY – suma zidentyfikowanych związków fenolowych, FRAP - potencjał redukcyjny, ABTS – aktywność przeciwutleniająca

Tabela 9. Zawartość związków fenolowych oraz aktywność przeciwutleniająca (mg/g s.s.) w proszkach zawierających 50% (w s.s., w/w) koncentratu soku z wiśni oraz nośniki: maltodekstrynę (MD), mieszankę (1:1) maltodekstryny oraz koncentratu białek serwatkowych (MDWPC), maltodekstryny oraz serwatki (MDW), maltodekstryny oraz maślanki (MDBM) i samą serwatkę (W), otrzymanych poprzez suszenie rozpyłowe metodą DASD [P5].

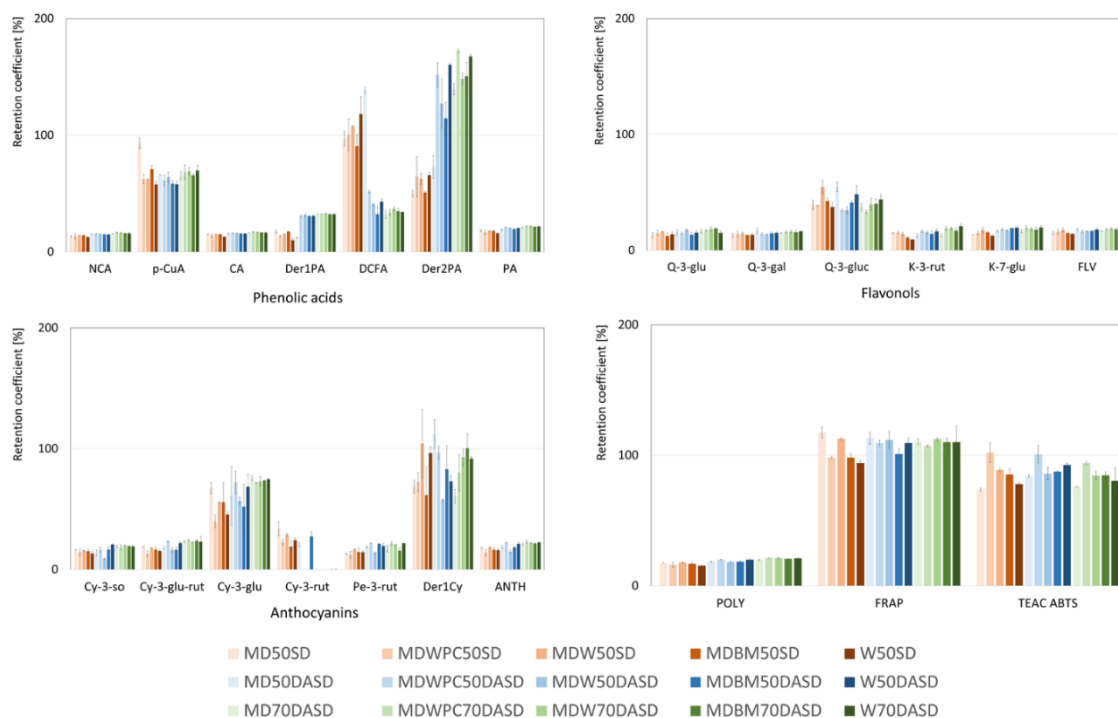
| | MD50DASD | MDWPC50DASD | MDW50DASD | MDBM50DASD | W50DASD |
|--------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|
| NCA | 0,146±0,002 ^{ab} | 0,149±0,003 ^b | 0,147±0,002 ^b | 0,143±0,002 ^{ab} | 0,144±0,002 ^{ab} |
| p-CuA | 0,053±0,000 ^a | 0,050±0,004 ^a | 0,052±0,003 ^a | 0,047±0,002 ^a | 0,047±0,002 ^a |
| CA | 0,625±0,012 ^c | 0,642±0,005 ^c | 0,639±0,002 ^c | 0,621±0,016 ^{bc} | 0,622±0,011 ^{bc} |
| Der1PA | 0,108±0,003 ^{ab} | 0,269±0,007 ^e | 0,275±0,006 ^e | 0,269±0,004 ^e | 0,269±0,007 ^e |
| DCFA | 0,181±0,004 ^h | 0,068±0,001 ^{abc} | 0,053±0,001 ^{ab} | 0,042±0,009 ^a | 0,056±0,003 ^{ab} |
| Der2PA | 0,045±0,006 ^a | 0,095±0,007 ^{bc} | 0,079±0,013 ^{bc} | 0,071±0,009 ^b | 0,100±0,001 ^{cd} |
| PA | 1,158±0,027^{b-e} | 1,272±0,023^e | 1,245±0,016^{de} | 1,194±0,037^{cde} | 1,238±0,022^{cde} |
| Q-3-glu | 0,082±0,014 ^{abc} | 0,079±0,003 ^{ab} | 0,095±0,012 ^{abcde} | 0,072±0,015 ^{ab} | 0,082±0,011 ^{abc} |
| Q-3-gal | 0,245±0,033 ^{abc} | 0,204±0,003 ^a | 0,200±0,016 ^a | 0,214±0,033 ^{ab} | 0,219±0,012 ^{ab} |
| Q-3-gluc | 0,099±0,008 | 0,063±0,006 ^a | 0,063±0,003 ^a | 0,075±0,009 ^{abc} | 0,088±0,014 ^{abcd} |
| K-3-rut | 0,052±0,006 ^{ab} | 0,068±0,005 ^{abc} | 0,064±0,010 ^{ab} | 0,059±0,008 ^{ab} | 0,068±0,008 ^{ab} |
| K-7-glu | 0,097±0,004 ^{ab} | 0,107±0,003 ^{abc} | 0,101±0,001 ^{abc} | 0,112±0,006 ^{bcd} | 0,114±0,006 ^{bcd} |
| FLV | 0,575±0,029^a | 0,521±0,004^a | 0,524±0,003^a | 0,531±0,042^a | 0,570±0,039^a |
| Cy-3-so | 0,049±0,008 ^{ab} | 0,058±0,007 ^{ab} | 0,032±0,001 ^a | 0,058±0,009 ^{ab} | 0,073±0,002 ^{bc} |
| Cy-3-glu-rut | 0,262±0,017 ^{abc} | 0,344±0,003 ^d | 0,237±0,028 ^{ab} | 0,240±0,030 ^{ab} | 0,322±0,018 ^{cd} |
| Cy-3-glu | 0,005±0,002 ^{ab} | 0,006±0,001 ^{abc} | 0,004±0,000 ^a | 0,004±0,002 ^a | 0,005±0,001 ^{abc} |
| Cy-3-rut | 0,013±0,001 ^{ab} | ND | ND | 0,018±0,002 ^{ab} | ND |
| Pe-3-rut | 0,093±0,002 ^{abcde} | 0,110±0,000 ^{def} | 0,069±0,005 ^{ab} | 0,106±0,001 ^{cde} | 0,097±0,010 ^{bcde} |
| Der1Cy | 0,022±0,002 ^{bcd} | 0,019±0,001 ^{abcd} | 0,012±0,000 ^a | 0,017±0,004 ^{abc} | 0,015±0,001 ^{ab} |
| ANTH | 0,445±0,032^{ab} | 0,535±0,004^b | 0,354±0,034^a | 0,443±0,048^{ab} | 0,513±0,032^b |
| POLY | 2,177±0,028^{bcd} | 2,328±0,023^{cd} | 2,123±0,049^{bcd} | 2,167±0,063^{bcd} | 2,321±0,087^{cd} |
| FRAP | 0,045±0,002^{ab} | 0,043±0,001^{ab} | 0,044±0,003^{ab} | 0,040±0,002^{ab} | 0,043±0,002^{ab} |
| ABTS | 0,048±0,001^{ab} | 0,057±0,004^{bcd} | 0,049±0,003^{abc} | 0,050±0,000^{abc} | 0,053±0,001^{abcd} |

NCA – kwas neochlorogenowy; p-CoA – kwasy p-kumarowe; CA – kwas chlorogenowy; Der1PA – pochodne kwasu fenolowego 1; DCFA – kwas 3,5-dikawoiloichinowy; Der2PA – pochodne kwasu fenolowego 2; PA – suma zidentyfikowanych kwasów fenolowych; Q-3-glu – kwercetyna -3-O-glukozydaza; Q-3-gal – kwercetyna -3-O-galaktocydaza; Q-3-gluc – kwercetyna-3-O-glukuronidy; K-3-rut – kaempferol-3-O-rutynozyd; K-7-glu – kaempferol-7-O-glukozyd; FLV – suma zidentyfikowanych flawonoli; Cy-3-so – cyjanidyna-3-O-soforyd; Cy-3-glu-rut – cyjanidyna-3-O-glukozydyl-rutynozyd; Cy-3-glu – cyjanidyna-3-O-glukozyd; Cy-3-rut – cyjanidyna-3-O-rutynozyd; Pe-3-rut – peonidyna-3-O-rutynozyd; Der1Cy – pochodne cyjanidyny 1; ANTH – suma zidentyfikowanych antocyjanów; POLY – suma zidentyfikowanych związków fenolowych, FRAP – potencjał redukcyny, ABTS – aktywność przeciwutleniająca

Tabela 10. Zawartość związków fenolowych oraz aktywność przeciwutleniająca (mg/g s.s.) w proszkach zawierających 70% (w s.s., w/w) koncentratu soku z wiśni oraz nośniki: maltodekstrynę (MD), mieszanę (1:1) maltodekstryny oraz koncentratu białek serwatkowych (MDWPC), maltodekstryny oraz serwatki (MDW), maltodekstryny oraz maślanek (MDBM) i samą serwatkę (W), otrzymanych poprzez suszenie rozpyłowe metodą DASD [P5].

| | MD70DASD | MDWPC70DASD | MDW70DASD | MDBM70DASD | W70DASD |
|--------------|----------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|
| NCA | 0,210±0,001 ^c | 0,225±0,002 ^c | 0,220±0,005 ^c | 0,216±0,001 ^c | 0,214±0,009 ^c |
| p-CuA | 0,074±0,004 ^b | 0,077±0,007 ^b | 0,078±0,004 ^b | 0,074±0,001 ^b | 0,080±0,005 ^b |
| CA | 0,904±0,005 ^d | 0,947±0,008 ^d | 0,944±0,015 ^d | 0,923±0,006 ^d | 0,921±0,020 ^d |
| Der1PA | 0,395±0,001 ^f | 0,395±0,001 ^f | 0,402±0,004 ^f | 0,393±0,003 ^f | 0,394±0,006 ^f |
| DCFA | 0,088±0,010 ^{bcd} | 0,093±0,007 ^{cde} | 0,101±0,004 ^{cdef} | 0,095±0,006 ^{cdef} | 0,093±0,000 ^{cde} |
| Der2PA | 0,121±0,004 ^{de} | 0,150±0,001 ^f | 0,129±0,004 ^{ef} | 0,131±0,010 ^{ef} | 0,146±0,001 ^{ef} |
| PA | 1,792±0,024^f | 1,888±0,010^f | 1,874±0,036^f | 1,832±0,006^f | 1,847±0,039^f |
| Q-3-glu | 0,126±0,013 ^{cde} | 0,129±0,005 ^{de} | 0,137±0,015 ^e | 0,141±0,006 ^e | 0,113±0,013 ^{bcd} |
| Q-3-gal | 0,303±0,004 ^{bc} | 0,323±0,017 ^c | 0,332±0,027 ^c | 0,317±0,032 ^c | 0,334±0,011 ^c |
| Q-3-gluc | 0,095±0,008 ^{abcd} | 0,085±0,004 ^{abcd} | 0,101±0,013 ^{bcd} | 0,102±0,010 ^{cd} | 0,111±0,011 ^d |
| K-3-rut | 0,075±0,007 ^{bc} | 0,111±0,009 ^d | 0,112±0,005 ^d | 0,099±0,013 ^{cd} | 0,120±0,013 ^d |
| K-7-glu | 0,136±0,011 ^{cdf} | 0,160±0,014 ^f | 0,152±0,010 ^f | 0,147±0,017 ^{df} | 0,162±0,013 ^f |
| FLV | 0,734±0,014^b | 0,808±0,032^b | 0,833±0,039^b | 0,805±0,045^b | 0,841±0,039^b |
| Cy-3-so | 0,096±0,005 ^c | 0,091±0,011 ^c | 0,098±0,003 ^c | 0,096±0,004 ^c | 0,095±0,011 ^c |
| Cy-3-glu-rut | 0,477±0,017 ^e | 0,501±0,013 ^e | 0,467±0,002 ^e | 0,489±0,018 ^e | 0,476±0,007 ^e |
| Cy-3-glu | 0,008±0,000 ^c | 0,008±0,000 ^{bc} | 0,008±0,000 ^c | 0,008±0,001 ^c | 0,008±0,000 ^c |
| Cy-3-rut | ND | ND | ND | ND | ND |
| Pe-3-rut | 0,121±0,020 ^{efg} | 0,151±0,011 ^g | 0,144±0,002 ^{fg} | 0,109±0,002 ^{def} | 0,152±0,009 ^g |
| Der1Cy | 0,017±0,002 ^{abc} | 0,022±0,004 ^{bcd} | 0,026±0,002 ^{cd} | 0,028±0,001 ^d | 0,026±0,002 ^{cd} |
| ANTH | 0,719±0,044^c | 0,773±0,039^c | 0,744±0,009^c | 0,731±0,025^c | 0,757±0,029^c |
| POLY | 3,245±0,068^e | 3,468±0,002^e | 3,452±0,070^e | 3,368±0,041^e | 3,445±0,061^e |
| FRAP | 0,061±0,001^c | 0,059±0,000^c | 0,062±0,001^c | 0,061±0,002^c | 0,061±0,007^c |
| ABTS | 0,060±0,000^{cde} | 0,075±0,001^f | 0,067±0,003^{ef} | 0,068±0,002^{ef} | 0,064±0,008^{def} |

NCA – kwas neochlorogenowy; p-CoA – kwasy p-kumarowe; CA – kwas chlorogenowy; Der1PA – pochodne kwasu fenolowego 1; DCFA - kwas 3,5- dikawoilochinowy; Der2PA – pochodne kwasu fenolowego 2; PA – suma zidentyfikowanych kwasów fenolowych; Q-3-glu – kwercetyna -3-O-glukozydaza; Q-3-gal – kwercetyna -3-O-galaktozydaza; Q-3-gluc – kwercetyna-3-O-glukuronidy; K-3-rut – kaempferol-3-O-rutynozyd; K-7-glu – kaempferol-7-O-glukozyd; FLV – suma zidentyfikowanych flawonoli; Cy-3-so - cyjanidyna-3-O-soforozyd; Cy-3-glu-rut - cyjanidyna-3-O-glukozył-rutynozyd; Cy-3-glu – cyjanidyna-3-O-glukozyd; Cy-3-rut – cyjanidyna-3-O-rutynozyd; Pe-3-rut – peonidyna-3-O-rutynozyd; Der1Cy – pochodne cyjanidyny 1; ANTH – suma zidentyfikowanych antocyjanów; POLY – suma zidentyfikowanych związków fenolowych, FRAP - potencjał redukcyjny, ABTS – aktywność przeciwutleniająca



Rys 7. Współczynnik retencji (Retention coefficient - RC) zidentyfikowanych związków fenolowych oraz zdolności przeciwutleniającej zmierzonej jako TAEC ABTS oraz FRAP w proszkach o zawartości 50 oraz 70% (w s.s., w/w) koncentratu soku z wiśni z nośnikami: maltodekstryną (MD), mieszanką (1:1) maltodekstryny oraz koncentratu białek serwatkowych (MDWPC), maltodekstryny oraz serwatki (MDW), maltodekstryny oraz maślanek (MDBM) i samej serwatki (W) [P5].

NCA – kwas neochlorogenowy; p-CoA – kwasy p-kumarowe; CA – kwas chlorogenowy; Der1PA – pochodne kwasu fenolowego 1; DCFA - kwas 3,5- dikawoilochinowy; Der2PA – pochodne kwasu fenolowego 2; PA – suma zidentyfikowanych kwasów fenolowych; Q-3-glu – kwercetyna -3-O-glukozydaza; Q-3-gal – kwercetyna -3-O-galaktozydaza; Q-3-gluc – kwercetyna-3-O-glukuronidy; K-3-rut – kaempferol-3-O-rutynozyd; K-7-glu – kaempferol-7-O-glukozyd; FLV – suma zidentyfikowanych flawonoli; Cy-3-so - cyjanidyna-3-O-soforozyd; Cy-3-glu-rut - cyjanidyna-3-O-glukozylo-rutynozyd; Cy-3-glu – cyjanidyna-3-O-glukozyd; Cy-3-rut – cyjanidyna-3-O-rutynozyd; Pe-3-rut – peonidyna-3-O-rutynozyd; Der1Cy – pochodne cyjanidyny 1; ANTH – suma zidentyfikowanych antocyjanów; POLY – suma zidentyfikowanych związków fenolowych.

W tabeli 11 przedstawiono podsumowanie wpływu obniżenia temperatury suszenia roztworów o standardowej zawartości nośnika (50% s.s., w/w) oraz zmniejszenia zawartości nośnika na badane właściwości biologiczne i ich retencję w proszkach z miodem [P1], melasą z morwy białej [P2] oraz koncentratem soku wiśniowego [P3 i P4]. Na podstawie otrzymanych wyników można stwierdzić, że obniżenie temperatury suszenia w proszkach o standardowym udziale nośnika pozwoliło na istotne zwiększenie zawartości polifenolowych ogółem (TPC) [P4], z wyjątkiem proszku z mieszanką MDW. Jednakże, należy zwrócić uwagę na dobór metody analitycznej do oznaczenia zawartości związków polifenolowych, ponieważ w [P2] oraz [P3] zastosowano niespecyficzną metodę Folina-Ciocalteu, a w [P4] metodę UPLC o wysokiej czułości. Otrzymanie większych wartości bądź brak istotnych różnic w wariantach wyprodukowanych w wysokiej temperaturze w [P2] oraz [P3] mogło być więc efektem wytworzenia się związków

w wyniku reakcji Maillard'a, które także weszły w reakcję z odczynnikami Folina-Ciocalteu. Należy także podkreślić, że zmniejszenie zawartości nośników w przypadku wszystkich badań pozwoliło na istotną poprawę TPC, jednakże wyniki dotyczące współczynnika retencji (RC) wskazują, że zjawisko to było głównie efektem zwiększenia udziału surowców w proszku, a nie poprawy retencji. Zawartość antocyjanów ogółem (TAC) w proszkach wiśniowych badanych w ramach [P3] oraz [P4] w zależności od rodzaju zastosowanego nośnika uległa istotnemu zwiększeniu w wariantach o tej samej zawartości koncentratu, wysuszonych w niższej temperaturze. Tak jak w przypadku TPC, zaobserwowano zwiększenie TAC po zmniejszeniu udziału nośników we wszystkich prowadzonych badaniach. Jednakże, można stwierdzić, że podwyższenie wartości TAC było nie tylko efektem zwiększenia zawartości koncentratu wiśniowego, ale w przypadku większości wariantów także konsekwencją poprawy retencji (RC) tych związków. Analizując dane, dotyczące właściwości przeciwutleniających (aktywność przeciwutleniająca oraz potencjał redukcyjny), można zaobserwować, że obniżenie temperatury suszenia w proszkach o standardowej zawartości nośnika nie wpłynęło istotnie na ich poprawę. Jednakże, jak w przypadku poprzednich właściwości biologicznych, zanotowano korzystny wpływ zmniejszenia zawartości nośników na poprawę właściwości przeciwutleniających. Tak jak wcześniej wspomniano, główną przyczyną takiego efektu było zwiększenie udziału surowców w proszku, ponieważ nie stwierdzono w większości wariantów istotnej poprawy retencji (RC) zarówno aktywności przeciwutleniającej, jak i potencjału redukcyjnego.

Porównując wyniki, dotyczące ogólnej zawartości związków fenolowych w proszkach wiśniowych w [P3] (Tabela 7, wartości TPC dla proszków z MD) oraz [P4] (Tabele 8-10, wartości POLY dla proszków z MD), badanych odpowiednio metodą spektrofotometryczną oraz metodą UPLC, zaobserwowano mniejsze wartości (o 81,9; 80,5 i 78,5% odpowiednio w proszkach SD50, DASD50 i DASD70 z MD) po oznaczeniu metodą UPLC. Podobne zjawisko zostało zaobserwowano przez Bouayed i wsp. [2012] oraz Raczkowską i wsp. [2011], którzy badali zawartość związków fenolowych w jabłkach oraz winach dostępnych na polskim rynku. Jak wcześniej wspomniano, otrzymane różnice mogły być efektem niespecyficzności metody Folina-Ciocalteu, wpływającej na większe wartości uzyskane w przypadku proszków badanych tą metodą. Autorzy w swoich pracach podkreślają także, że w metodzie Folina-Ciocalteu mogły zostać wykryte związki niezidentyfikowane przez UPLC oraz związki fenolowe związane makrocząsteczkami.

Tabela 11. Podsumowanie wpływu obniżenia temperatury suszenia rozpyłowego ($\downarrow T$) roztworów o standardowej zawartości nośnika (50% s.s., w/w) oraz zmniejszenia zawartości nośnika (\downarrow nośnik) na badane właściwości biologiczne i ich retencję (RC) w proszkach z miodem, melasą z morwy białej i koncentratem soku wiśniowego; kolorem czerwonym zaznaczono brak istotnego wpływu, kolorem zielonym zaznaczono występowanie istotnego wpływu.

| | | [P1] | [P1] | [P2] | [P3] MD | [P3] MD PP | [P4] MD | [P4] MD WPC | [P4] MD W | [P4] MD BM | [P4] W | | [P2] | [P3] MD | [P3] MD PP | [P4] MD | [P4] MD WPC | [P4] MD W | [P4] MD BM | [P4] W | | |
|------------------------------|---------------------|------|------|------|------------|------------------|------------|-------------------|-----------------|------------------|-----------|----|------|------------|------------------|------------|-------------------|-----------------|------------------|-----------|--|--|
| TPC | $\downarrow T$ | | | | | | | | | | | RC | | | | | | | | | | |
| | \downarrow nośnik | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| TAC | $\downarrow T$ | | | | | | | | | | | RC | | | | | | | | | | |
| | \downarrow nośnik | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Aktywność przeciwutleniająca | $\downarrow T$ | | | | | | | | | | | RC | | | | | | | | | | |
| | \downarrow nośnik | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Potencjał redukcyjny | $\downarrow T$ | | | | | | | | | | | RC | | | | | | | | | | |
| | \downarrow nośnik | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

TPC – ogólna zawartość związków polifenolowych, TAC – ogólna zawartość antocyjanów

Wyniki przedstawione w publikacjach [P1], [P2], [P3] i [P4] pozwoliły na częściowe potwierdzenie hipotezy badawczej **H4**, mówiącej, że suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, poprzez obniżenie temperatury suszenia, pozwala na otrzymanie proszków o podwyższonej zawartości związków fenolowych i aktywności przeciwutleniającej oraz poprawę retencji tych związków wybranych surowców. Na podstawie otrzymanych danych stwierdzono istotny wpływ doboru metody analitycznej w interpretacji wyników, dotyczących zawartości polifenoli ogółem, ze względu na niespecyficzną metodę Folina-Ciocalteu. Ponadto, obniżenie temperatury suszenia w większości wariantów nie spowodowało poprawy badanych właściwości biologicznych proszków o standardowej zawartości nośnika. Jednakże, zanotowano korzystny wpływ zmniejszenia zawartości nośników na analizowane właściwości. Można wywnioskować, że generalnie było to efektem zwiększenia udziału surowców w proszkach, co było jednak możliwe wyłącznie dzięki zastosowaniu osuszonego powietrza i w konsekwencji obniżenia temperatury suszenia.

5.5. Badanie możliwości zastąpienia maltodekstryny innymi nośnikami o wartości dodanej

Weryfikacja hipotezy H5: Maltodekstryna może być zastąpiona innymi nośnikami, które wzbogacają otrzymane proszki w wartość dodaną.

Celem tego etapu badań było zbadanie możliwości zastąpienia tradycyjnej MD innymi nośnikami, które mogą wzbogacić otrzymane proszki w wartość dodaną. Wyniki weryfikujące tę hipotezę zaprezentowano w publikacjach [P1], [P2], [P3] i [P4]. MD, która jest najczęściej stosowana jako nośnik suszarniczy ze względu na wysoką wartość T_g , dobrą rozpuszczalność w wodzie, niską lepkość oraz neutralny smak i zapach, charakteryzuje się wysokim indeksem glikemicznym [Stevenson i wsp. 2017, Bednarska i Janiszewska-Turak 2019]. Dzisiejsi konsumenci mają dużą świadomość oraz wiedzę, i chętniej sięgają po produkty, które w swoim składzie nie mają tego dodatku. Konieczne więc jest poszukiwanie alternatyw, które spełnią oczekiwania nie tylko konsumentów, ale także producentów żywności – nośnik powinien spełnić wymagania technologiczne, tzn. skutecznie zapobiegać efektowi „stickiness”.

W publikacji [P1] hipotezę H5 weryfikowano, zastępując MD odtłuszczonym mlekiem w proszku (MP) w czasie wytwarzania proszków z miodem gryczanym. Zanoowano istotny wpływ rodzaju zastosowanego nośnika na wydajność procesu suszenia oraz właściwości fizykochemiczne proszków. Wydajność procesu suszenia była istotnie większa w przypadku wariantu z dodatkiem MP o najniższym udziale nośnika (DASDMP75) w porównaniu do proszku z MD na tym samym poziomie dodatku i wyniosła 97% (Tabela 3), co było efektem zdolności białek do tworzenia ochronnej otoczki na powierzchni cząstek, zapobiegając ich sklejanemu. Ponadto, zaobserwowano, że proszki, w których zastosowano MP oraz osuszone powietrze (DASDMP50, DASDMP75) wyróżniały się bardziej sferycznymi cząstkami o gładziej powierzchni oraz mniejszej tendencji do sklejanemu niż odpowiadające im warianty z MD (DASDMD50, DASDMD75) (Rys. 2). Zjawisko to ponownie świadczy o zdolności nośnika zawierającego białko do tworzenia ochronnej otoczki na powierzchni cząstek, co zapobiega ich kurczeniu i pękaniu oraz zapewnia ochronę przed zmianą kształtu w wyniku odparowania wody. Zarówno Suhag i Nanda [2016] oraz Samborska i wsp. [2020] doszli do tych samych wniosków podczas suszenia miodu z WPC oraz MP. Dodatkowo, rodzaj nośnika miał istotny wpływ na rozkład wielkości cząstek. Otrzymane wyniki wskazują, że MP może być lepszym nośnikiem niż tradycyjna MD, ponieważ

pozwała na otrzymanie proszków o jednorodnym rozkładzie wielkości cząstek. Warianty z MP charakteryzowały się także mniejszą średnią średnicą cząstek⁴⁹, co wskazuje na łatwiejszy przebieg procesu suszenia, wynikający z mniejszej tendencji do sklejan się. Do podobnych wniosków doszli także Shi i wsp. [2013] oraz Samborska i wsp. [2015], którzy zanotowali mniejszą średnicę cząstek w proszkach miodowych, w których zastosowano odpowiednio izolat białka serwatkowego oraz dodatek kazeinianu sodu w porównaniu do proszków z MD. Należy podkreślić, że zmiana tradycyjnego nośnika polisacharydowego na MP w przypadku suszenia rozpyłowego miodu gryczanego spowodowała otrzymanie proszków o wyższej *MC* oraz niższej *a_w*⁵⁰. Jak wcześniej wspomniano, mieszanka nośników zawierająca białko spowodowała utworzenie na powierzchni cząstek ochronnej otoczki, która w konsekwencji doprowadziła do związania wody wewnątrz cząstek. Pomimo wystąpienia tego zjawiska, zawartość wody w proszkach z dodatkiem MP nie przekroczyła granicznej wartości 5%, a aktywność wody granicznej wartości 0,2, co świadczy o ich stabilności przechowalniczej. Warto także zwrócić uwagę na gęstość nasypową luźną otrzymanych proszków (*D_L*), ponieważ zaobserwowano istotny wpływ rodzaju zastosowanego nośnika. Proszki z dodatkiem MP wyróżniały się wyższą *D_L*⁵¹. Można więc stwierdzić, że proszki z dodatkiem nośnika zawierającego białko charakteryzowały się mniejszą ilością wolnych przestrzeni międzycząsteczkowych wypełnionych powietrzem, co zmniejsza ryzyko utleniania związków bioaktywnych w trakcie przechowywania. Zależność tę potwierdza istotny wpływ rodzaju nośnika na porowatość proszków (*ε_L*). Warianty z dodatkiem MP wyróżniały się mniejszą porowatością złoża⁵². Barwa otrzymanych proszków także istotnie różniła się między wariantami z odłuszczonego MP oraz z MD. Proszki z MP były ciemniejsze⁵³, co zostało także zaobserwowane przez Samborską i wsp. [2015] - autorzy otrzymali ciemniejsze proszki z dodatkiem kazeinianu sodu niż z MD.

⁴⁹ $D_{50} = 20,9 \pm 0,8^a$ - SDMP50, $D_{50} = 21,8 \pm 0,4^a$ - DASDMP50, $D_{50} = 21,2 \pm 0,8^a$ - DASDMP75, $D_{50} = 50,0 \pm 2,4^a$ - SDMP50, $D_{50} = 21,8 \pm 0,4^a$ - DASDMP50, $D_{50} = 21,2 \pm 0,8^a$ - DASDMP75

⁵⁰ $MC = 3,3 \pm 0,3\%^d$ - SDMP50, $MC = 5,0 \pm 0,4\%^e$ - DASDMP50, $MC = 4,6 \pm 0,2\%^e$ - DASDMP75, $MC = 0,9 \pm 0,2\%^a$ - SDMD50, $MC = 2,8 \pm 0,3\%^c$ - DASDMD50, $MC = 2,0 \pm 0,1\%^b$ - DASDMD75; $a_w = 0,088 \pm 0,005^a$ - SDMP50, $a_w = 0,170 \pm 0,003^c$ - DASDMP50, $a_w = 0,140 \pm 0,002^b$ - DASDMP75, $a_w = 0,188 \pm 0,003^d$ - SDMD50, $a_w = 0,190 \pm 0,005^d$ - DASDMD50, $a_w = 0,146 \pm 0,003^b$ - DASDMD75

⁵¹ $D_L = 0,58 \pm 0,02^b$ g/mL - SDMP50, $D_L = 0,73 \pm 0,01^d$ g/mL - DASDMP50, $D_L = 0,59 \pm 0,02^b$ g/mL - DASDMP75, $D_L = 0,51 \pm 0,01^a$ g/mL - SDMD50, $D_L = 0,65 \pm 0,01^c$ g/mL - DASDMD50, $D_L = 0,51 \pm 0,02^a$ g/mL - DASDMD75

⁵² $\epsilon_L = 59,9 \pm 0,8\%^c$ - SDMP50, $\epsilon_L = 50,5 \pm 0,6\%^a$ - DASDMP50, $\epsilon_L = 60,6 \pm 1,0\%^c$ - DASDMP75, $\epsilon_L = 63,3 \pm 0,8\%^d$ dl SDMD50, $\epsilon_L = 56,6 \pm 0,6\%^b$ - DASDMD50, $\epsilon_L = 67,8 \pm 0,8\%^e$ - DASDMD75

⁵³ $L^* = 79,8 \pm 0,1^a$ - SDMP50, $L^* = 84,9 \pm 0,3^c$ - DASDMP50, $L^* = 83,1 \pm 0,3^b$ - DASDMP75, $L^* = 83,7 \pm 0,3^c$ - SDMD50, $L^* = 86,7 \pm 0,5^f$ - DASDMD50, $L^* = 84,3 \pm 0,4^d$ - DASDMD75

Było to spowodowane utworzeniem się brązowych kompleksów między białkami a związkami fenolowymi. Ponadto, warianty z dodatkiem nośnika zawierającego białko wyróżniały się większym udziałem barwy żółtej⁵⁴, co razem z danymi dotyczącymi jasności wskazuje na wyższy stopień brązowienia, które zaszło w trakcie suszenia. Aktywność przeciwutleniająca (EC_{50} ABTS) otrzymanych proszków była istotnie większa w przypadku wariantów z odtłuszczonym MP niż z MD (Tabela 5), co także zostało zaobserwowane w badaniach proszków miodowych suszonych z zastosowaniem osuszonego powietrza z MP przez Samborską i wsp. [2020]. Należy podkreślić, że może to wynikać ze składu samego nośnika, w którym zawarte nośniki same posiadają właściwości przeciwutleniające, jednakże nie odzwierciedla to wyników otrzymanych w przypadku proszków o różnej zawartości tego nośnika. Tak jak wcześniej wyjaśniono, istotnym jest, aby wziąć także pod uwagę możliwy wpływ zastosowanej metody analitycznej, której niespecyficzny charakter mógł wpłynąć na uzyskane wyniki.

W publikacji [P2] hipotezę badano na podstawie suszenia rozpyłowego melasy z morwy białej z innowacyjną, prebiotyczną N. Należy podkreślić, że niewiele badań opisuje wpływ N jako nośnika na właściwości proszków otrzymanych metodą suszenia rozpyłowego. Niezależnie od zastosowanej metody suszenia (SD i DASD) i poziomu zawartości nośnika (od 50 do 90% s.s., w/w) wydajność suszenia była wysoka, od $64,0 \pm 3,9\%$ do $96,5 \pm 4,9\%$ (Tabela 1). Miravet i wsp. [2016] także badali wpływ N jako nośnika w suszeniu rozpyłowym soku z grejpfruta i zaobserwowali wydajność procesu suszenia na poziomie 49,6 - 75,0%. Autorzy jednocześnie otrzymali proszki z MD i zanotowali wydajność procesu suszenia tylko w zakresie od 0 do 64,3%. Samborska i wsp. [2020] badali wpływ różnych nośników, w tym N, na suszenie rozpyłowe koncentratu soku jabłkowego. Badacze stwierdzili większą wydajność procesu suszenia w wariantach z dodatkiem N (55,8%) niż z kleptozą (32,1%) oraz MD (44,6%), jednakże mniejszą niż z odtłuszczonym MP (81,7%). Higroskopijność otrzymanych proszków wynosiła od $22,7 \pm 0,3\%$ do $30,1 \pm 0,6\%$. Samborska i wsp. [2020] w swoich badaniach stwierdzili, że proszki jabłkowe z N wyróżniały się najwyższą higroskopijnością, co także zaobserwowali Samborska i wsp. [2019a] w suszeniu rozpyłowym miodu rzepakowego. Powyższe wyniki świadczą o większej zdolności tego nośnika do adsorpcji wody niż w przypadku MD. Należy także zwrócić uwagę na wpływ prebiotycznej N na aktywność przeciwutleniającą oraz na zawartość związków

⁵⁴ $b^* = 23,8 \pm 0,9^f$ - SDMP50, $b^* = 15,8 \pm 0,4^d$ - DASDMP50, $b^* = 17,3 \pm 0,3^c$ - DASDMP75, $b^* = 13,7 \pm 0,3^b$ - SDMD50, $b^* = 10,4 \pm 0,4^a$ - DASDMD50, $b^* = 14,3 \pm 0,2^c$ - DASDMD75

bioaktywnych w proszkach. Otrzymane proszki z melasy z morwy białej charakteryzowały się ogólną zawartością związków fenolowych (TPC) od 1412 ± 13 do 2852 ± 48 mg GAE/100 g s.s. (Tabela 6). Samborska i wsp. [2020] zanotowali wyższą TPC w proszkach z koncentratu soku jabłkowego z N (1025 mg GAE/kg s.s.) niż w przypadku kleptozy (945 mg GAE/kg s.s.), jednak niższą niż z MD (1141 mg GAE/kg s.s.) oraz MP (1233 mg GAE/kg s.s.). Jednakże, w przypadku suszenia rozpyłowego miodu zaobserwowano większą TPC w proszkach z dodatkiem N (625 mg GAE/kg s.s.) niż z MD oraz mniejszą w porównaniu do MP (706 mg GAE/kg s.s.). Wyniki otrzymane w publikacji [P2] oraz zamieszczone w danych literaturowych wskazują na potencjał nośnika prebiotycznego w przypadku suszenia rozpyłowego niektórych materiałów i poprawę właściwości fizykochemicznych proszków.

W publikacji [P3] hipotezę weryfikowano na podstawie suszenia rozpyłowego koncentratu soku wiśniowego z MD oraz mieszanką MDPP (1:1). W badaniach zanotowano istotny wpływ rodzaju zastosowanego nośnika na temperaturę przemiany szklistej otrzymanych (T_g) proszków. Zastąpienie części MD przez PP spowodowało zmniejszenie T_g w porównaniu do wariantów tylko z maltodekstryną jako nośnikiem⁵⁵. MD charakteryzuje się wysoką T_g (200°C), a więc zastąpienie części tego nośnika PP o mniejszej T_g (165 - 184°C dla czystego białka grochu) musiało doprowadzić do zmniejszenia T_g otrzymanych proszków [Roos i Drusch 2015, Matveev i wsp. 1997]. W konsekwencji, dodatek PP istotnie wpłynął na zmniejszenie wydajności procesu suszenia proszków wiśniowych (Tabela 3). Jayasundera i wsp. [2011] także zaobserwowali zmniejszenie wydajności procesu suszenia w modelowych proszkach o wysokiej zawartości cukrów, w których zastosowano PP jako nośnik. Wynika to z większej podatności proszków o niskiej T_g do sklejanania się cząstek między sobą oraz przyklejania się do ścian komory suszenia, co świadczy o bardziej problematycznym przebiegu procesu suszenia. Ponadto, zaobserwowano istotnie większą średnią średnicę cząstek proszków, gdy zastosowano mieszankę MDPP⁵⁶ niż w proszkach z samą MD⁵⁷, co także potwierdza trudniejszy przebieg procesu suszenia. Należy także zwrócić uwagę, że warianty z dodatkiem PP także różniły się istotnie morfologią cząstek od proszków z samą MD - cząstki miały mniej kulisty kształt, co także wskazywało na problemy w przebiegu procesu

⁵⁵ $T_g = 33,9 \pm 0,2^\circ\text{C}^c$ - SDMDPP50, $T_g = 32,3 \pm 0,2^\circ\text{C}^c$ - DASDMDPP50, $T_g = 13,3 \pm 0,1^\circ\text{C}^a$ - DASDMDPP70, $T_g = 41,8 \pm 0,1^\circ\text{C}^e$ - SDMD50, $T_g = 44,5 \pm 0,1^\circ\text{C}^f$ - DASDMD50, $T_g = 21,9 \pm 0,2^\circ\text{C}^b$ - DASDMD70

⁵⁶ $D_{50} = 176,2 \pm 6,7 \mu\text{m}^f$ - SDMD50, $D_{50} = 51,2 \pm 4,4 \mu\text{m}^c$ - DASDMDPP50, $D_{50} = 139,7 \pm 8,4 \mu\text{m}^e$ - DASDMDPP70

⁵⁷ $D_{50} = 67,8 \pm 4,2 \mu\text{m}^d$ - SDMD50, $D_{50} = 23,9 \pm 0,9 \mu\text{m}^a$ - DASDMD50, $D_{50} = 34,3 \pm 0,8 \mu\text{m}^b$ - DASDMD70

suszenia, wynikające z niskiej T_g (Rys. 4). Zawartość wody w proszkach z dodatkiem PP była istotnie większa⁵⁸ niż w przypadku wariantów z samą MD⁵⁹, co było wynikiem zdolności wodorozpuszczalnych białek oraz do tworzenia ochronnej otoczki na powierzchni cząstek, która utrudniała efektywne odparowanie wody. Należy jednak podkreślić, że pomimo wysokiej zawartości wody w wariantach z mieszkanką nośników, charakteryzowały się one jednocześnie niską aktywnością wody ($<0,202$), co wskazuje na zjawisko związania wody strukturalnie, a więc także na stabilność przechowalniczą proszków. Zanotowano także istotny wpływ rodzaju nośnika na porowatość otrzymanych proszków. Warianty z mieszkanką MDPP wyróżniały się mniejszą porowatością⁶⁰ niż proszki tylko z MD jako nośnikiem⁶¹, co wskazuje na mniejszą liczbę porów międzycząsteczkowym wypełnionych powietrzem, a więc w konsekwencji lepszą stabilność przechowalniczą. Barwa proszków istotnie różniła się w zależności od zastosowanego rodzaju nośnika. Warianty z dodatkiem PP były ciemniejsze⁶² niż te wyłącznie z MD⁶³, co świadczy o utworzeniu się brązowych kompleksów między nośnikiem białkowym, a związkami fenolowymi. Ponadto, proszki z dodatkiem PP charakteryzowały się mniejszym udziałem barwy czerwonej⁶⁴ niż z samą MD⁶⁵, co może świadczyć o niewystarczającej zdolności PP do ochrony antocyjanów przed ich degradacją termiczną. Porównując wpływ rodzaju zastosowanego nośnika na zawartość polifenoli ogółem (TPC, CHE) należy zwrócić uwagę na ich większą zawartość w proszkach wyłącznie z MD niż z mieszkanką MDPP (Tabela 7). Istotne jest jednak, aby zwrócić także uwagę na potencjalną frakcję biodostępną związków fenolowych (PAF), ponieważ w tym przypadku warianty z dodatkiem PP charakteryzowały się większą biodostępnością *in vitro* niż proszki o tym samym udziale MD. Może to być efektem uwolnienia związków fenolowych zawartych w PP. Ponadto, wzrost właściwości przeciwutleniających frakcji potencjalnie biodostępnej w przypadku proszków z dodatkiem PP może być spowodowany uwolnieniem bioaktywnych peptydów z białka, co zaobserwowali także Khalesi i FitzGerald [2021]. Współczynnik retencji (RC) związków bioaktywnych oraz właściwości przeciwutleniających był większy w przypadku proszków z MD jako

⁵⁸ $MC = 5,3 \pm 0,1\%^{bc}$ - SDMDPP50, $MC = 5,6 \pm 0,6\%^{cd}$ - DASDMDPP50, $MC = 8,4 \pm 0,3\%^e$ - DASDMDPP70

⁵⁹ $MC = 3,3 \pm 0,3\%^a$ - SDMD50, $MC = 4,7 \pm 0,6\%^b$ - DASDMD50, $MC = 6,2 \pm 0,5\%^d$ - DASDMD70,

⁶⁰ $\varepsilon_L = 57,3 \pm 1,4\%^a$ - SDMDPP50, $\varepsilon_L = 59,0 \pm 0,4\%^{ab}$ - DASDMDPP50, $\varepsilon_L = 61,0 \pm 1,2\%^{bc}$ - DASDMDPP70

⁶¹ $\varepsilon_L = 68,9 \pm 1,4\%^d$ - SDMD50, $\varepsilon_L = 62,5 \pm 2,8\%^c$ - DASDMD50, $\varepsilon_L = 68,1 \pm 1,2\%^d$ - DASDMD70

⁶² $L^* = 26,0 \pm 1,2^a$ - SDMDPP50, $L^* = 38,5 \pm 0,7^d$ - DASDMDPP50, $L^* = 28,2 \pm 0,2^b$ - DASDMDPP70

⁶³ $L^* = 39,0 \pm 0,6^d$ - SDMD50, $L^* = 44,9 \pm 0,9^e$ - DASDMD50, $L^* = 36,4 \pm 0,5^c$ - DASDMD70

⁶⁴ $a^* = 8,5 \pm 2,1^a$ - SDMDPP50, $a^* = 36,1 \pm 0,4^b$ - DASDMDPP50, $a^* = 39,3 \pm 0,7^c$ - DASDMDPP70

⁶⁵ $a^* = 39,8 \pm 0,6^c$ - SDMD50, $a^* = 42,7 \pm 1,0^d$ - DASDMD50, $a^* = 44,2 \pm 0,5^d$ - DASDMD70

nośnikiem niż wariantów z mieszanką MDPP. Większość otrzymanych wariantów charakteryzowała się wartością RC powyżej 100%, co mogło być wynikiem utworzenia się nowych związków w wyniku przebiegu reakcji Maillard'a, bądź reakcjami, które mogły zajść z udziałem nośników. Chen i wsp. [2021] stwierdzili zmniejszenie się TPC w wyniku suszenia rozpyłowego soku z mandarynki z MD oraz gumą arabską jako nośnikami, jednocześnie obserwując zwiększenie zawartości hesperydyny o 594,6%. Badacze wywnioskowali, że w trakcie procesu z prekursorów związanych z glikozydami zostały uwolnione aglikony fenolowe. Należy też zwrócić uwagę, że wartości RC w przypadku wariantów z dodatkiem PP były bliższe wartości 100%, co mogło świadczyć, że mieszanka nośników przyczyniła się do inhibicji reakcji, mogących zajść w trakcie suszenia, a więc powstawania związków, które mogły reagować z odczynnikiem Folina-Ciocalteu. Jeśli przyjmie się, że RC, które ma wartość bliższą 100% za bardziej pożądaną, można wtedy założyć, że mieszanka MDPP korzystnie wpłynęła na retencję związków bioaktywnych. Podsumowując, częściowe zastąpienie MD przez PP przyczyniło się do poprawy tylko niektórych właściwości fizykochemicznych proszków z koncentratu soku wiśniowego, a w niektórych przypadkach wpłynęło na pogorszenie tych właściwości w porównaniu do zastosowania samej MD.

Hipoteza **H5** była również weryfikowana w badaniach przedstawionych w [P4]. Zaobserwowano wpływ rodzaju zastosowanego nośnika na wydajność procesu suszenia (Tabela 3). Największe wartości zanotowano w przypadku proszków z mieszanką MD oraz WPC (koncentrat białek serwatkowych) oraz dodatkowo stwierdzono brak istotnego efektu obniżenia temperatury suszenia poprzez zastosowanie osuszonego powietrza, ponieważ wydajność procesu suszenia była wysoka także w tradycyjnym suszeniu wysokotemperaturowym. W związku z tym, że celem badań było również zbadanie możliwości zastąpienia WPC w mieszaninie z MD nośnikami, które są mniej przetworzone, podjęto próbę wprowadzenia W (serwatka) oraz BM (maślanka), które w przemyśle spożywczym są traktowane jako produkty uboczne. Proszki z mieszaniną MD oraz W, które otrzymano metodą niskotemperaturową (MDW50DASD, MDW70DASD), charakteryzowały się wydajnością procesu suszenia zbliżoną do wariantów z dodatkiem WPC. Proszki z mieszaniną MD oraz BM wyróżniały się mniejszą wydajnością, a więc w konsekwencji W została wybrana jako surowiec, który został zastosowany jako samodzielny nośnik bez dodatku MD. W tym przypadku otrzymane wydajności ($49,0 \pm 0,3$ - $61,9 \pm 4,0\%$) można uznać za akceptowalne, jednakże były one mniejsze niż w przypadku wariantów z mieszaniną MDWPC i MDW. W przypadku

morfologii cząstek proszków, zaobserwowano wyróżniający się wariant - otrzymany w wysokiej temperaturze MDWPC50SD (Rys. 5). Cząstki były wyraźnie wydłużone, co było efektem wysokiej lepkości roztworu podawanego do suszenia. Najbardziej problematyczny przebieg procesu suszenia, niezależnie od zastosowanej temperatury oraz zawartości nośnika, zanotowano w przypadku wariantów z mieszaniną MD i BM oraz W, co stwierdzono na podstawie morfologii (otrzymano duże, posklejane cząstki tworzące konglomeraty) oraz także najmniejszej wydajności procesu suszenia. W przypadku MC uzyskanych proszków zaobserwowano, że dodatek nośników pochodzenia mlecznego spowodował istotne zwiększenie tego parametru⁶⁶ w porównaniu do wariantów z samą MD, ale otrzymanych metodą DASD⁶⁷. Zjawisko to mogło być spowodowane zdolnością białek do wiązania wody lub utworzeniem się na powierzchni ochronnej otoczki, która utrudniała odparowanie wody. Ponadto, zanotowano istotny wpływ zastosowanego rodzaju nośnika na porowatość otrzymanych proszków. Warianty z dodatkiem samej MD oraz z mieszaną MDWPC suszonych w niskiej temperaturze wyróżniały się najlepszą sypkością (*HR*)⁶⁸. Dodatkowo, zanotowano także dobrą sypkość proszków wysuszonych metodą SD z samą W jako nośnikiem (W50SD). Wariant ten wyróżniał się największą średnicą cząstek oraz występowaniem konglomeracji między cząsteczkami, co wpłynęło korzystnie na ich sypkość. Pozytywnym efektem zastąpienia części MD przez inne nośniki było także zmniejszenie porowatości proszków⁶⁹, co w konsekwencji może prowadzić do przedłużenia stabilności przechowalniczej produktu. Zaobserwowano także zmniejszenie wartości parametru barwy a^* przy zastąpieniu części MD nośnikami pochodzenia mlecznego⁷⁰. Podobne obserwacje zanotowali Sarabandi i wsp. [2017], którzy otrzymali

⁶⁶ $MC = 5,9 \pm 0,7\%^d$ - MDWPC50DASD, $MC = 5,9 \pm 0,4\%^d$ - MDW50DASD, $MC = 6,9 \pm 0,1\%^d$ - MDBM50DASD, $MC = 8,0 \pm 0,2\%^e$ - W50DASD; $MC = 8,7 \pm 0,5\%^{ef}$ - MDWPC70DASD, $MC = 8,3 \pm 0,5\%^e$ - MDW70DASD, $MC = 9,4 \pm 0,4\%^f$ - MDBM70DASD, $MC = 9,6 \pm 0,4\%^f$ - W70DASD

⁶⁷ $MC = 4,4 \pm 0,4\%^e$ - MD50DASD, $MC = 6,1 \pm 0,5\%^d$ - MD70DASD

⁶⁸ $HR = 1,31 \pm 0,02^e$ - MD50SD, $HR = 1,49 \pm 0,04ⁱ$ - MDWPC50SD, $HR = 1,42 \pm 0,02^{gh}$ - MDW50SD, $HR = 1,33 \pm 0,05^{ef}$ - MDBM50SD, $HR = 1,11 \pm 0,02^a$ - W50SD, $HR = 1,24 \pm 0,02^{cd}$ - MD50DASD, $HR = 1,23 \pm 0,02^{cd}$ - MDWPC50DASD, $HR = 1,45 \pm 0,03^{hi}$ - MDW50DASD, $HR = 1,41 \pm 0,03^{gh}$ - MDBM50DASD, $HR = 1,32 \pm 0,02^{ef}$ - W50DASD, $HR = 1,15 \pm 0,02^{ab}$ - MD70DASD, $HR = 1,19 \pm 0,01^{bc}$ - MDWPC70DASD, $1,37 \pm 0,02^{fg}$ - MDW70DASD, $HR = 1,25 \pm 0,02^d$ - MDBM70DASD, $HR = 1,33 \pm 0,03^{ef}$ - W70DASD

⁶⁹ $\varepsilon_L = 68,9 \pm 0,9\%^f$ - MD50SD, $\varepsilon_L = 68,2 \pm 1,5\%^{ef}$ - MDWPC50SD, $\varepsilon_L = 62,6 \pm 2,5\%^d$ - MDW50SD, $\varepsilon_L = 59,1 \pm 2,1\%^c$ - MDBM50SD, $\varepsilon_L = 25,4 \pm 1,0\%^a$ - W50SD, $\varepsilon_L = 63,2 \pm 2,5\%^d$ - MD50DASD, $\varepsilon_L = 52,4 \pm 1,7\%^b$ - MDWPC50DASD, $\varepsilon_L = 64,5 \pm 0,7\%^d$ - MDW50DASD, $\varepsilon_L = 63,7 \pm 0,6\%^d$ - MDBM50DASD, $\varepsilon_L = 63,3 \pm 1,0\%^d$ - W50DASD, $\varepsilon_L = 68,5 \pm 0,8\%^{ef}$ - MD70DASD, $\varepsilon_L = 54,1 \pm 1,2\%^b$ - MDWPC70DASD, $\varepsilon_L = 68,0 \pm 0,3\%^{ef}$ - MDW70DASD, $\varepsilon_L = 65,6 \pm 0,6\%^{de}$ - MDBM70DASD, $\varepsilon_L = 63,8 \pm 1,6\%^d$ - W70DASD

⁷⁰ $a^* = 39,8 \pm 0,6^f$ - MD50SD, $a^* = 30,1 \pm 0,5^a$ - MDWPC50SD, $a^* = 38,5 \pm 0,3^d$ - MDW50SD, $a^* = 36,1 \pm 0,3^d$ - MDBM50SD, $a^* = 32,4 \pm 0,8^b$ - W50SD, $a^* = 42,8 \pm 0,4^g$ - MD50DASD, $a^* = 33,6 \pm 0,3^c$ - MDWPC50DASD, $a^* = 42,4 \pm 0,4^g$ - MDW50DASD, $a^* = 41,8 \pm 0,2^g$ - MDBM50DASD, $a^* = 39,7 \pm 0,4^f$ - W50DASD, $a^* = 44,2 \pm 0,6^h$ - MD70DASD, $a^* = 42,7 \pm 0,3^g$ - MDWPC70DASD, $a^* = 44,7 \pm 0,2^h$ - MDW70DASD, $a^* = 42,5 \pm 0,6^g$ - MDBM70DASD, $a^* = 40,5 \pm 0,6^f$ - W70DASD

mniejszy udział barwy czerwonej proszków z koncentratu soku wiśniowego z dodatkiem WPC. Należy także zwrócić uwagę, że proszek z mieszanką MDWPC, otrzymany metodą SD, wyróżniał się mniejszym indeksem brązowienia (*BI*) niż wariant z MD⁷¹. Można więc stwierdzić, że WPC pełnił rolę ochronną przed reakcjami brązowienia, które mogą zajść w trakcie suszenia rozpyłowego. Badania zawartości związków bioaktywnych oraz ich aktywności przeciwutleniającej wskazały na istotny wpływ rodzaju zastosowanego nośnika (Tabela 8-10). Najmniejsza zawartość związków fenolowych (POLY) została zanotowana w wariantach wyłącznie z MD (rozpatrując średnią wartość dla wszystkich rodzajów suszenia), natomiast największa w proszkach z mieszanką MDW (rozpatrując średnią wartość dla wszystkich rodzajów suszenia), co także potwierdzono wartością RC. Można więc stwierdzić, że zastosowane alternatywne nośniki pełniły istotną rolę w ochronie związków fenolowych przed ich degradacją w trakcie suszenia rozpyłowego. Akbarbaglu i wsp. [2021] oraz Michalska i wsp. [2021] w swoich badaniach doszli do wniosku, że różne rodzaje nośników (polisacharydowe, białkowe, mieszane) mają różną zdolność ochrony związków bioaktywnych w trakcie obróbki surowca, co związane jest z rodzajem grupy badanych związków fenolowych. Zanotowano także, że zastosowanie mieszanki MDW pozwoliło na otrzymanie proszków o najwyższej zawartości kwasów fenolowych (PA), a kwas chlorogenowy (CA) był kwasem występującym w największej ilości, niezależnie od zastosowanego nośnika. Ponadto, zaobserwowano istotny wpływ rodzaju nośnika na zawartość poszczególnych kwasów fenolowych. Warianty z MD wyróżniały się największym udziałem kwasu 3,5-dikawoilochinowego (DCFA) oraz kwasu p-kumarowego (*p*-CuA), natomiast proszki z mieszanką MDW charakteryzowały się największą zawartością kwasu neochlorogenowego (NCA), kwasu chlorogenowego (CA) oraz pochodnej kwasu fenolowego 1 (Der1PA). Podobnie jak w przypadku kwasów fenolowych (PA), zastosowanie mieszanki MDW umożliwiło zachować więcej flawonoli (FLV) niż warianty z wyłącznie MD jako nośnikiem (z wyjątkiem proszków wysuszonych w niskiej temperaturze z tradycyjną zawartością nośnika - 50DASD). Należy także zwrócić uwagę, że proszki z samą W oraz mieszanką MDWPC wyróżniały się największą retencją antocyjanów spośród wszystkich zastosowanych nośników (Rys. 7). Do podobnych wniosków doszli Oliveira i wsp. [2018] oraz Parthasarathi i Anandharamakrishnan [2016], którzy udowodnili, że dodatek WPC przyczyniał się do większej zawartości antocyjanów w proszkach z ekstraktu odpowiednio

⁷¹ BI = 50,8 ± 1,5^a - MDWPC50SD oraz BI = 64,2 ± 1,5^{bc} - MD50SD

ze skórek winogronowych oraz z jagód. Badacze stwierdzili, że możliwym powodem było zajście reakcji przez wiązania hydrofobowe pomiędzy związkami zawartymi w roztworach poddawanych suszeniu oraz antocyjanami. W konsekwencji, ograniczyło to degradację antocyjanów w wyniku wysokiej temperatury. Należy zwrócić uwagę także na aktywność przeciwutleniającą proszków wiśniowych, ponieważ wybór nośnika istotnie wpłynął na otrzymane wartości. Współczynnik retencji aktywności przeciwutleniającej (ABTS RC) był największy w wariantach z mieszaniną MDWPC i osiągnął wartość bliską 100% (Rys. 7). W przypadku tych samych wariantów zanotowano także największą wartość TEAC ABTS oraz jednocześnie najmniejszą proszków wyłącznie z samą MD. Zjawisko to może być efektem właściwości przeciwutleniających WPC. Największy współczynnik retencji FRAP oraz wartości FRAP zostały zaobserwowane w przypadku proszków z samą MD oraz mieszaniny MDW. Podsumowując, nośniki oparte o materiały pochodzenia mlecznego, uznawane w przemyśle spożywczym za produkt uboczny, mogą zastąpić częściowo tradycyjną MD, poprawiając niektóre właściwości fizykochemiczne oraz wzbogacając proszki w wartość dodaną w postaci niektórych związków bioaktywnych i zwiększonej aktywności przeciwutleniającej.

Wyniki przedstawione w publikacjach [P1], [P2], [P3] oraz [P4] **pozwoili na częściowe potwierdzenie** hipotezy badawczej **H5**, mówiącej, że MD może być zastąpiona innymi nośnikami, które wzbogacają otrzymane proszki w wartość dodaną. Należy podkreślić, że w zależności od zastosowanego rodzaju nośnika możliwa była poprawa niektórych właściwości fizykochemicznych.

Potencjalne zastosowanie otrzymanych proszków jako półproduktów powinno być dostosowane do charakteru produktu finalnego. Aplikacja proszków z dodatkiem PP może być wskazana jako alternatywa dla stosowania nośników pochodzenia zwierzęcego w produktach klasyfikowanych jako „vegan”. Proszki, w których zastosowano prebiotyczną inulinę mogą posłużyć jako półprodukt do tworzenia produktów funkcjonalnych o dodatkowym działaniu prozdrowotnym. Natomiast proszki z nośnikami mlecznymi, uznawanymi jako produkty uboczne, mogą zostać zaaplikowane jako składnik produktów, wpisujących się w trend „zero waste”. Ponadto, wszystkie z otrzymanych proszków mogą zostać zastosowane jako jeden ze składników produktów, które określane są jako „clean label”. Dalszy kierunek badań powinien obejmować badanie zastosowania nośników w innych surowcach oraz także aplikacje nowych nośników, które także wpisują się w trendy „clean label” oraz „zero waste”.

6. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Zrealizowane badania pozwoliły na zweryfikowanie założonych hipotez badawczych oraz ich częściowe potwierdzenie, jednocześnie wskazując na zasadność zastosowania osuszonego powietrza w suszeniu rozpyłowym jako metody umożliwiającej otrzymanie innowacyjnych proszków spożywczych. Na podstawie uzyskanych wyników sformułowano poniższe stwierdzenia i wnioski:

1. Suszenie rozpyłowe z wykorzystaniem osuszonego powietrza, w wyniku obniżenia temperatury suszenia, umożliwia zmniejszenie dodatku nośnika suszarniczego, a także w niektórych przypadkach jego eliminację. Ponadto, wydajność procesu suszenia w niskiej temperaturze przy obniżonej zawartości nośnika jest w większości przypadków większa niż proszków otrzymanych metodą tradycyjną - wysokotemperaturową.
2. Proszki o zmniejszonej zawartości nośnika charakteryzują się akceptowalnymi właściwościami fizykochemicznymi, a w niektórych przypadkach lepszymi niż proszki o standardowej zawartości nośnika (50% s.s., w/w). Otrzymane wyniki wskazują na zwiększenie zawartości wody wraz ze zmniejszającym się udziałem nośnika, które jest efektem wyższego udziału surowca, a co za tym idzie także większej zawartości cukrów prostych w suszonym roztworze, przy czym jednocześnie proszki charakteryzują się aktywnością wody wskazującą na stabilność produktu finalnego.
3. Możliwość zmniejszenia dodatku nośnika dzięki zastosowaniu suszenia z osuszonym powietrzem jest uzależniona od składu chemicznego surowca (profilu cukrowego, naturalnej obecności innych związków wielkocząsteczkowych, mogących spełnić rolę natywnego nośnika).
4. Zastosowanie osuszonego powietrza, poprzez zmniejszenie temperatury suszenia w proszkach o standardowej zawartości nośnika (50% s.s., w/w), umożliwia poprawę niektórych właściwości fizykochemicznych, dzięki obniżeniu ryzyka wystąpienia lub zmniejszenia intensywności efektu „stickiness”.
5. Zastosowanie osuszonego powietrza w suszeniu rozpyłowym nie pozwala na poprawę sprawności cieplnej procesu suszenia. W związku z powyższym, zastosowanie tej metody na skalę przemysłową powinno być poprzedzone analizą korzyści, wynikających m.in. ze zwiększonego udziału surowca w proszku, a także uwzględniającą negatywne efekty w postaci niskiej sprawności cieplnej.

6. Dobór metody analitycznej oznaczenia zawartości związków fenolowych ma istotny wpływ na interpretację otrzymanych wyników.
7. Obniżenie temperatury suszenia w wyniku osuszenia powietrza suszącego w większości przypadków nie poprawia właściwości biologicznych proszków o standardowej zawartości nośnika (50% s.s., w/w). Istotny wpływ ma jednakże zmniejszenie udziału nośnika/zwiększenie udziału surowca, możliwe tylko w efekcie obniżenia temperatury suszenia.
8. Maltodekstryna jako nośnik tradycyjny może być z powodzeniem zastąpiona innymi nośnikami, które dodatkowo wzbogacają produkt w wartość dodaną. Istotną rolę w poprawie właściwości fizykochemicznych ma jednak właściwy dobór rodzaju nośnika do stosowanego surowca.
9. Innowacyjne proszki spożywcze mogą być potencjalnie zastosowane jako półprodukty w przemyśle spożywczym, jednak należy mieć na uwadze charakter produktu finalnego. Aplikacja proszków z dodatkiem białka grochu może być korzystna w produktach, będących alternatywą dla produktów pochodzenia zwierzęcego. Proszki z prebiotyczną nutriozą mogą posłużyć do formułacji produktów funkcjonalnych, a te z nośnikami mlecznymi – do produktów nabiałowych lub docelowo z takimi spożywanymi. Wszystkie otrzymane proszki mogą zostać wykorzystane do dalszego tworzenia produktów o „czystej etykiecie”.

7. SPIS LITERATURY

1. Adhikari B., Howes T., Lecomte D., Bhandari B.R. 2005. A glass transition temperature approach for the prediction of the surface stickiness of a drying droplet during spray drying. *Powder Technology* 149(2-3), 168-179.
2. Aghbashlo M., Mobli H., Rafiee S., Madadlou A. 2012. Energy and exergy analyses of the spray drying process of fish oil microencapsulation. *Biosystems Engineering* 111(2), 229-241.
3. Akbarbaglu Z., Peighambaroust S.H., Sarabandi K., Jafari S.M. 2021. Spray drying encapsulation of bioactive compounds within protein-based carriers; different options and applications. *Food Chemistry* 359, 129965.
4. Álvarez-Cervantes P., Cancino-Díaz J.C., Fabela-Illescas H.E., Cariño-Cortés R., López-Villegas E.O., Ariza-Ortega J.A., Belefant-Miller H., Betanzos-Cabrera G. 2021. Spray-drying microencapsulation of pomegranate juice increases its antioxidant activity after *in vitro* digestion. *International Journal of Food Science & Technology* 56(10), 5089-5096.
5. Aragüez-Fortes Y., Robaina-Morales L.M., Pino J.A. 2019. Optimization of the spray-drying parameters for developing guava powder. *Journal of Food Process Engineering* 42(6), e13230.
6. Baker C.G.J., McKenzie K.A. 2005. Energy consumption of industrial spray dryers. *Drying Technology* 23(1-2), 365-386.
7. Baranowska-Wójcik E., Szwajgier D. 2019. Characteristics and pro-health properties of mini kiwi (*Actinidia arguta*). *Horticulture, Environment, and Biotechnology* 60(2), 217-225.
8. Baysan U., Elmas F., Koç M. 2019. The effect of spray drying conditions on physicochemical properties of encapsulated propolis powder. *Journal of Food Process Engineering* 42(4), e13024.
9. Bhandari B. 2008. Spray drying and powder properties. In: *Food Drying Science and Technology: Microbiology, Chemistry, Applications* (eds Y.H. Hui, C. Clary, M.M. Farid, O.O. Fasina, A. Noomhorm, J. Welti-Chanes), DEStech Publications, Lancaster, PA, USA, 215–248.
10. Bhandari B., Bansal N., Zhang M., Schuck P. 2013. *Handbook of food powders: Processes and properties*, Woodhead Publishing Ltd, Sawston, Wielka Brytania.
11. Bhandari B. 2013. Introduction to Food Powders. In: *Handbook of Food Powders:*

- Processes and Properties (eds B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, P. Schuck), Woodhead Publishing Ltd, Sawston, Wielka Brytania, 1-25.
12. Bhandari B.R., Datta N., Crooks R., Howes T., Rigby S. 1997a. A semi-empirical approach to optimize the quantity of drying aids required to spray dry sugar-rich foods. *Drying Technology* 15(10), 2509-2525.
 13. Bhandari B., Datta N., Howes T. 1997b. Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology* 15(2), 671-684.
 14. Bhandari B.R., Hartel R.W. 2002. Co-crystallization of sucrose at high concentration in the presence of glucose and fructose. *Journal of Food Science* 67(5), 1797-1802.
 15. Bhandari B., Howes T. 1999. Implication of glass transition for the drying and stability of dried foods. *Journal of Food Engineering* 40(1-2), 71-79.
 16. Bouayed J., Deußer H., Hoffmann L., Bohn T. 2012. Bioaccessible and dialysable polyphenols in selected apple varieties following *in vitro* digestion vs. their native patterns. *Food Chemistry* 131(4), 1466-1472.
 17. Bringas-Lantigua M., Pino J.A., Aragüez-Fortes Y. 2016. Influence of process conditions on the physicochemical properties of honey powder produced by spray drying. *RP5ista CENIC. Ciencias Químicas* 47, 64-69.
 18. Brodkorb A., Egger L., Alminger M., Alvito P., Assunção R., Ballance S., ... Recio I. (2019). INFOGEST static *in vitro* simulation of gastrointestinal food digestion. *Nature Protocols* 14(4), 991-1014.
 19. ČakarP5ić J., Šeregelj V., Tumbas Šaponjac V., Četković G., Čanadanović Brunet J., Popović S., HadnađP5 Kostić M., Popović L. 2020. Encapsulation of beetroot juice: a study on the application of pumpkin oil cake protein as new carrier agent. *Journal of Microencapsulation* 37(2), 121-133.
 20. Can Karaca A., Guzel O., Ak M.M. 2016. Effects of processing conditions and formulation on spray drying of sour cherry juice concentrate. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 96(2), 449-455.
 21. Chen X., Ting J.L.H., Peng Y., Tangjaidee P., Zhu Y., Li Q., Shan Y., Quek S.Y. 2021. Comparing three types of mandarin powders prepared via microfluidic-jet spray drying: Physical properties, phenolic retention and volatile profiling. *Foods* 10(1), 123.
 22. Chin S.T., Nazimah S.A.H., Quek S.Y., Che Man Y.B., Abdul Rahman R., Mat Hashim D. 2008. Changes of volatiles' attribute in durian pulp during freeze- and spray-drying process. *LWT - Food Science and Technology* 41(10), 1899-1905.
 23. Daza L.D., Fujita A., Fávoro-Trindade C.S., Rodrigues-Ract J.N., Granato D., Genovese

- M.I. 2016. Effect of spray drying conditions on the physical properties of Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC.) fruit extracts. *Food and Bioproducts Processing* 97, 20-29.
24. de Souza V.B., Thomazini M., de Carvalho Balieiro J.C., Fávoro-Trindade C.S. 2015. Effect of spray drying on the physicochemical properties and color stability of the powdered pigment obtained from vinification byproducts of the Bordo grape (*Vitis labrusca*). *Food and Bioproducts Processing* 93, 39-50.
25. Del Valle M., Cámara M., Torija M.E. 2006. Chemical characterization of tomato pomace. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 86(8), 1232-1236.
26. Demircan B., Velioglu Y.S. 2023. Optimization of Drying Parameters in the Production of Purple Carrot Puree Powder. *Akademik Gıda* 21(2), 101-111.
27. Dhanalakshmi K., Ghosal S., Bhattacharya S. 2011. Agglomeration of food powder and applications. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 51(5), 432-441.
28. Do H.T., Nguyen H.V. 2018. Effects of spray-drying temperatures and ratios of gum arabic to microcrystalline cellulose on antioxidant and physical properties of mulberry juice powder. *Berages* 4(4), 101.
29. Domian E., Lenart A. 2010. Właściwości fizyczne żywności sypkiej. W: *Właściwości fizyczne żywności* (red. Z. Pałacha, I. Sitkiewicz), Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa, 298-334.
30. Ercisli S., Orhan E. 2007. Chemical composition of white (*Morus alba*), red (*Morus rubra*) and black (*Morus nigra*) mulberry fruits. *Food Chemistry* 103(4), 1380-1384.
31. Ferracane R., Pellegrini N., Visconti A., Graziani G., Chiavaro E., Miglio C., Fogliano V. 2008. Effects of different cooking methods on antioxidant profile, antioxidant capacity, and physical characteristics of artichoke. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 56(18), 8601-8608.
32. Ferrari C.C., Germer S.P.M., de Aguirre J.M. 2012. Effects of spray-drying conditions on the physicochemical properties of blackberry powder. *Drying Technology* 30(2), 154-163.
33. Fitzpatrick J.J., Ahrné L. 2005. Food powder handling and processing: Industry problems, knowledge barriers and research opportunities. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 44(2), 209-214.
34. Goula A.M., Adamopoulos K.G. 2010. A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 11(2), 342-351.
35. Goula A.M., Adamopoulos K.G. 2008. Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. Powder properties. *Drying Technology* 26(6), 726-737.

36. Goula A.M., Adamopoulos K.G., Kazakis N.A. 2004. Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. *Drying Technology* 22(5), 1129-1151.
37. Horuz E., Altan A., Maskan M. 2012. Spray drying and process optimization of unclarified pomegranate (*Punica granatum*) juice. *Drying Technology* 30(7), 787-798.
38. Isik B.S., Altay F., Capanoglu E. 2018. The uniaxial and coaxial encapsulations of sour cherry (*Prunus cerasus* L.) concentrate by electrospinning and their *in vitro* bioaccessibility. *Food Chemistry* 265, 260-273.
39. Jafari S.M., Ghalenoei M.G., Dehnad D. 2017. Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder. *Powder Technology* 311, 59-65.
40. Jayasundera M., Adhikari B., Howes T., Aldred P. 2011. Surface protein coverage and its implications on spray-drying of model sugar-rich foods: Solubility, powder production and characterisation. *Food Chemistry* 128(4), 1003-1016.
41. Jedlińska A., Barańska A., Witrowa-Rajchert D., Ostrowska-Ligeża E., Samborska K. 2021. Dehumidified Air-Assisted Spray-Drying of cloudy beetroot juice at low temperature. *Applied Sciences* 11(14), 6578.
42. Jedlińska A., Edris A., Samborska K. 2023. Sugarcane molasses spray drying by dehumidified air as the method to enhance powder recovery and physical properties of powders. *Journal of Food Process Engineering* e14426.
43. Jedlińska A., Samborska K., Wieczorek A., Wiktor A., Ostrowska-Ligeza E., Jamróż W., Skwarczyńska-Maj K., Kiełczewski D., Błażowski Ł., Tułodziecki M., Witrowa-Rajchert D. 2019. The application of dehumidified air in rapeseed and honeydew honey spray drying - Process performance and powders properties considerations. *Journal of Food Engineering* 245, 80-87.
44. Jiang H., Zhang M., Adhikari B. 2013. Fruit and vegetable powders. In: *Handbook of food powders* (eds B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, P. Schuck), Woodhead Publishing Ltd, Sawston, Wielka Brytania, 532-552.
45. Julklang W., Golman B. 2015. Effect of process parameters on energy performance of spray drying with exhaust air heat recovery for production of high value particles. *Applied Energy* 151, 285-295.
46. Kaderides K., Goula A.M. 2019. Encapsulation of pomegranate peel extract with a new carrier material from orange juice by-products. *Journal of Food Engineering* 253, 1-13.
47. Kaderides K., Goula A.M. 2017. Development and characterization of a new encapsulating agent from orange juice by-products. *Food Research International* 100, 612-622.

48. Khalesi M., FitzGerald R.J. 2021. *In vitro* digestibility and antioxidant activity of plant protein isolate and milk protein concentrate blends. *Catalysts* 11(7), 787.
49. Lammerskitten A., Mykhailyk V., Wiktor A., Toepfl S., Nowacka M., Bialik M., Czyżewski J., Witrowa-Rajchert D., Parniakov O. 2019. Impact of pulsed electric fields on physical properties of freeze-dried apple tissue. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 57, 102211.
50. Lawes G.S. 1989. The effect of shading on the chlorophyll content of 'Hayward' kiwifruit. *New Zealand Journal of Crop and Horticultural Science* 17(3), 245-249.
51. Mahmood T., Anwar F., Abbas M., Saari N. 2012. Effect of maturity on phenolics (phenolic acids and flavonoids) profile of strawberry cultivars and mulberry species from Pakistan. *International Journal of Molecular Sciences* 13(4), 4591-4607.
52. Maruyama S., Streletskaia N.A., Lim J. 2021. Clean label: Why this ingredient but not that one?. *Food Quality and Preference* 87, 104062.
53. Matveev Y.I., Grinberg V.Y., Sochava I.V., Tolstoguzov V.B. 1997. Glass transition temperature of proteins. Calculation based on the additive contribution method and experimental data. *Food Hydrocolloids* 11(2), 125-133.
54. Masters K. 1985. Spray drying handbook. George Godwin Ltd, Rugby, Anglia.
55. Michalska-Ciechanowska A., Brzezowska J., Wojdyło A., Gajewicz-Skretna A., Ciska E., Majerska J. 2021. Chemometric contribution for deeper understanding of thermally-induced changes of polyphenolics and the formation of hydroxymethyl-*L*-furfural in chokeberry powders. *Food Chemistry* 342, 128335.
56. Mihaylova D., Desseva I., Stoyanova M., Petkova N., Terzyiska M., Lante A. 2021. Impact of *in vitro* gastrointestinal digestion on the bioaccessibility of phytochemical compounds from eight fruit juices. *Molecules* 26(4), 1187.
57. Miravet G., Alacid M., Obón J.M., Fernández-López J.A. 2016. Spray-drying of pomegranate juice with prebiotic dietary fibre. *International Journal of Food Science & Technology* 51(3), 633-640.
58. Mishra P., Mishra S., Mahanta C.L. 2014. Effect of maltodextrin concentration and inlet temperature during spray drying on physicochemical and antioxidant properties of amla (*Emblca officinalis*) juice powder. *Food and Bioproducts Processing* 92(3), 252-258.
59. Moghaddam A.D., Pero M., Askari G.R. 2017. Optimizing spray drying conditions of sour cherry juice based on physicochemical properties, using response surface methodology (RSM). *Journal of Food Science and Technology* 54, 174-184.

60. Muzaffar K., Kumar P. 2016. Comparative efficiency of maltodextrin and protein in the production of spray-dried tamarind pulp powder. *Drying Technology* 34(7), 802-809.
61. Muzaffar K., Kumar P. 2015. Parameter optimization for spray drying of tamarind pulp using response surface methodology. *Powder Technology* 279, 179-184.
62. Noguerol A.T., Pagán M.J., García-Segovia P., Varela P. 2021. Green or clean? Perception of clean label plant-based products by omnivorous, vegan, vegetarian and flexitarian consumers. *Food Research International* 149, 110652.
63. Nurhadi B., Andoyo R., Indiarso R. 2012. Study the properties of honey powder produced from spray drying and vacuum drying method. *International Food Research Journal* 19(3), 907-912.
64. Oliveira B.E., Junior P.C., Cilli L.P., Contini L.R., Venturini A.C., Yoshida C.M., Braga M.B. 2018. Spray-drying of grape skin-whey protein concentrate mixture. *Journal of food Science and Technology* 55, 3693-3702.
65. Parthasarathi S., Anandharamakrishnan C. 2016. Enhancement of oral bioavailability of vitamin E by spray-freeze drying of whey protein microcapsules. *Food and Bioprocess Processing* 100, 469-476.
66. Pereira D.C.d.S., Beres C., Gomes F.d.S., Tonon R.V., Cabral L.M. 2020. Spray drying of juçara pulp aiming to obtain a “pure” powdered pulp without using carrier agents. *Drying Technology* 38(9), 1175-1185.
67. Pico J., Pismag R.Y., Laudouze M., Martinez M.M. 2020. Systematic P5aluation of the Folin–Ciocalteu and Fast Blue BB reactions during the analysis of total phenolics in legumes, nuts and plant seeds. *Food & Function* 11(11), 9868-9880.
68. Pieczykolan E., Kurek M.A. 2019. Use of guar gum, gum Arabic, pectin, beta-glucan and inulin for microencapsulation of anthocyanins from chokeberry. *International Journal of Biological Macromolecules* 129, 665-671.
69. Pulido R., Bravo L., Saura-Calixto F. 2000. Antioxidant activity of dietary polyphenols as determined by a modified ferric reducing/antioxidant power assay. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 48(8), 3396-3402.
70. Quek S.Y., Chok N.K., Swedlund P. 2007. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 46(5), 386-392.
71. Raczkowska J., Mielcarz G., Howard A., Raczkowski M. 2011. UPLC and spectrophotometric analysis of polyphenols in wines available in the Polish market. *International Journal of Food Properties*, 14(3), 514-522.

72. Roos Y.H. 2010. Glass transition temperature and its relevance in food processing. *Annual Review of Food Science and Technology* 1, 469-496.
73. Roos Y.H., Drusch S. 2015. Phase transitions in foods. Academic Press, Cambridge, USA.
74. Roos Y., Karel M. 1991. Phase transitions of mixtures of amorphous polysaccharides and sugars. *Biotechnology Progress* 7(1), 49-53.
75. Roustapour O.R., Hosseinalipour M., Ghobadian B. 2006. An experimental investigation of lime juice drying in a pilot plant spray dryer. *Drying Technology* 24(2), 181-188.
76. Rytz A., Adeline D., Lê K. A., Tan D., Lamothe L., Roger O., Macé K. 2019. Predicting glycemic index and glycemic load from macronutrients to accelerate development of foods and beverages with lower glucose responses. *Nutrients* 11(5), 1172.
77. Samborska K. 2019. Powdered honey–drying methods and parameters, types of carriers and drying aids, physicochemical properties and storage stability. *Trends in Food Science & Technology* 88, 133-142.
78. Samborska K. 2008. Suszenie rozpyłowe w przemyśle spożywczym. *Postępy Techniki Przetwórstwa Spożywczego* (1), 63-69.
79. Samborska K., Barańska A., Szulc K., Jankowska E., Truszkowska M., Ostrowska-Ligęza E., Wołosiak R., Szymańska E., Jedlińska, A. 2020. Reformulation of spray-dried apple concentrate and honey for the enhancement of drying process performance and the physicochemical properties of powders. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 100(5), 2224-2235.
80. Samborska K., Boostani S., Geranpour M., Hosseini H., Dima C., Khoshnoudi-Nia S., Rostamabadi H., Falsafi S.R., Shaddel R., Akbari-Alavijeh S., Jafari S.M. 2021. Green biopolymers from by-products as wall materials for spray drying microencapsulation of phytochemicals. *Trends in Food Science & Technology* 108, 297-325.
81. Samborska K., Jedlińska A., Wiktor A., Derewiaka D., Wołosiak R., Matwijczuk A., Jamróz W., Skwarczyńska-Maj K., Kiełczewski D., Błażowski Ł., Tułodziecki M., Witrowa-Rajchert D. 2019b. The effect of low-temperature spray drying with dehumidified air on phenolic compounds, antioxidant activity, and aroma compounds of rapeseed honey powders. *Food and Bioprocess Technology* 12(6), 919-932.
82. Samborska K., Langa E., Kamińska-Dwórznicza A., Witrowa-Rajchert, D. 2015. The influence of sodium caseinate on the physical properties of spray-dried honey. *international Journal of Food Science & Technology* 50(1), 256-262.

83. Samborska, K., Poozesh S., Barańska A., Sobulska M., Jedlińska A., Arpagaus C., Malekjani N., Jafari S.M. 2022. Innovations in spray drying process for food and pharma industries. *Journal of Food Engineering* 321, 110960.
84. Samborska K., Sarabandi K., Tonon R., Topuz A., Eroğlu E., Kaymak-Ertekin F., Malekjani N., Jafari S.M. 2023. Recent progress in the stickiness reduction of sugar-rich foods during spray drying. *Drying Technology* 1-20.
85. Samborska K., Wiktor A., Jedlińska A., Matwijczuk A., Jamróz W., Skwarczyńska-Maj K., Kielczewski D., Tułodziecki M., Błażowski Ł., Witrowa-Rajchert, D. 2019a. Development and characterization of physical properties of honey-rich powder. *Food and Bioproducts Processing* 115, 78-86.
86. Sarabandi K., Peighambaroust S.H., Mahoonak A.S, Samaei S.P. 2017. Effect of carrier types and compositions on the production yield, microstructure and physical characteristics of spray dried sour cherry juice concentrate. *Journal of Food Measurement and Characterization* 11, 1602-1612.
87. Shi Q., Fang Z., Bhandari B. 2013. Effect of addition of whey protein isolate on spray-drying behavior of honey with maltodextrin as a carrier material. *Drying Technology* 31(13-14), 1681-1692.
88. Shishir M.R.I., Chen W. 2017. Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. *Trends in Food Science & Technology* 65, 49-67.
89. Shishir M.R.I., Taip F.S., Aziz N.A., Talib R.A. 2014. Physical properties of spray-dried pink guava (*Psidium guajava*) powder. *Agriculture and Agricultural Science Procedia* 2, 74-81
90. Sobulska M., Zbicinski I. 2021. Advances in spray drying of sugar-rich products. *Drying Technology* 39(12), 1774-1799.
91. Sperling L.H. 2005. *Introduction to physical polymer science*. John Wiley & Sons.
92. Stevenson E.J., Watson A., Theis S., Holz A., Harper L.D., Russell M. 2017. A comparison of isomaltulose versus maltodextrin ingestion during soccer-specific exercise. *European Journal of Applied Physiology* 117, 2321-2333.
93. Suhag Y., Nanda V. 2015. Optimization of process parameters to develop nutritionally rich spray-dried honey powder with vitamin C content and antioxidant properties. *International Journal of Food Science & Technology* 50(8), 1771-1777.
94. Suhag Y., Nanda V. 2016. Evaluation of different carrier agents with respect to physico-chemical, functional and morphological characteristics of spray dried nutritionally rich honey powder. *Journal of Food Processing and Preservation* 40(6), 1429-1437

95. Tkacz K., Wojdyło A., Michalska-Ciechanowska A., Turkiewicz I.P., Lech K., Nowicka P. 2020. Influence carrier agents, drying methods, storage time on physico-chemical properties and bioactive potential of encapsulated sea buckthorn juice powders. *Molecules* 25(17), 3801.
96. Tonon R.V., Brabet C., Hubinger M.D. 2008. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of food engineering* 88(3), 411-418.
97. Tuyen C.K., Nguyen M.H., Roach P.D. 2010. Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. *Journal of Food Engineering* 98(3), 385-392.
98. Vergara C., Pino M.T., Zamora O., Parada J., Pérez R., Uribe M., Kalazich J. 2020. Microencapsulation of anthocyanin extracted from purple flesh cultivated potatoes by spray drying and its effects on *in vitro* gastrointestinal digestion. *Molecules* 25(3), 722.
99. Walton D.E. 2000. The morphology of spray-dried particles a qualitative view. *Drying Technology* 18(9), 1943-1986.
100. Wojdyło A., Nowicka P., Laskowski P., Oszmianski J. 2014. P5aluation of sour cherry (*Prunus cerasus* L.) fruits for their polyphenol content, antioxidant properties, and nutritional components. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 62(51), 12332-12345.
101. Zotarelli M.F., da Silva V.M., Durigon A., Hubinger M.D., Laurindo J.B. 2017. Production of mango powder by spray drying and cast-tape drying. *Powder Technology* 305, 447-454.
102. Zotarelli M.F., Durigon A., da Silva V.M., Hubinger M.D., Laurindo J.B. 2022. Rehydration of mango powders produced by cast-tape drying, freeze drying, and spray drying. *Drying Technology* 40(1), 175-187.

8. DOROBEK NAUKOWY

Prace badawcze stanowiące rozprawę doktorską

1. **Barańska A.**, Jedlińska A., Samborska K. 2021. Dehumidified-air-assisted spray drying of buckwheat honey with maltodextrin and skim milk powder as carriers. *Applied Sciences*, 11(7), 3150. doi.org/10.3390/app11073150
2. Samborska K., Edris A., Jedlińska A., **Barańska A.** 2022. The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying. *Journal of Food Process Engineering*, 45(1), e13928. doi.org/10.1111/jfpe.13928
3. **Barańska A.**, Świeca M., Samborska K. 2023. Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier—Physical properties, antioxidant activity and in vitro bioaccessibility. *Drying Technology*, 41(3), 444-459. doi.org/10.1080/07373937.2022.2096060
4. **Barańska A.**, Jedlińska A., Samborska K. 2023. Is it possible to produce carrier-free fruit and vegetable powders by spray drying? *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 73(3), 214-223. doi.org/10.31883/pjfn/168709
5. **Barańska A.**, Michalska-Ciechanowska, A., Wojdyło, A., Mykhailyk, V. A., KorinchP5ska, T. V., Samborska, K. 2023. Carriers based on dairy by-products and dehumidified-air spray drying as novel multiple approach towards improved retention of phenolics in powders: sour cherry juice concentrate case study. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. doi.org/10.1002/jsfa.13033

Pozostałe prace (chronologicznie)

Artykuły w czasopismach recenzowanych

6. Samborska K., **Barańska A.**, Kamińska P., Kamińska-Dwórznicza A., Jedlińska A. 2019. Reduction of waste production during juice processing with a simultaneous creation of the new type of added-value products. *Environmental Protection and Natural Resources* 30(3), 1-6.
7. Samborska K., **Barańska A.**, Bodel D., Jedlińska A. 2019. Investigation on the possibility to enhancing honey spray drying process and powders properties by ultrafiltration pre-treatment. *Chemical and Process Engineering* 40(3).
8. **Barańska A.**, Jedlińska A., Konachowicz M., Samborska K. 2019. The investigation of the application of skim milk as a carrier and diluent during honey solution spray drying. *Zeszyty Problemowe Postępów Nauk Rolniczych* 597.
9. Samborska K., **Barańska A.** 2020. Miód w proszku—sposoby otrzymywania i najnowsze osiągnięcia. *Przemysł Spożywczy* 74(3), 22-26.
10. Samborska K., **Barańska A.**, Szulc K., Jankowska E., Truszkowska M., Ostrowska-Ligęza E., Wołosiak R., Szymańska E., Jedlińska A. 2020. Reformulation of spray-dried apple concentrate and honey for the enhancement of drying process performance and the physicochemical properties of powders. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 100(5), 2224-2235.
11. **Barańska A.**, Kot A., Samborska K. 2020. Ultrafiltration as a method to obtain sugar reduced cloudy juices a research on juice's properties. *Zeszyty Problemowe Postępów Nauk Rolniczych* 600, 3-11.
12. Kot A., Kamińska-Dwórznicza A., **Barańska A.** 2020. Study of the properties of vegan ice cream based on almond drink. *Zeszyty Problemowe Postępów Nauk Rolniczych* 600, 21-30.

13. Matys A., **Barańska A.**, Witrowa-Rajchert D., Samborska K. 2020. Zastosowanie osuszonego powietrza w procesie suszenia żywności. *Przemysł Spożywczy* 74(8), 38-42.
14. Samborska K., Bonikowski R., Kalemba D., **Barańska A.**, Jedlińska A., Edris, A. 2021. Volatile aroma compounds of sugarcane molasses as affected by spray drying at low and high temperature. *LWT* 145, 111288.
15. Jedlińska A., **Barańska A.**, Witrowa-Rajchert D., Ostrowska-Ligęza E., Samborska K. 2021. Dehumidified Air-Assisted Spray-Drying of cloudy beetroot juice at low temperature. *Applied Sciences* 11(14), 6578.
16. Samborska K., Poozesh S., **Barańska A.**, Sobulska M., Jedlińska A., Arpagaus C., Malekjani N., Jafari S.M. 2022. Innovations in spray drying process for food and pharma industries. *Journal of Food Engineering* 321, 110960.
17. Matwijczuk A., Budziak-Wieczorek I., Czernel G., Karcz D., **Barańska A.**, Jedlińska A., Samborska K. 2022. Classification of honey powder composition by FTIR spectroscopy coupled with chemometric analysis. *Molecules* 27(12), 3800.
18. Dadan M., **Barańska A.**, Matys A., Rybak K., Witrowa-Rajchert D., Wiktor A., Nowacka M. 2023. Impact of Pulsed Electric Field Treatment on the Process Kinetics and Selected Properties of Air and Dehumidified Air-Dried Mushrooms. *Processes* 11(7), 2101.

Rozdziały w monografiach

1. **Barańska A.**, Jedlińska A., Samborska K. 2020. Application of dehumidified air during spray drying for the production of food powders. *Mechatronics 2019: Recent Advances Towards Industry 4.0*, 463-468.
2. Samborska K., **Barańska A.**, Boostani S., Riazi M., Jafari S.M. 2023. Introduction to the spray drying proces. W: *Spray Drying for the Food Industry* (red. Jafari S.M., Samborska K.), Elsevier, Amsterdam, Holandia, 3-28.
3. Samborska K., Jedlińska A., **Barańska A.**, Wiktor A., Michalska-Ciechanowska A., Goula A. 2023. Spray dying of sugar-rich products. W: *Spray Drying for the Food Industry* (red. Jafari S.M., Samborska K.), Elsevier, Amsterdam, Holandia, 145-188.

Udział w projektach badawczych

1. „Badanie roli wilgotności powietrza suszącego w kształtowaniu warunków suszenia rozpyłowego” – projekt PRELUDIUM 20, Narodowe Centrum Nauki (nr 2021/41/N/ST8/01742), okres realizacji: 01.2021 – 01.2023, **kierownik projektu**.
2. „Innowacyjny system przetwarzania żywności na zmniejszoną skalę – FOX (Innovative down-scaled FOod processing in a boX — ‘FOX’ - Horyzont 2020 (nr 817683), okres realizacji: 2019 – 2023, wykonawca (10.2021 – 06.2022).

Doniesienia konferencyjne

1. **Barańska A.**, Konachowicz M., Kot A., Jedlińska A., Samborska K.: „Badanie wpływu rodzaju nośnika oraz rozpuszczalnika na proces suszenia rozpyłowego miodu wielokwiatowego”. I Ogólnopolska Konferencja Naukowa Studentów i Doktorantów „Żywność. Żywnienie. Rynek. Innowacje w nauce i praktyce”, Warszawa, 14.11.2019
2. Kot A., Kamińska-Dwórznicza A., Świderek K., **Barańska A.**: „Badanie właściwości fizyko-chemicznych i struktury krystalicznej lodów wegańskich na bazie napoju migdałowego”. I Ogólnopolska Konferencja Naukowa Studentów i Doktorantów „Żywność. Żywnienie. Rynek. Innowacje w nauce i praktyce”, Warszawa, 14.11.2019
3. **Barańska A.**, Kropidłowska M., Kot A., Jedlińska A., Samborska A.: „Badanie wpływu

- lepkości roztworu na przebieg procesu suszenia rozpyłowego oraz właściwości otrzymanych proszków”. „Techniki, technologie, badania w przemyśle rolno-spożywcym” – Sieć Badawcza Łukasiewicz – Przemysłowy Instytut Maszyn Rolniczych, Poznań, 05.12.2019
4. Kot A., Kamińska-Dwórznicza A., **Barańska A.**, Zakrzewska K.: „Wpływ zmiennej temperatury na rekrytalizację lodu w przechowywanych lodach przemysłowych”. „Techniki, technologie, badania w przemyśle rolno-spożywcym” – Sieć Badawcza Łukasiewicz – Przemysłowy Instytut Maszyn Rolniczych, Poznań, 05.12.2019
 5. **Barańska A.**, Jedlińska A., Kot A., Ignaczewska M. Samborska K.: „Niskotemperaturowe suszenie rozpyłowe miodu z mlekiem w proszku jako nośnikiem suszarniczym w celu uzyskania produktu „clean label”. IV edycja Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Nauka Okiem Młodego Naukowca”, e-konferencja, 06.06.2020
 6. Kot A., Kamińska-Dwórznicza A., Świderek K., **Barańska A.**: „Porównanie wpływu iota i kappa karagenu na proces rekrytalizacji lodu w lodach na bazie napoju migdałowego”. IV edycja Ogólnopolskiej Konferencji Naukowej „Nauka Okiem Młodego Naukowca”, e-konferencja, 06.06.2020
 7. **Barańska A.**, Jedlińska A., Samborska K.: „Niskotemperaturowe suszenie rozpyłowe koncentratu soku wiśniowego w celu uzyskania produktu „zero waste” o czystej etykietce”. V Sesja Naukowa Sekcji Młodej Kadry Naukowej PTTŻ, Wrocław 20-21.05.2021
 8. **Barańska A.**, Kot A., Matys A., Jedlińska A., Samborska K.: “Low temperature spray drying of sour cherry juice concentrate with dairy by-products to produce clean label product”. Euro-Aliment 2021 The 10th International Symposium, Galati, Rumunia 7-8.10.2021
 9. Celińska K., **Barańska A.**, Samborska K.: “Optimization of strawberry juice concentrate spray drying at high and low temperature”. ELLS Scientific Student Conference, Warszawa 19-21.11.2021
 10. **Barańska A.**, Samborska K., Jedlińska A.: “Low temperature spray drying as a method to obtain clean label fruits and vegetables powders”. IXth International Session of Young Scientific Staff “Food nowadays local or global?”, Poznań, 19-20.05.2022
 11. **Barańska A.**, Samborska K., Jedlińska A., Świeca M.: “Dehumidified air and pea protein as solution of obtaining functional powders”. Cukurova 8th International Scientific Researches Conference, Adana, Turcja 15-17.04.2022
 12. **Barańska A.**, Michalska-Ciechanowska A., Jedlińska A., Wojdyło A., Samborska K.: “Influence of dairy by-products a carriers and low temperature spray drying on bioactive compounds content of sour cherry concentrate powders”. 4th Nordic Baltic Drying Conference, Wrocław 7-9.09.2022
 13. Dadan M., Matys A., **Barańska A.**, Rybak K., Nowacka M., Witrowa-Rajchert D., Wiktor A.: „The Comparison of the Influence of Pulsed Electric Field Treatment Combined with Vacuum and Convective Drying on the Process Kinetics and Selected Properties of Dried Carrot”, 4th Nordic Baltic Drying Conference, Wrocław 7-9.09.2022
 14. **Barańska A.**, Samborska K., Jedlińska A.: „Badanie wpływu wilgotności powietrza suszącego na przebieg procesu suszenia rozpyłowego na przykładzie wody”. VII Sympozjum Inżynierii Żywności, Warszawa 29-30.06.2022
 15. **Barańska A.**, Samborska K.: “Investigation on the role of drying air humidity in shaping the conditions of spray drying”. EFFoST 2022 International Conference and the EFFoST / IFT-NPD Workshop, Dublin, Irlandia 7-9.11.2022
 16. **Barańska A.**, Jedlińska A., Samborska K.: „Dehumidified air application as a method of elimination of carriers in food powders production by spray drying”. 11th Scientific Conference of the Doctoral Schools, Galati, Rumunia, 8-9.06.2023

17. **Barańska A.**, Jedlińska A., Witrowa-Rajchert D., Samborska K.: „Is it possible to reduce carrier content in raspberry powder by the application of dehumidified air-assisted spray drying?”. 8th European Drying Conference, Łódź 4-7.07.2023
18. Jedlińska A., **Barańska A.**, Wiktor A., Witrowa-Rajchert D., Tylewicz U., Samborska K.: „Optimization of strawberry concentrate spray drying at low and high temperature to obtain powders of enhanced properties”. 8th European Drying Conference, Łódź 4-7.07.2023
19. **Barańska A.**, Lanciu (Dorofte) A., Bleoanca I., Dumitrascu L., Stan F., Fetecău C., Samborska K., Borda D.: „Capsules of beetroot by-product extract produced by electrohydrodynamic methods”. Euro-Aliment 2023 The 11th International Symposium, Galati, Rumunia 19-20.10.2023

Odbyte staże naukowe

1. Staż naukowy (program PROM Narodowej Agencji Wymiany Akademickiej) w Aristotle University of Thessaloniki, Grecja, 01-12.07.2021
2. Staż naukowy (program wymiany osobowej studentów i naukowców w ramach współpracy bilateralnej Narodowej Agencji Wymiany Akademickiej) w „Dunarea de Jos” University of Galati, Rumunia, 18.04-17.06.2023

Nagrody i wyróżnienia

1. I nagroda w sesji e-posterowej - **Barańska A.**, Konachowicz M., Kot A., Jedlińska A., Samborska K.: „*Badanie wpływu rodzaju nośnika oraz rozpuszczalnika na proces suszenia rozpyłowego miodu wielokwiatowego*”. I Ogólnopolska Konferencja Naukowa Studentów i Doktorantów „Żywność. Żywnienie. Rynek. Innowacje w nauce i praktyce”, Warszawa, 14.11.2019
2. I nagroda w sesji referatowej - **Barańska A.**, Jedlińska A., Samborska K.: „*Niskotemperaturowe suszenie rozpyłowe koncentratu soku wiśniowego w celu uzyskania produktu „zero waste” o czystej etykietce*”. V Sesja Naukowa Sekcji Młodej Kadry Naukowej PTTŻ, Wrocław 20-21.05.2021
3. II nagroda w sesji referatowej - **Barańska A.**, Jedlińska A., Samborska K.: „*Dehumidified air application as a method of elimination of carriers in food powders production by spray drying*”. 11th Scientific Conference of the Doctoral Schools, Galati, Rumunia, 8-9.06.2023
4. Nagroda zespołowa JM Rektora SGGW za osiągnięcia badawcze „cykl publikacji oraz zgłoszenie patentowe pt: „*Miód i aromaty w proszku – innowacje i właściwości*” w 2020 roku
5. Dyplom uznania JM Rektora SGGW za osiągnięcia badawcze w 2020 i 2023 r.

**9. PUBLIKACJE STANOWIĄCE ROZPRAWĘ DOKTORSKĄ WRAZ Z
OŚWIADCZENIAM I WSPÓLAUTORÓW**

Article

Dehumidified-Air-Assisted Spray Drying of Buckwheat Honey with Maltodextrin and Skim Milk Powder as Carriers

Alicja Barańska * , Aleksandra Jedlińska and Katarzyna Samborska 

Department of Food Engineering and Process Management, Institute of Food Sciences, Warsaw University of Life Sciences (WULS-SGGW), 02-787 Warsaw, Poland; aleksandra_jedlinska@sggw.edu.pl (A.J.); katarzyna_samborska@sggw.edu.pl (K.S.)

* Correspondence: alicja_baranska@sggw.edu.pl

Abstract: Buckwheat honey is proven to demonstrate health beneficial properties; however, its application in the industry is limited due to its high viscosity and syrupy-like consistency. The paper aimed to investigate process performance and physicochemical properties of carrier-reduced buckwheat honey. Honey was spray dried conventionally (inlet/outlet drying temperature: 180 °C/80 °C) and at low drying temperature with dehumidified air application (inlet/outlet drying temperature: 80 °C/45 °C) with maltodextrin as traditional carrier and alternatively with skim milk powder. The results of this study indicate that lowering the humidity of drying air enabled a decrease in carrier content of up to 25% (*w/w* solids), following powder recovery over 87%, which has not been recorded before for buckwheat honey powders. The results for the physicochemical properties proved that the application of the dehumidified air and skim milk powder as a carrier ameliorated their physicochemical properties and the antioxidant activity. Furthermore, the energy consumption of dehumidified-air-assisted spray drying was investigated as a basis for potential industrial application of this innovative method, which has not been studied in the literature before. The industrial application of this method must be carefully analyzed with regard to its advantages, as the energy consumption is significantly higher than in conventional spray drying.

Keywords: buckwheat honey; spray drying; dehumidified air; skim milk powder; physicochemical properties; energy consumption



Citation: Barańska, A.; Jedlińska, A.; Samborska, K. Dehumidified-Air-Assisted Spray Drying of Buckwheat Honey with Maltodextrin and Skim Milk Powder as Carriers. *Appl. Sci.* **2021**, *11*, 3150. <https://doi.org/10.3390/app11073150>

Academic Editor: Marcin A. Kurek

Received: 5 March 2021

Accepted: 29 March 2021

Published: 1 April 2021

Publisher's Note: MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Copyright: © 2021 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

Honey is recognized as a traditional medicine and has been applied in many cultures as a treatment for wounds, burns and microbial infections. The health beneficial properties of honey have been widely studied, and multiple papers have reported on the anti-inflammatory, antibacterial, radical scavenging and antioxidant properties resulting from its composition of phenolic acids, carotenoids, flavonoids, ascorbic acid, products of Maillards's reactions, catalase and peroxidase [1–6]. Generally, the antioxidant activity of honey is associated either with its phenolic content or its color—darker honeys tend to present higher antioxidant potential [2]. The main characteristics of buckwheat honey are dark brown to black color, specific strong aroma and molasses-like flavor [1]. This type of honey has been widely investigated over the years and has been proven to demonstrate multiple health beneficial properties. Jiang et al. (2020) reported that buckwheat honey positively affects intestinal microbes, which results in the increase in probiotics [7]. Hammond et al. (2016) noted that antibiotic-resistant pathogens were susceptible to buckwheat honey originating from the USA [8]. Baranowska-Wójcik et al. (2020) investigated 47 different honeys as a source for acetyl- and butyrylcholinesterase inhibitors (AChE and BChE), which are a possible therapeutic strategy in maintaining Alzheimer's disease [9]. The acetylcholinesterase activity (AChE) can decrease the acetylcholine neurotransmitter, leading to Alzheimer's disease. The authors draw attention to the highest capacity of buckwheat honey for AChE inhibition and accentuate its possible use in medical treatments.

Due to its favorable organoleptic and health beneficial properties, honey is widely applied in the food industry. However, its use is limited due to its syrupy-like consistency and viscosity. In order to solve this problem, honey powder was introduced to broaden the possibility of its dosing, transportation and storage, as the risk of crystallization and fermentation decreases the potential use as a dietary supplement and functional food ingredient [10,11]. Spray drying is a method that enables a production of free-flowing powder in a single operation and is usually used in honey powder production [11,12]. However, it should be underlined that, as a result of high content of low molecular weight sugars (fructose and glucose), honey spray drying can be a difficult operation because of the low glass transition temperature (T_g) of fructose and glucose: 5 °C and 31 °C, respectively [13]. Problems associated with spray drying of sugar-rich materials such as honey are manifested by inter-particle stickiness, particles' stickiness to the walls of the drying chamber, or by the material remaining in the form of a syrup. These issues lower product yield and quality. It is crucial to adjust drying parameters, device design or material composition with the addition of carriers to prevent the aforementioned problems. As observed in the literature, the most widely applied carrier in spray dried sugar-rich materials is maltodextrin. However, consumers are increasingly becoming more aware of products' composition, consequently looking for healthier alternatives, as maltodextrin is characterized by high glycemic index (GI) [14]. The protein-based carriers are attracting considerable interest due to their skin-forming properties and promising results in sugar-rich materials spray drying. Suhag and Nanda (2016) noted that whey protein concentrate (WPC) in honey spray drying led to the highest powder recovery (R_p), the lowest bulk density and good flowability in comparison to the traditional carriers of maltodextrin and Arabic gum [15]. Moreover, the authors reported that WPC fully protected vitamin C and enabled them to obtain more spherical powder particles. Samborska et al. (2015), who spray dried buckwheat and rapeseed honey with the addition of 1% *w/w* sodium caseinate (NaCas) and Arabic gum as carriers, observed higher R_p and better powder flowability [12]. Barańska et al. (2019), who obtained multifloral honey powders, concluded that skim milk powder as a carrier and milk as a diluent made possible an increase in honey content in the product of up to 70% [16]. Samborska et al. (2020) reported that it was possible to increase honey content in honeydew honey powders as a result of skim milk powder application as a carrier [17]. Furthermore, authors noted very high R_p and powder particles scattered and of small diameters, which is distinctive for spray drying of non-sticky materials. Apart from the film-forming properties of proteins present in milk, the presence of lactose is important as well in relation to the reduction of stickiness during drying when the skim milk powder is applied as a carrier. Lactose of high T_g (101 °C) increases the overall T_g of spray dried material and prevents problems that may occur during powder preparation [13]. Few researchers have questioned the application of lactose as a carrier; however, Angel et al. (2009) analyzed the effectiveness of lactose-maltodextrin blends in passion fruit juice spray drying [18]. The authors concluded that the low lactose-maltodextrin blends (8:5, 10:5, 12:5% *w/v*) enabled successful spray drying and prevented stickiness-related problems.

A major disadvantage of honey spray drying is the high amount of carrier (35–50%) that is added in order to avoid problems of stickiness [10]. The dehumidified air as a drying medium is increasingly becoming a vital factor in resolving previously mentioned problems in spray drying. As a result of lowering the air humidity, it is possible to lower drying temperature as a consequence of higher intensity of water evaporation. This phenomenon leads to successfully avoiding the issues resulting from the material's low T_g [19]. Several studies, for instance Jedlińska et al. (2019), Goula and Adamopoulos (2008) and Chasekioglou et al. (2017) have been carried on dehumidified-air-assisted spray drying [20–22]. Jedlińska et al. (2019) reported that application of dehumidified air as a drying medium successfully enabled the lowering of the carrier content to 20% while maintaining above 90% the powder recovery in rapeseed honey spray drying [20]. As aforementioned, the carrier content in honey spray drying typically ranges from 35 to 50%; thus the achievement of Jedlińska et al. (2019) in increasing honey content in powders should be highlighted [20].

Goula and Adamopoulos (2008) noted product recovery of tomato pulp powders ranging from 80 to 90%, and these values were significantly higher than results presented in other studies [21]. Authors underlined that such high R_p values were a result of the low humidity of drying air. Chasekioglou et al. (2017) spray dried olive mill wastewater and reported 87–94% powder recovery when dehumidified air was used as a drying medium in comparison to traditional spray drying with and without carrier and noted R_p was <3% and 1–24%, respectively [22]. It should be pointed out that previous studies did not address the energy consumption of dehumidified-air-assisted spray drying, and authors focused solely on process performance and powder properties. This is a major drawback, as it does not provide information on the economic aspects of this innovative technology that might be implemented into the industry.

The aim of this study was to investigate the process performance and energy consumption of buckwheat honey spray drying using the traditional method (SD) and with the application of dehumidified air (DASD) in order to lower the carrier content. Despite the increasing interest in dehumidified-air-assisted spray drying, no one to the best of the authors' knowledge has studied the economic aspects of this technology. Moreover, previous works have not focused on the application of dehumidified-air-assisted spray drying with reduced carrier in this type of honey. Skim milk powder (MP) was used as an alternative carrier and was compared to common maltodextrin (MD). Furthermore, obtained powders were analyzed to compare their physiochemical properties.

2. Materials and Methods

2.1. Materials

Buckwheat (*Fagopyrum esculentum* Moench) honey was supplied by Miody Mazurskie (Tomaszkowo, Poland). The characterization of used buckwheat honey is presented in Table 1. Maltodextrin DE 15 (MD; Amylon, Přebyslav, Czech Republic) and skim milk powder (MP; Polsero, Poland) were used as carrier agents. The chemicals that were used in antioxidant activity analysis were supplied by POCH (Gliwice, Poland).

Table 1. Characterization of raw buckwheat honey.

| Parameter | Result |
|--|--------------------------------------|
| Sugar extract [%] | 80.9 |
| Sum of fructose and glucose [g·100 g ⁻¹] | 70.6 |
| Sucrose [g·100 g ⁻¹] | <0.5 |
| Total sugars [g·100 g ⁻¹] | 70.6 |
| Free acidity [mval·kg ⁻¹] | 48.5 |
| Electrical conductivity [mS·cm ⁻¹] | 4.24 |
| Color | Dark brown |
| Aroma | Strong, resembling buckwheat flowers |
| Flavor | Sweet and pungent |

2.2. Feed Solutions

Liquid feeds with 50% (*w/w*) honey and carrier (distilled water was used as a diluent) were prepared to achieve powders of different composition (Table 2). In order to increase honey content in feed solutions and honey powders, the content of carrier solids was 50 and 25% (*w/w*), and the content of honey solids was 50 and 75% (*w/w*).

Table 2. Variants of spray dried buckwheat honey.

| Variant | Carrier Type | Ratio of Honey to Carrier Solids (<i>w/w</i>) | Spray Drying Method | Drying Air Temperature (Inlet/Outlet) |
|----------|--------------|---|---------------------|---------------------------------------|
| SDMD50 * | Maltodextrin | 50:50 | SD | 180 °C/80 °C |
| DASDMD50 | Maltodextrin | 50:50 | DASD | 80 °C/45 °C |
| DASDMD75 | Maltodextrin | 75:25 | DASD | 80 °C/45 °C |
| SDMP50 | Milk powder | 50:50 | SD | 180 °C/80 °C |
| DASDMP50 | Milk powder | 50:50 | DASD | 80 °C/45 °C |
| DASDMP75 | Milk powder | 75:25 | DASD | 80 °C/45 °C |

* SD—conventional spray drying; DASD—spray drying with the application of dehumidified air.

2.3. Viscosity Determination

Viscosity was analyzed on rheometer MARS40 Haake (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA) with coaxial cylinder geometry. Samples were measured at 25 °C, with an operating shear rate of 0 to 100 s⁻¹. Reograms were determined using empirical models, and the apparent viscosity was then calculated as the relationship of shear stress and rate.

2.4. Spray Drying

A laboratory spray dryer MOBILE MINOR (GEA, Skanderborg, Denmark), equipped with rotary atomizer (rotation speed of 26,000 rpm), was used to spray dry buckwheat honey solutions. Spray drying of 500 g liquid feeds was performed at a drying air temperature of 180 °C/80 °C (inlet/outlet) for conventional spray drying (SD) and 80 °C/45 °C (inlet/outlet) for spray drying using dehumidified air (DASD) in duplicates for every variant (under proposed conditions). Thus, each variant was represented by two individual samples of the final product, for which the results were averaged. Liquid feeds were pumped at a feed ratio speed of 0.20 mL·s⁻¹. The application of dehumidified air was achieved using an air dehumidification system composed of a cooling unit TAEvo TECH020 (MTA, Codogno, Italy), a condensation unit (SWEGON, Västra Frölunda, Sweden) and an adsorption unit ML270 (MUNTERS, Kista, Sweden). The inlet air humidity for DASD variants was 0.5 g·m⁻³, while for SD it was 9.0 g·m⁻³. Each powder sample was stored at 4 °C in the dark in two PET/PE sealed bags before the performed analyses.

2.4.1. Powder Recovery

Powder recovery (R_p) of spray drying was expressed in [%] as the ratio of solids content in the produced honey powder to the amount of solids in the feed solution prior to spray drying.

2.4.2. Energy Consumption and Energy Efficiency

The rate of energy consumption Q [kW] was expressed according to Al-Mansour et al. (2011) by the equation $Q = (E_f - E_i)/t$, where E_i and E_f [kWh] were the initial and final values of energy consumption read from the power meter (Pawbol, Andrychów, Poland), respectively, and t was time of spray drying for each variant [23]. The specific energy consumption (E_s) was expressed as the energy used during spray drying per kg of evaporated water. The energy efficiency (η) was calculated as the ratio of the energy used for water evaporation to the energy supplied to the spray dryer.

2.5. Powder Characterization

Physiochemical Properties

Analysis of the particle morphology was performed utilizing SEM microscope TM-3000 (HITACHI, Tokyo, Japan) at 500× magnification. Prior to analysis, samples were prepared by metalizing the surface of the sample placed on double sticky tape by coating with a layer of gold using automatic coater Cressington 108auto (EO Elektronen-Optik-Service GmbH, Dortmund, Germany).

Particle size distribution was carried out using laser diffraction on apparatus 1190 (CILAS, Orléans, France). Powders were suspended in ethanol at the obscuration of 10%. The results were presented as particle size distribution diagrams and expressed as the median diameter D_{50} .

Moisture content (MC) was determined using an oven method: approximately 1 g of powder was dried at 105 °C for 4 h.

Water activity (a_w) was determined on apparatus Hygro Lab1 (Rotronic, Bassersdorf, Switzerland) at 24 ± 2 °C.

Hygroscopicity (H) was analyzed as a weight gain of 1 g powder samples incubated at 25 °C, 75% RH (saturated NaCl solution) during 144 h. Results were calculated as the amount of water absorbed per 100 g powder solids and expressed in percent.

Powder loose bulk density (D_L) was determined as the weight of powder that occupied a 25 mL cylinder. The automatic tapper STAV 2003 (Engelsmann AG, Ludwigshafen, Germany) was employed to measure tapped bulk density (D_T) after 100 taps and determine the volume occupied by the powder. The Hausner ratio (HR) was calculated to evaluate powder flowability and was expressed as $HR = D_T/D_L$.

Apparent density (D_{ap}) was carried out on helium pycnometer Stereopycnometer (Quantachrome Instruments, Boynton Beach, FL, USA). Loose bulk porosity was calculated as $\varepsilon_L = 1 - (D_L/D_{ap})$.

The Colorimeter CR-5 (Konica-Minolta, Tokyo, Japan) was applied to determine color in CIE $L^*a^*b^*$ system.

Antioxidant Activity

Prior to determination of antioxidant activity, the extracts of buckwheat honey and obtained powders were prepared in duplicate. Samples were diluted in distilled water and filtrated at ambient temperature using Chemland medium filter papers (125 mm) and rinsed twice with 10 mL of distilled water. Antioxidant activity was analyzed using an ABTS•+ (2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) radical cation method with minor modifications [24]. The ABTS•+ solution was diluted with distilled water, and it was measured at 734 nm using a spectrophotometer Helios Gamma (Thermo Fischer Scientific, Waltham, USA) to establish 0.7 ± 0.1 absorbance. A total of 3 mL of ABTS solution was added to an adequate volume of honey and powder extracts. The samples were stored in darkness at ambient temperature for 6 min. The absorbance was measured at 734 nm against distilled water. Each sample was prepared in duplicate. The antioxidant activity was expressed as EC₅₀ ABTS.

2.6. Statistical Analysis

All of the determinations were performed in triplicate and the results were presented as average \pm standard deviation. The ANOVA and Tukey tests were performed at $\alpha = 0.05$ in order to determine significant differences between average values of analyzed parameters (powder recovery, energy consumption, energy efficiency, viscosity of liquid feeds, physiochemical properties and antioxidant activity of obtained powders). Moreover, the Pearson correlation coefficient was determined to assess the correlations between investigated physiochemical properties of obtained powders (MC , a_w , H , D_{50} , D_L , D_T , HR , D_{ap} , ε_L , color parameters), R_p and antioxidant activity. Hierarchical cluster analysis (HCA) was used to present the similarities between the variants of spray dried buckwheat honey as a dendrogram graph. The statistical analysis was done with software STATISTICA 13.3 (Statsoft, Tulsa, OK, USA).

3. Results

3.1. Buckwheat Honey Characterization

The characterization of raw buckwheat honey is presented in Table 1. Sugar extract of spray dried honey (80.9%) was similar to the results presented by Dżugan et al. (2020), who analyzed the physiochemical properties of 23 samples of buckwheat honey from different beekeepers in Poland [1]. The authors noted the sugar extract varying from 76.6 ± 0.5 to $82.1 \pm 0.2\%$. The sum of glucose and fructose is in compliance with the Codex Alimentarius standards and COUNCIL DIRECTIVE 2001/110/EC, which require a sum higher than $60 \text{ g} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$, and is consistent with results of Deng et al. (2018), who reported the sum of glucose and fructose of analyzed buckwheat honey as $71.2 \text{ g} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$ [25–27]. As for the sucrose content, the obtained result is also in complete agreement with Codex Alimentarius standards, COUNCIL DIRECTIVE 2001/110/EC (<5%) and in line with the research of Deng et al. (2018) ($0.60 \pm 0.03 \text{ g} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$) and Kowalski et al. (2013) (0.30 ± 0.2 – $0.67 \pm 0.13 \text{ g}/100 \text{ g}$) [25–27]. The free acidity of buckwheat honey ($48.5 \text{ mval} \cdot \text{kg}^{-1}$) supports previous findings in the literature. Kowalski et al. (2013) reported that the free acidity of three commercial buckwheat honeys purchased in

Poland varied from 46.19 ± 0.54 to 62.61 ± 0.88 mval·kg⁻¹ [28]. Moreover, the authors noted that the electrical conductivity of commercial honeys ranged from 2.74 ± 0.002 to 4.88 ± 0.002 mS·cm⁻¹, which is in line with analysis done on spray dried buckwheat honey (4.24 mS·cm⁻¹).

3.2. Viscosity of Feed Solutions

The viscosity was measured, as it is considered to be an important factor affecting the course of spray drying and thus the properties of obtained powders. It varied from 16.5 ± 0.8 to 51.7 ± 2.6 mPa·s (Table 2). Obtained results point to the significant effect of the carrier type: the viscosity of liquid feeds with MP was significantly higher than with MD, comparing the solutions of the same carrier share in solids. Samborska et al. (2015), who spray dried buckwheat honey powders, noted liquid feed viscosity ranging from 30.2 ± 1.6 to 34.6 ± 0.8 mPa·s, though different solution concentration (30% w/w), carrier type and content (Arabic gum at honey:carrier solids ratio 50:50, with additional 1–2% of NaCas) were applied [12]. Moreover, it can be noted in this research that viscosity decreased with increasing honey share in solids. This is in complete agreement with the results of Samborska et al. (2015) and Jedlińska et al. (2019), who observed the same relationship between honey content and viscosity of spray dried liquid feeds [20,29]. Jedlińska et al. (2019) concluded that carriers generally tend to increase viscosity more than diluted honey [20].

3.3. Powder Recovery

Spray drying performed at laboratory or pilot scale is considered to be successful when R_p is higher than 50% [13]. Results noted in this research varied from 62.9 ± 2.1 to $96.8 \pm 5.2\%$, indicating successful spray drying of all of the variants (Figure 1). Moreover, in the case of DASD variants, values exceeded 75%. Several studies, i.e., Suhag and Nanda (2015), Shi et al. (2013), Samborska et al. (2015), Samborska et al. (2020) and Jedlińska et al. (2019), have been conducted on honey spray drying and process performance [12,17,20,30,31]. The R_p of buckwheat honey spray drying was presented only by Samborska et al. (2015), and the authors observed results ranging from $67.8 \pm 2.1\%$ to $75.8 \pm 4.9\%$ [12]. However, the authors spray dried honey conventionally with different carriers and their content than presented in this paper (sodium caseinate and/or Arabic gum as a carrier, honey solids to carrier solids 50:50).

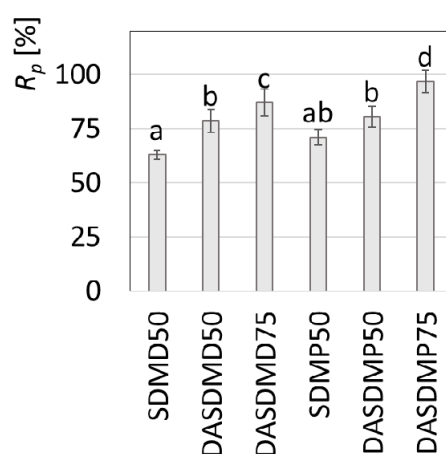


Figure 1. Powder recovery (R_p) after conventional spray drying (SD) and dehumidified-air-assisted spray drying (DASD) of buckwheat honey solutions containing 50 and 75% honey solids and maltodextrin (MD) or milk powder (MP) as carriers. a–c The differences between mean values with the same letter in rows are statistically insignificant ($p < 0.05$).

The results obtained in this paper have confirmed the previous observations made by Jedlińska et al. (2019) and Samborska et al. (2020): that the application of dehumidified

air enables the production of honey powders with significantly higher R_p than presented in previous literature for SD [17,20]. Truong et al. (2005) explained in their work that the greater difference between material's T_g and product's temperature (T_p) leads to greater stickiness and consequently to lower R_p [32]. As dehumidified air enables lower drying temperature, the degree of stickiness is smaller because of the smaller T_g and T_p difference, which was noted in this research as manifested in high R_p in DASD variants.

It is crucial to underline that the highest R_p values (87% and 97%) were obtained at the lowest carrier content, in variants DASDMD75 and DASDMP75, respectively. This non-evident relationship can be explained in relation to cyclone efficiency. D_{ap} and D_{50} are parameters that influence particle separation from drying air in a cyclone [33,34]. Powder particles of bigger D_{ap} and D_{50} result in more effective particle separation, thus manifesting in greater R_p . This presumably explains the high R_p of variants DASDMD75 and DASDMP75, which had high D_{50} and D_{ap} , respectively (Table 3). On the contrary, SDMD50, which had the highest D_{50} , did not show high R_p , due to increased stickiness at high temperature SD.

Table 3. Viscosity of feed solutions, physiochemical properties and antioxidant activity expressed as EC₅₀ ABTS of buckwheat honey and powders containing 50 and 75% honey solids obtained with maltodextrin (MD) or milk powder (MP) as carriers by conventional spray drying (SD) and dehumidified-air-assisted spray drying (DASD).

| Variant | SDMD50 | DASDMD50 | DASDMD75 | SDMP50 | DASDMP50 | DASDMP75 |
|--------------------------------------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|--------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Viscosity [mPa·s] | 37.0 ± 1.2 ^c | | 16.5 ± 0.8 ^a | 51.7 ± 2.6 ^d | | 24.3 ± 0.2 ^b |
| H [%] | 16.2 ± 0.5 ^c | 15.5 ± 0.3 ^c | 10.1 ± 0.6 ^a | 20.5 ± 0.4 ^d | 16.0 ± 0.7 ^c | 11.9 ± 0.3 ^b |
| D_{50} [µm] | 50.0 ± 2.4 ^d | 25.4 ± 0.1 ^b | 38.1 ± 1.6 ^c | 20.9 ± 0.8 ^a | 21.8 ± 0.4 ^a | 21.2 ± 0.8 ^a |
| D_L [g·cm ⁻³] | 0.51 ± 0.01 ^a | 0.65 ± 0.01 ^c | 0.51 ± 0.02 ^a | 0.58 ± 0.02 ^b | 0.73 ± 0.01 ^d | 0.59 ± 0.02 ^b |
| D_T [g·cm ⁻³] | 0.69 ± 0.01 ^b | 0.76 ± 0.01 ^c | 0.58 ± 0.02 ^a | 0.74 ± 0.02 ^c | 0.87 ± 0.01 ^d | 0.74 ± 0.02 ^c |
| HR | 1.34 ± 0.02 ^d | 1.20 ± 0.02 ^{ab} | 1.17 ± 0.02 ^a | 1.26 ± 0.01 ^c | 1.23 ± 0.02 ^{bc} | 1.23 ± 0.02 ^{bc} |
| D_{ap} [g·cm ⁻³] | 1.45 ± 0.02 ^b | 1.50 ± 0.00 ^c | 1.42 ± 0.02 ^a | 1.47 ± 0.00 ^b | 1.46 ± 0.00 ^b | 1.51 ± 0.00 ^c |
| ϵ_L [%] | 63.3 ± 0.8 ^d | 56.6 ± 0.6 ^b | 67.8 ± 0.8 ^e | 59.9 ± 0.8 ^c | 50.5 ± 0.6 ^a | 60.6 ± 1.0 ^c |
| EC ₅₀ ABTS [mg solids/mL] | 5.14 ± 0.11 ^c | 8.24 ± 0.36 ^e | 5.72 ± 0.04 ^d | 0.27 ± 0.01 ^a | 0.18 ± 0.00 ^a | 0.39 ± 0.02 ^a |

^{a-e} The differences between mean values with the same letter in rows are statistically insignificant ($p < 0.05$).

Moreover, obtained results indicate the significance of the carrier used, which can be observed in the variants with the lowest carrier content. The R_p of buckwheat honey powder spray dried with MP as a carrier was significantly higher than with MD, though only for sample DASD75 was the difference statistically significant. As presented before by Jayasundera et al. (2009), Shi et al. (2013) and Bhusari et al. (2014), obtained results confirm that carriers containing proteins with film-forming ability prevent inner particles' sticking and particles sticking to the walls of the drying chamber, which in turn increases R_p [31,35,36]. Despite the fact that lactose characterizes with significantly lower T_g (101 °C) than MD (100–243 °C, depending on dextrose equivalent), due to the additional combination of film-forming properties of milk proteins, variants with MP as carrier resulted in higher R_p [13].

3.4. Energy Consumption and Energy Efficiency

Previous works studying dehumidified-air-assisted spray drying have been limited only to the process characterization, mainly focusing on powder recovery. As this technology is leading to increased interest from researchers and industry, it is crucial to address the economic aspects, which have been never presented in the literature before. The rate of energy consumption (Q) during spray drying ranged from 3.4 ± 0.0 to 7.3 ± 0.0 kW, while the specific energy consumption (E_s) varied from 22.9 ± 2.6 to 41.8 ± 0.9 MJ/kg H₂O (Table 4). Few researchers have addressed the issue of the E_s of traditional spray drying; however, Bhandari (2008) stated that spray drying consumes 5 MJ/kg H₂O in industrial scale operations [37]. The author highlights that spray drying is not a cost-effective method

of drying in comparison to other methods, but it enables drying thermolabile materials and obtaining products of high quality; it is also less energy-consuming than freeze drying. Baker and McKenzie (2005) reported that the E_s for industrial spray dryers usually varies from 3 to 20 MJ/kg H₂O, while for pilot scale spray dryers of lower throughput it can increase up to five times; this is confirmed as well by this research [38]. The effect of dehumidified air application can be observed: both Q and E_s increased for spray drying in the case of DASD, which resulted from an extra energy expenditure related to air dehumidification. The E_s of spray drying can be improved if a higher feed rate is applied; thus, the same amount of supplied energy is used for the evaporation of higher amounts of water. However, as was presented by Jedlińska et al. (2019) and Samborska et al. (2020), during DASD, especially at an inlet drying temperature as low as 80 °C, the feed rate has to be relatively low to make the evaporation possible [17,20].

Table 4. Rate of energy consumption (Q), specific energy consumption (E_s) and energy efficiency (η) of conventional spray drying (SD) and dehumidified-air-assisted spray drying (DASD) of buckwheat honey solutions containing 50 and 75% honey solids and maltodextrin (MD) or milk powder (MP) as carriers.

| | SDMD50 | DASDMD50 | DASDMD75 | SDMP50 | DASDMP50 | DASDMP75 |
|--------------------------------|--------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--------------------------|-------------------------|
| Q [kW] | 3.4 ± 0.0 ^a | 7.3 ± 0.0 ^c | 7.2 ± 0.8 ^c | 3.9 ± 0.4 ^{ab} | 6.6 ± 0.0 ^{bc} | 6.9 ± 0.5 ^c |
| E_s [MJ/kg H ₂ O] | 24.8 ± 0.1 ^{ab} | 41.8 ± 0.9 ^c | 40.6 ± 2.9 ^c | 22.9 ± 2.6 ^a | 37.6 ± 1.0 ^{bc} | 39.5 ± 2.6 ^c |
| η [%] | 9.6 ± 0.0 ^{bc} | 5.7 ± 0.0 ^a | 5.9 ± 0.4 ^a | 10.5 ± 1.2 ^c | 6.4 ± 0.0 ^{ab} | 6.1 ± 0.0 ^a |

^{a-c} The differences between mean values with the same letter in rows are statistically insignificant ($p < 0.05$).

The energy efficiency (η) of spray drying ranged from 5.7 ± 0.0 to 10.5 ± 1.2% (Table 4). The effect of the drying method can be clearly observed; however, there was no statistically significant importance of the carrier type and content, which is in good agreement with the conclusions of Aghbashlo et al. (2012) [39]. The authors spray dried fish oil and reported that there was no effect of carrier type on the η , as the solvent content in liquid feed prior to drying was the same. Regarding spray dried buckwheat honey, the difference in amount of water added to the liquid feeds was negligible. In contradiction to the findings of Aghbashlo et al. (2012) and Julklang and Golman (2015), the η increased with an increase in temperature [39,40]. However, previous studies did not include the drying air dehumidification that affected the η in this research due to additional heat consumption by the air dehumidification system. Due to such low energy efficiency of dehumidified-air-assisted spray drying, its application on an industrial scale has to be carefully deliberated, taking into account the possible benefits (higher content of sugar-rich material) and disadvantages (low feed rate and energy efficiency).

3.5. Physicochemical Properties of Powders

3.5.1. Particle Morphology and Size

Particles of obtained buckwheat honey powders (Figure 2) were mostly spherical, with the exception of SDMD50, which had more irregular particles that were bigger in size (the highest D_{50}). Spray drying at higher drying temperatures, as in the case of SDMD50, leads to early structure formation of rigid particles, which results in greater D_{50} . Samborska et al. (2020) stated that an increase in particle size is usually observed when the stickiness related to low T_g , increases [17]. This implies that variant SDMD50 was more difficult to spray dry than other variants, which was confirmed previously by the lowest R_p and can be observed as well on cumulated particle size distribution curves (Figure 3). Moreover, particles were usually scattered, except for DASDMD75, in which clusters were formed. The cluster-type morphology is also characteristic of materials difficult to spray dry due to a stickiness; thus the variant DASDMD75, with high honey content, can be classified as problematic as well based on morphology analysis. Moreover, difficulties in spray drying of this variant can also be seen on cumulated particle size distribution curves (Figure 3). However, this was not confirmed by R_p , presumably due to the increased size of created

clusters that can be observed in high D_{50} (Table 3), which promoted the effective powder separation in a cyclone. Smaller bridges between particles were also present in SDMP50 and DASDMP75 variants, with SDMP50 having the lowest R_p . However, DASDMP75 had the highest R_p even though the morphology indicated that it could have been a variant that caused problems during spray drying, as particles were visibly more piled up together as a result of the high honey content. This lends support to previous findings in the literature by Samborska et al. (2017), who noted the same results when carrier content in honey spray drying was decreased from 50 to 25% [41]. As discussed before, R_p is a factor that can also be dependent on other properties like D_{ap} due to the impact on cyclone efficiency. DASDMD50 and DASDMP50 had small, scattered particles, indicating easy drying at low temperature and with a high content of carrier.

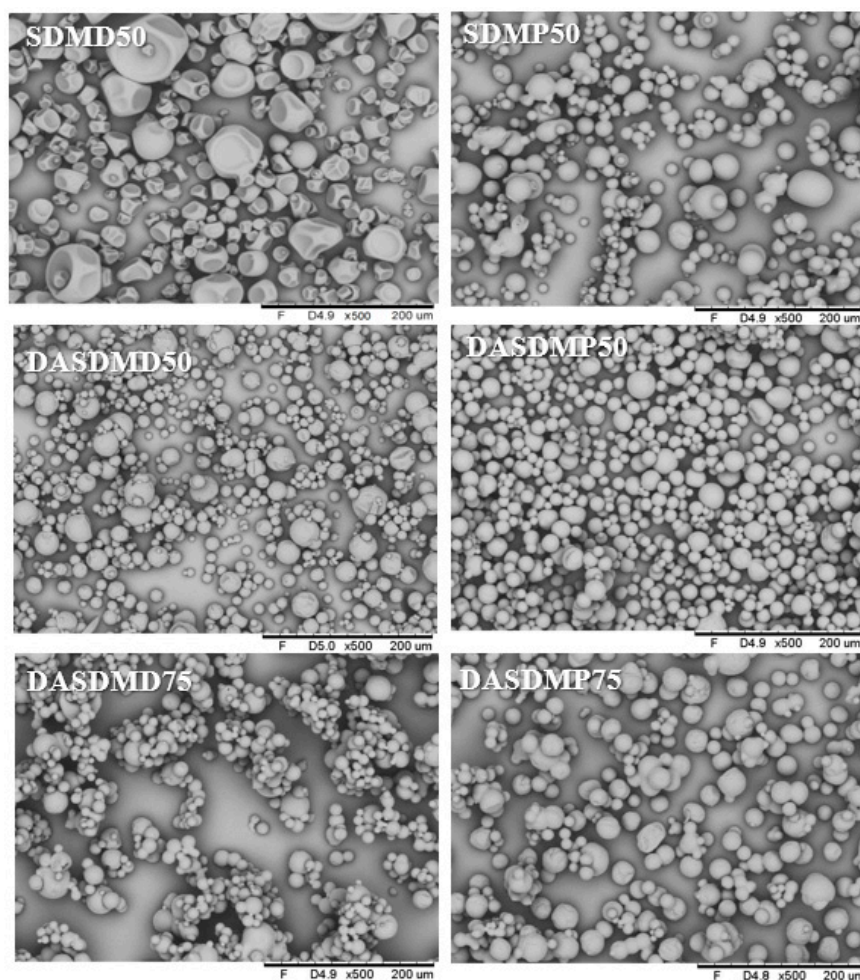


Figure 2. Scanning electron microphotographs (SEMs) of buckwheat honey powders containing 50 and 75% honey solids obtained with maltodextrin (MD) or milk powder (MP) as carriers by conventional spray drying (SD) and dehumidified-air-assisted spray drying (DASD).

Variants where MP was used as a carrier (DASDMP50, DASDMP75) in comparison to variants with the same carrier content where MD was applied (DASDMD50, DASDMD75) were more spherical, smooth, uniform, less conglomerated and had particles that were less scattered. These results validate the usefulness of MP as a carrier with regard to particle morphology and prove its skin-forming properties. These findings are in good agreement with Suhag and Nanda (2016), who traditionally spray dried honey with a protein-based carrier (WPC) and observed particles with a smooth surface that were less susceptible to cracking [15]. Samborska et al. (2020), who spray dried honey conventionally and with the

application of dehumidified air, observed the same relationship when MP was used as a carrier [17].

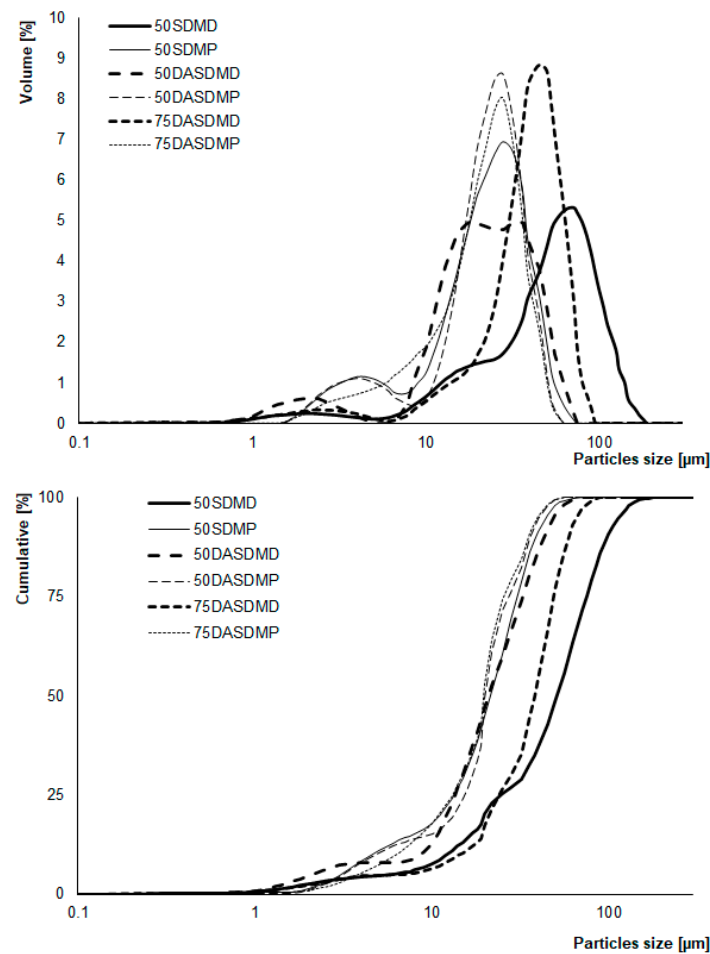


Figure 3. Particle size distribution and cumulated particle size distribution of buckwheat honey powders containing 50 and 75% honey solids obtained with maltodextrin (MD) or milk powder (MP) as carriers by conventional spray drying (SD) and dehumidified-air-assisted spray drying (DASD).

Generally speaking, if the powders were characterized solely based on the particle morphology, the most problematic drying would be reported for SDMD50 and DASDMD75 variants, SDMP50 and DASDMP75 would be less problematic, and DASDMD50 and DASDMP50 would be considered as having issue-free processes. These findings highlight an important role of the application of dehumidified air in the powder production of particles that are more spherical and smaller in size and that have smooth surfaces.

Particle size distribution and cumulated particle size distribution figures (Figure 3) confirm the above-presented differences between variants. Particle diameters of variants with MD as a carrier ranged up to 150 µm, whereas variants with MP as a carrier ranged up to 90 µm. Powders with MP as a carrier (SDMP50, DASDMP50, DASDMP75) had uniform particle size distribution, while for powders with MD as a carrier (SDMD50, DASDMD50, DASDMD75), the distribution varied depending on the drying parameters and carrier content. Obtained results would seem to suggest that MP might be a better carrier to produce buckwheat honey powders with uniform particle size distribution—regardless of the given parameters—than MD, as was confirmed as well by particle morphology. Moreover, a variant spray dried at lower drying temperatures with MD as a carrier (DASDMD50) was distinguished with bimodal particle size distribution, which presumably was an effect of many smaller particles filling the space between bigger particles; this can be observed as well on SEM photographs (Figure 2). Values of median diameter D_{50} are presented in

Table 3, and obtained results revealed that particles of powders where MP was used as a carrier (SDMP50, DASDMP50, DASDMP75) were characterized with the smallest D_{50} , and there was no statistically significant difference between variants, regardless of the parameters and carrier content. This is in good agreement with Shi et al. (2013), who noted a decrease in D_{50} (from 66.8 to 16.5 μm) when MD was replaced with protein carrier in a solution containing 60% honey solids [31]. Samborska et al. (2015) observed a decrease as well after addition of 2% sodium caseinate to honey and gum Arabic solutions [12].

There was no reported relationship between the feed's viscosity and D_{50} , as generally it can be observed that the greater the viscosity, the larger the powder's particles [42]. It has been suggested by Samborska et al. (2015) that, in honey spray drying, viscosity does not influence particles size as it is more affected by feed solution composition (carrier/honey content) [29]. The same observation was noted in more recent research by Jedlińska et al. (2019) [20].

The Pearson correlation coefficient was determined to confirm correlations between investigated physiochemical parameters (Table A1), and it showed that D_{50} was highly correlated with MC. MC decreased with an increase in drying temperature when both carriers were applied and was affected by carrier type. At the same time, D_{50} increased with an increase in drying temperature, and it was significantly influenced by carrier type.

3.5.2. Moisture Content and Water Activity

The MC of obtained buckwheat honey powders did not exceed 5% (0.9 ± 0.2 – $5.0 \pm 0.4\%$), which in combination with water activity (a_w) well below 0.3 (0.088 ± 0.005 – 0.190 ± 0.005) (Figure 4), indicates good storage stability due to low free water availability for potential microbial growth and biochemical reactions [31,43]. It can be observed that the MC of powders spray dried with MD as a carrier was significantly lower than powders with MP as a carrier, and a_w was higher. This phenomenon was related to proteins' ability to hold water in the amorphous matrix, resulting from the formation of a film on the particle surface; this was noted as well by Bhusari et al. (2014), who spray dried tamarind pulp powder with whey protein concentrate (WPC) as a carrier [36]. Suhag and Nanda (2016) studied honey powders with different carrier agents, including MD and WPC, noting significantly higher moisture content when WPC was used a carrier than when MD was applied [15].

Variants SDMD50 and SDMP50, which were spray dried at high drying temperatures, had lower MC than corresponding DASD variants due to higher heat transfer. The MC values of spray dried buckwheat honey powders were in compliance with results noted by other authors. Shi et al. (2013) reported an MC of honey powders spray dried traditionally at 150 °C with MD and whey protein isolate as carriers (WPI) (honey solids to MD solids and WPI solids was 40:60 and 70:30, respectively) that ranged from $3.1 \pm 0.5\%$ to $5.0 \pm 0.9\%$ [31]. Samborska et al. (2015) recorded an MC of rapeseed and buckwheat honey spray dried at 180 °C with sodium caseinate and/or Arabic gum as a carrier (honey solids to carrier solids 50:50) varying from $3.7 \pm 0.1\%$ to $5.8 \pm 0.3\%$ [12]. However, it should be highlighted that in this work the drying temperature and carrier content were lower than in the present literature. Nevertheless, it was possible to obtain stable honey powders that were characterized with a WC below 5% as a result of the application of dehumidified air.

Obtained results for a_w are also consistent with the literature, i.e., the results of Jedlińska et al. (2019), who spray dried rapeseed and honeydew honey with the application of dehumidified air and NUTRIOSE® as a carrier agent and noted a_w values from 0.074 ± 0.003 to 0.178 ± 0.006 [20]. Powders where MP was used as a carrier and its content was the highest (SDMP50 and DASDMP50) were characterized with lower a_w than variants where MD was applied. This phenomenon might be the result of the high water capacity of protein-based carriers in an amorphous state, which in turn lowers the a_w of obtained powders [44]. Moreover, it can be observed that powders spray dried with MP had the lowest a_w , but at the same time the highest MC (thus, there was no significant Pearson correlation between these two parameters, as presented in Table A1). This phenomenon

points to the likelihood that water present in the powder was bound in the structure, being unavailable for microbial growth and thus ensuring stability. Furthermore, milk proteins form a protective membrane on the particles' surface, which lowers water availability and results in lower a_w . There was no statistically significant difference observed for powders with the lowest carrier content (DASDMD75 and DASDMP75). Obtained results point to the usefulness of MP as a carrier for buckwheat honey spray drying with regard to a_w , which results in better storage stability.

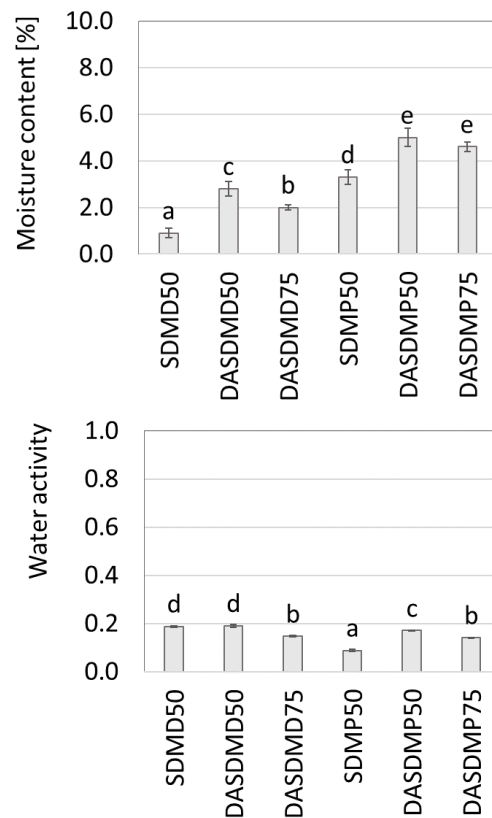


Figure 4. Moisture content (MC) and water activity (a_w) of buckwheat honey powders containing 50 and 75% honey solids obtained with maltodextrin (MD) or milk powder (MP) as carriers by conventional spray drying (SD) and dehumidified-air-assisted spray drying (DASD).

3.5.3. Hygroscopicity

Honey powders have shown to be highly hygroscopic due to their high sugar content, and fructose has been proven to exhibit a high capacity for absorbing moisture [30]. Nurhadi et al. (2012) presented that powders with H higher than 20% are considered to be very hygroscopic [45]. The H of obtained buckwheat honey powders ranged from 10.1 ± 0.6 to 20.5 ± 0.4 (Table 3), whereas Suhag and Nanda (2015), Jedlińska et al. (2019), and Samborska et al. (2020) noted H values of different honey powders varying from 20.11% to 27.28%, from 20.1 to 27.4% and from 23.9 to 31.4%, respectively [17,20,30]. The results presented in this research thus offer evidence that it is possible to obtain honey powders that are less hygroscopic, in contrast to previous studies. It is interesting to note that the variants with the highest honey content (DASDMD75 and DASDMP75) were characterized with the lowest H, in contradiction with findings by Shi et al. (2013), Jedlińska et al. (2019) and Samborska et al. (2020) [17,20,31]. Shi et al. (2013), who traditionally spray dried capilano natural Australian honey (blend of Australian eucalyptus and ground flora honeys) also found that H increased with an increase in honey content, comparing variants with 40, 60 and 70% of total soluble honey solids and using MD and WPI as carrier agents [31]. Jedlińska et al. (2019) noted the same relationship when spray drying honey powders with the application of dehumidified air and using NUTRIOSE[®] as the carrier;

H content decreased up to 20% [20]. Samborska et al. (2020) chose the same approach as in this research, spray drying honeydew honey with the application of dehumidified air (inlet/outlet temperature of 75/50 °C) and using MP as a carrier; H content decreased up to 25% [17]. The authors observed the same relationship as in previous studies—H increased with a decrease in carrier content. It is worth highlighting that the aforementioned literature describes the properties of different honey types, with the exception of Samborska et al. (2015), who also spray dried buckwheat honey powder, though using different methods and drying parameters [12]. The authors described the H of two honey types (buckwheat and rapeseed honey) and noted the honey variety's effect. Moreover, this study supports the previous findings of Bringas-Lantigua et al. (2016), who traditionally spray dried multifloral honey powders and observed that H decreased with a decrease in drying temperature [46].

3.5.4. Bulk Density and Flowability

The loose bulk density (D_L) of obtained buckwheat honey powders varied from 0.51 ± 0.02 to 0.73 ± 0.01 g/cm³ (Table 3). Obtained results differed to some extent from those of Samborska et al. (2015), Bringas-Lantigua et al. (2016) and Leyva-Moguel et al. (2019) [12,46,47]. Samborska et al. (2015), who traditionally spray dried rapeseed and buckwheat honey powders, with gum Arabic as a carrier and with the addition of 1–2% of *w/w* NaCas, noted D_L from 0.43 ± 0.01 to 0.61 ± 0.01 g/cm³ [12]. Bringas-Lantigua et al. (2016) observed D_L values of multifloral honey powders with maltodextrin as a carrier ranging from 0.42 to 0.59 g/cm³ [46]. Leyva-Moguel et al. (2019), who spray dried honey powder of stingless bee *Scaptotrigona pectoralis*, reported a D_L of 0.33 g/cm³ [47]. However, it should be highlighted that authors spray dried honey powders traditionally, using different carriers and different content and drying parameters than presented in this study. Moreover, the effect of carrier type can be noted: powders with MP had higher D_L than variants with MD. Generally speaking, high D_L indicates that there are fewer spaces filled with air between particles, which in turn lowers the risk of oxidative degradation of health beneficial compounds during powder storage. This implies that MP might be a better carrier than MD with regard to compound degradation during storage, regardless of carrier content and drying parameters. Normally, the D_L decreases with increasing particle size [48]. Contrary to expectations, obtained results did not confirm this relationship entirely, except for variants SDMD50 and DASDMD75. It should be noted that these variants had the biggest particle size (Table 3) as well as the most visible particle stickiness and agglomeration (Figure 2), which in turn led to the lowest D_L . Interestingly, there was no statistically significant difference between variants spray dried traditionally with higher carrier content and variants spray dried at lower drying temperatures with lower carrier content, with both MD and MP applied as carriers (compare SDMD50 with DASDMD75, SDMP50 with DASDMP75).

The Hausner ratio (HR) is a parameter used to describe powder flowability, which indicates its quality. According to Geldart et al. (1984), obtained buckwheat honey powders showed good (<1.2) and average (1.2–1.4) flowability [49]. The results reported in this paper are consistent with previous studies on honey powder spray drying. The authors reported an HR of honey powders ranging from 1.30 ± 0.04 to 1.38 ± 0.02 , from 1.27 to 1.36 and from 1.20 to 1.49 [17,41,46]. Broadly speaking, particle size diameter affects powder flowability; with increasing particle size diameter, flowability ameliorates, which is confirmed in this paper (excluding variant SDMD50, which presented significant stickiness) [49]. Powder of the best flowability (<1.2 HR) and greater D_{50} was noted for variant spray dried at low drying temperature and with the lowest carrier content (DASDMD75); this was an effect of particles' agglomeration (Figure 2), which ameliorated overall flowability despite high honey content. Shishir et al. (2014), who spray dried pink guava (*Psidium guajava*) powder, also observed that flowability deteriorated with increased drying temperature and MD concentration [50]. It should be highlighted that powders where MP was used as a carrier did not differ with regard to flowability. Samborska et al. (2020) reported as well

that there was no effect of drying temperature (traditional spray drying and spray drying with the application of dehumidified air) on the flowability of honeydew honey when MP was used as a carrier, which was an effect of similar particle size in MP variants [17]. Obtained results point to the probability that MP might be a better carrier than MD in buckwheat honey spray drying, ensuring its uniform flowability regardless of carrier content and drying parameters. This might be a result of protein-based carriers' ability to form film on the surface of the particles, which prevents their stickiness and ensures uniform flowability, as mentioned before. Moreover, the significant effect of carrier content and drying parameters can be noted in variants with MD. The variant with the highest carrier content spray dried at higher temperature (SDMD50) showed the poorest flowability of all of the obtained buckwheat honey powders. According to Santhalakshmy et al. (2015), flowability is correlated to a powder's moisture content; however, this relationship was not observed in this paper (Pearson correlation was not significant; see Table A1), as the variant with the lowest MC (0.9%) had the poorest flowability (SDMD50) [51].

3.5.5. Apparent Density and Loose Bed Porosity

The apparent density (D_{ap}) of obtained buckwheat honey powders ranged from 1.42 ± 0.02 to 1.51 ± 0.00 g/cm³ (Table 3). Generally speaking, the values are consistent with previous results presented in the literature concerning honey powders. Barańska et al. (2019) noted D_{ap} of multifloral honey powders spray dried at 180 and 80 °C with MD and MP as carrier agents ranging from 1.44 ± 0.00 to 1.54 ± 0.00 g/cm³ [16]. Jedlińska et al. (2019) reported D_{ap} of honeydew and rapeseed honey powders spray dried traditionally and with the application of dehumidified air and with NUTRIOSE® as a carrier varying from 1.49 ± 0.01 to 1.56 ± 0.01 g/cm³ [20]. Presented results revealed that there was a statistically significant effect of drying temperature and carrier content in variants where MD was applied. However, the influence of drying temperature could not be observed for variants where MP was used as a carrier, though the effect of the carrier content could be noted. Moreover, a statistically significant difference could be observed as well when comparing variants with the same carrier content but different carrier type, with the exception of variants spray dried traditionally at high drying temperatures (SDMD50 and SDMP50). In contrast to the earlier findings of Jedlińska et al. (2019), who noted higher values of D_{ap} in variants spray dried traditionally than in variants spray dried with the application of dehumidified air, a similar relationship was not observed in this paper [20]. It would seem to appear that a higher drying temperature increased the rate of evaporation, which in turn resulted in lower D_{ap} and more porous powders.

The loose bed porosity (ϵ_L) of produced buckwheat honey powders varied from 50.5 ± 0.6 to $67.8 \pm 0.8\%$ (Table 5). Bed porosity is an important parameter in terms of a product's stability and its storage, as it describes the relative share of free spaces between particles that are filled with air. As a result, at higher porosity the compounds that are susceptible to oxidation are more likely to degrade [52]. The greatest ϵ_L was noted for variant DASDMD75, which was due to the lowest D_L and highly conglomerated particles, as observed on SEM photographs (Figure 2). The Pearson negative correlation between ϵ_L and D_L was observed: powders with higher D_L had lower ϵ_L (Table A1).

The results found in this study are lesser with respect to those reported in the literature. Samborska et al. (2020) produced honey powders of porosity ranging from 58.2 ± 1.1 to $70.5 \pm 3.4\%$, using traditional spray drying and with the application of dehumidified air and decreasing carrier content, as presented in this paper [17]. Jedlińska et al. (2019), who applied the same spray drying methods to obtain honey powders, noted porosity varying from 63.3 ± 0.7 to $72.5 \pm 0.92\%$ [20]. In comparison to previous values, it seems likely that the type of a carrier and honey lowered ϵ_L . The statistically significant difference between variants both with MD and MP with the same carrier content but spray dried at different drying temperatures could be observed (SDMD50 and DASDMD50, SDMP50 and DADMP50). Lowering drying temperature as a result of the application of dehumidified air significantly lowered ϵ_L . Moreover, variants where MP was used as a carrier in comparison

with variants with MD were characterized by lower ε_L . The utility of the application of dehumidified air and MP in buckwheat honey spray drying is thus proven with regard to powder porosity.

Table 5. Color parameters $L^*a^*b^*$ of buckwheat honey powders obtained by high temperature traditional spray drying (SD) and low temperature spray drying with the application of dehumidified air (DASD) with maltodextrin (MD) and milk powder (MP) as a carrier, containing 50–75% honey solids.

| Variant | L^* | a^* | b^* |
|----------|------------------|------------------|------------------|
| SDMD50 | 83.7 ± 0.3^c | $+0.6 \pm 0.1^e$ | 13.7 ± 0.3^b |
| DASDMD50 | 86.7 ± 0.5^f | 0.0 ± 0.0^b | 10.4 ± 0.4^a |
| DASDMD75 | 84.3 ± 0.4^d | $+0.4 \pm 0.0^d$ | 14.3 ± 0.2^c |
| SDMP50 | 79.8 ± 0.1^a | $+0.6 \pm 0.1^e$ | 23.8 ± 0.9^f |
| DASDMP50 | 84.9 ± 0.3^e | -0.5 ± 0.1^a | 15.8 ± 0.4^d |
| DASDMP75 | 83.1 ± 0.3^b | $+0.2 \pm 0.1^c$ | 17.3 ± 0.3^e |

^{a–f} the differences between mean values with the same letter are statistically insignificant ($p < 0.05$).

3.5.6. Color

The lightness of obtained buckwheat honey powders, expressed as L^* parameter, ranged from 79.8 ± 0.1 to 86.7 ± 0.5 (Table 5). Reported results revealed that powders where MP was used as a carrier were darker than powders with MD. This is in good agreement with Samborska et al. (2015), who noted a decrease in lightness when NaCas was applied to honey powders as a carrier, which is a consequence of proteins' ability to form brown complexes with polyphenols, which decreases lightness [12].

In comparison with study of Samborska et al. (2015), who observed buckwheat and rapeseed honey powders' lightness after spray drying varying from 33.5 ± 0.2 to 38.1 ± 0.3 , the powders obtained in this study were considerably lighter [12]. It is worth highlighting that powders spray dried with the application of dehumidified air were significantly lighter than powders spray dried traditionally, which underlines the validity of this innovative method in honey spray drying. The a^* parameter indicates the green/red color, and reported results point to the effect of drying temperature, carrier content and type. It can be noted that increasing carrier content in honey powders spray dried at lower drying temperature (DASDMD50 and DASDMP50) decreased their redness. It is worth highlighting that for traditional spray drying there was no effect of the carrier type. The b^* parameter, which signifies the yellowness, was considerably higher for variants where MP was applied as a carrier. This observation, along with that for the L^* parameter, according to Cui et al. (2008), suggests a higher degree of browning that occurred during spray drying with MP than for variants with MD as a carrier; this correlation was confirmed by the Pearson correlation coefficient (Table A1) [53].

3.6. Antioxidant Activity

The antioxidant activity of raw buckwheat honey and spray dried powders, expressed as EC_{50} ABTS—a material's ability of scavenging 50% of free radicals in ABTS solution—was 2.69 ± 0.00 mg solids·ml⁻¹ for raw honey, and for powders it ranged from 0.18 ± 0.00 to 8.24 ± 0.36 mg solids·ml⁻¹ (Table 3) [54]. Obtained results point to the significant effect of carrier type in all variants and drying parameters for variants where MD was used as a carrier. The highest antioxidant activity was noted for variants where MP was applied as a carrier, which further strengthened the authors confidence in MP's validity in buckwheat honey spray drying. Samborska et al. (2020) reported the same effect of MP in dehumidified-air-assisted spray drying of honey [17]. The authors noted better results in powders' antioxidant activity in comparison to other carriers (maltodextrin, kelpose, NUTRIOSE®). It should be emphasized as well that higher antioxidant activity was observed for powdered honey in the case of MP variants (in contrast to MD variants) than for raw buckwheat honey. Samborska et al. (2019) underlined that a concentration of milk present in the honey powder as a carrier should be considered in antioxidant activity as-

assessment, as milk itself manifests antioxidant activity due to its composition [55]. However, the presented results do not seem to confirm this observation, as carrier concentration did not affect powders' antioxidant activity with regard to MP variants. It should be outlined as well that the formation of products of Maillard reaction could have affected the antioxidant activity of MP variants in comparison to MD variants. The color analysis (Table 5) indicated that MP variants were more susceptible to browning than MD variants, suggesting greater formation of Maillard reaction products in the powder and consequently ameliorating the antioxidant activity of final product. However, this correlation was not assessed by the Pearson coefficient (Table A1). Nevertheless, the findings of this research likely imply the protective effect of MP on buckwheat honey spray drying. Moreover, there was no statistically significant effect of drying parameters on antioxidant activity with regard to powders spray dried with MP as a carrier. Generally speaking, high drying temperatures deteriorate antioxidant activity [55]. However, in this research this relationship was not observed. As can be noted, MD variants manifested lower antioxidant activity than MP variants, and variants spray dried at lower drying temperature and with high carrier content (DASDMD50) can be considered as the worst variants to scavenge free radicals. However, obtained results would seem to suggest that smaller particles in variant DASDMD50 consequently increased the particle surface exposed to the heat, which resulted in greater compound degradation and lower antioxidant activity than in high temperature variant SDMD50.

3.7. Hierarchical Cluster Analysis

The HCA analysis (Figure 5) supported previous findings that variants SDMD50 and DASDMD75 are considered as the most problematic during spray drying, as they create one cluster. This was especially manifest in particle morphology, R_p and on cumulated particle size distribution curves. Variants DASDMD50, DASDMP50, SDMP50 and DASDMP75 were grouped in two other clusters; however, they also created one cluster, confirming that these variants were less problematic to spray dry, as was explained before.

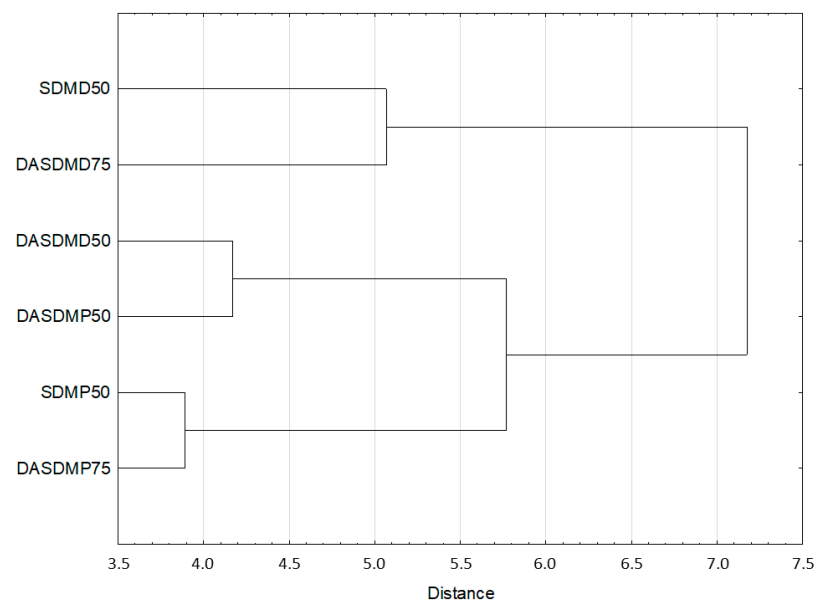


Figure 5. Dendrogram plot from HCA of obtained buckwheat honey powders.

4. Conclusions

This study investigated the possibility of low temperature spray drying of buckwheat honey with the application of dehumidified air and its properties in comparison to traditional spray drying, which has not been done before for this type of honey. The findings of this study indicate the successful spray drying of all of the variants. The production of

honey powders with high R_p (87% and 97% for variants DASDMD75 and DASDMP75, respectively) and, at the same time, with low carrier content (25%) was accomplished. This paper also describes the energy consumption analysis of dehumidified-air-assisted spray drying, which has not been presented in the literature before. This provides practical information for a possible implementation of this innovative technique in industry.

Obtained results point to the statistically significant differences in the physiochemical properties of powders spray dried conventionally and at low drying temperatures. Powders produced with the application of dehumidified air showed smaller and more spherical particles with smooth surfaces in comparison to variants spray dried traditionally. Moreover, variants with skim milk powder as a carrier, in comparison to maltodextrin, were more spherical and less conglomerated and had particles that were less scattered. All of the buckwheat honey powders had low moisture content and water activity, below 5% and 0.3, respectively, which ensured their stability. It is worth underlining that powders with skim milk powder as a carrier had lower a_w , which highlights the usefulness of MP as a carrier in buckwheat honey spray drying as it points to its better storage stability. It should also be emphasized that powders with skim milk powder as a carrier exhibited the highest antioxidant activity. The results presented in this paper provide further evidence of the validity of dehumidified-air-assisted spray drying and of skim milk powder as a carrier of buckwheat honey as an example material.

Author Contributions: Analysis, writing of the original draft, review and editing were done by A.B. The methodology and analysis were done by A.J. The conceptualization, methodology, review and editing were done by K.S. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research received no external funding.

Institutional Review Board Statement: Not applicable.

Informed Consent Statement: Not applicable.

Data Availability Statement: The data presented in this study are available on request from the corresponding author. The data are not publicly available due to privacy restrictions.

Acknowledgments: The authors would like to thank Małgorzata Ignaczewska for participation in the experimental part of the research.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

Appendix A

Table A1. Pearson correlation coefficients of between powder recovery (R_p) and physiochemical properties of buckwheat honey powders obtained by high temperature traditional spray drying (SD) and low temperature spray drying with the application of dehumidified air (DASD) with maltodextrin (MD) and milk powder (MP) as a carrier, containing 50–75% honey solids.

| | MC | a_w | H | D_{50} | D_L | D_T | HR | D_{ap} | ϵ_L | L^* | a^* | b^* | EC ₅₀ ABTS |
|--------------|-------|--------|--------|----------|--------|--------|--------|----------|--------------|--------|---------|---------|-----------------------|
| R_p | 0.593 | -0.142 | -0.721 | -0.495 | 0.178 | -0.046 | -0.720 | 0.314 | 0.025 | 0.188 | -0.360 | -0.050 | -0.215 |
| MC | | -0.271 | 0.034 | -0.886* | -0.705 | 0.718 | -0.355 | 0.510 | -0.700 | -0.054 | -0.700 | 0.335 | -0.704 |
| a_w | | | -0.294 | 0.456 | 0.184 | 0.130 | 0.105 | 0.012 | -0.201 | 0.884* | -0.406 | -0.929* | 0.616 |
| H | | | | -0.224 | 0.265 | 0.502 | 0.539 | 0.169 | -0.445 | -0.474 | 0.117 | 0.503 | -0.282 |
| D_{50} | | | | | -0.705 | -0.616 | 0.459 | -0.616 | 0.619 | 0.161 | 0.504 | -0.427 | 0.539 |
| D_L | | | | | | 0.910* | -0.256 | 0.431 | -0.966* | 0.347 | -0.909* | -0.062 | -0.305 |
| D_T | | | | | | | 0.145 | 0.523 | -0.978* | 0.113 | -0.732 | 0.113 | -0.475 |
| HR | | | | | | | | -0.002 | 0.003 | -0.366 | 0.399 | 0.195 | -0.179 |
| D_{ap} | | | | | | | | | -0.452 | 0.064 | -0.241 | 0.021 | -0.163 |
| ϵ_L | | | | | | | | | | -0.249 | 0.821* | 0.000 | 0.353 |
| L^* | | | | | | | | | | | -0.596 | -0.949* | 0.650 |
| a^* | | | | | | | | | | | | 0.329 | 0.163 |
| b^* | | | | | | | | | | | | | -0.796 |

* Values with significant correlation for $p < 0.05$.

References

1. Dżugan, M.; Grabek-Lejko, D.; Swacha, S.; Tomczyk, M.; Bednarska, S.; Kapusta, I. Physicochemical quality parameters, antibacterial properties and cellular antioxidant activity of Polish buckwheat honey. *Food Biosci.* **2020**, *34*, 100538. [CrossRef]
2. Pentoś, K.; Łuczycka, D.; Oszmiański, J.; Lachowicz, S.; Pasternak, G. Polish honey as a source of antioxidants—A comparison with Manuka honey. *J. Apic. Res.* **2020**, *59*, 939–945. [CrossRef]
3. Liu, J.R.; Ye, Y.L.; Lin, T.Y.; Wang, Y.W.; Peng, C.C. Effect of floral sources on the antioxidant, anti-microbial, and anti-inflammatory activities of honeys in Taiwan. *Food Chem.* **2013**, *139*, 938–943. [CrossRef] [PubMed]
4. Erejuwa, O.O.; Sulaiman, S.A.; Ab Wahab, M.S. Honey: A novel antioxidant. *Molecules* **2012**, *17*, 4400–4423. [CrossRef] [PubMed]
5. Flanjak, I.; Kenjeric, D.; Bubalo, D.; Primorac, L. Characterisation of selected Croatian honey types based on the combination of antioxidant capacity, quality parameters, and chemometrics. *Eur. Food Res. Technol.* **2016**, *242*, 467–475. [CrossRef]
6. Gheldof, N.; Engeseth, N.J. Antioxidant capacity of honeys from various floral sources based on the determination of oxygen radical absorbance capacity and inhibition of in vitro lipoprotein oxidation in human serum samples. *J. Agric. Food Chem.* **2002**, *50*, 3050–3055. [CrossRef]
7. Jiang, L.; Xie, M.; Chen, G.; Qiao, J.; Zhang, H.; Zeng, X. Phenolics and Carbohydrates in Buckwheat Honey Regulate the Human Intestinal Microbiota. *Evid. Based Complement. Altern. Med.* **2020**, 6432942. [CrossRef]
8. Hammond, E.N.-A.; Duster, M.; Musuuza, J.S.; Safdar, N. Effect of United States buckwheat honey on antibiotic-resistant hospital acquired pathogens. *Pan Afr. Med. J.* **2016**, *25*, 212. [CrossRef]
9. Baranowska-Wójcik, E.; Sz wajgier, D.; Winiarska-Mieczan, A. Honey as the Potential Natural Source of Cholinesterase Inhibitors in Alzheimer’s Disease. *Plant Foods Hum. Nutr.* **2020**, *75*, 30–32. [CrossRef]
10. Samborska, K. Powdered honey—Drying methods and parameters, types of carriers and drying aids, physicochemical properties and storage stability. *Trends Food Sci. Technol.* **2019**, *88*, 133–142. [CrossRef]
11. Samborska, K.; Barańska, A.; Bodel, D. Investigation on the possibility to enhancing honey spray drying process and powders properties by ultrafiltration pre-treatment. *Chem. Process Eng.* **2019**, *40*, 305–313. [CrossRef]
12. Samborska, K.; Langa, E.; Kamińska-Dwórznicza, A.; Witrowa-Rajchert, D. The influence of sodium caseinate on the physical properties of spray-dried honey. *Int. J. Food Sci. Technol.* **2015**, *50*, 256–262. [CrossRef]
13. Bhandari, B.R.; Datta, N.; Howe, T. Problems Associated with Spray Drying of Sugar-Rich Foods. *Dry. Technol.* **1997**, *15*, 671–684. [CrossRef]
14. Stevenson, E.J.; Watson, A.; Theis, S.; Holz, A.; Harper, L.D.; Russel, M. A comparison of isomaltulose versus maltodextrin ingestion during soccer-specific exercise. *Eur. J. Appl. Physiol.* **2007**, *117*, 2321–2333. [CrossRef] [PubMed]
15. Suhag, Y.; Nanda, V. Evaluation of different carrier agents with respect to physico-chemical, functional and morphological characteristics of spray dried nutritionally rich honey powder. *J. Food Process. Preserv.* **2016**, *40*, 1429–1437. [CrossRef]
16. Barańska, A.; Jedlińska, A.; Konachowicz, M.; Samborska, K. The investigation of the application of skim milk as a carrier and diluent during honey solution spray drying. *Zesz. Probl. Postępów Nauk Rol.* **2019**, *597*, 3–13. [CrossRef]
17. Samborska, K.; Barańska, A.; Szulc, K.; Jankowska, E.; Truszkowska, M.; Ostrowska-Ligeza, E.; Wołosiak, R.; Szymańska, E.; Jedlińska, A. Reformulation of spray-dried apple concentrate and honey for the enhancement of drying process performance and the physicochemical properties of powders. *J. Sci. Food Agric.* **2020**, *100*, 2224–2235. [CrossRef]
18. Angel, R.C.M.; Espinosa-Muñoz, L.C.; Aviles-Aviles, C.; González-García, R.; Moscota-Santillán, M.; Grajales-Lagunes, A.; Abud-Archila, M. Spray-drying of passion fruit juice using lactose-maltodextrin blends as the support material. *Brazilian Arch. Biol. Technol.* **2009**, *52*, 1011–1018. [CrossRef]
19. Barańska, A.; Samborska, K.; Jedlińska, A. Application of Dehumidified Air During Spray Drying for the Production of Food Powders. In *Mechatronics 2019: Recent Advances towards Industry 4.0. MECHATRONICS 2019. Advances in Intelligent Systems and Computing*; Szewczyk, R., Krejsa, J., Nowicki, M., Ostaszewska-Lizewska, A., Eds.; Springer: Cham, Switzerland, 2020; Volume 1044, pp. 463–468. [CrossRef]
20. Jedlińska, A.; Samborska, K.; Wieczorek, A.; Wiktor, A.; Ostrowska-Ligeza, E.; Jamróz, W.; Skwarczyńska-Maj, K.; Kielczewski, D.; Błażowski, Ł.; Tułodziecki, M.; et al. The application of dehumidified air in rapeseed and honeydew honey spray drying—Process performance and powders properties considerations. *J. Food Eng.* **2019**, *245*, 80–87. [CrossRef]
21. Goula, A.M.; Adamopoulos, K.G. Effect of Maltodextrin Addition during Spray Drying of Tomato Pulp in Dehumidified Air: I. Drying Kinetics and Product Recovery. *Dry. Technol.* **2008**, *26*, 714–725. [CrossRef]
22. Chasekioglou, A.N.; Goula, A.M.; Adamopoulos, K.G.; Lazarides, H.N. An approach to turn olive mill wastewater into a valuable food by-product based on spray drying in dehumidified air using drying aids. *Powder Technol.* **2017**, *311*, 376–389. [CrossRef]
23. Al-Mansour, H.E.; Al-Busairi, B.H.; Baker, C.G.J. Energy consumption of a pilot-scale spray dryer. *Dry. Technol.* **2011**, *29*, 1901–1910. [CrossRef]
24. Re, R.; Pellegrini, N.; Proteggente, A.; Pannala, A.; Yang, M.; Rice-Evans, C. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radic. Biol. Med.* **1999**, *26*, 1231–1237. [CrossRef]
25. Codex Alimentarius Commission Standards. Revised Codex Standards for Honey. Codex Standard 121981, Rev. 2. Available online: http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/sh-proxy/en/?lnk=1&url=https%253A%252F%252Fworkspace.fao.org%252Fsites%252Fcodex%252Fstandards%252FCXS%2B12-1981%252FCXS_012e.pdf (accessed on 24 March 2021).

26. Council Directive 2001: No. 2001/110/EC of 20 December 2001 Relating to Honey. Official Journal of the European Communities, L 10. pp. 47–52. Available online: <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/PDF/?uri=CELEX:32001L0110&from=EN> (accessed on 24 March 2021).
27. Deng, J.; Liu, R.; Lu, Q.; Hao, P.; Xu, A.; Zhang, J.; Tan, J. Biochemical properties, antibacterial and cellular antioxidant activities of buckwheat honey in comparison to manuka honey. *Food Chem.* **2018**, *252*, 243–249. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
28. Kowalski, S.; Łukasiewicz, M.; Berski, W. Applicability of physico-chemical parameters of honey for identification of the botanical origin. *Acta Sci. Pol. Technol. Aliment.* **2013**, *12*, 51–59. [[PubMed](#)]
29. Samborska, K.; Gajek, P.; Kamińska-Dwórznicza, A. Spray Drying of Honey: The Effect of Drying Agents on Powder Properties. *Polish J. Food Nutr. Sci.* **2015**, *65*, 109–118. [[CrossRef](#)]
30. Suhag, Y.; Nanda, V. Optimisation of process parameters to develop nutritionally rich spray-dried honey powder with vitamin C content and antioxidant properties. *Int. J. Food Sci. Technol.* **2015**, *50*, 1771–1777. [[CrossRef](#)]
31. Shi, Q.; Fang, Z.; Bhandari, B. Effect of Addition of Whey Protein Isolate on Spray-Drying Behavior of Honey with Maltodextrin as a Carrier Material. *Dry. Technol.* **2013**, *31*, 1681–1692. [[CrossRef](#)]
32. Truong, V.; Bhandari, B.R.; Howes, T. Optimization of co-current spray drying process of sugar-rich foods. Part I—Moisture and gaseous transition temperature profile during drying. *J. Food Eng.* **2005**, *71*, 55–65. [[CrossRef](#)]
33. Poozesh, S.; Bilgili, E. Scale-up of pharmaceutical spray drying using scale-up rules: A review. *Int. J. Pharm.* **2019**, *562*, 271–292. [[CrossRef](#)]
34. Gimbut, J.; Choong, T.S.; Fakhrua, A.; Chuah, T.G. Prediction of the effect of dimension, particle density, temperature, and inlet velocity on cyclone collection efficiency. *J. Teknol.* **2004**, *40*, 37–50. [[CrossRef](#)]
35. Jayasundera, M.; Adhikari, B.; Aldred, P.; Ghandi, A. Surface modification of spray dried food and emulsion powders with surface-active proteins: A review. *J. Food Eng.* **2009**, *93*, 266–277. [[CrossRef](#)]
36. Bhusari, S.N.; Muzaffar, K.; Kumar, P. Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. *Powder Technol.* **2014**, *266*, 354–364. [[CrossRef](#)]
37. Bhandari, B. Spray drying and powder properties. In *Food Drying Science and Technology: Microbiology, Chemistry, Applications*; DEStech Publications, Inc.: Lancaster, PA, USA, 2008; pp. 215–248.
38. Baker, C.G.J.; McKenzie, K.A. Energy consumption of industrial spray dryers. *Dry. Technol.* **2005**, *23*, 365–386. [[CrossRef](#)]
39. Aghbashlo, M.; Mobli, H.; Rafiee, S.; Madadlou, A. Energy and exergy analyses of the spray drying process of fish oil microencapsulation. *Biosyst. Eng.* **2012**, *111*, 229–241. [[CrossRef](#)]
40. Julklang, W.; Golman, B. Effect of process parameters on energy performance of spray drying with exhaust air heat recovery for production of high value particles. *Appl. Energy* **2015**, *151*, 285–295. [[CrossRef](#)]
41. Samborska, K.; Sokolowska, P.; Szulc, K. Diafiltration and agglomeration as methods to improve the properties of honey powder obtained by spray drying. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* **2017**, *39*, 33–41. [[CrossRef](#)]
42. Tonon, R.V.; Brabet, C.; Hubinger, M. D Influence of process conditions on the physicochemical properties of acai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced by spray drying. *J. Food Eng.* **2008**, *88*, 411–418. [[CrossRef](#)]
43. Belščak-Cvitanović, A.; Lević, S.; Kalušević, A.; Špoljarić, I.; Đorđević, V.; Komes, D.; Mršić, G.; Nedović, V. Efficiency assessment of natural biopolymers as encapsulants of green tea (*Camellia sinensis* L.) bioactive compounds by spray drying. *Food Bioprocess Technol.* **2015**, *8*, 2444–2460. [[CrossRef](#)]
44. Muzaffar, K.; Kumar, P. Comparative efficiency of maltodextrin and protein in the production of spray-dried tamarind pulp powder. *Dry. Technol.* **2016**, *34*, 802–809. [[CrossRef](#)]
45. Nurhadi, B.; Andoyo, R.; Indiarjo, R. Study the properties of honey powder produced from spray drying and vacuum drying method. *Int. Food Res. J.* **2012**, *19*, 907–912.
46. Bringas-Lantigua, M.; Pino, J.A.; Aragüez-Fortes, Y. Influence of process conditions on the physicochemical properties of honey powder produced by spray drying. *Rev. CENIC Cienc. Quim.* **2016**, *47*, 64–69.
47. Leyva-Moguel, K.; Sosa-Moguel, O.; A Pino, J.; Bolivar-Moreno, D.; Cuevas-Glory, L. Physicochemical parameters of liquid and spray-dried honey of stingless bee *Scaptotrigona Pectoralis*. *J. Apic. Res.* **2019**, 1–9. [[CrossRef](#)]
48. Ferrari, C.C.; Germer, S.P.M.; Alvim, I.D.; Vissotto, F.Z.; de Aguirre, J.M. Influence of carrier agents on the physicochemical properties of blackberry powder produced by spray drying. *Int. J. Food Sci. Technol.* **2012**, *47*, 1237–1245. [[CrossRef](#)]
49. Geldart, D.; Harnby, N.; Wong, A.C.Y. Fluidization of cohesive powders. *Powder Technol.* **1984**, *37*, 25–37. [[CrossRef](#)]
50. Shishir, M.R.I.; Taip, F.S.; Aziz, N.A.; Talib, R.A. Physical Properties of Spray-dried Pink Guava (*Psidium guajava*) Powder. *Agric. Agric. Sci. Procedia* **2014**, *2*, 74–81. [[CrossRef](#)]
51. Santhalakshmy, S.; Don Bosco, S.J.; Francis, S.; Sabeena, M. Effect of inlet temperature on physicochemical properties of spray-dried jamun fruit juice powder. *Powder Technol.* **2015**, *274*, 37–43. [[CrossRef](#)]
52. Zotarelli, M.F.; da Silva, V.M.; Durigon, A.; Hubinger, M.D.; Laurindo, J.B. Production of mango powder by spray drying and cast-tape drying. *Powder Technol.* **2017**, *305*, 447–454. [[CrossRef](#)]
53. Cui, Z.W.; Sun, L.J.; Chen, W.; Sun, D.W. Preparation of dry honey by microwave–vacuum drying. *J. Food Eng.* **2008**, *84*, 582–590. [[CrossRef](#)]
54. Biskup, I.; Golonka, I.; Gamian, A.; Sroka, Z. Antioxidant activity of selected phenols estimated by ABTS and FRAP methods. *Postepy Hig. Med. Dosw.* **2013**, *67*, 958–963. [[CrossRef](#)]

-
55. Samborska, K.; Jedlińska, A.; Wiktor, A.; Derewiaka, D.; Wołosiak, R.; Matwijczuk, A.; Jamróz, W.; Skwarczyńska-Maj, K.; Kielczewski, D.; Błazowski, Ł.; et al. The Effect of Low-Temperature Spray Drying with Dehumidified Air on Phenolic Compounds, Antioxidant Activity, and Aroma Compounds of Rapeseed Honey Powders. *Food Bioprocess Technol.* **2019**, *12*, 919–932. [[CrossRef](#)]

The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying

Katarzyna Samborska¹ | Amr Edris² | Aleksandra Jedlińska¹ | Alicja Barańska¹ 

¹Department of Food Engineering and Process Management, Institute of Food Sciences, Warsaw University of Life Sciences (WULS-SGGW), Warsaw, Poland

²Food Industry and Nutrition Research Division, Department of Chemistry of Flavor and Aroma, National Research Center, Cairo, Egypt

Correspondence

Alicja Barańska, Department of Food Engineering and Process Management, Institute of Food Sciences, Warsaw University of Life Sciences (WULS-SGGW), Warsaw, Poland.

Email: alicja_baranska@sggw.edu.pl

Abstract

White mulberry molasses was powdered with the addition of prebiotic carrier by conventional spray drying (inlet/outlet air temperature: 180/80°C) and by dehumidified air-assisted spray drying at low temperature (inlet/outlet: 80/45°C). As a consequence of decreasing the drying temperature, it was possible to obtain powder containing 90% of molasses (solids, wt/wt), which was not presented for this kind of material before. Moreover, highly satisfactory powder recovery (64.0–96.5%) was observed for the variants spray dried at low temperature. Physicochemical properties of powders were investigated. All of obtained powders characterized with water activity (A_w) below 0.25, which classify them as physiochemically and microbiologically stable. Powder spray dried traditionally was characterized with irregular particles of bigger dimension than powders obtained at low drying temperature. Furthermore, total phenolics content and antioxidant capacity of molasses before and after drying were studied. The expression of retention coefficient was proposed to describe the effect of drying on total phenolics content of dried material. In this calculation the presence of carrier is excluded because it is not the source of phenolics in powder. Spray drying at low drying temperature enabled better preservation of the polyphenolics (TPC varying from $1,491 \pm 38$ to $2,852 \pm 48$ mg GAE/100 g solids) and antioxidant capacity (EC_{50} ABTS ranging from 0.15 ± 0.01 to 0.10 ± 0.01 mg solids/mL) of white mulberry molasses than conventional spray drying (TPC $1,412 \pm 13$ mg GAE/100 g solids and EC_{50} ABTS 0.23 ± 0.04 mg solids/mL).

Practical Applications

White mulberry molasses powders may be a more practical alternative to concentrated molasses because of the high viscosity of molasses leading to problems with dosing, storage, and transportation. Molasses powdered at low temperature contains only 10% of a carrier, and as a result of high antioxidant capacity may be implemented in functional foods.

1 | INTRODUCTION

White mulberry (*Morus alba* L.) originates in Western Asia and its fruits are widely popular in Turkey where they are processed into juices, jams, jellies, pastes, molasses “pekmez” or consumed fresh or dried. Mulberry fruits have been used in traditional medicine in Asia for centuries and studies have proved over the years that they owe their pro-healthy properties to bioactive compounds. Mulberry fruits

contain significant amount of polyphenolics such as flavonols and phenolic acids. According to Sánchez-Salcedo, Mena, García-Viguera, Martínez, and Hernández (2015) benzoic acid derivatives (protocatechuic acid, p-hydroxybenzoic acid, and vanillic acid), cinnamic acid derivatives (chlorogenic acid, neochlorogenic acid), and flavonols (quercetin, kaempferol) were the main groups of phenolics detected in *Morus alba* fruits. These compounds are responsible for antioxidant, antimutagenic, anticarcinogenic, and antidiabetic effects

of the product. Additionally, they play an important role in protecting humankind against multiple lifestyle diseases (Gungor & Sengul, 2008; Khalifa, Zhu, Li, & Li, 2018; Łochyńska, 2015). Wang, Xiang, Wang, Tang, and He (2013) highlighted the importance of the mulberry fruits in decreasing the risk of diabetes which caused a growth in interest in developing functional foods containing mulberries. Furthermore, Yuan and Zhao (2017) draw attention to the fatty acid profile of mulberries in which they emphasized the presence of linoleic acid. Linoleic acid must be consumed with food as it is not synthesized within the human body and the authors stressed just how important the intake of linoleic acid is for human development and disease prevention. It is worth underlining that Yang, Yang, and Zheng (2010) fully justified the hypolipidemic and antioxidant effect on hyperlipidaemia rats of freeze-dried white mulberry powder as a dietary supplement validating the use of white mulberry powder in creation of functional foods.

The consumption of fresh mulberry fruit is limited by its short period of harvest and challenging storage, and transportation demands due to its high water content (>80%). These conditions force scientists to search for solutions to extend their use and to preserve their health beneficial properties (Trung, Luyen, Nam, & Dat, 2018). One of the methods is the production of “pekmez”—a Turkish concentrated fruit juice with syrupy-like, thick texture and deep brown color. White mulberry molasses primarily consists of monosaccharides (glucose and fructose), organic acids, and minerals which point to its great use as a source of energy for communities living in areas exposed to harsh weather, for children and for athletes (Karababa & Isikli, 2005; Sengül, Ertugay, & Sengül, 2005).

Nevertheless, syrupy-like liquids, due to their high viscosity, are challenging for the industry with dosing, transportation, storage, cleaning the equipment and production lines. Moreover, it is worth highlighting that syrupy-like products have high water activity (A_w) that lowers product stability. Koca and Karadeniz (2009) noted A_w of sour apple “pekmez” ranging from 0.550 to 0.867 and according to Rockland and Nishi (1980), food products can be considered stable when A_w is 0.1–0.3. Precisely for this reason, spray drying enables the production of free-flowing powders that solve the above mentioned problems. Spray drying transforms liquid feed into a dried particulate state by atomizing the feed into the drying chamber where it contacts a drying medium (Kiritsakis, Goula, Adamopoulos, & Gerasopoulos, 2018). Spray drying, as a consequence of a short contact time of the material with the drying medium, is a suitable method for drying compounds that are easily degradable in high temperatures. The phenomenon of cooling effect due to water evaporation is an additional reason that this drying method is recommended for thermolabile compounds as the drying temperature is significantly lower than the inlet temperature throughout the entire process (Samborska et al., 2020). However, those effects appear more in the case of enzymes that are stabilized by fast water removal (proteins are more heat sensitive at high water content conditions), than other thermolabile compounds.

Materials containing high content of low molecular weight sugars are susceptible to stickiness during spray drying that directly influence powders' properties and recovery. Stickiness is a consequence of low

glass transition temperature (T_g): for glucose in anhydrous state it is 15°C, while for fructose in anhydrous state 5°C. To obtain free-flowing powder it is crucial that the feed material changes from a liquid to a glassy state. However, when the temperature in a drying chamber is higher than the T_g of the material, it stays in a viscoelastic rubbery state that sticks to the chamber's walls in the syrupy-like form causing the problems mentioned above (Bhandari & Howes, 1999; Samborska, Gajek, & Kamińska-Dwórznička, 2015). It is possible to avoid such difficulties by adding carrier agents that are high molecular weight compounds such as carbohydrates or proteins. Nevertheless, products containing lower amounts of additional substances are attracting considerable interest among consumers, additionally with health benefits if the carrier's application is crucial for the production process. Researchers are seeking lower glycemic index alternatives to the popular maltodextrin as a response to consumer demand. Miravet, Alacid, Obón, and Fernández-López (2016) spray dried pomegranate juice and used a NUTRIOSE fiber of a prebiotic nature as an alternative to a typical carrier agent. Lefranc-Millot (2008) reported that NUTRIOSE is a resistant dextrin that is produced from either maize (FM) or wheat starch (FB) that goes under the dextrinization process. First, the hydrolysis occurs and then repolymerization that transforms starch into fiber as an effect of the formation of nondigestible glycosidic bonds. The health beneficial effects of NUTRIOSE as a prebiotic were confirmed in multiple studies over the years. It has been proved that NUTRIOSE stimulates the increase of beneficial α - and β -glucosidase following colonic fermentations (Van den Heuvel, Wils, Paman, Saniez, & Kardinaal, 2005), as well an increase in *Bacteroides* responsible for a healthy colonic ecology and a decrease in possibly dangerous *C. perfringens* (Lefranc-Millot et al., 2012). More evidence revealed that it reduces body-weight, body-fat percentage and hunger in overweight men (Guérin-Deremaux et al., 2011). NUTRIOSE possesses the characteristics of neutral taste, good solubility, stability in high temperatures and in varying pH levels that offer vital evidence to its utility as a drying carrier agent in spray drying (Lefranc-Millot, 2008). Another approach that resolves spray drying's problems and enables lower carrier content is an application of dehumidified air as a drying medium. Jedlińska et al. (2019) successfully used the aforementioned method to obtain honey powders that contained 80% of honey solids when compared to common honey powders that contain about 50% of honey. Moreover, the reduction of drying temperature due to air dehumidification can further decrease the degradation of thermolabile compounds that have beneficial health properties. It was presented by Samborska et al. (2019) that phenolic content and antioxidant activity of honey were not deteriorated compared to pure honey before drying. It is a common problem in the research dealing with spray drying that the biological properties of food materials after drying are not compared with the raw material, and taking into account the content of the carrier (these contents being excluded in the calculation as it is not the source of biological activity). Thus, one of the aims of this work was to propose the retention coefficient for the description of the degradation and the retention of biological properties after drying, which also takes into account the exclusion of the content of carrier in the final powder. The

details regarding the suggested coefficient are presented in section 2.

This paper presents the investigation on white mulberry molasses spray drying by two approaches: conventional high temperature spray drying (SD), and innovative, modified spray drying, where dehumidified air was applied as a drying medium in order to lower drying temperature (DASD). The investigation aimed to: (a) validate if the reduction of drying temperature will decrease carrier content; (b) compare the powders' physicochemical properties; (c) apply prebiotic NUTRIOSE as a carrier agent; (d) introduce the new coefficient to describe the retention of biological activity after drying.

2 | MATERIALS AND METHODS

2.1 | Materials

White mulberry molasses produced in Turkey was obtained from NaturAvena (Piaseczno, Poland). The total soluble solids content and carbohydrates profile of molasses is presented in Table 1. NUTRIOSE FM10 (Roquette, Lestrem, France) was used as a carrier agent. Chemicals for chemical determinations were obtained from POCH Company (Gliwice, Poland). Distilled water was used as a diluent to prepare 50% (wt/wt) liquid feeds of white mulberry molasses with NUTRIOSE. As one of the aims of the work was to produce a powder containing as low carrier content as possible, the feed solutions prior to spray drying contained from 50 to 90% (wt/wt) of molasses solids, and so the carrier content varied from 10 to 50% solids (wt/wt) (Table 2).

2.2 | Spray drying

Spray drying was performed utilizing a laboratory spray dryer MOBILE MINOR (GEA, Skanderborg, Denmark) equipped with rotary atomizer (rotation speed 26,000 rpm). The feed solutions of 500 g for each drying were pumped at a feed ratio speed 0.2 mL/s, and drying air temperature was 180/80°C (inlet/outlet) for traditional spray drying (SD) and 80/45°C (inlet/outlet) for spray drying using dehumidified air (DASD) (Table 2). Every variant was dried in duplicate. Dehumidified air was produced using an air dehumidification system that consisted of a TAEvo TECH020 cooling unit (MTA, Codogno, Italy),

TABLE 1 Total soluble solids and carbohydrates content in white mulberry molasses

| Parameter | Result |
|--------------------------|--------|
| Total soluble solids (%) | 80.10 |
| Fructose (g/100 g) | 36.12 |
| Glucose (g/100 g) | 26.14 |
| Sucrose (g/100 g) | 1.99 |
| Total sugars (g/100 g) | 64.25 |

condensation unit (SWEGON, Gothenburg, Sweden), and a ML270 adsorption unit (MUNTERS, Kista, Sweden). The inlet air humidity for dehumidified air was 0.4 g/m³ and the atmospheric air humidity was 9 g/m³.

Powder recovery R_p (%) of each drying process was calculated as the ratio of solids content in obtained powder to the amount of solids in the feed solution.

2.3 | Powders characterization

Particle morphology was analyzed using a Phenom XL SEM microscope (Phenom World, Eindhoven, the Netherlands) at 1,000× magnification. Preparation of each sample consisted of putting the small amount of powder on the double sticky tape, removing the excess of the powder with an air compressor, and metalizing the surface of the sample with a layer of gold before taking the picture with microscope.

Particle size distribution was determined using a laser diffraction particle size analyzer 1190 (CILAS, Orléans, France). Powders were dispersed in ethanol and the experiment was conducted at an obscuration of 10%. The results were presented as particle size distribution and expressed as the median diameter D_{50} .

Moisture content (MC) was determined using an oven method where approximately 1 g of powder was dried at 105°C for 4 hr. Water activity (A_w) was measured using Hygro Lab1 equipment (Rotronic, Bassersdorf, Switzerland) at 25°C. Hygroscopicity (H) was determined as a weight gain of 1 g powder samples incubated in 25°C and 75% RH (saturated NaCl solution) for 144 h, and expressed in percentage (calculated as the amount of water absorbed per 100 g of powder solids).

Powders bulk density (D) was measured as a weight occupied by 25 mL of powder. Tapped bulk density (D_T) was measured using an automatic tapper STAV 2003 (Engelsmann AG, Ludwigshafen am Rhein, Germany) by determining the volume of powder after 100 taps. The Hausner ratio (HR) was expressed as $HR = D_T/D$ and was used to describe the powder's flowability. Apparent density (D_{ap}) was

TABLE 2 Variants of spray drying of white mulberry molasses

| Variant | Ratio of white mulberry molasses to carrier solids (wt/wt) | Drying method | Drying air temperature (inlet/outlet) |
|-------------------|--|---------------|---------------------------------------|
| SD50 ^a | 50:50 | SD | 180/80°C |
| DASD50 | 50:50 | DASD | 80/45°C |
| DASD60 | 60:40 | DASD | 80/45°C |
| DASD70 | 70:30 | DASD | 80/45°C |
| DASD80 | 80:20 | DASD | 80/45°C |
| DASD90 | 90:10 | DASD | 80/45°C |

Abbreviations: DASD, dehumidified air-assisted low temperature spray drying; SD, conventional spray drying at high temperature.

^aConventional spray drying at high temperature (SD) and dehumidified air-assisted spray drying at low temperature (DASD), samples contained from 50 to 90% of molasses solids.

analyzed using a helium pycnometer Stereopycnometer (Quantachrome Instruments, Graz, Austria). Loose bulk porosity was expressed as $\epsilon_L = 1 - (D/D_{ap})$. Color was measured using colorimeter CR-5 (Konica-Minolta, Tokyo, Japan) in CIE L^*a^*b system.

The total phenolic content (TPC) of white mulberry molasses and obtained powders was analyzed in distilled water extracts prepared in duplicates by diluting samples and filtrating them in an ambient temperature. 0.4 g of powders and molasses samples were mixed with 20 mL of distilled water, than filtrated through Chemland 125 mm filter papers into flasks and filled with distilled water to 50 mL. According to the Folin-Ciocalteu method, an adequate volume of the extracts were transferred to the tubes, and then diluted with distilled water and a Folin-Ciocalteu reagent was added. After 3 min, a 17.7% sodium carbonate solution was dosed. After mixing, the samples were stored in a dark place for 1 h in an ambient temperature and the absorbance at 750 nm was measured using spectrophotometer Helios Gamma (Thermo Fischer Scientific, Waltham, Massachusetts, USA). As was presented by Amorati and Valgimigli (2015) and Lammerskitten et al. (2019), Folin-Ciocalteu reagent may react as well with reducing sugars, ascorbic acids or products of enzymatic browning present in the extract. However, TPC determination by this method is widely recognized and applied for wide variety of food materials, including spray dried powders (Gawałek, Domian, Ryniecki, & Bakier, 2017; Ghalegi Ghalenoe, Dehnad, & Jafari, 2021; Kaderides & Goula, 2019; Moghbeli, Jafari, Maghsoudlou, & Dehnad, 2020) that is why this method was used.

TPC was calculated using a gallic acid standard curve and expressed as mg GAE/100 g solids (further it was calculated as well as mg GAE/100 g raw molasses C, as presented below describing the calculation of retention coefficient).

Retention coefficient (RC) was expressed as

$$RC = \frac{C_1 \cdot S}{C \cdot S_M} \times 100\%.$$

RC takes into account:

- The concentration of a given compound in the powder C_1 (expressed in mass units per 100 g of powder solids).
- Solids content in the raw food material S (expressed in %).
- The concentration of a given compound in the raw material C (expressed in the same mass unit as C_1 per 100 g of the raw material).
- The share of the raw material in powder solids S_M (expressed as a percentage of powder solids).

In this work the total phenolic content was expressed: for raw molasses as the absolute value (mg GAE/100 g solids) and C (mg GAE/100 g); for powders as the absolute value C_1 (mg GAE/100 g solids) and as the retention coefficient RC_{TPC} (%). The importance and meaning of introducing RC in this paper are described in detail in section 3.

Antioxidant capacity was analyzed using a 2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) (ABTS) solution for white mulberry molasses and spray dried powders in the same extracts prepared for TPC analysis. An adequate volume of extracts were transferred to the tubes then a 3 mL of ABTS solution was added. The samples were stored for 6 min in darkness in an ambient temperature and the absorbance at 734 nm was measured using a spectrophotometer Helios Gamma (Thermo Fischer Scientific). Samples were prepared in duplicates of each extract. Antioxidant capacity (EC_{50} ABTS) was expressed as powder sample concentration (mg solids/mL able to capture 50% of free radicals in ABTS solution).

2.4 | Statistical methods

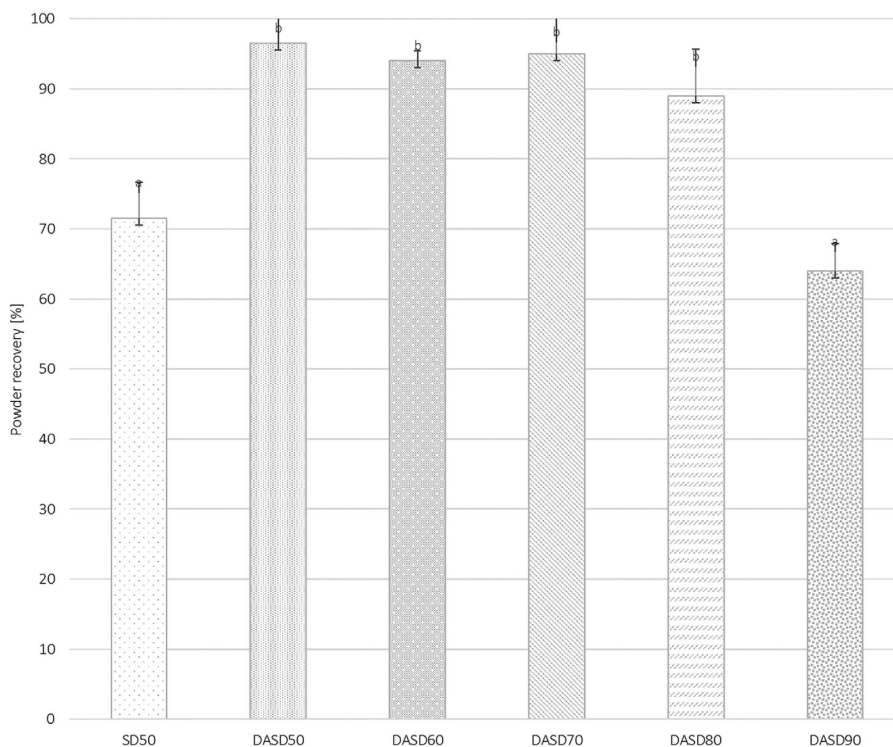
All determinations were done in triplicate and results were expressed as average with standard deviation. The results were statistically analyzed using the STATISTICA 13.3 software (StatSoft Polska, Kraków, Poland). One-way analysis of variance ANOVA and a division into homogeneous groups using Tukey test were performed ($\alpha = .05$). Principal components analysis (PCA) was used to observe the inter-correlated quantitative dependent variables describing powders' properties. A hierarchical cluster analysis (HCA) was performed to visualize the similarities between the spray dried variants as a dendrogram graph.

3 | RESULTS AND DISCUSSION

3.1 | Process performance and powder recovery

It was not possible to spray dry material at high drying temperature with carrier content below 50% because of the white mulberry molasses characterization (Table 1). High content of glucose and fructose, that as mentioned before present low T_g , in consequence did not make it possible to obtain free flowing powder in traditional, high temperature spray drying. Therefore, the carrier content of 50% was the starting variant for the application of the dehumidified air, and its content was decreased from this level by 10% until the drying was possible (assuming that the decrease of drying temperature will allow to avoid stickiness problem at increased molasses content). Indeed, the drying was possible at 90% of molasses solids content (10% of carrier), which is the most striking result to emerge from the spray drying of this sugar-rich material not observed previously in the literature. Highly satisfactory (above 60%) powder recovery was observed for powders characterizing with unusually high molasses content (Figure 1). Generally, powder recovery (R_p) after spray drying ranged from 64.0 ± 3.9 to $96.5 \pm 4.9\%$ (Figure 1). Most authors consider 50% powder recovery as an indicator of successful spray drying (Bhandari, Datta, & Howes, 1997; Du et al., 2014; Jayasundera, Adkikari, Howes, & Aldred, 2011). Thus, results in this research were satisfactory especially given that R_p was above 85% in the case of DASD of variants containing 80% molasses solids. Variants that were spray

FIGURE 1 Powder recovery after spray drying of white mulberry molasses with NUTRIOSE by conventional spray drying at high temperature (SD) and dehumidified air-assisted spray drying at low temperature (DASD); powders contained from 50 to 90% of molasses solids; a–e: the differences between mean values marked by different letter were statistically significant ($p < .05$)



dried using dehumidified air were statistically different than traditionally spray dried variant (SD50), with the exception of DASD90, which had the highest molasses content. Broadly speaking, it can be observed that dehumidified air enabled a higher R_p to be obtained due to lower drying temperatures than in SD. This phenomenon occurred as a result of a lower drying temperature which prevented the undesirable stickiness caused by a low glass transition temperature (T_g). It is worth highlighting that the variant of very low carrier content (10% solids) was characterized as well by acceptable R_p . It was a result of the reduced outlet air temperature to 45°C which prevented the problem of stickiness. On the contrary, variant containing 60% of molasses dried at high temperature (SD) was not finished successfully so the material was not transformed into glassy powder and did not leave the drying chamber. For comparison, Akkaya et al. (2012) spray dried carob molasses at the inlet/outlet temperature 160 and 210/75°C with maltodextrin (DE 18.6) at the carrier to molasses ratio 50:50, and noted stickiness that forced the authors to increase the carrier to molasses ratio up to 75:25.

Recently, several studies have been performed on the application of dehumidified air to the traditional spray drying that highlight its importance in significant increases of R_p and reduce of carrier content. Samborska et al. (2019), who spray dried rapeseed honey using dehumidified air, were able to reduce carrier content up to 20% with R_p over 80%. Jedlińska et al. (2019) spray dried rapeseed and honeydew honey using the same method, reducing carrier content up to 20% as well with R_p over 90% for honeydew honey.

It is worth highlighting that Miravet et al. (2016) studied the effect of NUTRIOSE and maltodextrin (DE19 and DE6) on R_p in pomegranate spray drying. Authors noted that NUTRIOSE increased R_p to

49.6–75%, whereas maltodextrin enabled the observation of R_p varying only from 0 to 64.3%. Samborska et al. (2020) compared an effect of different carriers on R_p on apple concentrate powders spray dried with the application of dehumidified air. The authors demonstrated that R_p was higher when NUTRIOSE was used as a carrier (55.8%) than when kleptose (32.1%) and traditional maltodextrin were applied (44.6%). However, powders with skim milk powder were characterized with the highest R_p of 81.7%.

3.2 | Particles morphology

Particles of obtained powders were spherical, which is typical for spray dried materials, and showed amorphous surfaces while hexagonally shaped particles with sharp edges indicated the crystalline state of the material. Fast water evaporation in spray drying leads to the amorphous state of the particles as a consequence of the insufficient time to form a crystalline state of sugar molecules (Samborska et al., 2018). Variants containing more than 50% of molasses in powder solids had smooth surfaces, while SD50 and DASD50 had irregularities and dents on the surfaces (Figure 1). Generally speaking, irregular particles in the powders' morphology may be a result of rapid water evaporation during spray drying. Similarly, irregular particles appearance was observed by Jedlińska et al. (2019) when traditionally spray drying rapeseed and honeydew honey. Moreover, SD50 and DASD50 were characterized by more scattered particles than other variants, and weaker adherence of smaller particles to particles of larger diameter, which was a consequence of low stickiness of powder containing 50% of carrier. Furthermore,

it could be observed that particles of SD50 were significantly bigger in dimension, which was confirmed by the particle size analyses (Figure 2). Particles in variant with the lowest carrier content (DASD90) were visibly more conglomerated and merged with liquid bridges than in other variants, which was associated with the stickiness caused by the highest molasses content, as confirmed by the lowest powder recovery. Samborska, Wiktor,

et al. (2019) and Samborska et al. (2020) reported the same relationship while spray drying honey while decreasing carrier content. It is worth highlighting that white mulberry molasses powder containing only 10% of the carrier (DASD90) showed less conglomerated and glued particles than honey powders containing 20% of the carrier obtained by Samborska, Wiktor, et al. (2019) and Jedlińska et al. (2019).

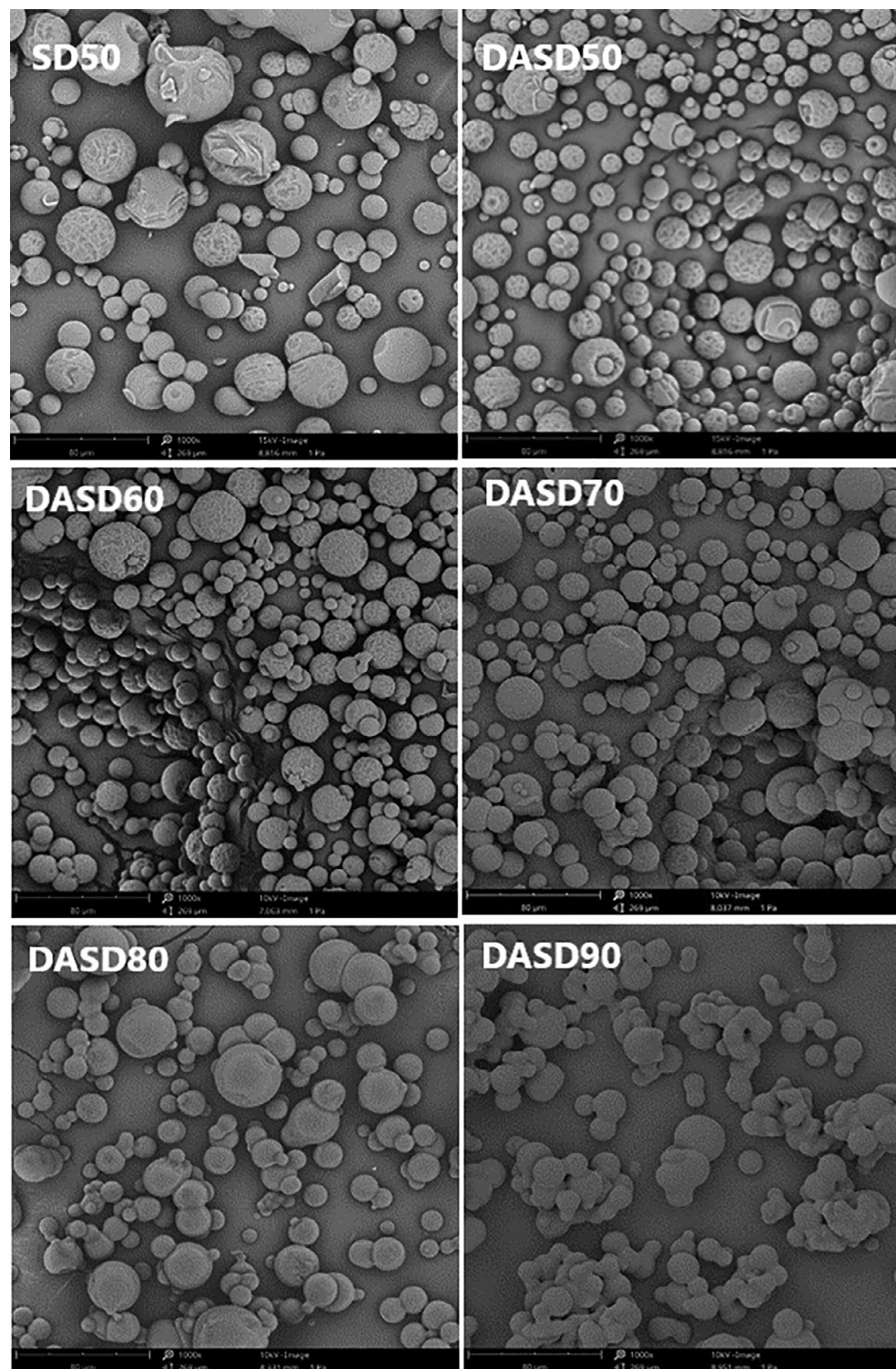


FIGURE 2 Scanning electron microphotographs of white mulberry molasses powders obtained by conventional spray drying at high temperature (SD) and dehumidified air-assisted spray drying at low temperature (DASD), containing from 50 to 90% of molasses solids

There has been little discussion on the effect of the NUTRIOSE on the particles morphology compared to other carriers. However, Samborska et al. (2020) examined the influence of different carriers on the particles morphology of apple concentrate and honey powders including prebiotic NUTRIOSE. Analyzing SEM microphotographs of apple concentrate, particles of powders with NUTRIOSE were hexagonal in shape, conglomerated, however comparable with sample with kleptose. Powders with skim milk powder as a carrier were visibly more scattered and regular in shape. It is worth underlining that in the case of honey, particles of powders with prebiotic carrier were comparable to those with maltodextrin (regular in shape and round), though more conglomerated than sample with skim milk powder. Samborska, Wiktor, et al. (2019) compared the morphology of rapeseed honey powders spray dried with traditional maltodextrin and NUTRIOSE as carriers. The authors observed that particles where prebiotic carrier was added, were difficult to distinguish from one another as a result of the presence of many liquid bridges.

3.3 | Particle size

Particle size distribution presented in Figure 2 and values of median diameter (D_{50}) presented in Table 3 shown significant differences between the particle size of powders spray dried at high (SD) and low temperature (DASD). SD50 was characterized by particles size distribution shifted to the right and ranged to 300 μm , showing larger D_{50} than DASD, while the particle size distribution for DASD powders ranged to 100 μm . Higher drying temperature (SD50) resulted in larger particles, which was a result of a faster drying rate, that in consequence created a particles structure at the very beginning of the process, preventing particle shrinkage. A similar phenomenon was noted by Tonon, Brabet, and Hubinger (2008) who spray dried açai powder at different temperatures (138–202°C) but constant carrier content (20%). It can be observed as well that powders DASD50 and DASD60 had bimodal particle size distribution contrary to variants with lower carrier content (DASD70, DASD80, and DASD90), showing onemodal distribution (Figure 3). This tendency could be a consequence of the presence of many small, loose particles between the

particles of bigger dimension, which can be noted in Figure 1. Moreover, D_{50} increased (Table 2) with increasing molasses content in DASD variants, which resulted from more intensive stickiness, leading to more difficulties while spray drying and manifesting also in decreasing R_p (Figure 1). Samborska et al. (2020), who spray dried honey and apple concentrate, described a similar relationship when the carrier content decreased.

3.4 | Moisture content and water activity

Moisture content (MC) of obtained powders was below 6% (Table 3). The liquid feed of SD50 that was spray dried at high temperature (characterized with significantly lower MC than other powders) which was caused by the highest heat transfer. The variant containing the highest amount of molasses (DASD90), characterized with the highest MC. At the same time, this variant presented the lowest water activity (A_w), making it unavailable for microorganisms and chemical reactions as water was bound in the structure of the particles, assuring its stability.

The water activity (A_w) of obtained powders was below 0.25 (Table 3). According to Rockland and Nishi (1980), food products can be considered stable when A_w is 0.1–0.3. In this regard, all of the obtained powders can be classified as physiochemically and microbiologically stable. Generally speaking, the value of A_w decreased with decreasing carrier content. A similar relationship was observed by Samborska, Wiktor, et al. (2019) who spray dried rapeseed honey using dehumidified air with maltodextrin and/or NUTRIOSE as carriers content decreased from 40 to 20% of solids. However, Quek, Chok, and Swedlund (2007), who spray dried watermelon powders, and Kha, Nguyen, and Roach (2010) who produced Gac fruit aril powders, observed reverse relationship between carrier content and A_w (with decreasing carrier content, A_w increased). Nevertheless, these authors spray dried powders traditionally and used different carriers than NUTRIOSE at different concentrations than in this paper. Moreover, comparing variants with the same molasses content, but dried at different conditions of temperature and air humidity, A_w differed significantly: SD50 had lower A_w than DASD50. It was a result of high inlet

TABLE 3 Physical properties of obtained powders: median value of particle size distribution (D_{50}), moisture content (MC), water activity (A_w), hygroscopicity (H), bulk density (D), bulk tapped density (D_T), Hausner ratio (HR), apparent density (D_{ap}), loose bed porosity (ϵ_L) of white mulberry molasses powders containing 50–90% molasses solids, obtained by conventional spray drying at high temperature (SD) and dehumidified air-assisted low temperature spray (DASD)

| Variant | D_{50} (μm) | MC (%) | A_w | H (%) | D (g/cm^3) | D_T (g/cm^3) | HR | D_{ap} (g/cm^3) | ϵ_L (%) |
|---------|----------------------------|-------------------------|----------------------------|--------------------------|--------------------------------|----------------------------------|---------------------------|-------------------------------------|--------------------------|
| SD50 | 54.4 ± 1.7 ^c | 1.3 ± 0.7 ^a | 0.152 ± 0.003 ^b | 26.1 ± 0.3 ^b | 0.65 ± 0.01 ^{bc} | 0.78 ± 0.01 ^d | 1.20 ± 0.01 ^{ab} | 1.49 ± 0.01 ^a | 56.0 ± 0.9 ^{ab} |
| DASD50 | 21.7 ± 1.4 ^a | 4.2 ± 0.7 ^{bc} | 0.233 ± 0.006 ^d | 22.7 ± 0.3 ^a | 0.69 ± 0.02 ^c | 0.78 ± 0.01 ^d | 1.14 ± 0.03 ^a | 1.51 ± 0.01 ^{ab} | 54.5 ± 1.4 ^a |
| DASD60 | 21.7 ± 1.9 ^a | 3.2 ± 0.4 ^b | 0.186 ± 0.009 ^c | 26.1 ± 0.8 ^b | 0.63 ± 0.04 ^{bc} | 0.73 ± 0.02 ^{cd} | 1.17 ± 0.09 ^{ab} | 1.54 ± 0.01 ^c | 59.2 ± 3.2 ^{bc} |
| DASD70 | 26.7 ± 1.4 ^b | 4.9 ± 1.0 ^{cd} | 0.184 ± 0.009 ^c | 27.9 ± 0.7 ^c | 0.60 ± 0.02 ^b | 0.72 ± 0.01 ^{bc} | 1.19 ± 0.06 ^{ab} | 1.56 ± 0.01 ^d | 61.3 ± 1.5 ^{cd} |
| DASD80 | 24.2 ± 1.8 ^{ab} | 3.5 ± 0.4 ^b | 0.155 ± 0.005 ^b | 28.6 ± 2.0 ^{cd} | 0.54 ± 0.01 ^a | 0.67 ± 0.02 ^b | 1.26 ± 0.05 ^b | 1.52 ± 0.01 ^b | 64.7 ± 1.0 ^{de} |
| DASD90 | 26.6 ± 3.2 ^b | 5.5 ± 0.8 ^d | 0.133 ± 0.004 ^a | 30.1 ± 0.6 ^d | 0.48 ± 0.07 ^a | 0.59 ± 0.07 ^a | 1.24 ± 0.08 ^{ab} | 1.51 ± 0.01 ^b | 68.5 ± 4.2 ^e |

Note: The differences between mean values marked by different letter in columns were statistically significant ($p < .05$).

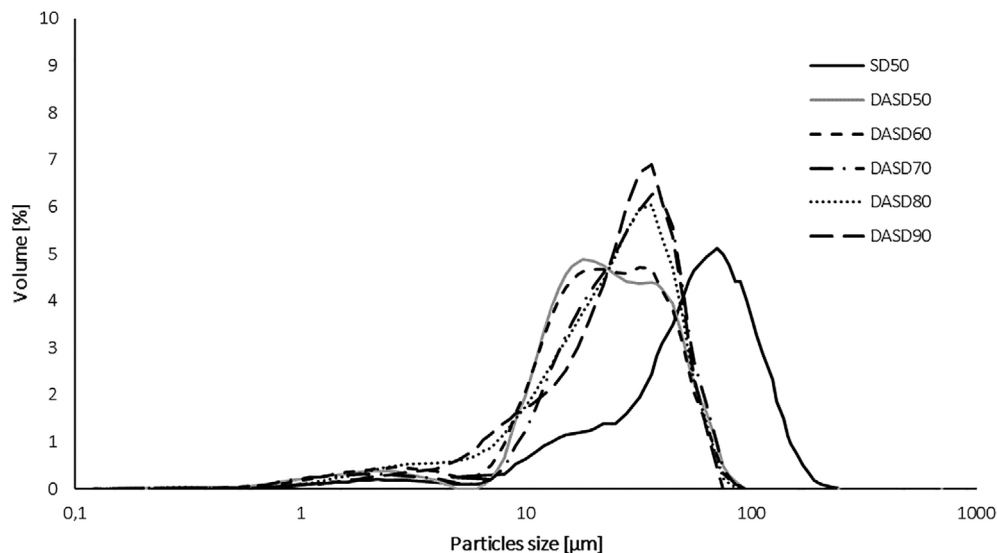


FIGURE 3 Particle size distribution of white mulberry molasses powders obtained by conventional spray drying at high temperature (SD) and dehumidified air-assisted spray drying at low temperature (DASD), containing from 50 to 90% of molasses solids

temperature of SD that was reported as well by Jedlińska et al. (2019) who spray dried rapeseed and honeydew honey using traditional spray drying and DASD. Furthermore, it is worth underlining that powder with the lowest carrier content obtained by DASD (DASD90) had significantly lower A_w than powder obtained by SD with a higher carrier content (SD50) indicating better physicochemical and microbiological stability. It should be emphasized that although the drying temperature was low (80°C) during DASD, it was possible to obtain powders that were characterized with low MC and A_w . This phenomenon was a consequence of low air humidity that became an additional driving force of water evaporation.

3.5 | Hygroscopicity

The hygroscopicity (H) of white mulberry molasses powders varied from 22.7 ± 0.3 to $30.1 \pm 0.6\%$ (Table 3). Jedlińska et al. (2019) spray dried rapeseed and honeydew honey (which can be considered similar to white mulberry molasses in respect to comparable content of glucose and fructose) powders with similar value of H varying from 20.1 ± 0.2 to $27.4 \pm 0.1\%$ when the carrier content decreased from 50 to 20% and dehumidified air was applied as well. Schuck, Jeantet, and Dolivet (2012) characterized powders with H varying from 0.151 to 0.200 g H_2O/g solids (from 15.1 to 20%) and considered them as highly hygroscopic, thus obtained white mulberry molasses powders can be classified as greatly hygroscopic. It can be observed that for powders with the same molasses content (SD50 and DASD50) but dried at different temperatures, the variant that was dried using DASD had lower H . Broadly speaking, high moisture content in the powder was responsible for a weaker concentration gradient between water in the powder and in the environment during determination that resulted in lower absorption. Moreover, H increased with decreasing carrier content in powders that were obtained using DASD. It could be caused due to various reasons. First, decreasing carrier content increased the powder's bed porosity (ϵ_L), which in

consequence affected H . More porous powders are more susceptible to water absorption as a result of larger surface of exposure to humidity. Second, reduced carrier content increased the low molecular weight sugars content in obtained powders which consequently increased H as a result of decreasing powder's T_g (Muzaffar & Kumar, 2015). Ferrari, Germer, and de Aguirre (2012), de Souza, Thomazini, de Carvalho Balieiro, and Fávoro-Trindade (2015), and Tonon et al. (2008) noted the same relationship of carrier content and H as in this paper, although they spray dried different materials at higher temperatures and with different carrier agents at different concentrations.

A recent review of the literature on the topic of advances in spray drying of sugar-rich materials made an attempt to summarize past findings of the effect of prebiotic carriers on powders properties (Sobulska & Zbicinski, 2020). However, very few attempts have been made in order to compare the influence of NUTRIOSE on H of spray dried powders in comparison to other carriers. Samborska et al. (2020) spray dried apple concentrate and honey with different carrier agents observed that powders with NUTRIOSE characterized with highest H (respectively 270 ± 4 g/kg and 256 ± 4 g/kg). Samborska, Wiktor, et al. (2019) noted the same influence of prebiotic carrier when applied to rapeseed honey in comparison to maltodextrin. These results support the idea that powders with NUTRIOSE as a carrier may be more susceptible to water absorption than powders with different carriers such as maltodextrin, skim milk powder, and kleptose. However, further experimental studies regarding different spray dried materials need to be carried out to establish the effect of NUTRIOSE on H .

3.6 | Bulk density and flowability

Bulk density (D) of white mulberry molasses powders ranged from 0.48 ± 0.07 to 0.69 ± 0.02 g/mL (Table 2). Powders with the lowest content of the carrier (DASD80 and DASD90) had the lowest values

of bulk and tapped bulk density (significantly lower than the rest of the variants). It was caused by increased stickiness during drying resulting in changes in morphology as presented in Figure 2. Particles were more conglomerated, creating free spaces between particles filled with air. The same phenomenon was observed by Jedlińska et al. (2019) who spray dried honey using DASD method with decreasing carrier content up to 20%. There was no statistically significant difference in D and D_T noted between variants containing 50% of molasses after SD and DASD drying although the difference in particle size was observed. Stickiness that resulted from increasing sugar content in powders affected more D and D_T than drying temperature.

Flowability of obtained white mulberry molasses powders expressed as the Hausner ratio (HR) ranged from 1.14 ± 0.03 to 1.26 ± 0.05 (Table 3). Powders with HR higher than 1.25 are considered to have poor flowability, thus obtained powders might be classified as powders with satisfying flowability, except DASD80 variant (Dantas, Pasqual, Cavalcanti-Mata, Duarte, & Lisboa, 2018). Samborska, Langa, Kamińska-Dwórznička, and Witrowa-Rajchert (2015) obtained better flowability of honey powders (1.11 ± 0.01 to 1.16 ± 0.01); however, powders were spray dried traditionally at $180/80^\circ\text{C}$ (inlet/outlet) and honey ratio of solids to carrier solids was 50:50. The significant difference can be observed only between DASD50 and DASD80. It is worth highlighting that the increase in molasses content did not deteriorate powders' flowability, which was reported as well by Jedlińska et al. (2019) who spray dried honey with decreasing carrier content up to 20% with the dehumidified air as a drying medium. However, the authors obtained powders of reduced flowability (1.30 ± 0.02 to 1.55 ± 0.02) than in this paper.

3.7 | Apparent density and loose bed porosity

Apparent density (D_{ap}) of obtained powders varied from 1.49 ± 0.01 to 1.56 ± 0.01 g/cm³. There was no statistically significant difference between SD50 and DASD50 as observed as well for D and D_T . In comparison with powders of sugar rich materials such as honey, white mulberry molasses powders characterized similar apparent density. Samborska et al. (2020) obtained honeydew honey powders of D_{ap} varying from 1.46 ± 0.01 to 1.54 ± 0.01 by DASD method with different carriers and decreasing content (honey solids to carrier solids was both 50:50 and 75:25 regarding milk powder). The values of bulk density and apparent density were used for the calculation of porosity (ϵ_L), which varied from 54.5 ± 1.4 to $68.5 \pm 4.2\%$ (Table 2). This parameter relates to the number of pores between particles that are filled with air. Consequently, porosity may provide information on vulnerability to possible degradation of chemical compounds due to their oxidation during storage (Santhalakshmy, Don Bosco, Francis, & Sabeena, 2015). Similarly as in the case of some previous physical properties, there was no significant difference between variants with the same molasses content but spray dried with different methods (SD50 and DASD50). However, it can be noted that with decreasing carrier content, ϵ_L increased. This phenomenon resulted from

increasing particles' stickiness with increasing molasses content that created free spaces filled with air. As observed on Figure 1, variant with the highest molasses content (DASD90) had particles connected by liquid bridges due to their stickiness and simultaneously demonstrated the highest porosity. However, it should be emphasized that the porosity of obtained white mulberry molasses powders was lower than similarly sugar-rich honey powders produced as well with the application of a DASD method and decreasing carrier content up to 20% by Jedlińska et al. (2019). The porosity of mentioned honey powders ranged from 63.3 ± 0.7 to $72.5 \pm 0.92\%$.

3.8 | Color

The results of the color parameters of obtained white mulberry molasses powders are presented in Table 4. L^* values indicate the lightness, a^* the red color, and b^* the yellow. It can be observed that drying temperature significantly influenced the L^* , a^* , and b^* values of the powders. SD50 that was dried at a higher temperature was darker, redder, and yellower than the DASD50 dried at a lower temperature but with the same carrier content. Decreased lightness was likely caused by the sugars browning at a higher temperature. Quek et al. (2007) noted the same effect on watermelon juice spray dried at different temperatures. Carrier content affected the L^* , a^* , and b^* parameters as well. Decreasing carrier content resulted in decreasing lightness but an increase in redness and yellowness. Regarding the L^* parameter, this is in agreement with de Souza et al. (2015) who observed the same relationship drying a pigment from the vinification of byproducts of the Bordo grape (*Vitis labrusca*). The authors noted that powders with decreasing carrier content showed lower values of L^* parameter, which was a result of the lower percentage of the white carrier in the powder. With reference to redness and yellowness, the relationship concurred well with the findings of Daza et al. (2016) who noted that as a consequence of decreasing carrier content, powders of Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC) fruit extracts characterized with increasing value of a^* and b^* parameters following the dilution of the liquid feed.

TABLE 4 Color parameters $L^*a^*b^*$ of white mulberry molasses powders obtained by conventional spray drying at high temperature (SD) and by dehumidified air-assisted spray drying at low temperature (DASD), containing from 50 to 90% of molasses solids

| Variant | L^* | a^* | b^* |
|---------|------------------|------------------|------------------|
| SD50 | 56.8 ± 0.6^c | 7.9 ± 0.2^c | 33.6 ± 0.6^b |
| DASD50 | 63.3 ± 0.4^e | 5.8 ± 0.2^a | 30.9 ± 0.4^a |
| DASD60 | 60.5 ± 0.4^d | 7.1 ± 0.2^b | 33.4 ± 0.7^b |
| DASD70 | 56.9 ± 0.3^c | 8.6 ± 0.3^d | 35.9 ± 0.5^c |
| DASD80 | 53.4 ± 0.4^b | 10.8 ± 0.3^e | 39.0 ± 0.5^d |
| DASD90 | 51.2 ± 0.3^a | 11.9 ± 0.1^f | 40.3 ± 0.2^e |

Note: The differences between mean values marked by different letter in columns were statistically significant ($p < .05$).

3.9 | Total phenolic content and antioxidant capacity

Total phenolic content (TPC) of raw white mulberry molasses was noted at the level of $3,646 \pm 103$ mg GAE/100 g solids (it was further recalculated as C to express as RC_{TPC} , as described in section 2.3, data not shown). TPC of produced powders ranged from $1,412 \pm 13$ to $2,852 \pm 48$ mg GAE/100 g solids (Table 5). Do and Nguyen (2018), who spray dried black mulberry juice at the temperatures varying from 120 to 160°C and with different carrier ratios of gum Arabic and microcrystalline cellulose, observed TPC at level $3,435 \pm 98$ – $3,832 \pm 36$ mg GAE/100 g solids. However, it is worth highlighting that according to Ercisli and Orhan (2007) and Mahmood, Anwa, Abbas, and Saari (2012), raw black mulberry fruits are characterized with higher TPC than white mulberry fruits, which might explain the higher TPC in powders obtained by Do and Nguyen. Ercisli and Orhan (2007) noted TPC of *M. alba* on the level of 181 mg GAE/100 g solids and of *M. nigra* 1,422 mg GAE/100 g solids. Mahmood et al. (2012) reported TPC of *M. nigra* varying from 575 ± 12 to $2,287 \pm 41$ mg GAE/100 g solids and for *M. alba* from $1,071 \pm 31$ to $1,872 \pm 57$ mg GAE/100 g solids. It should be highlighted that obtained powders had higher TPC comparing to TPC observed by some authors. The unfavorable effect of Folin–Ciocalteu reagent may be responsible for observed higher TPC results, as it reacts as well with reducing sugars, ascorbic acids or products of enzymatic browning, that could have been present in the molasses (Amorati & Valgimigli, 2015; Lammerskitten et al., 2019). However, TPC determination by Folin–Ciocalteu method is widely recognized and applied. Further research on white mulberry molasses TPC would be needed to determine the possible source of the differences.

The obtained results regarding the content of polyphenolics in powders may point to potential use of obtained powders as health-promoting ingredient due to polyphenolic's properties—reducing the risk of cardiovascular diseases, cancer, and neurodegeneration (Yuan & Zhao, 2017).

Furthermore, it is worth exploring the effect of NUTRIOSE on the retention of bioactive compounds to understand its importance on preserving the beneficial health properties of powders. A recent advances in prebiotics as carriers and their effect on the retention of

the bioactive compounds in spray dried powders were described by Samborska et al. (2020). NUTRIOSE outperformed the kleptose by preserving TPC better (1,025 mg GAE/kg material solids and 945 mg GAE/kg material solids for NUTRIOSE and kleptose, respectively); however, both traditional maltodextrin (1,141 mg GAE/kg material solids) and skim milk powder (1,233 mg GAE/kg material solids) presented better preserving properties in apple concentrate spray drying. It should be underlined that the authors did not take the influence of the carrier into consideration and the final results were expressed in relation to the raw material solids present in the powders. In relation to honey, the authors noted that powder with NUTRIOSE reported higher value of TPC (625 mg GAE/kg material solids) than powder with traditional maltodextrin, though there was no statistically significant difference when kleptose was used as a carrier and powders with skim milk powder as a carrier characterized with the highest value of TPC (706 mg GAE/kg material solids). These results point to promising applications of NUTRIOSE as a carrier agent and its relationship to the retention of the bioactive compounds in powders. Further data collection would be needed to determine exactly how NUTRIOSE affects the retention of TPC in different materials spray dried using different drying parameters.

Obtained results indicated that TPC of powders increased with increasing molasses content. TPC of powder spray dried at higher temperature (SD50) was lower than of the dried at lower temperature (DASD50), yet the difference was not significant. These results show that this method of describing phenolic degradation might not be the most accurate as it is expressed in relation to powder solids including the carrier. This is the reason why retention coefficient of TPC (RC_{TPC}) was introduced in this paper as it directly compares the content of bioactive compounds in food material present in powder with raw material before drying. Generally speaking, the retention of bioactive compounds after drying in the literature is most often not properly described, because the content of a certain compound in the powder is usually expressed in relation to powder solids including carrier. Additionally, it is not compared to the content in raw material (with taking into account also solids content of raw concentrate, juice, etc.). Thus, we propose for the first time to describe the retention of a given compound in the powder (in this case phenolic compound) by the RC. The RC directly compares the content of bioactive

| Variant | TPC (mg GAE/100 g solids) | RC_{TPC} (%) | EC_{50} ABTS (mg solids/mL) |
|-------------------------|---------------------------|------------------|-------------------------------|
| White mulberry molasses | $3,646 \pm 103^f$ | – | 0.05 ± 0.00^a |
| SD50 | $1,412 \pm 13^a$ | 77.4 ± 0.7^a | 0.23 ± 0.04^c |
| DASD50 | $1,491 \pm 38^{ab}$ | 81.8 ± 2.1^a | 0.15 ± 0.01^b |
| DASD60 | $1,810 \pm 154^b$ | 82.8 ± 7.1^a | 0.14 ± 0.00^b |
| DASD70 | $2,145 \pm 63^c$ | 84.0 ± 2.5^a | 0.12 ± 0.00^b |
| DASD80 | $2,459 \pm 257^d$ | 84.3 ± 8.8^a | 0.13 ± 0.01^b |
| DASD90 | $2,852 \pm 48^e$ | 86.9 ± 1.5^a | 0.10 ± 0.01^a |

Note: The differences between mean values marked by different letter were statistically significant ($p < .05$).

TABLE 5 Total phenolic content (TPC), phenolics' retention coefficient (RC_{TPC}), and antioxidant capacity expressed as EC_{50} ABTS of white mulberry molasses powders obtained by conventional spray drying at high temperature (SD) and by dehumidified air-assisted spray drying at low temperature (DASD), containing from 50 to 90% of molasses solids

compounds in food material present in powder with raw material before drying (excluding carrier content). It enables to compare the degradation between variants containing different content of carrier and express the retention in percentage of initial content in raw material. Apart from RC, the value of C_1 is also very important because it informs about the content of a given compound in the powder, which is essential information for the final user of the powder. Thus, the results regarding bioactive compound content should be presented in two ways: as the absolute value C_1 , and RC. However, one downside regarding the methodology applied in this research regarding TPC is that Folin–Ciocalteu reagent is not only specific for polyphenols, but reacts as well with many reducing compounds that may be present in the sample (Amorati & Valgimigli, 2015; Lammerskitten et al., 2019). Thus, obtained results need to be interpreted with caution. Other methods of phenolics identification and quantification (such as HPLC) might be applied as well with the intention of limiting the interference of other compounds. Nevertheless, proposed method of expressing the retention is accurate to compare samples of the same origin, in order to evaluate the loss of the polyphenolics excluding the carrier content, and can be applied in the interpretation of other bioactive compounds degradation in the future works.

RC_{TPC} after drying ranged from 77.4 ± 0.7 to $86.9 \pm 1.5\%$. It can be observed that RC_{TPC} was the lowest for the powder spray dried at the highest temperature (SD50) and it increased with decreasing carrier content. Although the differences were not significant, the results can indicate the possible relationship between the carrier content and TPC retention. Decreased amounts of carrier resulted in greater retention, indicating a possible unfavorable effect of carrier on polyphenolics. Even though, still the retention was very high for DASD variants (above 80%). To date, this approach of presenting the retention of bioactive compounds has not been applied by other authors. It is not possible to compare the influence of drying temperature and the type and amount of carrier on RC. However, based on data presented by Bednarska and Janiszewska-Turak (2020), it was possible to calculate the RC_{TPC} of chokeberry juice powder containing 60% of different carriers in solids. RC_{TPC} ranged from 66.0 to 104.0%. The lowest RC_{TPC} was observed for powders spray dried at 160°C with maltodextrin as a carrier (DE 15) and the highest for powders obtained at 200°C with the blend of maltodextrin (DE 15) with Arabic gum (1:3 solids ratio). The shortcomings of the authors' discussion have been recognized as they did not examine the importance of phenolic retention. Authors reported only the “massive decrease of” TPC (not taking into account the carrier content and the fact that actually the retention was 100% in one variant).

Antioxidant capacity of raw and powdered white mulberry was determined as EC_{50} ABTS value indicating the concentration of the material that can capture 50% of free radicals in ABTS solution (Zaiter, Becker, Karam, & Dicko, 2016). EC_{50} ABTS of obtained powders varied from 0.10 ± 0.01 to 0.23 ± 0.04 mg solids/mL (Table 5). The largest decrease in antioxidant capacity was noted in the powder spray dried at high temperature (SD50) (it was almost five times lower than for raw molasses). In the powder with the same molasses content (but spray dried at low temperature (DASD50), the

antioxidant capacity was significantly lower. It points to the significant effect of the application of dehumidified air-assisted method on the antioxidant capacity of the obtained powders, comparing the values of variants with the same molasses content but spray dried at different temperatures (SD50 and DASD50). However, the difference in TPC between these variants was not significant. This leads to the conclusion that this innovative method enables higher preservation of antioxidant capacity in white mulberry molasses powders than traditional spray drying.

It can be observed that with decreasing carrier content the antioxidant capacity improved. The highest value of antioxidant capacity among powders was in the variant with the lowest carrier content and spray dried at low temperature (DASD90). It was due to an increased amount of molasses, but can also be related with a lower degradation of polyphenolics. It should be acknowledged as well that there is insufficiency in the research on the subject of the effect of dehumidified air on antioxidant capacity. However, Samborska et al. (2020), who spray dried honey with skimmed milk powder as a carrier, did not find any effect of dehumidified air on honey powders' antioxidant activity (in contrary to this study).

3.10 | Principal component analysis

It was established that PC1 and PC2 explained up to 91.64% (PC1 explained 65.75% and PC2 explained 25.89%) of the total variance of physicochemical properties of obtained powders (Figure 4). PC1 was strongly positively correlated with D_L (0.99), D_T (0.97), L (0.91) and negatively with ϵ_L (−0.99), H (−0.94), a^* (−0.97), b^* (−0.98), TPC (−0.98) while PC2 was negatively correlated with D_{50} (−0.92). With the exception of D_{ap} , all of the analyzed properties were on the circle (or near the circle) which indicates that these variables carried the information performed by the main component. The positive correlation was noted for a^* , b^* color parameters, H and ϵ_L , for D_L and D_T . A negative correlation can be determined for D_{ap} and D_{50} , for L^* and a^* , b^* color parameters, for ϵ_L , D_L and D_T , for TPC and EC_{50} ABTS. Despite the fact that there was the negative correlation of TPC and EC_{50} ABTS, it is very likely that it was a result of the character of the Folin–Ciocalteu reagent that can react as well with reducing sugars, ascorbic acids or products of enzymatic browning which was also observed by Lammerskitten et al. (2019) while freeze-drying apples pretreated with pulsed electric fields.

As it was previously observed, the drying temperature and the carrier content influenced the powders' properties. The HCA analysis confirmed that the powder traditionally spray dried at higher temperature (SD50) differed significantly from other variants (as it was presented as separate cluster on the dendrogram). DASD60 and DASD70 created second cluster, and DASD80 and DASD90 formed third cluster. Moreover, DASD50 grouped with DASD60 and DASD70 in another cluster. This analysis confirms that there was a more significant influence of the drying temperature than the influence of the carrier content on the properties of powders.

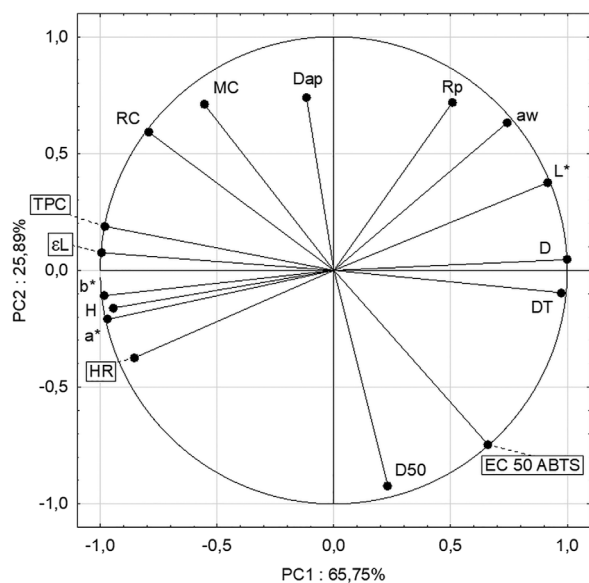
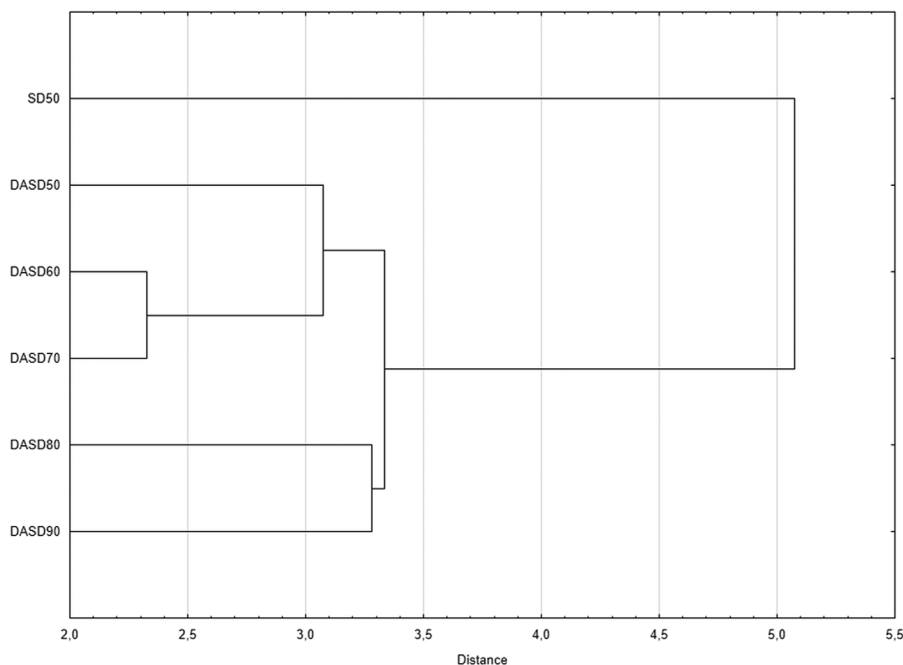


FIGURE 4 Principal component analysis (PCA) score plot and dendrogram plot from hierarchical cluster analysis (HCA) of obtained white mulberry molasses powders obtained by conventional spray drying at high temperature (SD) and by dehumidified air-assisted spray drying at low temperature (DASD), containing from 50 to 90% of molasses solids. R_p , powder recovery; D_{50} , median value of particle size distribution; MC, moisture content; A_w , water activity, H , hygroscopicity; D , bulk density; D_T , bulk tapped density; D_{ap} , apparent density; ϵ_L , loose bed porosity; $L^*a^*b^*$, color parameters; TPC, total phenolic content; EC_{50} , ABTS antioxidant capacity



4 | CONCLUSION

1. The application of dehumidified air as a drying medium allowed for a decrease in the drying temperature to avoid the stickiness and obtain molasses-rich powders containing up to 90% of molasses solids. It is worth emphasizing that such high content of sugar-rich material in powder was not presented before in the literature. Moreover, the application of dehumidified air allowed to perform drying at high drying yield (powder recovery) up to 96.5%.
2. In white mulberry molasses spray drying NUTRIOSE can be effectively applied as a substitution to popular maltodextrin as a carrier agent with beneficial health properties.
3. Differences in the physicochemical properties for powders traditionally spray dried and at low drying temperatures with decreasing carrier content were noted. Powder spray dried traditionally

was characterized with irregular, bigger particles than powder obtained using dehumidified air. Conglomerated particles merged with liquid bridges were observed for powder with the lowest carrier content. The lowest A_w pointing towards the best physicochemical and microbiological stability, was found for the powder with the lowest carrier content and spray dried at low drying temperature. Powders with the same carrier content but spray dried at different temperatures differed in the aspects of the color parameters, which led to a conclusion that sugars' browning occurred at higher drying temperature.

4. The new method of presenting polyphenolics degradation as a retention coefficient was presented in this paper. Obtained results support the idea that this method may be a more suitable method to describe bioactive compounds retention after drying. The limitations of Folin-Ciocalteu method need to be recognized,

nevertheless the authors believe that this work could be a starting point for a new way of expressing the bioactive compounds degradation.

5. TPC was not affected by the drying temperature. However, lower drying temperature better preserved antioxidant capacity of the powders and in consequence, better maintained their beneficial health properties.
6. It should be highlighted that decreased amount of carrier resulted in lower phenolic degradation, indicating a possible unfavorable effect of carrier on phenolic content. Lower degradation of polyphenolics at lower carrier content revealed high antioxidant capacity of molasses-rich powder containing 90% of molasses in powder solids.

CONFLICT OF INTEREST

The authors declare no potential conflict of interest.

AUTHOR CONTRIBUTIONS

Katarzyna Samborska: Conceptualization; data curation; formal analysis; investigation; methodology; supervision; writing – review and editing. **Amr Edris:** Data curation; formal analysis; investigation. **Aleksandra Jedlińska:** Conceptualization; data curation; formal analysis; investigation. **Alicja Barańska:** Data curation; formal analysis; investigation; visualization; writing – original draft; writing – review and editing.

DATA AVAILABILITY STATEMENT

The data that support the findings of this study are available from the corresponding author upon reasonable request.

ORCID

Alicja Barańska  <https://orcid.org/0000-0003-2711-6073>

REFERENCES

- Akkaya, Z., Schröder, J., Tavman, S., Kumcoglu, S., Schuchmann, H. P., & Gaukel, V. (2012). Effects of spray drying on physical properties, total phenolic content and antioxidant activity of carob molasses. *International Journal of Food Engineering*, 8(4), 1556–3758. <https://doi.org/10.1515/1556-3758.2593>
- Amorati, R., & Valgimigli, L. (2015). Advantages and limitations of common testing methods for antioxidants. *Free Radical Research*, 49(5), 633–649. <https://doi.org/10.3109/10715762.2014.996146>
- Bednarska, M. A., & Janiszewska-Turak, E. (2020). The influence of spray drying parameters and carrier material on the physico-chemical properties and quality of chokeberry juice powder. *Journal of Food Science and Technology*, 57, 564–577. <https://doi.org/10.1007/s13197-019-04088-8>
- Bhandari, B. R., Datta, N., & Howes, T. (1997). Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology*, 15, 671–684. <https://doi.org/10.1080/07373939708917253>
- Bhandari, B. R., & Howes, T. (1999). Implication of glass transition for the drying and stability of dried foods. *Journal of Food Engineering*, 40, 71–79. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(99\)00039-4](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(99)00039-4)
- Dantas, D., Pasqual, M. A., Cavalcanti-Mata, M., Duarte, M. E., & Lisboa, H. M. (2018). Influence of spray drying conditions on the properties of avocado powder drink. *Food Chemistry*, 266, 284–291. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.06.016>
- Daza, L. D., Fujita, A., Fávoro-Trindade, C. S., Rodrigues-Ract, J. N., Granato, D., & Genovese, M. I. (2016). Effect of spray drying conditions on the physical properties of Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC.) fruit extracts. *Food and Bioproducts Processing*, 97, 20–29. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2015.10.001>
- De Souza, V. B., Thomazini, M., de Carvalho Balieiro, J. C., & Fávoro-Trindade, C. S. (2015). Effect of spray drying on the physicochemical properties and color stability of the powdered pigment obtained from vinification byproducts of the Bordo grape (*Vitis labrusca*). *Food and Bioproducts Processing*, 93, 39–50. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2013.11.001>
- Do, H. T. T., & Nguyen, H. V. H. (2018). Effects of spray-drying temperatures and ratios of gum Arabic to microcrystalline cellulose on antioxidant and physical properties of mulberry juice powder. *Beverages*, 4, 101. <https://doi.org/10.3390/beverages4040101>
- Du, J., Ge, Z.-Z., Xu, Z., Zou, B., Zhang, Y., & Li, C.-M. (2014). Comparison of the efficiency of five different drying carriers on the spray drying of persimmon pulp powders. *Drying Technology*, 32(10), 1157–1166. <https://doi.org/10.1080/07373937.2014.886259>
- Ercisli, S., & Orhan, E. (2007). Chemical composition of white (*Morus alba*), red (*Morus rubra*) and black (*Morus nigra*) mulberry fruits. *Food Chemistry*, 10, 1380–1384. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.10.054>
- Ferrari, C. C., Germer, S. P. M., & de Aguirre, J. M. (2012). Effects of spray-drying conditions on the physicochemical properties of blackberry powder. *Drying Technology*, 30, 154–163. <https://doi.org/10.1080/07373937.2011.628429>
- Gawalek, J., Domian, E., Ryniecki, A., & Bakier, S. (2017). Effects of the spray drying conditions of chokeberry (*Aronia melanocarpa* L.) juice concentrate on the physicochemical properties of powders. *International Journal of Food Science & Technology*, 52(9), 1933–1941. <https://doi.org/10.1111/ijfs.13476>
- Ghalegi Ghalenoe, M., Dehnad, D., & Jafari, S. M. (2021). Physicochemical and nutritional properties of pomegranate juice powder produced by spray drying. *Drying Technology*, 39, 1941–1949. <https://doi.org/10.1080/07373937.2021.1934691>
- Guérin-Deremaux, L., Li, S., Pochat, M., Wils, D., Mubasher, M., Reifer, C., & Miller, L. E. (2011). Effects of NUTRIOSE dietary fiber supplementation on body weight, body composition, energy intake, and hunger in overweight men. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 62(6), 628–635. <https://doi.org/10.3109/09637486.2011.569492>
- Gungor, N., & Sengul, M. (2008). Antioxidant activity, total phenolic content and selected physicochemical properties of white mulberry (*Morus Alba* L.) fruits. *International Journal of Food Properties*, 11, 44–52. <https://doi.org/10.1080/10942910701558652>
- Jayasundera, M., Adkikari, B., Howes, T., & Aldred, P. (2011). Surface protein coverage and its implications on spray-drying of model sugar-rich foods: Solubility, powder production and characterisation. *Food Chemistry*, 128(4), 1003–1016. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.04.006>
- Jedlińska, A., Samborska, K., Wiczorek, A., Wiktor, A., Ostrowska-Ligeza, E., Jamróz, W., ... Witrowa-Rajchert, D. (2019). The application of dehumidified air in rapeseed and honeydew honey spray drying—Process performance and powders properties considerations. *Journal of Food Engineering*, 245, 80–87. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.10.017>
- Kaderides, K., & Goula, A. M. (2019). Encapsulation of pomegranate peel extract with a new carrier material from orange juice by-products. *Journal of Food Engineering*, 253, 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2019.02.019>
- Karababa, E., & Isikli, N. D. (2005). Pekmez: A traditional concentrated fruit product. *Food Reviews International*, 21, 357–366. <https://doi.org/10.1080/87559120500222714>
- Kha, T. C., Nguyen, M. H., & Roach, P. D. (2010). Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. *Journal of Food Engineering*, 98, 385–392. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.01.016>

- Khalifa, I., Zhu, W., Li, K., & Li, C. (2018). Polyphenols of mulberry fruits as multifaceted compounds: Compositions, metabolism, health benefits, and stability—A structural review. *Journal of Functional Foods*, 40, 28–43. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2017.10.041>
- Kiritsakis, K., Goula, A. M., Adamopoulos, K. G., & Gerasopoulos, D. (2018). Valorization of olive leaves: Spray drying of olive leaf extract. *Waste Biomass Valor*, 9, 619–633. <https://doi.org/10.1007/s12649-017-0023-x>
- Koca, I., & Karadeniz, B. (2009). Physical, chemical and antioxidant properties of solid and sour apple pekmez. *Journal of Food, Agriculture and Environment*, 7(3/4), 58–60.
- Lammerskitten, A., Wiktor, A., Siemer, C., Toepfl, S., Mykhailiy, V., Gondek, E., ... Parniakov, O. (2019). The effects of pulsed electric fields on the quality parameters of freeze-dried apples. *Journal of Food Engineering*, 252, 36–43. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2019.02.006>
- Lefranc-Millot, C. (2008). NUTRIOSE® 06: A useful soluble dietary fibre for added nutritional value. *Nutrition Bulletin*, 33, 234–239. <https://doi.org/10.1111/j.1467-3010.2008.00711.x>
- Lefranc-Millot, C., Guérin-Deremaux, L., Wils, D., Neut, C., Miller, L. E., & Saniez-Degrave, M. H. (2012). Impact of a resistant dextrin on intestinal ecology: How altering the digestive ecosystem with NUTRIOSE®, a soluble fibre with prebiotic properties, may be beneficial for health. *Journal of International Medical Research*, 40(1), 211–224. <https://doi.org/10.1177/147323001204000122>
- Łochyńska, M. (2015). Energy and nutritional properties of the white mulberry (*Morus alba* L.). *Journal of Agricultural Science and Technology*, 5, 709–716. <https://doi.org/10.17265/2161-6256/2015.09.001>
- Mahmood, T., Anwa, F., Abbas, M., & Saari, N. (2012). Effect of maturity on phenolics (phenolic acids and flavonoids) profile of strawberry cultivars and mulberry species from Pakistan. *International Journal of Molecular Sciences*, 13, 4591–4607. <https://doi.org/10.3390/ijms13044591>
- Miravet, G., Alacid, M., Obón, J. M., & Fernández-López, J. A. (2016). Spray-drying of pomegranate juice with prebiotic dietary fibre. *International Journal of Food Science and Technology*, 51(633), 640. <https://doi.org/10.1111/ijfs.13021>
- Moghbeli, S., Jafari, S. M., Maghsoudlou, Y., & Dehnad, D. (2020). A Taguchi approach optimization of date powder production by spray drying with the aid of whey protein-pectin complexes. *Powder Technology*, 359, 85–93. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.10.013>
- Muzaffar, K., & Kumar, P. (2015). Parameter optimization for spray drying of tamarind pulp using response surface methodology. *Powder Technology*, 279, 179–184. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.010>
- Quek, S. Y., Chok, N. K., & Swedlund, P. (2007). The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chemical Engineering and Processing*, 46, 386–392. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2006.06.020>
- Rockland, L. B., & Nishi, S. K. (1980). Influence of water activity on food product quality and stability. *Food Technology*, 34, 42–51.
- Samborska, K., Barańska, A., Szulc, K., Jankowska, E., Truszkowska, M., Ostrowska-Ligeża, E., ... Jedlińska, A. (2020). Reformulation of spray-dried apple concentrate and honey for the enhancement of drying process performance and the physicochemical properties of powders. *Science of Food and Agriculture*, 100(5), 2224–2235. <https://doi.org/10.1002/jsfa.10247>
- Samborska, K., Gajek, P., & Kamińska-Dwórznicza, A. (2015). Spray drying of honey: The effect of drying agents on powder properties. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 65(2), 109–118. <https://doi.org/10.2478/pjfn-2013-0012>
- Samborska, K., Jedlińska, A., Wiktor, A., Derewiaka, D., Wołosiak, R., Matwijczuk, A., ... Witrowa-Rajchert, D. (2019). The effect of low-temperature spray drying with dehumidified air on phenolic compounds, antioxidant activity, and aroma compounds of rapeseed honey powders. *Food and Bioprocess Technology*, 12, 919–932. <https://doi.org/10.1007/s11947-019-02260-8>
- Samborska, K., Langa, E., Kamińska-Dwórznicza, A., & Witrowa-Rajchert, D. (2015). The influence of sodium caseinate on the physical properties of spray-dried honey. *International Journal of Food Science and Technology*, 50, 256–262. <https://doi.org/10.1111/ijfs.12629>
- Samborska, K., Suszek, J., Hać-Szymańczuk, E., Matwijczuk, A., Gładyszewska, B., Chocyk, D., ... Gondek, E. (2018). Characterization of membrane processed honey and the effect of ultrafiltration with diafiltration on subsequent spray drying. *Journal of Food Process Engineering*, 41(6), e12818. <https://doi.org/10.1111/jfpe.12818>
- Samborska, K., Wiktor, A., Jedlińska, A., Matwijczuk, A., Jamróz, W., Skwarczyńska-Maj, K., ... Witrowa-Rajchert, D. (2019). Development and characterization of physical properties of honey-rich powder. *Food and Bioprocess Processing*, 115, 78–86. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2019.03.004>
- Sánchez-Salcedo, E. M., Mena, P., García-Viguera, C., Martínez, J. J., & Hernández, F. (2015). Phytochemical evaluation of white (*Morus alba* L.) and black (*Morus nigra* L.) mulberry fruits, a starting point for the assessment of their beneficial properties. *Journal of Functional Foods*, 12, 399–408. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2014.12.010>
- Santhalakshmy, S., Don Bosco, S. J., Francis, S., & Sabeena, M. (2015). Effect of inlet temperature on physicochemical properties of spray-dried jamun fruit juice powder. *Powder Technology*, 274, 37–43. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.01.016>
- Schuck, P., Jeantet, R., & Dolivet, A. (2012). *Analytical methods for food and dairy powders*. Ames, IA: John Wiley and Sons.
- Sengül, M., Ertugay, M. F., & Sengül, M. (2005). Rheological, physical and chemical characteristics of mulberry pekmez. *Food Control*, 16, 73–76. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2003.11.010>
- Sobulska, M., & Zbicinski, I. (2020). Advances in spray drying of sugar-rich products. *Drying Technology*, 39, 1774–1799. <https://doi.org/10.1080/07373937.2020.1832513>
- 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. *Journal of Food Engineering*, 88, 411–418. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.02.029>
- Trung, N. Q., Luyen, N. T., Nam, V. D., & Dat, N. T. (2018). Chemical composition and in vitro biological activities of white mulberry syrup during processing and storage. *Journal of Food and Nutrition Research*, 6(10), 660–664. <https://doi.org/10.12691/jfnr-6-10-7>
- Van den Heuvel, E. G. H. M., Wils, D., Pasman, W. J., Saniez, M.-H., & Kardinaal, A. F. M. (2005). Dietary supplementation of different doses of NUTRIOSE® FB, a fermentable dextrin, alters the activity of faecal enzymes in healthy men. *European Journal of Nutrition*, 4, 445–451. <https://doi.org/10.1007/s00394-005-0552-0>
- Wang, Y., Xiang, L., Wang, C., Tang, C., & He, X. (2013). Antidiabetic and antioxidant effects and phytochemicals of mulberry fruit (*Morus alba* L.) polyphenol enhanced extract. *PLoS One*, 8(7), e71144. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0071144>
- Yang, X., Yang, L., & Zheng, H. (2010). Hypolipidemic and antioxidant effects of mulberry (*Morus alba* L.) fruit in hyperlipidaemia rats. *Food and Chemical Toxicology*, 48, 2374–2379. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2010.05.074>
- Yuan, Q., & Zhao, L. (2017). The mulberry (*Morus alba* L.) fruit—A review of characteristic components and health benefits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 65, 10383–10394. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b03614>
- Zaiter, A., Becker, L., Karam, M. C., & Dicko, A. (2016). Effect of particle size on antioxidant activity and catechin content of green tea powders. *Journal of Food Science and Technology*, 53(4), 2025–2032. <https://doi.org/10.1007/s13197-016-2201-4>

How to cite this article: Samborska, K., Edris, A., Jedlińska, A., & Barańska, A. (2022). The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying. *Journal of Food Process Engineering*, 45(1), e13928. <https://doi.org/10.1111/jfpe.13928>



Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier—Physical properties, antioxidant activity and *in vitro* bioaccessibility

Alicja Barańska, Michał Świeca & Katarzyna Samborska

To cite this article: Alicja Barańska, Michał Świeca & Katarzyna Samborska (2023) Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier—Physical properties, antioxidant activity and *in vitro* bioaccessibility, Drying Technology, 41:3, 444-459, DOI: [10.1080/07373937.2022.2096060](https://doi.org/10.1080/07373937.2022.2096060)

To link to this article: <https://doi.org/10.1080/07373937.2022.2096060>



Published online: 10 Jul 2022.



Submit your article to this journal [↗](#)



Article views: 384



View related articles [↗](#)






View Crossmark data [↗](#)



Citing articles: 1 View citing articles [↗](#)



Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier—Physical properties, antioxidant activity and *in vitro* bioaccessibility

Alicja Barańska^a , Michał Świeca^b , and Katarzyna Samborska^a 

^aDepartment of Food Engineering and Process Management, Institute of Food Sciences, Warsaw University of Life Sciences (WULS-SGGW), Warsaw, Poland; ^bDepartment of Biochemistry and Food Chemistry, University of Life Sciences in Lublin, Lublin, Poland

ABSTRACT

Spray drying of sour cherry juice concentrate was performed by conventional high temperature method (180°C/80°C, inlet/outlet air), as well as by innovative approach with dehumidified air and low drying temperature (80°C/45°C, inlet/outlet air). Moreover, the possibility to apply pea protein as an alternative carrier to partially replaced maltodextrin was tested. Due to lower drying temperature and reduced stickiness the carrier content was reduced from 50% down to 30% solids to enhance powders physicochemical properties (lower stickiness, hygroscopicity, better color, better bioaccessibility), although some parameters of variants produced with the addition of pea protein had poorer quality in comparison to powders with only maltodextrin (moisture content, water activity, particles morphology and size, glass transition temperature). Increased bioaccessibility of phenolics and antioxidant potential of pea protein-enriched samples indicated the potentially possible application in functional food.

ARTICLE HISTORY

Received 23 March 2022
Revised 22 June 2022
Accepted 23 June 2022

KEYWORDS

Spray drying; dehumidified air; sour cherry juice concentrate; pea protein; antioxidant activity; bioaccessibility

1. Introduction

Sour cherry (*Prunus cerasus* L.) is mostly cultivated in Eastern Europe, Nordic countries and North America.^[1] The consumption of fresh sour cherry is limited due to its bitter and astringent taste which results from high acid to sugar ratio and phenolic profile.^[2] Therefore, sour cherry is considered to be one of the most processed fruit and is commonly used in food industry in juice, jams, wine and beverages production. Turning it into a powder and prolonging its shelf-life enables to broaden the application in bakery, dairy and instant products, and baby foods.^[3,4] Sour cherry is recognized as being a rich source of phenolics, especially anthocyanins: cyanidin-3-glucoside, cyanidin-3-glucosylrutinoside, cyanidin-3-sophoroside, and cyanidin-3-rutinoside, that characterize with health beneficial properties.^[5] Polyphenols have been proved to demonstrate antioxidant and anti-inflammatory activity, to prevent cardiovascular diseases, diabetes, cancer, osteoporosis and neurodegenerative diseases.^[2] These properties of the sour cherry could eventually lead to its application in functional foods and nutraceuticals.

Proteins application as carriers in spray drying has been widely investigated due to their film-forming properties.^[6] Proteins migrate to the interface of the water and the air, which results in the film formation. When contacting with the hot drying medium during spray drying, the film transforms into a glassy skin of high glass transition temperature (T_g). As a consequence, it protects the particles subjected to the high drying temperature and prevents them from inter stickiness and stickiness to the walls of the drying chamber. There are many examples in the literature of protein based carriers and wall materials in powders production and encapsulation, however they mostly address animal origin (i.e., whey proteins) or soy proteins.^[6] Growing interest in plant-based and non-genetically modified products results in seeking alternatives that meet the market's expectations. Pea proteins have been receiving much attention in many food formulations due to its high nutritional value, non-allergic characteristics, availability and low cost.^[7] Peas (*Pisum sativum* L.) have 20–30% content of proteins of which globulins and albumins are main fractions. Nevertheless, previous publications have been

Table 1. Characterization of sour cherry juice concentrate.

| Parameter | Value |
|------------------------|----------------------|
| Total soluble solids | 67.0°Brix |
| Acidity | 7.23% |
| Turbidity | 1.50 NTU |
| Fructose | 30.26% |
| Glucose | 40.68% |
| Total phenolics | 12.6 ± 0.2 mg GAE/g* |
| Total anthocyanins | 1.4 ± 0.1 mg CGE/g* |
| Antiradical properties | 18.2 ± 0.1 mg TE/g* |
| Reducing potential | 14.0 ± 0.04 mg TE g* |

*GAE—gallic acid equivalents; CGE—cyanidin 6-O-glucoside; TE—trolox equivalents.

limited to the application of pea proteins as wall materials in encapsulation of bioactive compounds and mostly failed to address its use as a carrier agent in food powders production. It has been reported that pea protein was applied as a wall material in ascorbic acid, propolis extract and beetroot extract by spray drying.^[7–9] Few studies have been published on application of pea proteins as carriers in order to obtain food powders. Jayasundera et al. spray dried fructose and sucrose solutions with sodium caseinate and pea protein isolate as carriers.^[10] The authors reported that variants obtained with pea protein isolate had significantly lower powder recovery (R_p) (47.7%) than variants with sodium caseinate (82%). The researchers concluded that this phenomenon resulted from the lower solubility of pea protein isolate, which limited its film-forming properties. Tontul et al. spray dried tomato pulp with different plant-based protein carriers.^[11] Obtained values of R_p with 1 and 5% content of pea protein isolate as a carrier are consistent with the results of Jayasundera et al.^[10] Tontul et al.^[11] noted low and unsatisfactory R_p of 28–29%, which as aforementioned, was a result of low solubility of plant-based proteins. Moreover, increasing the carrier content did not have a significant effect on R_p . Pea proteins are still not widely used in food powders spray drying as carriers, thus further research on its application is required to determine its usefulness in other materials. Application of pea proteins gives an opportunity to create new formulations, as they are nonallergenic and are characterized with high nutritive value (i.e., protein efficiency ratio and essential amino acid content, high content dietary fiber) and good functional properties (etc. foaming, fat absorption).^[12]

A major difficulty of sour cherry concentrate spray drying is a high content of low molecular weight sugars and organic acids characterized by low T_g and high hygroscopicity. In consequence, this material is challenging to be turned into powder as it sticks to the walls inside of a drying chamber, consequently

lowering the R_p and product's quality.^[13] Recent developments in spray drying have led to low temperature drying achieved by the application of the dehumidified air as a drying medium, that enabled to resolve the problem of a stickiness and not satisfactory R_p , to lower carrier content or eliminate it completely, and to lower the risk of bioactive compounds' degradation.^[14–16]

Nutritional value and potential health beneficial properties of food are strongly determined by bioaccessibility of its components. Bioaccessibility is used to predict bioavailability and is defined as bioactives/nutrients released from the food matrix in the gastrointestinal tract. Detailed studies of this parameter are especially important during a study of protein-rich products, because phenolics interact with proteins, which is usually reflected in decreased proteins and phenolic accessibility and decreased antioxidant properties.^[17]

This study aimed to investigate the performance of sour cherry concentrate spray drying at high and low drying temperature using a conventional and novel method of dehumidified air-assisted spray drying to decrease the carrier content and bioactive compounds degradation, and to increase the bioavailability. Moreover, this research aimed to broaden the knowledge on pea protein as a carrier agent in food powders spray drying, its utility and effect on powders quality. Produced powders were examined to compare physiochemical properties, content of phenolics and their antioxidant properties in term of bioavailability.

2. Materials and methods

2.1. Materials

A sour cherry juice concentrate (SCJC) was supplied by Białyty (Poland) and is characterized in Table 1. Maltodextrin DE 15 (MD; Amylon, Czech Republic) and pea protein (PP; Nutralys S85F, Roquette, France) were used as carrier agents. According to product's specification sheet PP contained 85% of protein and max 10% of crude fiber (Roquette 2021). ABTS (2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulphonic acid), AlCl₃, NaOH, NaNO₂, FeCl₃, K₃[Fe(CN)₆], α -amylase (52.7 U/mg), pancreatin (4 × UPS), pepsin (541 U/mg), bile extract, and Folin-Ciocalteu phenol reagent were purchased from Sigma-Aldrich company (Poznan, Poland).

2.2. Feed solutions and spray drying

Laboratory spray dryer MOBILE MINOR (GEA, Denmark) equipped with rotary atomizer (rotation

Table 2. Variants of spray drying of sour cherry juice concentrate (SCJC) using conventional spray drying (SD), and dehumidified air-assisted spray drying (DASD) with maltodextrin (MD) and pea protein (PP) as carriers.

| Variant | Carrier type | SCJC solids to carrier solids ratio (w/w) | Spray drying method | Drying air temperature (inlet/outlet) |
|------------|--------------|---|---------------------|---------------------------------------|
| SDMD50 | MD | 50:50 | SD | 180 °C/80 °C |
| DASDMD50 | MD | 50:50 | DASD | 80 °C/55 °C |
| DASDMD70 | MD | 70:30 | DASD | 80 °C/55 °C |
| SDMDPP50 | MD + PP | 50:50 | SD | 180 °C/80 °C |
| DASDMDPP50 | MD + PP | 50:50 | DASD | 80 °C/55 °C |
| DASDMDPP70 | MD + PP | 70:30 | DASD | 80 °C/55 °C |

speed 26000 rpm), was used to spray dry liquid feed solutions (50% solids, w/w) composed of SCJC, distilled water as a diluent and a carrier. As this research investigated the possibility to decrease the carrier content in SCJC powders, feed solutions contained 50 and 30% (w/w) of a carrier in solids. Pure MD and the blend of MD and PP (50:50, w/w solids) were applied as a carrier. Every variant was spray dried in duplicate and for each drying 500 g of liquid feed was pumped at a feed ratio speed of $0.20 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$, and dried at $180^\circ\text{C}/80^\circ\text{C}$ (inlet/outlet) for conventional spray drying (SD) and at $80^\circ\text{C}/45^\circ\text{C}$ (inlet/outlet) during spray drying with the application of dehumidified air as a drying medium (DASD). The inlet air humidity of dehumidified air was lowered to $0.3 \text{ g}/\text{m}^3$, while noted atmospheric air humidity was $5 \text{ g}/\text{m}^3$. Dehumidified air was obtained by air dehumidification system containing TAEvo TECH020 cooling unit (MTA, Italy), condensation unit (SWEGON) and adsorption unit ML270 (MUNTERS, Sweden). The summary of the experimental variants is presented in Table 2.

After completion of drying procedure the amount of powder was measured and powder recovery R_p [%] was calculated as the ratio of solids content in obtained powder to the amount of solids in the liquid feed.

2.3. Viscosity

Rheometer MARS40 Haake (Thermo Fisher Scientific, USA) with coaxial cylinder geometry was used in order to analyze the viscosity of liquid feeds prior to spray drying. All of the samples were measured at 25°C , with an operating shear rate of 0 to 100 s^{-1} . Empirical models were used to determine the reograms. A calculation of the apparent viscosity was made as the relationship of shear stress and rate.

2.4. Particles morphology

Scanning electron microscope XL (Phenom World, Netherlands) was used to examine the morphology of powders particles at $500\times$ magnification (voltage 5 kV).

Samples were prepared by placing the small amount of powder on the double sticky tape, removing the excess of the powder with compressed air and metallization of the surface with a layer of gold by an automatic coater Cressington 108auto (EO Elektronen-Optik-Service GmbH, Germany).

2.5. Particle size

A laser diffraction particle size analyzer 1190 (CILAS, France) was used to analyze a particle size distribution which was presented as diagrams and expressed as a median diameter (D_{50}). The ethanol was used to disperse the powders at an obscuration of 10%.

2.6. Moisture content and water activity

An oven method was applied to determine moisture content (MC) of obtained powders. Approximately 1 g of powder was dried at $105^\circ\text{C}/4 \text{ h}$. HygroLab1 apparatus (Rotronic, Switzerland) was used to evaluate water activity (a_w) at $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

2.7. Glass transition temperature

In order to determine glass transition temperature (T_g) measurements have been performed by differential scanning microcalorimeter DSM-2M (Pushchino, Russia). Acquisition and processing of data were carried out with 'Phase transitions' software. The temperature scale was calibrated according to the melting point of gallium ($+29.76^\circ\text{C}$) and naphthalene ($+80.26^\circ\text{C}$). Prior to determinations powders were loaded into the calorimetric containers with their lids and were placed in the exicators with fresh P_2O_5 during 1 month to remove remaining water. Before the measurement the containers were hermetically sealed in an air atmosphere with a relative humidity of 30%. The containers with samples were weighed on a VLM-1 microanalytical balance with an accuracy of 0.01 mg. A water-alcohol mixture with a temperature of -31°C was used as a coolant. To prevent artifacts associated with moisture condensation in the calorimetric cells, it has been filled with dehydrated gaseous

helium, the flow of which was controlled during measurements. The samples were scanned from -10°C to $+100^{\circ}\text{C}$, and the scanning speed in all measurements was $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Before the start of measurements, all samples were cooled in a calorimeter from $+20$ to -10°C without recording of cooling curves. The T_g was determined from the DSC heating curves on an enlarged scale as:

$$T_g = \frac{T_{ge} - T_{g0}}{2} + T_{g0} \text{ [}^{\circ}\text{C]},$$

where T_{g0} is a temperature of the beginning of the glass transition [$^{\circ}\text{C}$]; T_{ge} is a temperature of the end of the glass transition [$^{\circ}\text{C}$]. An empty sealed container was used as a reference in each measurement.

2.8. Bulk density and flowability

A weight of powder occupying 25 mL cylinder was measured to determine powders loose bulk density (D_L). An automatic tapper STAV 2003 (Engelsmann AG, Germany) was used to evaluate tapped bulk density (D_T) by determining the volume of a sample after 100 taps. The flowability was expressed using Hausner ratio (HR) and was calculated as:

$$\text{HR} = \frac{D_T}{D_L}$$

2.9. Apparent density and loose bed porosity

A helium pycnometer Stereopycnometer (Quantachrome Instruments, USA) was utilized to define apparent density (D_{ap}). Loose bed porosity (ε_L) was calculated as:

$$\varepsilon_L = 1 - \left(\frac{D_L}{D_{ap}} \right)$$

2.10. Hygroscopicity

1 g of samples were incubated at 25°C and 75% RH (above saturated NaCl solution) during 168 h and the weight gain was noted in order to determine hygroscopicity (H), that was calculated as the amount of water absorbed per 100 g of powder solids and expressed in percentage.

2.11. Color

Color of liquid feed solutions, powders after drying and after the reconstitution was measured with the application of colorimeter CR-5 (Konica-Minolta, Japan) in CIE L^*a^*b color space, where L^* indicated

the lightness, a^* the red/green color, and b^* the yellow/blue color. The reconstituted powders were rehydrated to correspond to the same solids content as in liquid feeds. The total color change (ΔE) of reconstituted powder and browning index (BI) were calculated:

$$\Delta E = \sqrt{(L_0^* - L^*)^2 + (a_0^* - a^*)^2 + (b_0^* - b^*)^2},$$

$$\text{BI} = \left[\frac{100 \cdot \left(\left(\frac{a^* + 1.75L^*}{5.645L^* + a^* - 0.3012b^*} \right) - 0.31 \right)}{0.17} \right],$$

where L_0^* , a_0^* , b_0^* —the color parameters of liquid feeds prior to spray drying, and L^* , a^* , b^* —to the color parameters of the reconstituted powders

2.12. Phenolics content, antioxidant properties and bioaccessibility

2.12.1. Chemical extraction

For extraction of phenolics, dried samples (200 mg) were extracted for 1 h at room temperature in a capped centrifuge tube with 15 mL of different solvents 60 mM HCl in 50% methanol (300 rpm). The mixture was centrifuged (15 min, $3000 \times g/4^{\circ}\text{C}$) and the supernatants were used for further study.

2.12.2. In vitro digestion

In vitro digestion was performed as described previously by Brodkorb et al. (2019).^[18] After digestion, the samples were centrifuged (15 min/ $6978 \times g$) and mixed with pure methanol (1:1 ratio) to stop enzymes action.

2.12.3. Phenolics content

2.12.3.1. Total phenolic content (TPC). The total amount of phenolics in samples obtained after chemical extraction and digestion *in vitro* was determined using the Folin-Ciocalteu reagent. TPC was expressed as mg gallic acid equivalents (GAE) per g of powder solids.

2.12.3.2. Total anthocyanins content (TAC). Total anthocyanins content was assayed in samples obtained after chemical extraction and digestion *in vitro* using Anthocyanins Assay Kit (Bioquochem, Llanera-Asturias, Spain) according to manufacture procedure. TAC was expressed as mg cyanidin 6-O-glucoside equivalents (CGE) per g of powder solids.

2.12.4. Antioxidant properties

2.12.4.1. Ability to quench ABTS+•. Antiradical properties were assayed according to Re et al

Table 3. Viscosity of feed solutions, glass transition temperature (T_g), powder recovery (R_p), moisture content (MC), water activity (a_w), hygroscopicity (H), median particle size (D_{50}), loose bulk density (D_L), tapped bulk density (D_T), flowability (HR), apparent density (D_{ap}), porosity (ε_L) of obtained SCJC powders spray dried conventionally (SD) and with the application of dehumidified air (DASD), with only maltodextrin (MD) and with the blend of maltodextrin and pea protein (MDPP).

| Variant | SDMD50 | DASDMD50 | DASDMD70 | SDMDPP50 | DASDMDPP50 | DASDMDPP70 |
|---------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| Viscosity (mPa·s) | | 32.8 ± 0.7 ^b | 23.8 ± 0.6 ^a | 77.6 ± 8.0 ^c | | 25.2 ± 0.3 ^a |
| T_g (°C) | 41.8 ± 0.1 ^e | 44.5 ± 0.1 ^f | 21.9 ± 0.2 ^b | 33.9 ± 0.2 ^c | 32.3 ± 0.2 ^c | 13.3 ± 0.1 ^a |
| R_p (%) | 53.9 ± 0.0 ^c | 69.9 ± 0.2 ^d | 52.6 ± 0.8 ^c | 40.7 ± 7.3 ^b | 55.6 ± 1.3 ^c | 34.1 ± 2.8 ^a |
| D_{50} (µm) | 67.8 ± 4.2 ^d | 23.9 ± 0.9 ^a | 34.3 ± 0.8 ^b | 176.2 ± 6.7 ^f | 51.2 ± 4.4 ^c | 139.7 ± 8.4 ^e |
| MC (%) | 3.3 ± 0.3 ^a | 4.7 ± 0.6 ^b | 6.2 ± 0.5 ^d | 5.3 ± 0.1 ^{bc} | 5.6 ± 0.6 ^{cd} | 8.4 ± 0.3 ^e |
| a_w | 0.109 ± 0.006 ^a | 0.188 ± 0.007 ^d | 0.130 ± 0.008 ^b | 0.112 ± 0.005 ^a | 0.202 ± 0.007 ^e | 0.165 ± 0.002 ^c |
| H (%) | 18.2 ± 0.6 ^c | 8.9 ± 0.5 ^a | 8.9 ± 0.5 ^a | 18.0 ± 0.3 ^c | 8.6 ± 0.5 ^a | 11.8 ± 0.7 ^b |
| D_L (g/mL) | 0.45 ± 0.01 ^a | 0.57 ± 0.04 ^c | 0.49 ± 0.02 ^b | 0.60 ± 0.02 ^d | 0.57 ± 0.01 ^c | 0.56 ± 0.02 ^c |
| ε_L (%) | 68.9 ± 1.4 ^d | 62.5 ± 2.8 ^c | 68.1 ± 1.2 ^d | 57.3 ± 1.4 ^a | 59.0 ± 0.4 ^{ab} | 61.0 ± 1.2 ^b |
| D_T (g/mL) | 0.60 ± 0.00 ^b | 0.73 ± 0.04 ^d | 0.57 ± 0.01 ^a | 0.71 ± 0.01 ^d | 0.75 ± 0.01 ^e | 0.65 ± 0.01 ^c |
| HR (-) | 1.32 ± 0.02 ^b | 1.29 ± 0.09 ^b | 1.16 ± 0.03 ^a | 1.18 ± 0.04 ^a | 1.31 ± 0.02 ^b | 1.16 ± 0.03 ^a |
| D_{ap} (g/mL) | 1.46 ± 0.05 ^b | 1.51 ± 0.01 ^c | 1.54 ± 0.01 ^c | 1.40 ± 0.01 ^a | 1.40 ± 0.01 ^a | 1.45 ± 0.01 ^b |

^{a–f}The differences between mean values with the same letter in rows were statistically not significant ($p < 0.05$).

(1999).^[19] The free radical scavenging abilities were determined in samples obtained after chemical extraction and digestion *in vitro* and expressed as Trolox equivalents in mg per g of powder solids.

2.12.4.2. Reducing power (RP). Reducing power was determined with the method developed by Pulido, Bravo, and Saura-Calixto in samples obtained after chemical extraction and digestion *in vitro* and expressed as Trolox equivalents in mg per g of powder solids.^[20]

2.12.5. Bioaccessibility

The following factors were presented for better understanding of the relationships between biologically active compounds in the light of their bioaccessibility:

Relative bioaccessibility factor (RBF) of phenolics and anthocyanins:

$$\text{RBF} = \frac{\text{CD}}{\text{CE}}$$

where CD—concentration after simulated gastrointestinal digestion, CE—concentration after chemical extraction.

Relative antioxidant efficiency factor (REF):

$$\text{REF} = \frac{\text{AD}}{\text{ACE}}$$

where AD—activity of the extract after simulated gastrointestinal digestion, ACE—activity of the chemical extract.^[21]

2.12.5.1. Retention coefficient. Retention coefficient (RC) of total phenolics, total anthocyanins, antiradical properties and reducing potential was calculated according to Samborska et al. (2022) as:

$$\text{RC} = \frac{C_1 \cdot S}{C \cdot S_M} \cdot 100\%$$

where C_1 —the concentration in the powder (per 100 g of powder solids), S—solids content in the raw food material (%), C—the concentration in SCJC (in the same unit as C_1 per 100 g of SCJC), S_M —the share of SCJC solids in powder solids (as a percentage of powder solids, 50 or 70). RC directly compares bioactive compounds and bioactive activities in SCJC present in powder with raw material before drying (excluding carrier content). It enables to compare the degradation between variants containing different content of carrier and express the retention in percentage of initial content in SCJC.^[22]

3. Results and discussion

3.1. Viscosity of feed solutions

Viscosity of liquid feeds prior to spray drying was analyzed and it ranged from 23.8 ± 0.6 to 77.6 ± 8.0 mPa·s (Table 3). It can be observed that variation of carrier content (change from 50 to 30% solids) decreased the viscosity of the feeds. The phenomenon of decreased viscosity of feeds containing lower amount of carrier was observed before, i.e., by Samborska et al. (2015) for honey/gum Arabic feeds, as carriers have tendency to be more viscosifying than the diluted liquid raw material.^[23] The replacement of half of MD by PP increased the viscosity of liquid feeds, which was the consequence of the properties of a protein carrier. In general, protein carriers tend to be more viscous even at low concentrations of liquid feeds, thus the applied amount should be cautiously considered as the viscosity of a liquid feed directly affects the drying performance and powders' properties. Can Karaca (2020), who encapsulated black pepper seed oil, reported significantly higher viscosity of a liquid feed with pea protein as carrier

(53.8 ± 0.7 mPa·s), than with gum Arabic (23.8 ± 0.3 mPa·s) or maltodextrin (7.9 ± 0.2 mPa·s).^[24]

3.2. Glass transition temperature

Glass transition temperature (T_g) of SCJC powders ranged from 13.3 ± 0.1 to 41.8 ± 0.1 °C (Table 3). Can Karaca et al. (2016) reported on T_g of sour cherry juice concentrate powders obtained with maltodextrin and gum Arabic as carriers, and noted values from 7.7 ± 1.0 to 70.6 ± 1.0 °C.^[25] However, the authors produced powders at drying temperature of 130–150 °C and with low content of juice concentrate (25–50%). In this research, the effect of the type of a carrier and its content on T_g was observed. Two important relationships were noted: with decreasing carriers content from 50 to 30% solids T_g decreased significantly, and when half of MD was replaced by PP it also decreased. Matveev et al. (1997) presented the estimation of T_g of some plant proteins, based on amino acids composition. For PP the values reached from 165 to 184 °C.^[26] However, it referred to pure protein, while PP applied in the current study contained as well other compounds (fiber), which could have also affected T_g value, thus it was possibly lower than for MD. T_g reported by Roos and Drusch (2015) for anhydrous MD DE12 was 200 °C. Thus, the replacement of half amount MD by PP caused the decrease of T_g of obtained powders.^[27] Similar effect of the changed composition of feed material/powder on T_g was caused by the decrease of carrier content: lower share of carrier in powders solids, thus higher share of SCJC powders solids (SCJS composed mainly of glucose, fructose and sucrose, characterized by T_g of 31 °C, 5 °C, 62 °C, respectively)^[27] caused the decrease of powder's T_g .

The knowledge about T_g of obtained powders is crucial in order to explain the effect of carrier type and content on powder recovery. Despite low carrier content in variants containing 70% of concentrate and low T_g of all powders, it was possible to obtain free-flowing powders in every experimental variant, which resulted from the relationship between the actual temperature of the particles and the temperature at which the stickiness happened. Generally speaking, it is recognized that during drying particles' surface reaches temperatures 10–20 °C lower than outlet drying temperature. Moreover, the stickiness and caking that might occur during spray drying, as a consequence of phase transition from amorphous to rubbery, happens when the particles surface reaches temperatures 10–20 °C above the T_g . Taken together, as a result of

these two conditions, the critical temperature of the material was not reached and free-flowing powders were produced, both at outlet air temperature 55 °C and 80 °C.

It should be underlined that powders stored at temperature close or higher to their T_g will present unstable behavior. Thus, it is crucial for SCJC powders of T_g close to or lower than ambient temperature (DASDMD70, DASDMDPP70), to be stored in refrigeration and in tightly sealed packaging as water sorption causes the further decrease of T_g .

3.3. Powder recovery

Powder recovery (R_p) of obtained powders ranged from 34.1 ± 2.8 to $69.9 \pm 0.2\%$ (Table 3). Bhandari et al. (1997) considered the spray drying conducted on laboratory or pilot scale dryer as successful, when R_p exceeded 50%.^[28] Taking that into account, all of the variants with only MD as a carrier and variant spray dried with the application of the dehumidified air with MD/PP blend (DASDMDPP50) could be recognized as successful. The addition of PP lowered the R_p . The aforementioned lower T_g of powders with the blend MDPP compared to single MD may be responsible for this effect of lower R_p . Lower T_g causes higher susceptibility for stickiness and adherence to the internal surfaces of the drier. This concurs well with the findings of Jayasundera et al., who also observed decreased R_p when PP was applied as a carrier in model spray drying of sugar rich materials.^[10]

The important positive effect on R_p was connected with the application of DASD method. In both pairs of variants of the same feed composition, but dried at different temperature (SDMD50 vs. DASDMD50, SDMDPP50 vs. DASDMDPP50) R_p was significantly higher for DASD, which underlines the importance of the application of the dehumidified air in regard to powder recovery. Lowering drying medium humidity enables to lower drying temperature, which in consequence decreases the stickiness of the product as the difference between product's T_g and product's temperature is smaller.^[14] Few studies have been published on SCJC spray drying. Can Karaca et al. (2016) reported R_p of SCJC powders spray dried with maltodextrin DE6 and DE12, and gum Arabic varying from 23 to 92%.^[25] However, it should be underlined that the authors prepared liquid feeds with 25, 37.5 and 50% (of total solids) of SCJC. The highest R_p (92%) was observed for the powder with only 25% of a concentrate spray dried at 140 °C with maltodextrin DE12. Comparing the powders with the same type of carrier and its content, R_p values

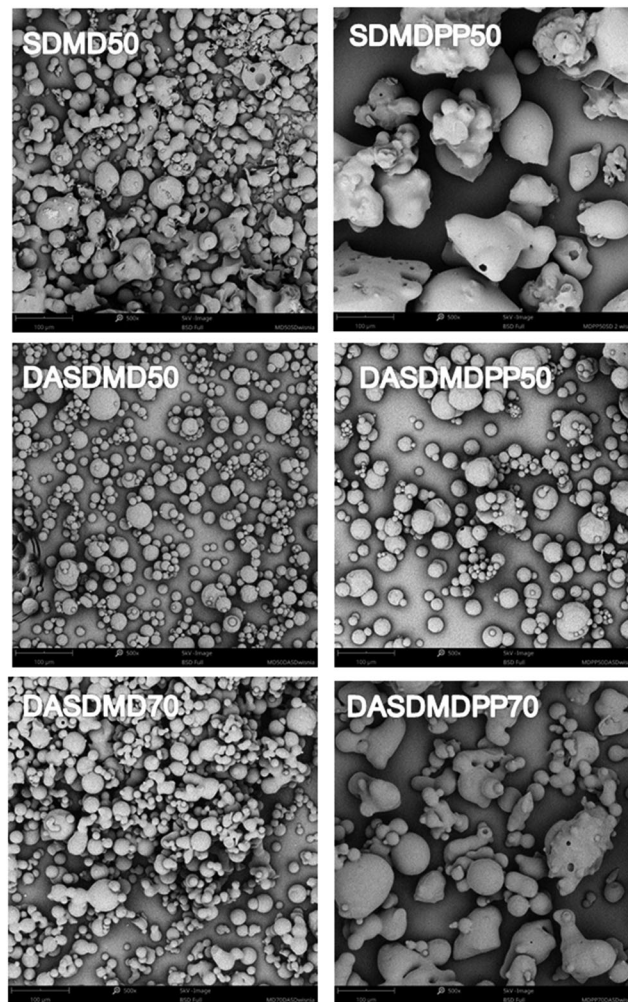


Figure 1. SEM microphotographs of obtained SCJC powders spray dried conventionally (SD) or with the application of dehumidified air (DASD) with only maltodextrin (MD) or with blend of maltodextrin and pea protein (MDPP).

noted in this research were considerably higher than the values reported by the authors. The researchers obtained R_p of only 23% in variant of 50% concentrate and maltodextrin as a carrier, while in this study the R_p of similar variant spray dried at lower drying temperature was noted over 69% (DASDMD50).^[25] Values obtained in this research are in complete agreement with the R_p reported by Sarabandi et al. (2017), that ranged from 42.2 and 57.1%.^[29] The authors spray dried SCJC with 50% content of carrier blends: maltodextrin, gum Arabic and whey protein concentrate (WPC).

The most important positive effect observed in this study is the possibility to reduce carrier content to only 30% solids. When single MD was applied, R_p was still above 50% criterium of successful drying.

3.4. Particles morphology

The morphology of particles differed significantly in regard to the drying approach, carrier type and carrier

content (Figure 1). Powders spray dried with the application of dehumidified air and with 50% carrier content (DASDMD50, DASDMDPP50) had spherical, scattered particles with smooth surface, typical for spray dried material of low stickiness.

Can Karaca et al. (2020), Moghaddam et al. (2017) and Sarabandi et al. (2017) observed similar morphology of obtained SCJC powders.^[4,13,29] However, it should be emphasized that variants with the same carrier content spray dried at high drying temperature (SDMD50, SDMDPP50) had much different morphology. The particles were irregular, conglomerated and with visible liquid bridges in the powder with single MD as a carrier (SDMD50). Moreover, powder with the addition of PP (SDMDPP50) had significantly bigger particles. This evidence implies that variants obtained at high drying temperature, especially containing MDPP blend, were more difficult to spray dry and showed more stickiness, which was previously also observed based on R_p values. As explained before,

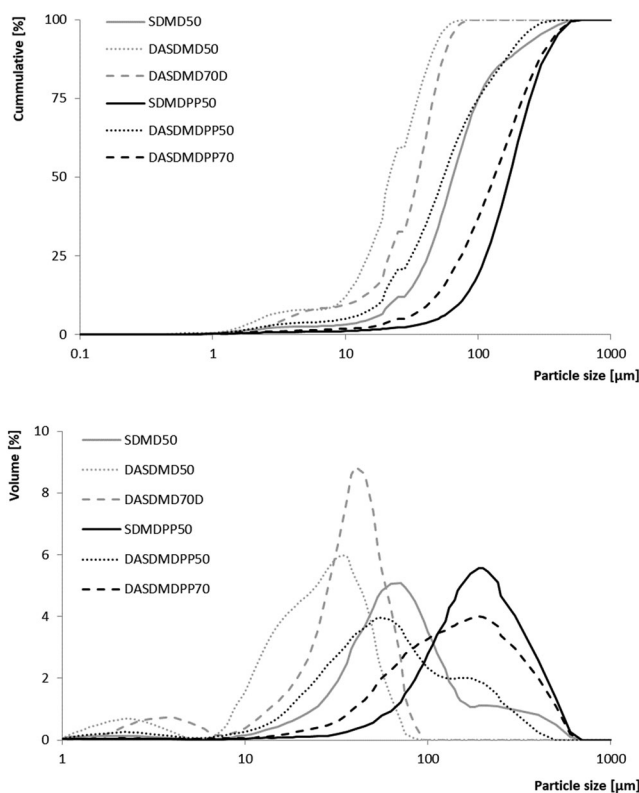


Figure 2. Cumulative particle size distribution and particle size distribution of obtained SCJC powders spray dried conventionally (SD) or with the application of dehumidified air (DASD) with only maltodextrin (MD) or with blend of maltodextrin and pea protein (MDPP).

T_g played an important role in particles morphology, as variants of low T_g manifested a higher chance of stickiness (Table 3). Taken together, the results in this research suggest the importance and justification of dehumidified air application in SCJC spray drying. Furthermore, it is crucial to note that the particles morphology of powders spray dried at low drying temperature and with decreased content of carriers (DASDMD70, DASDMDPP70) did not differ significantly from variants obtained conventionally with higher carriers content (SDMD50, SDMDPP50), which as well validated the usefulness of the dehumidified air-assisted spray drying. Moreover, it can be observed that particles of variants with the addition of PP spray dried conventionally and with the dehumidified air application with lower carrier content (SDMDPP50, DASDMDPP70) had more rough surfaces, which was very likely an effect of low T_g . Pierucci et al. (2006) who produced ascorbic acid microparticles with PP, sodium-carboxymethylcellulose and maltodextrin as coating agents, concluded that microcapsules with the addition of only PP characterized with roughness on the surfaces, while the variant with the blend of PP and MD (1:1 w/w) showed less rough particles, however more agglomerated with visible pores and tunnels.^[8] Results obtained in this research

did not confirm the outcomes of Pierucci et al., although it should be underlined, that authors used higher coating agent content (coating agent:matrix 2:1 w/w) and different drying parameters (inlet/outlet temperatures: 184 °C/93 °C). Moreover, it should be noted that particles of each variant did not shrink, nor dents appeared on the surface.

3.5. Particle size

Particle size distribution and cumulative particle size distribution (Figure 2), and median diameter D_{50} (Table 3) were significantly affected by the carrier type and content, as well as the drying parameters. D_{50} varied from 23.9 ± 0.9 to 176.2 ± 6.7 μm. Particles spray dried with the addition of PP were bigger than with only MD as a carrier, as was observed also in SEM pictures. As aforementioned, particles of bigger diameters are created when problems with stickiness occur during spray drying. The application of dehumidified air (and lower drying temperature) allowed to decrease D_{50} in both cases of carriers, which showed again the positive effect of DASD on the reduction of stickiness and underlines the importance of lowering drying air humidity and temperature in the production of SCJC powders. Obtained results are

consistent with the data reported in the literature. Jedlińska et al. (2021) observed that with decreasing inlet drying air temperature, the particles size decreased.^[16] At high drying air temperature, the particles' structure forms at the very beginning of the contact with drying air, which prevents the shrinkage of the particles. It should be underlined, that the viscosity of feed solutions was not the factor determining particle size. Variants of the same viscosity, when spray dried at different temperature, had significantly different D_{50} . Therefore, it was very likely the susceptibility to stickiness, that determined the particle size, which was more affected by feed composition and drying temperature. Such behavior during spray drying of sugar-rich materials was observed before by Samborska et al. (2015) for honey spray dried with gum Arabic and Barańska et al. (2021) for buckwheat honey spray dried with MD.^[14,23] In comparison to the data in the literature for SCJC spray drying, powders obtained in this research had higher D_{50} . Sarabandi et al. (2017) reported that particles size of SCJC powders ranged from 42.65 to 85.54 μm , however, the authors applied different carriers and used different drying parameters.^[29]

3.6. Moisture content and water activity

Moisture content (MC) of obtained SCJC powders ranged from 3.3 ± 0.3 to $8.4 \pm 0.3\%$ (Table 3). The significant effect of carrier type, its content and drying approach was observed. Variants with MDPP blend had higher MC than variants with only MD. This was an effect of protein film formation on the particles, which made it more difficult for water to evaporate. However, it should be underlined that values of a_w did not exceed 0.202 in the variants with the addition of PP, which classified the obtained powders as stable and safe regarding the potential microbial growth and physiochemical changes that may appear during storage, as water was bounded structurally.^[14] As aforementioned the effect of drying temperature was noted, as variants spray dried at high drying temperature (SDMD50, SDMDPP50) had lower MC than spray dried at lower temperature. Comparing variants spray dried with the application of dehumidified air, it was observed that lower a_w and at the same time higher MC, was noted for variants with lower carrier content (DASDMD70, DASDMDPP70). This phenomenon was reported before in the literature, i.e., by Samborska et al. (2022) and was a consequence of higher water-binding capacity of sugars present in food material.^[22] According to the literature on the

SCJC spray drying, the MC of obtained powders varied from $1.1 \pm 0.3\%$ to $2.1 \pm 0.6\%$, and from 3.46 to 5.57% for powders with maltodextrin and/or gum Arabic, and whey protein concentrate as carriers, whereas a_w ranged from 0.180 ± 0.030 to 0.190 ± 0.050 .^[25,29] However, it should be underlined that obtained powders were not spray dried using the application of dehumidified air, nor with the plant protein based carrier.

3.7. Bulk density, apparent density, bulk porosity and flowability

Loose bulk density (D_L) of obtained SCJC powders varied from 0.45 ± 0.01 to 0.60 ± 0.02 g/mL (Table 3). Comparable results were reported by Tontul et al. who spray dried tomato powders with vegetable proteins.^[11] The authors noted values ranging from 0.49 ± 0.02 to 0.65 ± 0.02 g/mL for powders with 1% or 5% content of vegetable proteins (pea protein isolate, soy protein isolate, zein from maize) or WPC. The researchers underlined that D_L observed in previous works on fruit juices spray drying were significantly lower. It was concluded that higher D_L of tomato powders resulted from bigger particles size diameter. In this study the highest values of D_L were observed for variants spray dried with the addition of PP, and the influence of the carrier content, its type and the drying method were noted. Generally speaking, the increasing drying temperature, decreases the D_L of powders. This effect was noted only for the variants spray dried with MD, however as underlined by Walton (2000), some of the authors observed opposite relationship.^[30] Lower D_L corresponds to a higher number of free spaces between particles filled with air, which can affect the stability of bioactive compounds during storage.^[9] D_L was correlated with the loose bulk porosity (ε_L) —the measure of the number of free spaces between particles filled with air. ε_L of the SCJC powders ranged from 57.3 ± 1.4 to $68.9 \pm 1.4\%$ (Table 3). Lower ε_L were noted for powders with the blend of MD and PP as carriers, which at the same time characterized with higher D_L . Thus, it can be concluded that the addition of a PP as a carrier very likely lowered the risk of possible oxidative degradation of bioactive compounds during storage, as there were fewer spaces filled with air between particles in comparison to variants with only MD as a carrier. Taking into consideration this relationship, powders with MDPP blend, and as well variant dried at higher drying temperature with higher content of MD (DASDMD50) can be considered as more stable

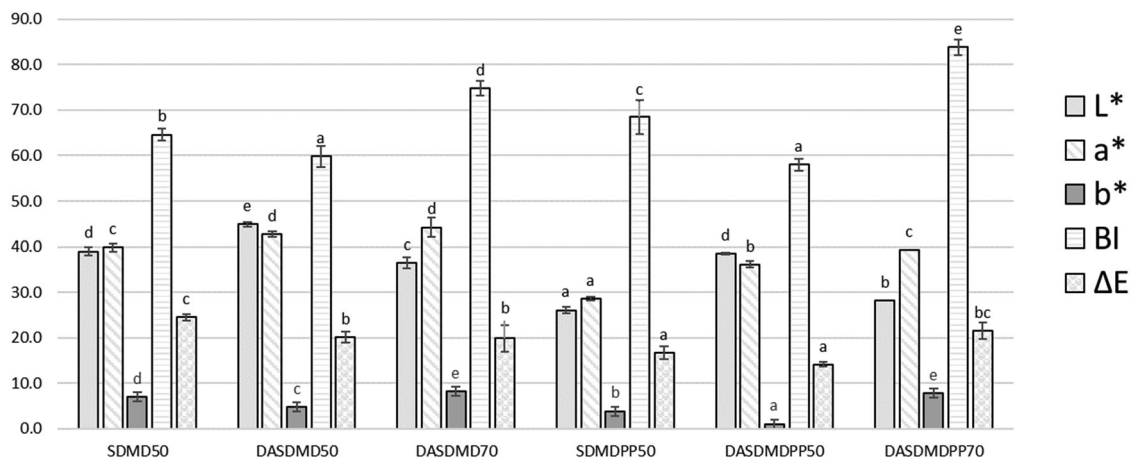


Figure 3. Color parameters (L^* , a^* , b^*), browning index (BI) and total color difference (ΔE) of obtained SCJC powders spray dried conventionally (SD) or with the application of dehumidified air (DASD) with only maltodextrin (MD) or with blend of maltodextrin and pea protein (MDPP).

during storage. Findings of this research would seem to show that variants with stickiness and more conglomerated particles (Figure 1) presented higher values of D_L as the fewer spaces appeared between particles. This relationship was observed for powders obtained with the blend of MD and PP as carriers (SDMDPP50 and DASDMDPP70).

Flowability of obtained SCJC powders was expressed as Hausner ratio (HR). This parameter is crucial for evaluation of powder's handling, transportation and storage. Powders of HR below 1.25 are classified as free-flowing, whereas HR ranging from 1.25 to 1.4 is typical for powders of average flowability.^[31] In regard to this categorization, spray dried powders can be labeled as free-flowing (DASDMD70, SDMDPP50, DASDMDPP70) and of average flowability (SDMD50, DASDMD50, DASDMDPP50) (Table 3). According to Walton (2000) powders that have smooth, large, spherical particles present high flowability (low HR).^[30] Variants SDMDPP50 and DASDMDPP70, which showed the highest stickiness of particles (described in particle morphology—Figure 1 and in low R_p —Table 3) and the biggest particle size (Table 3) had the best flowability. Thus, it can be concluded that increased particle size due to stickiness is favorable in enhancing the flowability. Such phenomenon was observed before also by Barańska et al. (2021) for buckwheat honey spray dried with MD.^[14]

Apparent density (D_{ap}) of obtained powders varied from 1.40 ± 0.01 to 1.54 ± 0.01 g/mL (Table 3). The significant effect of the drying parameters, carrier type and its content can be observed. The D_{ap} describes the internal porosity of the particles. SCJC powders produced with MDPP blend had lower D_{ap} than powders with only MD as a carrier, which pointed to

higher internal porosity and more air trapped inside the particles of variants with the addition of a protein-based carrier. Particles of carriers can contain gas bubbles, which in consequence can affect D_{ap} of the obtained product. It can be observed that powders of higher content of carriers blend (SDMDPP50SD, DASDMDPP50DASD) had lower D_{ap} , as more air was trapped inside particles due to higher carriers content. However, this relationship cannot be noted for the variants with only MD as a carrier, which would suggest that with the addition of PP, more gas bubbles were introduced to the feed solution. In general, a higher drying temperature increases evaporation rate, which results in a more porous product.^[14] This statement can be extended only to the variants spray dried with only MD as a carrier, as powder obtained at higher drying temperature showed significantly lower D_{ap} (SDMD50), than powder with the same carrier content produced with the application of dehumidified air (DASDMD50).

3.8. Hygroscopicity

The hygroscopicity (H) of obtained powders varied from 8.6 ± 0.5 to $18.2 \pm 0.6\%$ (Table 3). Variants with higher MC, showed lower hygroscopicity, except for DASDMD50. The application of dehumidified air influenced positively H of SCJC powders, as they had significantly lower H, than powders spray dried conventionally at high drying temperatures pointing to their better stability during storage. In this research H of obtained powders was lower with respect to those reported in the previous literature. Sarabandi et al. (2017) noted H varying from 19.06 to 25.13%, and Moghaddam et al. (2017) observed the values from

Table 4. Total phenolics content (TPC), total anthocyanins content (TAC), antiradical properties, reducing potential, related bioaccessibility factors (RBF—relative bioaccessibility factor, REF—relative antioxidant efficiency factor) and retention coefficient (RC) in the powders spray dried conventionally (SD) or with the application of dehumidified air (DASD) with only maltodextrin (MD) or with blend of maltodextrin and pea protein (MDPP).

| | | SDMD50 | DASDMD50 | DASDMD70 | SDMDPP50 | DASDMDPP50 | DASDMDPP70 |
|--|-----|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| TPC (mg GAE/g solids) | CHE | 11.2 ± 0.32 ^{ef} | 11.2 ± 0.19 ^e | 15.1 ± 0.19 ^b | 10.2 ± 0.17 ^f | 9.45 ± 0.21 ^f | 13.5 ± 0.12 ^c |
| | PAF | 10.1 ± 0.59 ^f | 12.9 ± 0.65 ^{cd} | 12.4 ± 0.30 ^d | 19.5 ± 1.10 ^a | 12.3 ± 0.54 ^{cd} | 13.1 ± 0.63 ^{cd} |
| | RBF | 0.92 | 1.15 | 0.82 | 1.92 | 1.30 | 0.94 |
| | RC | 119 | 119 | 115 | 108 | 101 | 103 |
| TAC (mg CGE/g solids) | CHE | 1.42 ± 0.05 ^{de} | 1.63 ± 0.15 ^c | 2.16 ± 0.09 ^a | 1.26 ± 0.08 ^f | 1.39 ± 0.08 ^{de} | 2.06 ± 0.08 ^b |
| | PAF | 0.64 ± 0.04 ⁱ | 1.03 ± 0.02 ^g | 1.5 ± 0.05 ^d | 0.71 ± 0.06 ^j | 0.86 ± 0.02 ^h | 1.37 ± 0.06 ^e |
| | RBF | 0.45 | 0.62 | 0.68 | 0.54 | 0.62 | 0.67 |
| | RC | 136 | 156 | 148 | 121 | 133 | 141 |
| Antiradical properties (mg TE/g solids) | CHE | 16.5 ± 0.24 ^g | 16.7 ± 0.29 ^g | 20.4 ± 0.24 ^{cd} | 15.3 ± 0.44 ^h | 15.1 ± 0.49 ^h | 19.6 ± 0.45 ^e |
| | PAF | 20.9 ± 0.68 ^{bc} | 24.3 ± 0.56 ^a | 20.1 ± 0.91 ^{de} | 21.2 ± 1.32 ^b | 17.9 ± 0.83 ^f | 17.9 ± 1.20 ^f |
| | REF | 1.26 | 1.46 | 0.98 | 1.39 | 1.19 | 0.92 |
| | RC | 121 | 123 | 107 | 113 | 111 | 103 |
| Reducing potential (mg TE/g solids) | CHE | 11.9 ± 0.20 ^g | 12.0 ± 0.21 ^g | 16.8 ± 0.25 ^e | 10.22 ± 0.19 ^h | 9.18 ± 0.26 ^h | 14.4 ± 0.42 ^f |
| | PAF | 20.8 ± 0.15 ^{cd} | 22.9 ± 0.15 ^b | 25.0 ± 0.38 ^a | 22.2 ± 0.80 ^b | 20.2 ± 0.39 ^d | 21.9 ± 1.27 ^{bc} |
| | REF | 1.75 | 1.91 | 1.48 | 2.17 | 2.20 | 1.52 |
| | RC | 114 | 115 | 115 | 98 | 88 | 98 |

GAE—gallic acid equivalents; CGE—cyanidin 6-O-glucoside; TE—Trolox equivalents; CHE—chemical extracts; PAF—potentially bioaccessible fraction.

^{a–i} The differences between mean values with the same letter in rows are statistically insignificant ($p < 0.05$).

19.0 to 30.1%.^[13,29] Powders of H higher than 20% are classified as highly hygroscopic. Based on this statement, powders produced in this study can be considered as powders of low and intermediate H.

3.9. Color

The lightness (L^*) of obtained powders ranged from 26.0 ± 1.2 to 44.9 ± 0.9 (Figure 3). The significant effect of drying parameters, carriers type and their content was observed. Powders with MDPP were darker than powders with only MD as a carrier. These demonstrate that PP formed brown complexes with polyphenols, that resulted in deteriorated L^* parameter. The similar phenomenon was observed as well by Barańska et al. (2021),^[14] who reported darker honey powders for variants with the addition of protein carriers. Moreover, it can be observed that variants spray dried at high drying temperature were darker (MD50SD and MDPP50SD) in comparison to powders with the same carrier content, but produced with the application of dehumidified air (MD50DASD and MDPP50DASD). This evidence confirmed that sugars browning occurred as a result of increased temperature.^[22] The redness (a^*) of the SCJC powders was influenced by the carrier type, content and the drying parameters as in the case of the lightness, and it varied from 28.5 ± 1 to 44.2 ± 0.5 . Powders with only MD as a carrier were redder in comparison to powders with MDPP blend. This implies that PP as a carrier did not sufficiently protected the anthocyanins from degradation during spray drying (Pearson correlation analysis showed a strong positive correlation between a^* and anthocyanins retention—data not

shown). However, it should be emphasized that in both cases of the carriers, dehumidified air application improved the redness of the powders, suggesting the favoring effect of low temperature spray drying on the anthocyanins content. Yellowness (b^*) of the powders was the highest for the variants spray dried with the application of dehumidified air with the lowest carriers content (MD70DASD, MDPP70DASD), and it was significantly higher for the variants with only MD as a carrier in regard to powders with 50% carriers addition.

Browning index (BI) can be calculated to evaluate the browning process that might have occurred during spray drying. BI values ranged from 58.0 ± 1.4 to 83.8 ± 1.7 (Figure 3). Drying method, carriers type and content significantly influenced this parameter— BI was the highest for variants with the lowest carriers content (MD70DASD, MDPP70DASD). Thus, it would seem to appear that lower carrier content impacted significantly more the browning, as the amount of the carrier was not sufficient to protect the compounds, despite the low drying temperature that should lower the risk of the Maillard reaction. Moreover, it should be underlined that the decrease of drying temperature for variants with the same carriers content, (50%) caused the decrease of BI , both for MD and MDPP blend. Thus, both the increase in the carrier content, and the decrease of drying temperature were important to reduce the susceptibility of SCJC to browning during spray drying.

Total color difference (ΔE) of reconstituted samples ranged from 14.1 ± 0.5 to 24.5 ± 0.7 (Figure 3). The most similar color to the raw material was observed for variants with MDPP blend containing 50% of

SCJC (MDPP50SD, MDPP50DASD). Thus, the addition of PP as a carrier was less prominent in color change than the use of only MD as a carrier. However, it should be emphasized that in regard to variants with only MD as a carrier, there was a significant effect of dehumidified air application. Lowering drying temperature (MD50DASD, MD70DASD) enabled to lower ΔE and to produce powder more similar to raw material in comparison to powder spray dried conventionally (MD50SD). Obtained results point to the more prominent effect of carriers content in regard to variants with the addition of PP, and in the case of MD variants, to more significant effect of low drying temperature on ΔE .

3.10. Phenolics and antioxidant activity—Retention and bioaccessibility

The phenolic content in powders and their antioxidant properties were mainly affected by an amount of SCJC load (Table 4). The highest content of chemically-extractable phenolics, including anthocyanins, was determined in powders obtained with 70:30 concentrate to carrier solids ratio. All chemically extracted bioproperties were strongly correlated with each other (according to Pearson correlation analysis—data not shown). Comparing the effect of the applied carrier, phenolics content was higher in MD than in the blend MDPP samples. However, as far as the bioaccessibility *in vitro* is concerned—MDPP blend allowed to obtain powders with higher accessibility of total phenolics than the counterparts based on MD. The highest content of potentially bioaccessible total phenolics (relative bioaccessibility factor 1.92 – 192%) was determined in the powder based on MDPP dried at higher temperature. In more than a half of tested variants, the values of relative bioaccessibility and relative antioxidant efficiency factors were higher than 1 (100%). According to Álvarez-Cervantez et al. (2021) the increase of phenolic content and antioxidant activity determined after *in vitro* digestion compared to undigested microencapsulated samples signifies that antioxidant compounds were effectively encapsulated.^[32] The higher values of total phenolic content and antioxidant activity after digestion were presented, i.e., for spray dried pomegranate juice^[32] and sour cherry concentrate encapsulated by electrospinning with gelatin and gelatin-lactalbumin.^[33] The other possible explanation of an increase in TPC may be connected to a release of phenolics from the PP carrier. The technology of its production usually does not allow for an effective removal from covalent

interactions occurring with proteins. This explanation supports amounts of potentially bioaccessible phenolics in the used PP determined in this study (data not shown) as well as previous studies concerning a phenolics content in protein isolates from yellow field pea.^[34] Additionally, it was proved that anthocyanins are effectively bound with proteins and can be released during digestion *in vitro* as previously reported by Norkaew et al. (2019), in the case of black rice anthocyanin encapsulated in whey protein isolate.^[35] Finally, an increase in antioxidant properties of the potentially bioaccessible fraction may be a consequence of a release of bioactive peptides from PP. Such phenomenon confirms previous findings of Khalesi and FitzGerald (2021) for peptides fraction obtained from plant protein isolates, including PP.^[36] This explanation is additionally supported by the results reported for the microcapsules obtained at 180 °C, that high temperature denatured proteins and made them more suitable for hydrolases action. The possible reasons for the increase of TPC and antioxidant potential bioaccessibility after *in vitro* digestion according to the literature are listed, as: enzyme and pH change actions (depolymerization, hydroxylation, methylation, liberation, hydrolyzation, generation of new compounds during a sequence of the acidic environment of the stomach conditions and of the slightly alkaline conditions of the intestine, as well as the action of the digestive enzymes), hindering effect, also connected with carrier-polyphenols interactions (real content of polyphenols could not be determined accurately before digestion, complexes affect the determination in undigested sample, but after simulated digestion, the complex can be broken, and the polyphenol content may found to be higher than the initial amount), longer extraction time, TPC-antioxidant potential relationship (the breakdown of phenolic compounds results in the formation of metabolites with higher antioxidant potential).^[33,37]

The results related to TAC and their bioaccessibility were different than the ones for TPC, RBF was lower than 1. It may be suggested that TPC results were overestimated by the products of Maillard reactions that also unspecifically react with Folin reagent, or spectrophotometric measurements might be affected by the presence of other compounds such as sugars, proteins, etc. exhibiting the reducing capacity.^[33] This hypothesis confirms also the values of L^* parameter (Figure 3). Moreover, anthocyanins are pH-sensitive compounds, and could be degraded at digestion conditions. Mihaylova et al. (2021) observed a significant reduction of TAC (bioaccessibility 0–1%)

after *in vitro* digestion of several juices.^[37] Only samples of quite high initial TAC were characterized by higher bioaccessibility. Nevertheless, in the current study lower drying temperature positively affected TAC, anthocyanins retention and bioaccessibility for both types of carriers applied. In the case of powders obtained with MD, their content in the samples dried at 80 °C was higher by 134% compared to those obtained at 180 °C. The potential bioaccessibility of anthocyanins from DASD powders (dried at 80 °C) ranged from 62% to 68%, which corresponded well with the results obtained by Vergara et al. (2020) for potatoes anthocyanin spray-dried with MD (66.2%).^[38] Another possible explanation for the limited bioaccessibility of anthocyanins is the formation of insoluble protein/maltodextrin-polyphenols fractions, which was previously reported in the case of cranberry polyphenols.^[39] Fredes et al. (2018) observed lower bioaccessibility of anthocyanins from spray dried maqui juice, from 43 to 44% depending on carrier type.^[40] It was compared with the bioaccessibility from non encapsulated juice—lower value for fresh juice (31%) proved the protective effect of encapsulated anthocyanins from the conditions in the GI tract. Similar results of increased bioaccessibility of the encapsulated sample of sour cherry concentrate were presented by Isik et al. (2018).^[33] Such phenomenon is also supported by the fact that the decrease of carrier content reduced the bioaccessibility of phenolics, while increased it for anthocyanins. It was suggested that polyphenols generate linkages with the food matrix during digestion that may protect more labile against degradation.^[40]

The retention coefficient (RC), describing the retention of phytochemicals and antioxidant properties in relation to the solids of concentrate (excluding carrier content), was higher in MD samples than MDPP. In most variants, it reached values higher than 100%, which could be an effect of the formation of new compounds during thermal process due to Maillard reactions, interactions with carriers and/or other transitions. Chen et al. (2021) observed the decrease of TPC after spray drying of mandarin juice with MD and gum Arabic, while at the same time the concentration of hesperidin increased by 594.6%.^[41] The authors concluded, that phenolic aglycones were released from their glycosidically bound precursors. It should be underlined, that RC values were closer to 100% in MDPP samples, which can suggest, that applied blend of MD and PP inhibited chemical transformations and creation of compounds, that can additionally react with Follin reagent. If the value of RC closer to 100% is perceived as more desired, better results were obtained for

MDPP blend, DASD drying and reduced amount of carrier. It suggests the favorable impact of applied modifications in SCJC spray drying.

The effect of SCJC on antiradical properties was mainly visible in the case of chemically extractable phenolics. Both tested antioxidant properties were strongly correlated with total phenolics and total anthocyanins (according to Pearson correlation analysis—data not shown). Compared to the powders obtained with a reduced amount of carrier, powders containing 50% SCJC solids had lower values of antiradical properties, by 23% and 29%, for MD and MDPP blend variants, respectively. The effect of drying temperature on antiradical properties and reducing potential after chemical extraction was not significant, while DASD powders had higher RAF values, but only when MD was the carrier. Moreover, compounds exhibiting antioxidant properties from the powders obtained with a 50% of the carrier were better bioaccessible *in vitro*, both for MD and MDPP blend, which was correlated with a similar trend regarding TPC. It is possible that in this case, a protective effect of the carriers played a key role. Additionally, in the microcapsules based on PP antioxidant peptides may be responsible for an increase observed in this parameter.

The highest antiradical activity (24.3 mg TE/g solids) was determined in DASDMD50 after *in vitro* digestion. The lower temperature of drying limited the thermal degradation of anthocyanins, which was especially visible in both chemical-extractable and potentially bioaccessible fractions and RC. It was manifested in the enhanced antioxidant properties of the obtained powders obtained with MD. Similar behavior was previously reported during spray drying of pigments from grapes.^[42] In the case of powders containing MDPP despite of a higher content of anthocyanins, a decrease in antiradical properties was observed. There are several possible explanations for this outcome. It may be speculated that the addition of PP caused the formation of indigestible complexes between phenolics and proteins, that significantly reduced the number of free hydroxyl groups in anthocyanins employed for antioxidant properties. Such interactions affecting antioxidant properties were previously confirmed in the mixture of legume proteins and phenolics by Sęczyk et al. (2019).^[43] However, it is possible that proteinous carrier released some of bioactive peptides (especially from microcapsules obtained at 180 °C where proteins were denatured and more susceptible to enzymatic digestion). Further studies are required to fully verify suggested explanations.

4. Summary and conclusions

Sour cherry juice concentrate spray drying at high and low drying temperature was investigated in order to decrease carrier content and to enhance powders physicochemical properties. Moreover, the possibility to apply pea protein as an alternative carrier to partially replace maltodextrin was tested. As a result of the application of dehumidified air and reduced drying temperature, it was possible to obtain powders containing 70% sour cherry juice concentrate, which was not reported in the literature before. At the same time, this spray drying approach enabled to enhance some of the powders properties (lower stickiness, hygroscopicity, better color, better bioaccessibility). The physical properties of the obtained powders were acceptable, although some parameters of variants produced with the addition of pea protein had worse quality in comparison to powders with only maltodextrin (moisture content, water activity, particles morphology and size, glass transition temperature). Moreover, spray drying of variants with the blend of pea protein and maltodextrin had deteriorated powder recovery. However, increased bioaccessibility of phenolics and antioxidant potential of pea protein-enriched samples can indicate the potentially possible application in functional food.

Disclosure statement

No potential competing interest was reported by the authors.

Funding

The research for this publication was carried out with the use of equipment purchased as part of the "Food and Nutrition Centre—modernization of the WULS campus to create a Food and Nutrition Research and Development Centre (CZiZ)" co-financed by the European Union from the European Regional Development Fund under the Regional Operational Programme of the Mazowieckie Voivodeship for 2014-2020 (Project No. RPMA.01.01.00-14-8276/17).

ORCID

Alicja Barańska  <http://orcid.org/0000-0003-2711-6073>
 Michał Świeca  <http://orcid.org/0000-0002-6513-8399>
 Katarzyna Samborska  <http://orcid.org/0000-0002-1221-7261>

References

- [1] Dondini, L.; Lugli, S.; Sansavini, S. Cherry Breeding: Sweet Cherry (*Prunus avium* L.) and Sour Cherry (*Prunus cerasus* L.). In *Advances in Plant Breeding Strategies: Fruits*; Al-Khayri, J. M., Jain, S. M., Johnson, D. V., Eds.; Springer: Cham, Switzerland, **2018**; pp 31–88.
- [2] Marija Viljevac, V.; Krunoslav, D.; Ines, M.; Vesna, T.; Dominik, V.; Zvonimir, Z.; Boris, P.; Zorica, J.; Jurkovic, Z. Season, Location and Cultivar Influence on Bioactive Compounds of Sour Cherry Fruits. *Plant. Soil Environ.* **2017**, *63*, 389–395. DOI: [10.17221/472/2017-PSE](https://doi.org/10.17221/472/2017-PSE).
- [3] Belibağlı, K. B.; Dalgic, A. C. Rheological Properties of Sour-Cherry Juice and Concentrate. *Int. J. Food Sci. Tech.* **2007**, *42*, 773–776. DOI: [10.1111/j.1365-2621.2007.01578.x](https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2007.01578.x).
- [4] Can Karaca, A.; Baskaya, H.; Guzel, O.; Ak, M. M. Characterization of Some Physicochemical Properties of Spray-Dried and Freeze-Dried Sour Cherry Powders. *J. Food Process. Preserv.* **2020**, *44*, e14975. DOI: [10.1111/jfpp.14975](https://doi.org/10.1111/jfpp.14975).
- [5] Šaponjac, V. T.; Četković, G.; Čanadanović-Brunet, J.; Pajin, B.; Djilas, S.; Petrović, J.; Lončarević, I.; Stajčić, S.; Vulić, J. Sour Cherry Pomace Extract Encapsulated in Whey and Soy Proteins: Incorporation in Cookies. *Food Chem.* **2016**, *207*, 27–33. DOI: [10.1016/j.foodchem.2016.03.082](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.03.082).
- [6] Grace, M. H.; Hoskin, R.; Xiong, J.; Lila, M. A. Whey and Soy Proteins as Wall Materials for Spray Drying Rosemary: Effects on Polyphenol Composition, Antioxidant Activity, Bioaccessibility After In Vitro Gastrointestinal Digestion and Stability During Storage. *LWT* **2021**, *149*, 111901. DOI: [10.1016/j.lwt.2021.111901](https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111901).
- [7] Jansen-Alves, C.; Maia, D. S.; Krumreich, F. D.; Crizel-Cardoso, M. M.; Fioravante, J. B.; da Silva, W. P.; Borges, C. D.; Zambiazzi, R. C. Propolis Microparticles Produced with Pea Protein: Characterization and Evaluation of Antioxidant and Antimicrobial Activities. *Food Hydrocoll* **2019**, *87*, 703–711. DOI: [10.1016/j.foodhyd.2018.09.004](https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.09.004).
- [8] Pierucci, A.; Andrade, L. R.; Baptista, E. B.; Volpato, N. M.; Rocha-Leão, M. H. M. New Microencapsulation System for Ascorbic Acid Using Pea Protein Concentrate as Coat Protector. *J. Microencapsul.* **2006**, *23*, 654–662. DOI: [10.1080/02652040600776523](https://doi.org/10.1080/02652040600776523).
- [9] García-Segovia, P.; Igual, M.; Martínez-Monzó, J. Beetroot Microencapsulation with Pea Protein Using Spray Drying: Physicochemical, Structural and Functional Properties. *Appl. Sci.* **2021**, *11*, 6658. DOI: [10.3390/app11146658](https://doi.org/10.3390/app11146658).
- [10] Jayasundera, M.; Adhikari, B.; Howes, T.; Aldred, P. Surface Protein Coverage and its Implications on Spray-Drying of Model Sugar-Rich Foods: Solubility, Powder Production and Characterisation. *Food Chem* **2011**, *128*, 1003–1016. DOI: [10.1016/j.foodchem.2011.04.006](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.04.006).
- [11] Tontul, I.; Topuz, A.; Ozkan, C.; Karacan, M. Effect of Vegetable Proteins on Physical Characteristics of Spray-Dried Tomato Powders. *Food Sci. Technol. Int.* **2016**, *22*, 516–524. DOI: [10.1177/1082013216629528](https://doi.org/10.1177/1082013216629528).
- [12] Meng, Y.; Cloutier, S. Gelatin and Other Proteins for Microencapsulation. In *Microencapsulation in the*

- Food Industry*; Gaonkar, A. G.; Vasisht, N.; Khare, A. R.; Sobel, R., Eds.; Academic Press: San Diego, **2014**; pp 227–239. DOI: [10.1016/B978-0-12-404568-2.00020-0](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-404568-2.00020-0).
- [13] Moghaddam, A. D.; Pero, M.; Askari, G. R. Optimizing Spray Drying Conditions of Sour Cherry Juice Based on Physicochemical Properties, Using Response Surface Methodology (RSM). *J. Food Sci. Technol.* **2017**, *54*, 174–184. DOI: [10.1007/s13197-016-2449-8](https://doi.org/10.1007/s13197-016-2449-8).
- [14] Barańska, A.; Jedlińska, A.; Samborska, K. Dehumidified-Air-Assisted Spray Drying of Buckwheat Honey with Maltodextrin and Skim Milk Powder as Carriers. *Appl. Sci.* **2021**, *11*, 3150. DOI: [10.3390/app11073150](https://doi.org/10.3390/app11073150).
- [15] Jedlińska, A.; Barańska, A.; Witrowa-Rajchert, D.; Ostrowska-Ligeza, E.; Samborska, K. Dehumidified Air-Assisted Spray-Drying of Cloudy Beetroot Juice at Low Temperature. *Appl. Sci.* **2021**, *11*, 6578. DOI: [10.3390/app11146578](https://doi.org/10.3390/app11146578).
- [16] Jedlińska, A.; Samborska, K.; Wiktor, A.; Balik, M.; Derewiaka, D.; Matwijczuk, A.; Gondek, E. Spray Drying of Pure Kiwiberry Pulp in Dehumidified Air. *Dry. Technol.* **2021**, *40*, 1421–1435. DOI: [10.1080/07373937.2020.1871006](https://doi.org/10.1080/07373937.2020.1871006).
- [17] Świeca, M.; Gawlik-Dziki, U.; Dziki, D.; Baraniak, B.; Czyż, J. The Influence of Protein–Flavonoid Interactions on Protein Digestibility In Vitro and the Antioxidant Quality of Breads Enriched with Onion Skin. *Food Chem.* **2013**, *141*, 451–458. DOI: [10.1016/j.foodchem.2013.03.048](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.03.048).
- [18] Brodkorb, A.; Egger, L.; Alminger, M.; Alvito, P.; Assunção, R.; Ballance, S.; Bohn, T.; Bourlieu-Lacanal, C.; Boutrou, R.; Carrière, F.; et al. INFOGEST Static In Vitro Simulation of Gastrointestinal Food Digestion. *Nat. Protoc.* **2019**, *14*, 991–1014. DOI: [10.1038/s41596-018-0119-1](https://doi.org/10.1038/s41596-018-0119-1).
- [19] Re, R.; Pellegrini, N.; Proteggente, A.; Pannala, A.; Yang, M.; Rice-Evans, C. Antioxidant Activity Applying an Improved ABTS Radical Cation Decolorization Assay. *Free Radic. Biol. Med.* **1999**, *26*, 1231–1237. DOI: [10.1016/S0891-5849\(98\)00315-3](https://doi.org/10.1016/S0891-5849(98)00315-3).
- [20] Pulido, R.; Bravo, L.; Saura-Calixto, F. Antioxidant Activity of Dietary Polyphenols as Determined by a Modified Ferric Reducing/Antioxidant Power Assay. *J. Agric. Food Chem.* **2000**, *48*, 3396–3402. DOI: [10.1021/jf9913458](https://doi.org/10.1021/jf9913458).
- [21] Sikora, M.; Świeca, M. Effect of Ascorbic Acid Postharvest Treatment on Enzymatic Browning, Phenolics and Antioxidant Capacity of Stored Mung Bean Sprouts. *Food Chem.* **2018**, *239*, 1160–1166. DOI: [10.1016/j.foodchem.2017.07.067](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.067).
- [22] Samborska, K.; Edris, A.; Jedlińska, A.; Barańska, A. The Production of White Mulberry Molasses Powders with Prebiotic Carrier by Dehumidified Air-Assisted Spray Drying. *J. Food Process. Eng.* **2022**, *45*, e13928. DOI: [10.1111/jfpe.13928](https://doi.org/10.1111/jfpe.13928).
- [23] Samborska, K.; Langa, E.; Kamińska-Dwórznička, A.; Witrowa-Rajchert, D. The Influence of Sodium Caseinate on the Physical Properties of Spray-Dried Honey. *Int. J. Food Sci. Technol.* **2015**, *50*, 256–262. DOI: [10.1111/ijfs.12629](https://doi.org/10.1111/ijfs.12629).
- [24] Can Karaca, A. Encapsulation of Black Pepper Seed Oil Using Maltodextrin and Pea Protein. *Food Sci. Technol. Int.* **2020**, *26*, 369–378. DOI: [10.1177/1082013219896429](https://doi.org/10.1177/1082013219896429).
- [25] Can Karaca, A.; Guzel, O.; Ak, M. M. Effects of Processing Conditions and Formulation on Spray Drying of Sour Cherry Juice Concentrate. *J. Sci. Food Agric.* **2016**, *96*, 449–455. DOI: [10.1002/jsfa.7110](https://doi.org/10.1002/jsfa.7110).
- [26] Matveev, Y. I.; Grinberg, V. Y.; Sochava, I. V.; Tolstoguzov, V. B. Glass Transition Temperature of proteins. Calculation based on the additive contribution method and experimental data. *Food Hydrocoll.* **1997**, *11*, 125–133. DOI: [10.1016/S0268-005X\(97\)80020-3](https://doi.org/10.1016/S0268-005X(97)80020-3).
- [27] Roos, Y. H.; Drusch, S. *Phase Transitions in Foods*; Academic Press: San Diego, USA, **2015**.
- [28] Bhandari, B. R.; Datta, N.; Howes, T. Problems Associated with Spray Drying of Sugar-Rich Foods. *Dry. Technol.* **1997**, *15*, 671–684. DOI: [10.1080/07373939708917253](https://doi.org/10.1080/07373939708917253).
- [29] Sarabandi, K.; Peighambaroust, S. H.; Mahoonak, A. S.; Samaei, S. P. Effect of Carrier Types and Compositions on the Production Yield, Microstructure and Physical Characteristics of Spray Dried Sour Cherry Juice Concentrate. *J. Food Meas. Charact.* **2017**, *11*, 1602–1612. DOI: [10.1007/s11694-017-9540-3](https://doi.org/10.1007/s11694-017-9540-3).
- [30] Walton, D. The Morphology of Spray-Dried Particles: A Qualitative View. *Dry. Technol.* **2000**, *18*, 1943–1986. DOI: [10.1080/07373930008917822](https://doi.org/10.1080/07373930008917822).
- [31] Geldart, D.; N. Harnby, N.; Wong, A. Fluidization of Cohesive Powders. *Powder Technol.* **1984**, *37*, 25–37. DOI: [10.1016/0032-5910\(84\)80003-0](https://doi.org/10.1016/0032-5910(84)80003-0).
- [32] Álvarez-Cervantes, P.; Cancino-Díaz, J. C.; Fabela-Illescas, H. E.; Cariño-Cortés, R.; López-Villegas, E. O.; Ariza-Ortega, J. A.; Belefant-Miller, H.; Betanzos-Cabrera, G. Spray-Drying Microencapsulation of Pomegranate Juice Increases its Antioxidant Activity After In Vitro Digestion. *Int. J. Food Sci. Technol.* **2021**, *56*, 5089–5096. DOI: [10.1111/ijfs.15093](https://doi.org/10.1111/ijfs.15093).
- [33] Isik, B. S.; Altay, F.; Capanoglu, E. The Uniaxial and Coaxial Encapsulations of Sour Cherry (*Prunus cerasus* L.) Concentrate by Electrospinning and Their In Vitro Bioaccessibility. *Food Chem.* **2018**, *265*, 260–273. DOI: [10.1016/j.foodchem.2018.05.064](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.05.064).
- [34] Agboola, S. O.; Mofolasayo, O. A.; Watts, B. M.; Aluko, R. E. Functional Properties of Yellow Field Pea (*Pisum sativum* L.) Seed Flours and the In Vitro Bioactive Properties of Their Polyphenols. *Food Res. Int.* **2010**, *43*, 582–588. DOI: [10.1016/j.foodres.2009.07.013](https://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.07.013).
- [35] Norkaew, O.; Thitisut, P.; Mahatheeranont, S.; Pawin, B.; Sookwong, P.; Yodpitak, S.; Lungkaphin, A. Effect of Wall Materials on Some Physicochemical Properties and Release Characteristics of Encapsulated Black Rice Anthocyanin Microcapsules. *Food Chem.* **2019**, *294*, 493–502. DOI: [10.1016/j.foodchem.2019.05.086](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.086).
- [36] Khalesi, M.; FitzGerald, R. J. In Vitro Digestibility and Antioxidant Activity of Plant Protein Isolate and Milk Protein Concentrate Blends. *Catalysts* **2021**, *11*, 787. DOI: [10.3390/catal11070787](https://doi.org/10.3390/catal11070787).

- [37] Mihaylova, D.; Desseva, I.; Stoyanova, M.; Petkova, N.; Terzyiska, M.; Lante, A. Impact of In Vitro Gastrointestinal Digestion on the Bioaccessibility of Phytochemical Compounds from Eight Fruit Juices. *Molecules* **2021**, *26*, 1187. DOI: [10.3390/molecules26041187](https://doi.org/10.3390/molecules26041187).
- [38] Vergara, C.; Pino, M. T.; Zamora, O.; Parada, J.; Pérez, R.; Uribe, M.; Kalazich, J. Microencapsulation of Anthocyanin Extracted From Purple Flesh Cultivated Potatoes by Spray Drying and its Effects on In Vitro Gastrointestinal Digestion. *Molecules* **2020**, *25*, 722. DOI: [10.3390/molecules25030722](https://doi.org/10.3390/molecules25030722).
- [39] Strauch, R. C.; Lila, M. A. Pea Protein Isolate Characteristics Modulate Functional Properties of Pea Protein–Cranberry Polyphenol Particles. *Food Sci. Nutr.* **2021**, *9*, 3740–3751. DOI: [10.1002/fsn3.2335](https://doi.org/10.1002/fsn3.2335).
- [40] Fredes, C.; Osorio, M. J.; Parada, J.; Robert, P. Stability and Bioaccessibility of Anthocyanins From Maqui (*Aristotelia chilensis* [Mol.] Stuntz) Juice Microparticles. *LWT* **2018**, *91*, 549–556. DOI: [10.1016/j.lwt.2018.01.090](https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.01.090).
- [41] Chen, X.; Ting, J. L. H.; Peng, Y.; Tangjaidee, P.; Zhu, Y.; Li, Q.; Shan, Y.; Quek, S. Y. Comparing Three Types of Mandarin Powders Prepared Via Microfluidic-Jet Spray Drying: Physical Properties, Phenolic Retention and Volatile Profiling. *Foods* **2021**, *10*, 123. DOI: [10.3390/foods10010123](https://doi.org/10.3390/foods10010123).
- [42] de Souza, V. B.; Fujita, A.; Thomazini, M.; da Silva, E. R.; Lucon, J. F., Jr.; Genovese, M. I.; Favaro-Trindade, C. S. Functional Properties and Stability of Spray-Dried Pigments from Bordo Grape (*Vitis labrusca*) Winemaking Pomace. *Food Chem.* **2014**, *164*, 380–386. DOI: [10.1016/j.foodchem.2014.05.049](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.05.049).
- [43] Sęczyk, Ł.; Świeca, M.; Kapusta, I.; Gawlik-Dziki, U. Protein–Phenolic Interactions as a Factor Affecting the Physicochemical Properties of White Bean Proteins. *Molecules* **2019**, *24*, 408. DOI: [10.3390/molecules24030408](https://doi.org/10.3390/molecules24030408).

Carriers based on dairy by-products and dehumidified-air spray drying as a novel multiple approach towards improved retention of phenolics in powders: sour cherry juice concentrate case study

Alicja Barańska,^{a*} Anna Michalska-Ciechanowska,^b Aneta Wojdyło,^b Viacheslav A. Mykhailyk,^c Tetiana V. Korinchevska^c and Katarzyna Samborska^a

Abstract

BACKGROUND: Sour cherry juice concentrate powder can serve as a modern, easy-to-handle, phenolics-rich merchandise; however, its transformation into powdered form requires the addition of carriers. In line with the latest trends in food technology, this study valorizes the use of dairy by-products (whey protein concentrate, whey, buttermilk, and mixes with maltodextrin) as carriers. A new multiple approach for higher drying yield, phenolics retention (phenolic acids, flavonols and anthocyanins) and antioxidant capacity of powders were tested as an effect of simultaneous decrease of drying temperature due to the drying air dehumidification and lower carrier content.

RESULTS: Dairy-based carriers were effective for spray drying of sour cherry-juice concentrate. The drying yield was increased and retention of phenolics was higher when compared with maltodextrin. The application of dehumidified air, which enabled the drying temperature to be reduced, affected drying yield positively, and also affected particle morphology and retention of phenolics (the phenolic content was approximately 30% higher than with spray drying).

CONCLUSIONS: The study proved that it is possible to apply dairy-based by-products to produce sour cherry juice concentrate powders profitably, lowering the spray-drying temperature and changing the carrier content. Dehumidified air spray drying can be recommended for the production of fruit juice concentrate powders with improved physicochemical properties.

© 2023 Society of Chemical Industry.

Keywords: whey; buttermilk; spray drying; dehumidified air; phenolics

ABBREVIATIONS

| | |
|--------------|--|
| ANTH | sum of identified anthocyanins |
| a_w | water activity |
| BI | browning index |
| BM | buttermilk |
| CA | chlorogenic acid |
| Cy-3-glu | cyanidin-3-O-glucoside |
| Cy-3-glu-rut | cyanidin-3-O-glucosyl-rutinoside |
| Cy-3-rut | cyanidin-3-O-rutinoside |
| Cy-3-so | cyanidin-3-O-soforoside |
| D_{50} | median diameter |
| DASD | dehumidified-air assisted spray drying |
| DCFA | 3,5-dicaffeoylquinic acid |
| Der1Cy | derivative of cyanidin 1 |
| Der1PA | derivative of phenolic acid 1 |
| Der2PA | derivative of phenolic acid 2 |
| FLV | sum of identified flavonols |

| | |
|---------|---------------------------------------|
| FRAP | ferric reducing antioxidant potential |
| H | hygroscopicity |
| HR | Hausner ratio |
| K-3-rut | kaempferol-3-O-rutinoside |
| K-7-glu | kaempferol-7-O-glucoside |

* Correspondence to: Alicja Barańska, Department of Food Engineering and Process Management, Institute of Food Sciences, Warsaw University of Life Sciences (WULS-SGGW), Warsaw, Poland. E-mail: alicja_baranska@sggw.edu.pl

a Department of Food Engineering and Process Management, Institute of Food Sciences, Warsaw University of Life Sciences (WULS-SGGW), Warsaw, Poland

b Department of Fruit, Vegetable and Plant Nutraceutical Technology, Faculty of Biotechnology and Food Science, Wrocław University of Environmental and Life Sciences, Wrocław, Poland

c Institute of Engineering Thermophysics, National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

| | |
|---------------|---|
| MC | moisture content |
| MD | maltodextrin |
| NCA | neochlorogenic acid |
| PA | sum of identified phenolic acids |
| <i>p</i> -CoA | <i>p</i> -coumaric acids |
| Pe-3-rut | peonidin-3- <i>O</i> -rutinoside |
| POLY | total identified phenolic compounds |
| Q-3-gal | quercetin-3- <i>O</i> -galactoside |
| Q-3-glu | quercetin-3- <i>O</i> -glucoside |
| Q-3-gluc | quercetin-3- <i>O</i> -glucuronide |
| RC | retention coefficient |
| R_p | powder recovery |
| SCJC | sour cherry juice concentrate |
| SD | spray drying |
| TEAC ABTS | Trolox equivalent antioxidant capacity |
| T_g | glass transition temperature |
| UPLC | ultra-performance liquid chromatography |
| W | whey |
| WPC | whey protein concentrate |
| ΔE | total color change |
| ρ_{app} | apparent density |
| ρ_L | loose and bulk density |
| ρ_T | tapped bulk density |

INTRODUCTION

A significant increase in the global consumption of milk products has led to an excess of its by-products (whey, buttermilk, etc.). They pose a challenge to the dairy industry due to their high organic compound content, which could lead to environmental risks. New recycling strategies for these nutritious by-products involve adding them to different foods.¹ Dairy by-products have drawn attention because of the presence of health-beneficial compounds,² making them an attractive additive for production of functional foods and/or nutraceuticals. Protein-based carriers, applied in the spray-drying of sugar-rich products, are promising alternatives to hydrolyzed starches and gums commonly used in the food industry because of their excellent functional properties (i.e., solubility, acceptable viscosity, emulsification ability and film-formation capability).^{1,3} Among dairy products, whey obtained during cheese production has technological functions, including emulsifying and gelling properties, in addition to its biological benefits.⁴ Its proteins may be used successfully as a carriers for the encapsulation of bioactive substances, including phenolics that originate from plants, and may simultaneously protect them during digestion.⁴ Buttermilk, a residue obtained during butter production, contains a milk fat globule membrane mixture of phospholipids and proteins that naturally emulsify fat.⁵ The revaluation of dairy by-products as ingredients for the production of nutrition-dense functional plant products may lead to their re-cycling and may provide additional functional properties.

Sour cherry is consumed globally, mainly in a fresh form or as a juice, concentrate, jam, or dried merchandise, due to its health-promoting constituents and sensory attributes.^{6,7} One new approach is the conversion of sour cherry juice concentrate into powder form. This is more stable and can result in reduced volume, extended shelf life, and simpler handling and transportation.⁸ Fruit-based concentrates, when processed into a powder, create more possibilities for further use in new products with improved functional properties. However, due to a greater low molecular weight sugar content (i.e., glucose and fructose) with low glass transition temperature (T_g) such materials present

difficulties with regard to drying (formation of particles) as they tend to become sticky during the processing. Stickiness is strongly connected with glass transition. When the temperature of material during drying is higher than $T_g + 20$ °C, the glassy state is not formed and the material stays in the form of viscous syrup even with very low moisture content. This phenomenon, which is typical of sugar-rich materials like fruit juices and concentrates, is a major reason for the application of carriers, which, due to their composition, increase T_g , reduce stickiness, and make the production of glassy amorphous powder possible. Apart from the addition of carriers, another possibility to avoid stickiness is to lower the drying temperature. However, it is difficult to provide the driving force for water evaporation when the temperature is significantly reduced. Recently, dehumidified air-assisted spray drying (DASD) has attracted considerable attention because of the possibility of lowering drying temperature, as the reduced air humidity helps to maintain the evaporation at acceptable level. Dehumidified air-assisted spray drying enables to decrease carrier content in food powders; it reduces stickiness, and it increases drying yield and the retention of selected bioactives.^{9,10} It may thus aid the production of powders with better physicochemical properties in comparison with spray drying.

Numerous studies confirmed that different drying techniques and operating conditions – the parameters (temperature, air humidity, feed ratio speed, rotary atomizer speed) as well as the types of carrier (carbohydrate based, protein based, etc.) influence, to differing extents, the phenolics profile and their quantity in fruit-based powders.^{9,11-13} It is therefore crucial to search for solutions that respond to the needs and expectations of consumers and the requirements of industry.

In line with the current trends in the food industry and consumers expectations linked to the reapplication of food by-products, this study examined the spray drying performance of sour cherry juice concentrate with dairy by-products as carrier agents. This research (1) focuses on explaining the differences how low temperature spray drying with the application of dehumidified air and conventional, a high temperature spray drying influence powders properties; (2) investigates the effect of drying parameters (drying air humidity and temperature) and the type of carriers on the quality of powders, based on physicochemical properties, including the quantification of phenolics and antioxidant capacity.

MATERIALS AND METHODS

Materials

A commercial sour cherry juice concentrate (SCJC) (67 °Brix; acidity: malic acid 0.0723 kg·kg⁻¹; 1.5 NTU; fructose: 0.302 kg·kg⁻¹, glucose: 0.407 kg·kg⁻¹) was obtained from Białuty (Błonie, Poland). Powdered carriers used in the study were: maltodextrin DE15 (MD) (Amylon, Havlíčkův Brod, Czech Republic), whey protein concentrate (WPC) (Mlekovita, Wysokie Mazowieckie, Poland) (fat 0.017 kg·kg⁻¹, carbohydrates 0.15 kg·kg⁻¹, protein 0.8 kg·kg⁻¹); whey (W) (Mlekovita) (fat 0.01 kg·kg⁻¹, carbohydrates 0.83 kg·kg⁻¹, protein 0.12 kg·kg⁻¹), buttermilk (BM) (Zielony Klub, Kielce, Poland) (fat 0.058 kg·kg⁻¹, carbohydrates 0.49 kg·kg⁻¹, protein 0.343 kg·kg⁻¹).

Experimental design

Ten variants of the liquid feed solutions (concentration 1 kg water·kg total solids⁻¹) were prepared. They contained SCJC, distilled water and an appropriate carrier. Five types of carriers were applied: MD, a blend of MD and WPC (1:1, solids, w/w), a

blend of MD and W (1:1, solids, w/w), a blend of MD and BM (1:1, solids, w/w), and W. The mass fraction of carrier solids in feed solution total solids was 0.5 (the SCJC solids to carrier solids ratio was 50:50; symbols: MD50, MDWPC50, MDW50, MDBM50, W50) or 0.3 (SCJC solids to carrier solids ratio 70:30; symbols: MD70, MDWPC70, MDW70, MDBM70, W70). Variants with carrier mass fraction in total solids 0.5 were spray dried by two methods (it gave 10 variants of powders), while those with mass fraction 0.3 could be dried only by the DASD method (it gave five additional types of powders), as described below (Table 1).

Spray drying

A Mobile Minor (GEA, Skanderborg, Denmark) pilot spray dryer (co-current mode) was used to produce powders from 500 g of feeds, which were pumped at a feed ratio speed of $0.2 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$. The rotation speed of the rotary atomizer was $11\,180 \times g$ (26 000 rpm). During conventional spray drying (SD) a temperature of 180/80 °C (inlet/outlet) was used, but for DASD a temperature of 80/55 °C was applied (Table 1). The inlet air humidity during DASD was reduced to below $0.3 \text{ g} \cdot \text{m}^{-3}$ by an air dehumidification system containing a TAEvo TECH020 cooling unit (MTA, Codogno, Italy), a condensation unit (SWEGON, Västra Frölunda, Sweden), and an adsorption unit (ML270, Munters, Kista, Stockholm, Sweden). Variants containing lower carrier content (mass fraction of carrier solids in total solids = 0.3), and at the same time a higher amount of SCJC (mass fraction of SCJC solids in total solids = 0.7) could only be produced by using the DASD method. Each variant was spray dried in duplicate. After the experiment was completed, the powder recovery (R_p) was calculated as the ratio of solids content in the powder that was obtained to the amount of solids in the liquid feed, expressed as a percentage.

Viscosity of liquid feeds

The viscosity of liquid feeds was analyzed in triplicate ($n = 3$) by MARS40 Haake rheometer (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA) with coaxial cylinder geometry at 25 °C and shear rate from 0 to 100 s^{-1} . The viscosity was calculated as the relationship between shear stress and shear rate.

Powder characterization

The powders were characterized for: particle morphology, particle size distribution - median diameter (D_{50}), moisture content (MC), water activity (a_w), hygroscopicity (H), loose and tapped bulk density (ρ_L , ρ_T), apparent density determined by pycnometer (ρ_{app}), loose bed porosity (ϵ_L), flowability (Hausner Ratio - HR). The scale of powders' flowability was determined as reviewed by Juárez-Enriquez¹⁴: <1.25 fine powders of good flowability, 1.25–1.4 average flowability, >1.40 cohesive powders). The characterization of obtained powders was performed as described by Barańska *et al.*¹⁵

Glass transition temperature

The T_g was examined using a DSM-2 M differential scanning microcalorimeter (Pushchino, Russia). The temperatures of the melting points of gallium (+29.76 °C) and naphthalene (+80.26 °C) were used to calibrate the temperature scale. To ensure that the remaining water was removed from the powders, samples loaded in calorimetric containers with lids were placed in the excicators with fresh P_2O_5 (30 days). Prior to measurement, the containers were sealed hermetically in an air atmosphere with a relative humidity of 30%. The samples were cooled in a calorimeter from +20 to –10 °C without recording cooling curves, and then scanned from –10 °C to +100 °C at a speed of $8 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. An empty sealed container was used as a reference. The T_g was determined from the heating curves on an enlarged scale as:

$$T_g = \frac{T_{ge} - T_{g0}}{2} + T_{g0} [^\circ\text{C}] \quad (1)$$

where:

- T_{g0} – temperature of the beginning of the glass transition [°C];
- T_{ge} – temperature of the end of the glass transition [°C].

Color and browning index

Liquid feed solutions prior to spray drying, powders after drying, and powders after reconstitution to the initial concentration ($1 \text{ kg water} \cdot \text{kg total solids}^{-1}$) were analyzed using a CR-5 colorimeter (Konica-Minolta, Tokyo, Japan) in CIE L^*a^*b color space ($n = 3$). The total color change (ΔE) of reconstituted powders and the browning index (BI) were calculated as follows:

Table 1. Variants of sour cherry juice concentrate spray drying: conventional spray drying (SD), dehumidified air assisted spray drying (DASD) with maltodextrin (MD), whey (W), and blends of maltodextrin with whey protein concentrate (WPC), whey (W), and buttermilk (BM) as carriers

| Variant | Carrier type | Spray drying method | Inlet/outlet air temperature (°C) | Concentrate solids to carrier solids ratio (w/w) |
|-------------|--------------|---------------------|-----------------------------------|--|
| MD50SD | MD | SD | 180/80 | 50:50 |
| MDWPC50SD | MD + WPC | | | |
| MDW50SD | MD + W | | | |
| MDBM50SD | MD + BM | | | |
| W50SD | W | | | |
| MD50DASD | MD | DASD | 80/55 | 50:50 |
| MDWPC50DASD | MD + WPC | | | |
| MDW50DA0SD | MD + W | | | |
| MDBM50DASD | MD + BM | | | |
| W50DASD | W | | | |
| MD70DASD | MD | DASD | 80/55 | 70:30 |
| MDWPC70DASD | MD + WPC | | | |
| MDW70DA0SD | MD + W | | | |
| MDBM70DASD | MD + BM | | | |
| W70DASD | W | | | |

$$\Delta E = \sqrt{(L^*_0 - L^*)^2 + (a^*_0 - a^*)^2 + (b^*_0 - b^*)^2} \quad (2)$$

$$BI = \frac{100 \cdot \left(\left(\frac{a^* + 1.75L^*}{5.645L^* + a^* - 0.3012b^*} \right) - 0.31 \right)}{0.17} \quad (3)$$

where: L^*_0 , a^*_0 , b^*_0 indicated the color parameters of liquid feeds prior to spray drying, and L^* , a^* , b^* were the color parameters of the reconstituted powders.

Determination of phenolics by ultra-performance liquid chromatography

The extracts of analyzed powders were determined as described by Wojdyło et al.⁶ The analysis of phenolics (POLY) was carried out using an Acquity ultra-performance liquid chromatography (UPLC) system (Waters, Milford, MA, USA) with a Q-ToF (quadrupole time-of-flight) mass spectrometer (Waters, Manchester, UK). The results were examined in duplicate ($n = 2$) using Empower 3 software and were expressed in g per kg of solids.

Antioxidant capacity in vitro

The antioxidant capacity and reducing potential of 80% methanol (v/v) extracts obtained from the powders that were analyzed was evaluated on the basis of ferric reducing antioxidant potential (FRAP) and ABTS^{•+} (2,2'-azinobis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) radical cation scavenging assays using a Synergy H1 spectrophotometer (BioTek Instruments Inc., Winooski, VT, USA).¹⁶ The results were expressed as mmol Trolox equivalent (TE) per kg of solids. The determinations were made in duplicate ($n = 2$).

Retention coefficient

The retention coefficient (RC) was calculated as proposed by Samborska et al.:⁹

$$RC = \frac{C_1 \cdot S}{C \cdot S_M} \cdot 100\% \quad (4)$$

where C_1 is the concentration in the powder (per 100 g of powder solids), S is the solid content in the raw food material (% w/w), C is the concentration in SCJC (per 100 g of SCJC), S_M is the share of SCJC solids in powder solids (% w/w).

Statistical analysis

The results were presented as averages \pm standard deviations. The analysis of variance (ANOVA) and Tukey tests were performed using Statistica 13.3 software, with a significance level of $\alpha = 0.05$, with the purpose of determining significant differences between average values of examined parameters. Pearson correlation analysis was performed to derive the correlation coefficient for physical and chemical properties, separately, with a significance level of $\alpha = 0.05$. Principal component analysis (PCA) was performed after data standardization for chemical properties and color to reduce the dimensions of the data and to identify the relationships between observations and variables. The results of the PCA were presented as a biplot graph.

RESULTS AND DISCUSSION

Viscosity of liquid feed

As the feed materials were Newtonian fluids, the viscosity was not dependent on the shear rate. The viscosity values ranged from 15.7 ± 1.4 up to 377.2 ± 11.3 mPa·s (Table 2). Similar values were recorded for SD and DASD variants with the mass fraction of SCJC solids in total solids 0.5 and with the same carriers as the

composition of liquid feed of these samples was the same. It was observed that feeds with higher SCJC content (lower carrier content) had lower viscosity for each carrier type and blend. A similar observation was made by Samborska et al.¹⁷ in the case of honey. Similarly to honey feeds, this was an effect of viscosity-creating ability of carriers. Comparing the effect of the carrier type, the lowest values were the samples with W only, and the highest were the variant containing the blend of MD and WPC. Protein carriers had high levels of viscosity even at low concentrations, unlike maltodextrin.¹⁸ As WPC is a source of concentrated proteins, it formed feeds with the highest viscosity. The BM and W had lower protein content, thus they presented lower viscosity in combination with MD, while the absence of MD caused a reduction in this parameter (W had low viscosity due to the lack of protein).

Spray drying performance – powder recovery

The content of the carrier that is added to produce sugar-rich matrices (fruit juices or honey) using conventional high temperature spray drying is not usually lower than 50%.¹⁹ In the study, an application of dehumidified air as a drying medium enabled to lower carrier content in the powders down to the mass fraction of carrier solids in total solids of 0.3. The R_p of the powders that were obtained ranged from 40.7 ± 4.0 to $72.2 \pm 0.2\%$ (Table 2). The influence of carrier type, its content, and drying parameters were observed. In the case of laboratory and pilot spray drying, R_p over 50% indicates successful drying.²⁰ Thus, the drying experiments that were performed can be classified as successful, except for the MDW50SD, MDBM50SD, MDBM70DASD, and W70DASD variants. However, two of them (MDW50 and MDBM50) were facilitated by the DASD approach (R_p increased to over 50%), and the other two were produced with an increased level of SCJC, and R_p was above 40%, while after application of a high temperature during SD it was not possible to obtain any powder with such low carrier content. This underlines the applicability of air dehumidification as a means of conducting the effective drying of materials that are difficult to dry due to their low T_g value. Sarabandi et al.²¹ and Can Karaca et al.⁸ spray dried SCJC and reported R_p levels from 42.2 to 57.1% (the highest noted for the powders with the combination of MD and gum Arabic), and in the range of 23–92%, respectively. However, such a high value (obtained with MD) resulted from a very low concentrate content (the mass fraction of concentrate solids in total solids of 0.25) and a relatively low inlet air temperature (140 °C). Apart from the significant effect of the lower drying temperature, the influence of the carrier type could also be observed. In general, the highest R_p values were noted for the MDWPC blend, as it was the only carrier composition for which DASD did not significantly alter the R_p , because it was already high after SD drying. The aim of this study was to replace WPC in the blend with MD by other dairy by-products, which are not as highly processed as WPC. The MDW blend had a similar R_p to MDWPC for the 50DASD and 70DASD approaches (the differences between them were not statistically significant), while for 50SD lower R_p of MDW was noted than for MDWPC. The MDBM blend was less effective; thus W alone was chosen to be tested without MD. The R_p that was obtained was at the acceptable medium range, but lower than for MDWPC and MDW.

Powder characterization

Particles morphology and size

The particles of the powders that were obtained differed significantly in their morphology and size (Fig. 1). The morphology

Table 2. Viscosity of feed solutions, powder recovery (R_p) and physical properties of SCJC powders containing 50% and 70% (w/w solids) of SCJC obtained by conventional spray drying (SD), dehumidified-air assisted spray drying (DASD) with maltodextrin (MD), whey (W), and blends of maltodextrin with whey protein concentrate (WPC), whey (W), and buttermilk (BM) as carriers

| Variant | Viscosity (mPa·s) | R_p (%) | MC (%) | a_w | H (%) | T_g (°C) | D_L (g·mL ⁻¹) | D_T (g·mL ⁻¹) | D_{ap} (g·mL ⁻¹) | ϵ_L (%) | HR (-) |
|-------------|---------------------------|---------------------------|-------------------------|-----------------------------|----------------------------|--------------------------|-----------------------------|-----------------------------|--------------------------------|--------------------------|---------------------------|
| MD50SD | 32.7 ± 0.5 ^{cd} | 54.0 ± 0.1 ^{cde} | 3.3 ± 0.3 ^{ab} | 0.113 ± 0.003 ^c | 18.4 ± 0.3 ^g | 41.5 ± 0.1 ^g | 0.45 ± 0.01 ^a | 0.60 ± 0.01 ^a | 1.46 ± 0.01 ^{def} | 68.9 ± 0.9 ^f | 1.31 ± 0.02 ^e |
| MDWPC50SD | 377.2 ± 11.3 ^f | 70.1 ± 1.8 ^g | 3.8 ± 0.2 ^{bc} | 0.056 ± 0.002 ^a | 19.9 ± 0.4 ^g | 45.2 ± 0.1 ^k | 0.44 ± 0.02 ^a | 0.65 ± 0.02 ^b | 1.34 ± 0.01 ^b | 68.2 ± 1.5 ^{ef} | 1.49 ± 0.04 ^f |
| MDW50SD | 30.7 ± 0.9 ^{bcd} | 43.0 ± 5.3 ^{ab} | 2.3 ± 0.2 ^a | 0.105 ± 0.001 ^{bc} | 16.3 ± 0.4 ^{def} | 41.0 ± 0.1 ^g | 0.53 ± 0.01 ^d | 0.76 ± 0.02 ^{cd} | 1.44 ± 0.04 ^d | 62.6 ± 2.5 ^f | 1.42 ± 0.02 ^{gh} |
| MDBM50SD | 38.3 ± 0.2 ^d | 48.7 ± 1.0 ^{bc} | 3.7 ± 0.2 ^{bc} | 0.116 ± 0.004 ^c | 17.8 ± 0.6 ^{efg} | 42.7 ± 0.1 ^h | 0.58 ± 0.02 ^{ef} | 0.80 ± 0.01 ^e | 1.49 ± 0.01 ^{gh} | 59.1 ± 2.1 ^f | 1.33 ± 0.05 ^{ef} |
| W50SD | 18.2 ± 1.0 ^a | 55.2 ± 0.1 ^{cde} | 4.6 ± 0.3 ^c | 0.129 ± 0.003 ^{de} | 14.5 ± 0.4 ^{cd} | 28.0 ± 0.1 ^d | 0.76 ± 0.01 ^h | 0.84 ± 0.01 ^f | 1.01 ± 0.00 ^a | 25.4 ± 1.0 ^a | 1.11 ± 0.02 ^a |
| MDW0DASD | 32.7 ± 0.5 ^{cd} | 70.1 ± 0.9 ^g | 4.4 ± 0.4 ^c | 0.189 ± 0.004 ^f | 10.6 ± 0.4 ^{ab} | 44.4 ± 0.1 ^j | 0.57 ± 0.03 ^f | 0.73 ± 0.02 ^c | 1.50 ± 0.01 ^{gh} | 63.2 ± 2.5 ^d | 1.24 ± 0.02 ^{cd} |
| MDWPC50DASD | 377.2 ± 11.3 ^f | 72.5 ± 1.8 ^g | 5.9 ± 0.7 ^d | 0.206 ± 0.004 ^f | 11.7 ± 0.3 ^{bc} | 43.5 ± 0.1 ⁱ | 0.65 ± 0.02 ^g | 0.80 ± 0.03 ^e | 1.37 ± 0.00 ^c | 52.4 ± 1.7 ^b | 1.23 ± 0.02 ^{cd} |
| MDW50DASD | 30.7 ± 0.9 ^{bcd} | 72.2 ± 0.2 ^g | 5.9 ± 0.4 ^d | 0.157 ± 0.003 ^f | 15.0 ± 0.3 ^{cdef} | 43.1 ± 0.1 ^{hi} | 0.52 ± 0.01 ^{cd} | 0.74 ± 0.02 ^{cd} | 1.45 ± 0.02 ^{de} | 64.5 ± 0.7 ^d | 1.45 ± 0.03 ^{hi} |
| MDBM50DASD | 38.3 ± 0.2 ^d | 58.6 ± 2.0 ^{de} | 6.9 ± 0.1 ^d | 0.204 ± 0.006 ^f | 8.6 ± 0.2 ^{ab} | 46.2 ± 0.0 ⁱ | 0.55 ± 0.01 ^{def} | 0.77 ± 0.02 ^{de} | 1.50 ± 0.00 ^{gh} | 63.7 ± 0.6 ^d | 1.41 ± 0.03 ^{gh} |
| W50DASD | 18.2 ± 1.0 ^a | 61.9 ± 4.0 ^{ef} | 8.0 ± 0.2 ^e | 0.141 ± 0.003 ^{de} | 10.5 ± 0.3 ^{ab} | 32.5 ± 0.0 ^f | 0.54 ± 0.01 ^{def} | 0.73 ± 0.02 ^c | 1.48 ± 0.01 ^g | 63.3 ± 1.0 ^d | 1.32 ± 0.02 ^{ef} |
| MD70DASD | 24.9 ± 0.3 ^{abc} | 52.9 ± 0.4 ^{cd} | 6.1 ± 0.5 ^d | 0.136 ± 0.003 ^{de} | 8.8 ± 0.5 ^{ab} | 21.6 ± 0.1 ^b | 0.49 ± 0.01 ^{bc} | 0.57 ± 0.00 ^a | 1.53 ± 0.01 ⁱ | 68.5 ± 0.8 ^{ef} | 1.15 ± 0.02 ^{ab} |
| MDWPC70DASD | 50.5 ± 2.1 ^e | 70.5 ± 3.4 ^g | 8.7 ± 0.5 ^{ef} | 0.128 ± 0.003 ^d | 9.6 ± 0.4 ^{ab} | 28.7 ± 0.1 ^e | 0.62 ± 0.02 ^g | 0.74 ± 0.02 ^{cd} | 1.35 ± 0.01 ^{bc} | 54.1 ± 1.2 ^b | 1.19 ± 0.01 ^{bc} |
| MDW70DASD | 24.9 ± 1.5 ^{abc} | 67.7 ± 4.9 ^g | 8.3 ± 0.5 ^e | 0.095 ± 0.003 ^b | 8.5 ± 0.3 ^a | 26.8 ± 0.1 ^c | 0.47 ± 0.00 ^{ab} | 0.65 ± 0.01 ^b | 1.47 ± 0.01 ^{ef} | 68.0 ± 0.3 ^{ef} | 1.37 ± 0.02 ^{fg} |
| MDBM70DASD | 21.9 ± 0.5 ^{ab} | 40.7 ± 4.0 ^a | 9.4 ± 0.4 ^f | 0.172 ± 0.006 ^g | 14.5 ± 0.6 ^{cde} | 21.8 ± 0.3 ^b | 0.52 ± 0.01 ^{cd} | 0.65 ± 0.01 ^b | 1.51 ± 0.00 ^{hi} | 65.6 ± 0.6 ^{de} | 1.25 ± 0.02 ^d |
| W70DASD | 15.7 ± 1.4 ^a | 49.0 ± 0.3 ^{bc} | 9.6 ± 0.4 ^f | 0.110 ± 0.004 ^c | 9.9 ± 0.4 ^{ab} | 17.7 ± 0.1 ^a | 0.54 ± 0.02 ^{de} | 0.74 ± 0.02 ^{cd} | 1.49 ± 0.01 ^g | 63.8 ± 1.6 ^d | 1.33 ± 0.03 ^{ef} |

Note: ^{a–i}The same letter within the columns indicates no statistically different values (Tukey honestly significant difference test, $P < 0.05$).

was affected by drying conditions, type of carrier, and the content. Comparing samples containing the same level of carrier (the mass fraction of carrier solids in total solids of 0.5), it can be noticed that particles after SD had bigger dimensions and an irregular shape, and they formed conglomerates with liquid bridges. It was a result of difficult drying caused by phenomenon of stickiness at higher temperatures. Similar morphology and increased particle size due to high stickiness was previously indicated by Barańska *et al.*¹⁵ for sour cherry juice concentrate with maltodextrin and pea protein, as well as by Jedlińska *et al.*²² for carrier-free cloudy beetroot juice. On the other hand, the DASD approach facilitated the course of drying – the particles were smaller, more spherical, and scattered. Moreover, even the increase in SCJC content up to a mass fraction of SCJC solids in total solids of 0.7 resulted in smaller, more regular, and less sticky particles than SD50, even though, when comparing DASD samples with carrier solids mass fraction in total solids 0.5 and 0.3, the formation of some conglomerates and liquid bridges due to increased stickiness was observed. These differences in the morphology indicated that samples produced with lower carrier content by DASD, had easier course of drying as compared to powders with higher content of carriers produced by SD. Thus, the usefulness of the application of DASD for production of sour cherry juice concentrate powders with reduced carrier content was confirmed.

With regard to the carrier type, the MDWPC50SD had elongated particles, which resulted from the highest viscosity among all variants, combined with high stickiness during SD. The reduction of drying temperature during DASD for this blend was effective in changing the particles' morphology, even though the viscosity of feed solution MDWPC50DASD was the same. A further decrease of carrier content (MDWPC70DASD), due to lower viscosity, resulted in even more spherical, smaller particles. The powders that were obtained had a unimodal particle size distribution. However, the sample produced by DASD with low content of single W carrier (W70DASD) had a bimodal particle size distribution. At the same time, it was the widest particle size distribution, indicating a difficult course of drying, which was also reflected in the low R_p (Table 2). In each drying trial (50SD, 50DASD and 70DASD) the most problematic morphology (big, sticky, and conglomerated particles) was noted for the MDBM and W variants, which at the same time had low R_p .

Moisture content, water activity, and hygroscopicity

The moisture content (MC) of the powders ranged from 2.3 ± 0.2 to $9.6 \pm 0.4\%$ (wet basis) (Table 2) and a_w was from 0.056 ± 0.002 to 0.206 ± 0.004 . The addition of protein carriers significantly increased the MC in comparison with samples produced with only MD (except 50SD variants). This could be caused by a high water-holding capacity of proteins and by the formation of surface film preventing water evaporation. Similar observations were made by Kang *et al.*,²³ who used gum Arabic and MD as encapsulation carriers for chlorophyll and by Barańska *et al.*,¹⁵ who reported higher MC of powders with the blend of MD and pea protein. When comparing SD and DASD with the same feed solutions (50SD and 50DASD) it was noticed that DASD approach was less effective in water evaporation due to lower drying temperature. In general, as in Tontul and Topuz,³ powders produced by spray drying have MC lower than 5%, and thus can be classified as microbiologically safe with long-term storability. However, the DASD approach differs significantly in terms of drying and evaporation conditions from conventional SD. In available investigations MC of

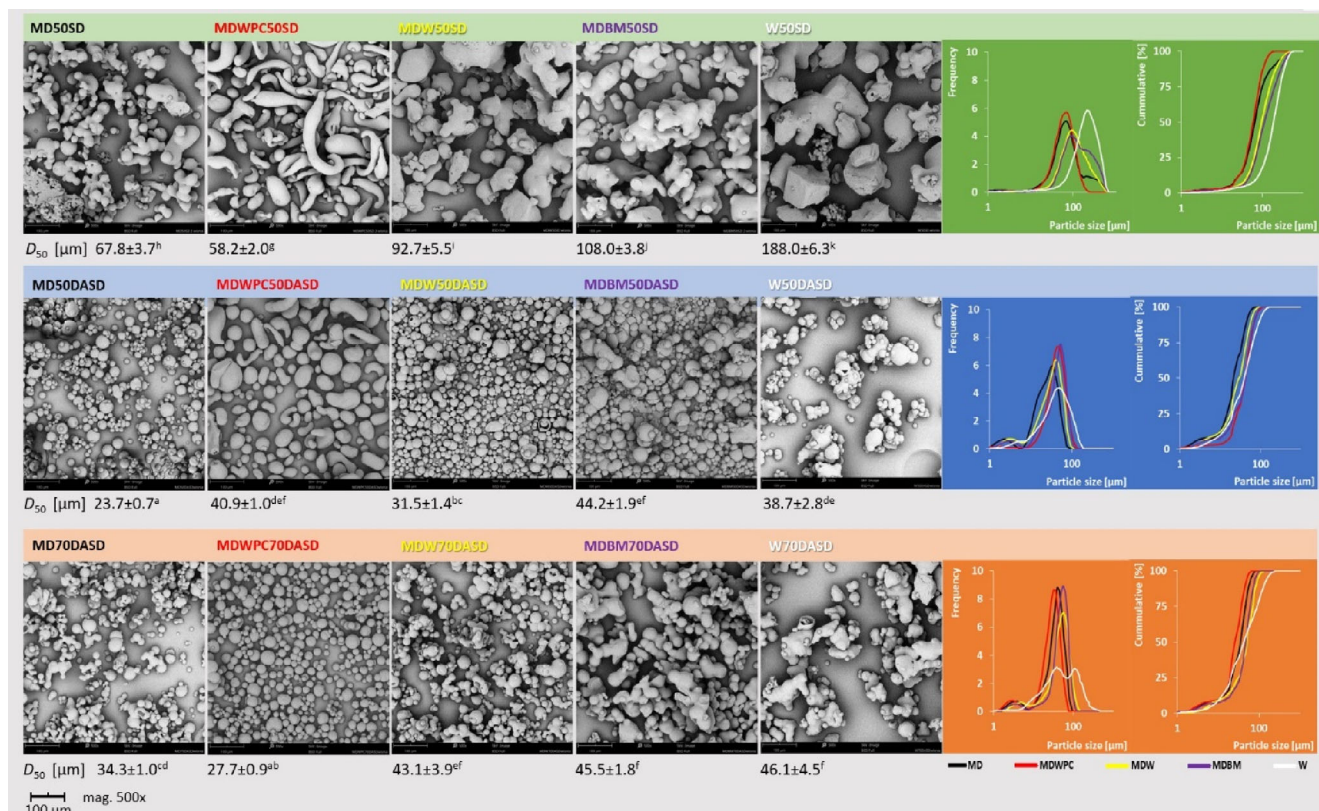


Figure 1. Scanning electron microscopy images, D_{50} values particle size distribution, and cumulative particle size distribution of powders with sour cherry juice concentrate solids mass fraction in total solids of 0.5 (symbol 50) and 0.7 (symbol 70), obtained by conventional spray drying (SD), dehumidified-air assisted spray drying (DASD) with maltodextrin (MD), whey (W), and blends of maltodextrin with whey protein concentrate (MDWPC), whey (MDW), and buttermilk (MDBM) as carriers. Letters a–k: the same letter indicates no statistically different values according to Tukey's honestly significant difference test, $P < 0.05$.

DASD-produced powders was similar as for SD (1–2%) for honey powders as presented by Jedlińska *et al.*,²⁴ or higher (4.2%) than for SD (1.3%) for white mulberry molasses powders as indicated by Samborska *et al.*⁹ A MC higher than 5% can cause some storage problems; however it has to be underlined that MC is not the only important feature influencing powder stability. It should be considered together with a_w , which for samples after DASD was low even when MC was above 5%. In most samples, a_w was lower than 0.2 (described below). The lower carrier content (50DASD and 70DASD) led to higher MC, which resulted from higher water-binding sugar content originating from SCJC (at the same time, 70DASD variants had lower a_w than 50DASD for the same reason). A similar relationship was observed by Barańska *et al.*¹⁵

The positive effect of DASD was noted for hygroscopicity of obtained powders – the DASD samples had lower values than the SD samples. This resulted from the increased MC of DASD powders – the correlation between these parameters was significant (data not shown). Sarabandi *et al.*²¹ noted higher hygroscopicity of SCJC powders spray dried at higher temperature and with higher carrier content.

Glass transition temperature

The T_g of SCJC powders ranged from 17.7 ± 0.1 to 46.2 ± 0.0 °C (Table 2). It decreased significantly with the decrease in the carrier mass fraction in total solids from 0.5 to 0.3. This was a consequence of higher organic acid content and low molecular weight sugars present in SCJC, which generally have low T_g (fructose: 5 °C, glucose: 31 °C, sucrose: 62 °C).²⁵ The T_g of material directly

affects the course of drying (the formation of particles) as products of T_g below the outlet air temperature are considered problematic for spray drying, which further results in low R_{pr} , as the material stays in a rubbery state inside the drying chamber.²⁶ However, the surfaces of particles can have temperatures between 10 and 20 °C lower than the outlet drying temperature. Stickiness also occurs when the temperature of the particle's surface is 10–20 °C higher than T_g .²⁷ These conditions ensured the production of free-flowing powders in every variant, despite the low T_g of powders with low carrier content. Fang and Bhandari²⁸ analyzed the T_g of bayberry juice powders spray dried with whey protein isolate as a carrier at different concentrations. It was reported that T_g ranged from 14.12 to 15.34 °C. However, the authors concluded that because of the proteins' film-forming ability, which occurred on the surface of the particles, the T_g of the particles' outer layer was significantly higher (T_g of the protein was determined at the level of 150.76 ± 1.06 °C). It was deduced that this phenomenon was a reason for the absence of observed difficulties during spray drying. Powders with low T_g (close to ambient temperature) should be stored in tightly sealed packaging or under refrigerated conditions to prevent them from transforming into a rubbery state and caking during storage.

Bulk density and apparent density

Bulk loose (ρ_L) and tapped (ρ_T) densities of analyzed powders ranged from 0.44 ± 0.02 to 0.76 ± 0.01 g·mL⁻¹ and from 0.57 ± 0.00 to 0.84 ± 0.01 g·mL⁻¹, respectively (Table 2). In comparison,

Sarabandi *et al.*²¹ reported ρ_L and ρ_T values of SCJC powders ranging from 0.246 to 0.425 and 0.319 to 0.889 g·mL⁻¹, respectively. The differences in the values might be linked to different drying parameters, carrier types, and their content used for powders preparation.

A high stickiness and conglomerated morphology of particles, as well as bigger particle size results in low ρ_L . However, in the study such straightforward relationships were not observed. Powders with MD as a single carrier had higher ρ_L when DASD was applied, however a reverse effect was noted for powders with the addition of protein carriers. No significant differences were observed and ρ_L did not decrease when the drying temperature was reduced. ρ_L was more affected by particle morphology than by particle size – there was no statistically significant correlation between ρ_L and D_{50} (data not shown).

The apparent density (ρ_{ap}) is related to the internal porosity of particles. Apart from samples W50SD and all MDWPC blends, powders obtained in this research had similar level of this parameter. W50SD had the lowest ρ_{ap} among all variants (the highest internal porosity), while MDWPC blends were in a medium range. ρ_{ap} was significantly negatively correlated with particle size (data not shown), which indicated that particles of bigger size contained more entrapped air.

Flowability and porosity

The Hausner ratio (HR) indicates the flowability of powders. The SCJC powders can be classified from fine to cohesive powders (Table 2). The best flowability was observed for MD and MDWPC, but only after DASD. Sample W50SD, which had the biggest particles among all variants and visible conglomerations (Fig. 1), also had very good flowability. This observation was in line with Barańska *et al.*,^{15,29} who studied SCJC powders and buckwheat honey powders. It showed that increased stickiness, although it is not favorable for drying yield, can positively affect the flowability as a result of the increase in particle size. The comparison between

50DASD and 70DASD samples confirms this observation – 70DASD samples had better flowability (except when W was applied as a carrier).

The loose bed porosity (ϵ_L) of the powders that were obtained ranged from 25.4 ± 1.0 to 68.9 ± 0.9% (Table 2). This parameter affects the shelf life of powder – a higher value indicates more free spaces between particles filled with air; thus it increases the risk of oxidation and shortens the possible duration of storage.³⁰ The positive effect of replacing MD by dairy carriers was observed – it lowered ϵ_L . Thus, these by-products of dairy industry can be applied successfully favoring prolonging the shelf life of SCJC powders. The lower bulk porosity was observed for W50SD sample, even though it has the highest internal porosity.

Color and browning index

The lightness (L^*) of SCJC powders varied from 21.9 ± 1.3 to 44.7 ± 0.6 (Table 3). Powders with higher carrier content obtained at low drying temperature were significantly lighter. Moreover, this study has not confirmed previous research on color changes of spray dried fruit juices with protein-based carriers, as the darkening of powders containing protein carriers was indicated previously.^{15,29,31} This was probably linked to amino acid and sugar interactions leading to the formation of brown pigments as a result of a relatively high drying temperature. However, Sarabandi *et al.*²¹ reported no changes in the L^* parameter of powders produced with the addition of WPC in comparison with powders made with MD and gum Arabic. In comparison to SD samples, DASD powders with the same carrier content had higher values of a^* that indicated more red pigments present in DASD samples (Table 3). This observation underlines the importance of application of dehumidified air as it implies possible lower degradation of pigment including anthocyanins at lower drying temperatures. It was noted that values decreased with the substitution of MD with protein carrier, a^* . The data obtained confirm previous results of Sarabandi *et al.*²¹ who reported lower a^* parameter of

Table 3. The color parameters (L^* , a^* , b^*), browning index (BI), total color difference (ΔE) and antioxidant capacity of SCJC powders measured by FRAP and ABTS methods containing 50% and 70% (w/w solids) of SCJC obtained by conventional spray drying (SD), dehumidified-air assisted spray drying (DASD) with maltodextrin (MD), whey (W), and blends of maltodextrin with whey protein concentrate (WPC), whey (W), and buttermilk (BM) as carriers

| Variant | L^* (–) | a^* (–) | b^* (–) | BI (AU) | ΔE (–) | FRAP (mmol Trolox·100 g solids ⁻¹) | ABTS |
|-------------|--------------------------|-------------------------|-------------------------|--------------------------|--------------------------|---|-----------------------------|
| MD50SD | 39.0 ± 0.5 ^{gh} | 39.8 ± 0.6 ^f | 6.9 ± 0.3 ^e | 64.2 ± 1.5 ^{bc} | 24.2 ± 1.0 ^j | 4.66 ± 0.17 ^b | 4.20 ± 0.07 ^a |
| MDWPC50SD | 38.7 ± 0.8 ^{gh} | 30.1 ± 0.5 ^a | 5.9 ± 0.2 ^{cd} | 50.8 ± 1.5 ^a | 7.2 ± 0.7 ^{bc} | 3.90 ± 0.03 ^{ab} | 5.81 ± 0.44 ^{bcde} |
| MDW50SD | 33.7 ± 0.6 ^e | 38.5 ± 0.3 ^e | 7.7 ± 0.2 ^f | 71.0 ± 0.8 ^{ef} | 10.3 ± 0.3 ^{de} | 4.46 ± 0.03 ^{ab} | 5.05 ± 0.08 ^{abc} |
| MDBM50SD | 29.8 ± 0.5 ^b | 36.1 ± 0.3 ^d | 6.1 ± 0.2 ^d | 74.0 ± 1.4 ^{fg} | 4.6 ± 0.6 ^a | 3.89 ± 0.12 ^{ab} | 4.86 ± 0.26 ^{ab} |
| W50SD | 33.1 ± 1.4 ^{de} | 32.4 ± 0.8 ^b | 5.5 ± 0.4 ^{bc} | 61.9 ± 2.7 ^b | 8.8 ± 1.1 ^{cd} | 3.73 ± 0.08 ^a | 4.43 ± 0.08 ^a |
| MD50DASD | 44.7 ± 0.6 ^j | 42.8 ± 0.4 ^g | 5.0 ± 0.3 ^{ab} | 60.4 ± 1.9 ^b | 20.8 ± 0.6 ⁱ | 4.49 ± 0.18 ^{ab} | 4.80 ± 0.06 ^{ab} |
| MDWPC50DASD | 21.9 ± 1.3 ^a | 33.6 ± 0.3 ^c | 6.6 ± 0.2 ^e | 90.4 ± 3.7 ^j | 8.3 ± 0.8 ^{bcd} | 4.34 ± 0.08 ^{ab} | 5.74 ± 0.39 ^{bcde} |
| MDW50DASD | 42.8 ± 0.3 ⁱ | 42.4 ± 0.4 ^g | 4.8 ± 0.2 ^a | 61.8 ± 0.9 ^b | 15.6 ± 0.6 ^h | 4.43 ± 0.25 ^{ab} | 4.89 ± 0.27 ^{abc} |
| MDBM50DASD | 38.1 ± 0.3 ^g | 41.8 ± 0.2 ^g | 4.9 ± 0.2 ^a | 67.5 ± 0.6 ^{cd} | 4.9 ± 0.7 ^a | 4.00 ± 0.16 ^{ab} | 4.98 ± 0.02 ^{abc} |
| W50DASD | 39.6 ± 0.8 ^h | 39.7 ± 0.4 ^f | 4.7 ± 0.2 ^a | 62.6 ± 1.4 ^b | 12.8 ± 0.6 ^{fg} | 4.34 ± 0.17 ^{ab} | 5.28 ± 0.08 ^{abcd} |
| MD70DASD | 36.6 ± 0.4 ^f | 44.2 ± 0.6 ^h | 8.3 ± 0.4 ^{gh} | 74.4 ± 1.7 ^{gh} | 19.9 ± 2.9 ⁱ | 6.12 ± 0.12 ^c | 6.04 ± 0.02 ^{cde} |
| MDWPC70DASD | 38.2 ± 0.4 ^{gh} | 42.7 ± 0.3 ^g | 4.5 ± 0.2 ^a | 68.1 ± 0.8 ^{de} | 14.7 ± 0.5 ^{gh} | 5.94 ± 0.04 ^c | 7.49 ± 0.10 ^f |
| MDW70DASD | 35.8 ± 0.3 ^f | 44.7 ± 0.2 ^h | 8.4 ± 0.1 ^{gh} | 76.2 ± 0.8 ^{gh} | 20.3 ± 0.4 ⁱ | 6.24 ± 0.06 ^c | 6.74 ± 0.25 ^{ef} |
| MDBM70DASD | 31.2 ± 0.4 ^{bc} | 42.5 ± 0.6 ^g | 8.7 ± 0.4 ^h | 82.2 ± 1.7 ⁱ | 6.6 ± 1.1 ^{ab} | 6.12 ± 0.16 ^c | 6.75 ± 0.21 ^{ef} |
| W70DASD | 31.9 ± 0.6 ^{cd} | 40.5 ± 0.6 ^f | 8.0 ± 0.1 ^{fg} | 77.5 ± 0.6 ^h | 11.6 ± 0.9 ^{ef} | 6.11 ± 0.68 ^c | 6.41 ± 0.79 ^{def} |

Note: ^{a–j}The same letter within the columns indicates no statistically different values (Tukey honestly significant difference test, $P < 0.05$).

| | p-CuA | CA | Der1PA | DCFA | Der2PA | PA | Q-3-glu | Q-3-gal | Q-3-gluc | K-3-rut | K-7-glu | FLV | Cy-3-so | Cy-3-glu-rut | Cy-3-glu | Cy-3-rut | Pe-3-rut | Der1Cy | ANTH | POLY | TEAC ABTS | FRAP | BI | L | a* | b* |
|--------------|-------|------|--------|-------|--------|-------|---------|---------|----------|---------|---------|-------|---------|--------------|----------|----------|----------|--------|-------|-------|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|
| NCA | 0,82 | 1,00 | 0,91 | -0,26 | 0,92 | 0,99 | 0,95 | 0,97 | 0,65 | 0,90 | 0,98 | 0,98 | 0,91 | 0,96 | 0,95 | -0,72 | 0,88 | 0,69 | 0,96 | 0,99 | 0,89 | 0,96 | 0,50 | -0,10 | 0,64 | 0,49 |
| p-CuA | | 0,85 | 0,67 | -0,01 | 0,63 | 0,82 | 0,75 | 0,79 | 0,54 | 0,79 | 0,70 | 0,78 | 0,79 | 0,82 | 0,86 | -0,38 | 0,63 | 0,51 | 0,81 | 0,82 | 0,62 | 0,89 | 0,37 | -0,04 | 0,55 | 0,59 |
| CA | | | 0,91 | -0,27 | 0,91 | 1,00 | 0,94 | 0,97 | 0,65 | 0,91 | 0,95 | 0,97 | 0,91 | 0,97 | 0,96 | -0,71 | 0,87 | 0,67 | 0,96 | 0,99 | 0,87 | 0,97 | 0,51 | -0,10 | 0,66 | 0,52 |
| Der1PA | | | | -0,63 | 0,96 | 0,94 | 0,84 | 0,83 | 0,45 | 0,86 | 0,92 | 0,87 | 0,83 | 0,89 | 0,89 | -0,82 | 0,84 | 0,48 | 0,88 | 0,92 | 0,81 | 0,86 | 0,56 | -0,15 | 0,64 | 0,39 |
| DCFA | | | | | -0,52 | -0,33 | -0,19 | -0,12 | 0,19 | -0,31 | -0,39 | -0,19 | -0,22 | -0,26 | -0,24 | 0,54 | -0,32 | 0,19 | -0,25 | -0,28 | -0,27 | -0,17 | -0,32 | 0,13 | -0,28 | 0,10 |
| Der2PA | | | | | | 0,95 | 0,85 | 0,88 | 0,50 | 0,89 | 0,95 | 0,90 | 0,84 | 0,92 | 0,89 | -0,86 | 0,89 | 0,59 | 0,91 | 0,95 | 0,87 | 0,85 | 0,51 | -0,15 | 0,55 | 0,31 |
| PA | | | | | | | 0,95 | 0,96 | 0,62 | 0,90 | 0,95 | 0,97 | 0,91 | 0,97 | 0,96 | -0,74 | 0,87 | 0,66 | 0,96 | 0,99 | 0,87 | 0,97 | 0,51 | -0,09 | 0,67 | 0,49 |
| Q-3-glu | | | | | | | | 0,92 | 0,62 | 0,84 | 0,87 | 0,94 | 0,83 | 0,90 | 0,88 | -0,70 | 0,73 | 0,69 | 0,88 | 0,93 | 0,86 | 0,94 | 0,40 | -0,02 | 0,61 | 0,54 |
| Q-3-gal | | | | | | | | | 0,75 | 0,90 | 0,94 | 0,99 | 0,90 | 0,93 | 0,92 | -0,64 | 0,88 | 0,77 | 0,94 | 0,97 | 0,86 | 0,95 | 0,40 | -0,02 | 0,62 | 0,49 |
| Q-3-gluc | | | | | | | | | | 0,59 | 0,68 | 0,76 | 0,71 | 0,63 | 0,65 | -0,28 | 0,61 | 0,73 | 0,67 | 0,67 | 0,48 | 0,70 | 0,28 | 0,06 | 0,57 | 0,56 |
| K-3-rut | | | | | | | | | | | 0,93 | 0,93 | 0,84 | 0,88 | 0,86 | -0,67 | 0,85 | 0,68 | 0,89 | 0,92 | 0,88 | 0,89 | 0,42 | -0,11 | 0,50 | 0,44 |
| K-7-glu | | | | | | | | | | | | 0,97 | 0,88 | 0,92 | 0,89 | -0,74 | 0,93 | 0,68 | 0,94 | 0,96 | 0,90 | 0,89 | 0,51 | -0,12 | 0,62 | 0,40 |
| FLV | | | | | | | | | | | | | 0,91 | 0,93 | 0,92 | -0,68 | 0,88 | 0,77 | 0,95 | 0,98 | 0,88 | 0,95 | 0,44 | -0,05 | 0,63 | 0,51 |
| Cy-3-so | | | | | | | | | | | | | | 0,94 | 0,92 | -0,59 | 0,84 | 0,67 | 0,96 | 0,93 | 0,81 | 0,90 | 0,51 | -0,20 | 0,52 | 0,59 |
| Cy-3-glu-rut | | | | | | | | | | | | | | | 0,99 | -0,73 | 0,88 | 0,69 | 0,99 | 0,98 | 0,85 | 0,95 | 0,60 | -0,23 | 0,58 | 0,54 |
| Cy-3-glu | | | | | | | | | | | | | | | | -0,71 | 0,85 | 0,65 | 0,97 | 0,97 | 0,78 | 0,97 | 0,60 | -0,18 | 0,64 | 0,58 |
| Cy-3-rut | | | | | | | | | | | | | | | | | -0,65 | -0,34 | -0,68 | -0,72 | -0,71 | -0,64 | -0,48 | 0,19 | -0,39 | -0,19 |
| Pe-3-rut | | | | | | | | | | | | | | | | | | 0,70 | 0,92 | 0,90 | 0,81 | 0,81 | 0,54 | -0,19 | 0,56 | 0,31 |
| Der1Cy | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 0,73 | 0,71 | 0,64 | 0,68 | 0,48 | -0,25 | 0,35 | 0,52 |
| ANTH | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 0,88 | 0,85 | 0,95 | 0,59 | -0,22 | 0,58 | 0,53 |
| POLY | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 0,88 | 0,97 | 0,53 | -0,13 | 0,64 | 0,52 |
| TEAC ABTS | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 0,79 | 0,42 | -0,20 | 0,34 | 0,34 |
| FRAP | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 0,48 | -0,05 | 0,68 | 0,62 |
| BI | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | -0,79 | 0,21 | 0,60 |
| L | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 0,41 | -0,46 |
| a* | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 0,20 |
| b* | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 0,20 |



Figure 2. A correlation table illustrating the strength and direction of linear correlations between chemical and color parameters of sour cherry juice concentrate powders (NCA, neochlorogenic acid; p-CoA, p-coumaric acids; CA, chlorogenic acid; Der1PA, derivative of phenolic acid 1; DCFA, 3,5-dicaffeoylquinic acid; Der2PA, derivative of phenolic acid 2; PA, sum of identified phenolic acids; Q-3-glu, quercetin-3-O-glucoside; Q-3-gal, quercetin-3-O-galactoside; Q-3-gluc, quercetin-3-O-glucuronide; K-3-rut, kaempferol-3-O-rutinoside; K-7-glu, kaempferol-7-O-glucoside; FLV, flavonols; Cy-3-so, cyanidin-3-O-soforoside; Cy-3-glu-rut, cyanidin-3-O-glucosyl-rutinoside; Cy-3-glu, cyanidin-3-O-glucoside; Cy-3-rut, cyanidin-3-O-rutinoside; Pe-3-rut, peonidin-3-O-rutinoside; Der1Cy, derivative of cyanidin 1; ANTH, sum of identified anthocyanins; POLY, sum of phenolics; TEAC ABTS, ABTS antioxidant capacity; FRAP, ferric reducing antioxidant potential; BI, browning index; L, a*, b*, color parameters). Colors of the cells are proportional to the corresponding correlation coefficients: significant positive correlations are displayed in red, whereas the significant negative correlations are in blue. The cells with white backgrounds indicate non-significant correlations.

SCJC powders for samples with addition of WPC. In the case of coordinate b^* , which describes the proportions of blue and yellow color, the relationship in this study contradicts work by Sarabandi *et al.*²¹ The authors noted increased values with increasing substitution of MD with WPC. In this research, the effect of dehumidified air application was observed, as it decreased values of b^* parameter of produced sour cherry juice concentrate powders.

The BI indicates the level of browning of foods and brown color purity of samples.³² In general, a lower drying temperature led to an increase in BI (Table 3), which was probably more linked to changes of bioactive compounds that occurred during drying,³³ however, the possible influence of sugar browning and the polymerization of phenolics on the brown color cannot be excluded. This contradicts data for the L^* parameter obtained for the powders as a strong negative correlation between L^* and BI was indicated (Fig. 2). It was noticed that SD powders made with the addition of the MDWPC blend had lower BI values than those produced with MD as a single carrier. This may be linked to the protective role of WPC against browning reactions that may occur during spray drying of SCJC. The total color difference (ΔE) of reconstituted powders was influenced by drying method, carrier type, and its content (Table 3). Samples with the addition BM were the most similar to SCJC.

Phenolic compounds

As industrial processing may modify the profile and content of phenolic compounds (POLY) in cherry products, three major groups of those constituents were identified and quantified in SCJC and powders: phenolic acids (PA) (six compounds), flavonols (FLV) (five compounds) and anthocyanins (ANTH) (six compounds).^{6,34} To track the alterations in the content of identified POLY, those constituents were quantified using UPLC and results

are shown in Table 4. The sum of POLY identified in SCJC was 23.57 g·kg⁻¹ solids, whereas in the analyzed powders it ranged from 1.80 to 3.47 g·kg⁻¹ of solids.

To verify the retention of these bioactives in relation to the solids of SCJC with exclusion of carrier effect, the retention coefficient (RC) was also calculated.¹⁵ In this study, the RC value for the sum of identified POLY was, on average, 19% for all analyzed powders (Fig. 3). Previously, the RC values for such powders were around 100% but this was determined using a non-specific method with Folin reagent.¹⁵ It underlines the importance of tracking the changes based on a specific determination method and focusing on single molecules to verify the effect of drying on individual phenolics, excluding the interference of other substances including those present in the carriers.³⁵ With regard to the drying technique, higher content (and higher RC) of all identified POLY was noted for powders produced by DASD – the average content in SD powders (averaged both levels of carrier) was equal only to 69% of the average value for DASD samples (Table 4). It confirmed that DASD could also be applied successfully for fruit powder production.²⁴ It was previously indicated by Akbarbaglu *et al.*³⁶ and Michalska-Ciechanowska *et al.*³⁷ that different carrier types (carbohydrate based, protein based, or blends, etc.) had different affinities for protecting natural bioactives during processing, being dependent on the selected group of POLY. The lowest content of total identified POLY in the study was recorded when MD was used. It was considered as an average for samples produced by SD and DASD, indicating the suitability of application of dairy-based products as carriers. The highest POLY content was noted in the case of the addition of MDW blend (average value of all MDW samples) and it was in line with the RC values (Fig. 3). Thus, the chemical composition of dairy-based products may play an important role in the case of protection of

Table 4. The content ($\text{mg}\cdot 100\text{ g}^{-1}$ solids) of identified phenolic acids, flavonols, and anthocyanins in sour cherry juice concentrate (SCJC) and powders containing 50% and 70% (w/w solids) of SCJC, obtained by conventional spray drying (SD), dehumidified-air assisted spray drying (DASD) with maltodextrin (MD), whey (W), and blends of maltodextrin with whey protein concentrate (WPC), whey (W), buttermilk and (BM) as carriers.

| | SCJC | MD 50SD | MDWPC 50SD | MDW 50SD | MDBM 50SD | W 50SD | MD 50DASD | MDWPC 50DASD | MDW 50DASD | W 50DASD | MDBM 50DASD | W 50DASD | MDWPC 50DASD | MDW 50DASD | W 50DASD | MD 70DASD | MDWPC 70DASD | MDW 70DASD | W 70DASD | MDBM 70DASD | W70 DASD | | | |
|-----------------------|-----------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------------|----------------------------------|-------------------------------------|----------------------------------|------------|----------|-------------|----------|--------------|------------|----------|-----------|--------------|------------|----------|-------------|----------|--|--|--|
| Phenolic acids | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| NCA | 192.36 ± 0.11 | 12.94 ± 0.39 ^{ab} | 12.88 ± 1.9 ^{ab} | 13.58 ± 0.11 ^{ab} | 13.59 ± 0.44 ^{ab} | 12.22 ± 0.47 ^a | 14.56 ± 0.23 ^{ab} | 14.93 ± 0.29 ^b | | | | | | | | | | | | | | | | |
| p-CuA | 16.17 ± 0.02 | 7.53 ± 0.37 ^b | 5.05 ± 0.32 ^a | 5.03 ± 0.03 ^a | 5.75 ± 0.23 ^a | 4.68 ± 0.22 ^a | 5.34 ± 0.0 ^a | 4.97 ± 0.35 ^a | | | | | | | | | | | | | | | | |
| CA | 795.3 ± 5.58 | 59.70 ± 2.26 ^{bc} | 55.24 ± 5.18 ^{ab} | 59.12 ± 0.94 ^{bc} | 59.80 ± 0.53 ^{bc} | 51.85 ± 1.09 ^a | 62.53 ± 1.24 ^c | 64.21 ± 0.52 ^c | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Der1PA | 174.31 ± 1.89 | 15.16 ± 1.03 ^d | 11.81 ± 0.18 ^{bc} | 13.19 ± 0.27 ^{cd} | 15.17 ± 0.3 ^d | 8.72 ± 1.15 ^a | 10.75 ± 0.28 ^{ab} | 26.85 ± 0.65 ^e | | | | | | | | | | | | | | | | |
| DCFA | 26.11 ± 0.36 | 12.7 ± 0.81 ^{efg} | 13.10 ± 1.80 ^g | 14.10 ± 0.01 ^g | 11.85 ± 1.25 ^{d-g} | 15.44 ± 1.95 ^{gh} | 18.07 ± 0.35 ^h | 6.78 ± 0.14 ^{abc} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Der2PA | 12.45 ± 0.04 | 3.11 ± 0.16 ^a | 4.02 ± 1.06 ^a | 3.90 ± 0.29 ^a | 3.17 ± 0.06 ^a | 4.09 ± 0.14 ^a | 4.53 ± 0.61 ^a | 9.45 ± 0.65 ^{bc} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| PA | 1216.7 ± 8.01 | 111.13 ± 5.03^{a-d} | 102.09 ± 10.44^{ab} | 108.92 ± 1.06^{abc} | 109.32 ± 2.81^{a-b-d} | 97.00 ± 2.44^a | 115.79 ± 2.72^{b-e} | 127.19 ± 2.31^e | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Flavonols | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Q-3-glu | 107.35 ± 1.02 | 7.05 ± 1.12 ^{ab} | 8.04 ± 1.39 ^{abc} | 8.61 ± 0.13 ^{abcd} | 6.63 ± 1.56 ^a | 7.42 ± 1.11 ^{ab} | 8.2 ± 1.35 ^{abc} | 7.92 ± 0.32 ^{ab} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Q-3-gal | 291.2 ± 0.26 | 18.73 ± 2.59 ^a | 20.57 ± 3.53 ^a | 20.75 ± 1.85 ^a | 18.95 ± 0.05 ^a | 19.43 ± 2.13 ^a | 24.48 ± 3.26 ^{abc} | 20.36 ± 0.34 ^a | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Q-3-gluC | 36.31 ± 0.01 | 7.12 ± 0.7 ^{abc} | 7.01 ± 0.04 ^{abc} | 9.92 ± 1.01 ^{bcd} | 7.71 ± 0.45 ^{abc} | 6.77 ± 0.74 ^{ab} | 9.94 ± 0.79 | 6.26 ± 0.57 ^a | | | | | | | | | | | | | | | | |
| K-3-rut | 82.79 ± 0.32 | 6.18 ± 0.18 ^{ab} | 6.38 ± 0.44 ^{ab} | 5.88 ± 0.65 ^{ab} | 4.53 ± 0.39 ^{ab} | 3.83 ± 0.05 ^a | 5.2 ± 0.64 ^{ab} | 6.82 ± 0.46 ^{abc} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| K-7-glu | 117.29 ± 2.34 | 7.76 ± 0.04 ^{ab} | 8.76 ± 0.9 ^{ab} | 10.31 ± 1.24 ^{abc} | 9.07 ± 0.46 ^{ab} | 7.3 ± 0.7 ^a | 9.66 ± 0.42 ^{ab} | 10.7 ± 0.27 ^{abc} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| FLV | 634.94 ± 0 | 46.84 ± 4.27^a | 50.76 ± 6.22^a | 55.47 ± 4.88^a | 46.88 ± 1.89^a | 44.76 ± 1.11^a | 57.48 ± 2.92^a | 52.07 ± 0.37^a | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Anthocyanins | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Cy-3-so | 70.93 ± 1.08 | 5.77 ± 0.05 ^{ab} | 5.02 ± 0.94 ^{ab} | 5.58 ± 0.09 ^{ab} | 5.38 ± 0.53 ^{ab} | 4.72 ± 0.57 ^{ab} | 4.86 ± 0.8 ^{ab} | 5.75 ± 0.73 ^{ab} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Cy-3-glu-rut | 293.82 ± 3.58 | 27.73 ± 0.29 ^{bcd} | 19.36 ± 3.11 ^a | 26.1 ± 0.28 ^{abc} | 24.1 ± 2.85 ^{ab} | 22.67 ± 1.85 ^{ab} | 26.24 ± 1.7 ^{abc} | 34.35 ± 0.28 ^d | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Cy-3-glu | 1.56 ± 0.02 | 0.53 ± 0.04 ^{abc} | 0.31 ± 0.04 ^a | 0.43 ± 0 ^a | 0.44 ± 0.13 ^a | 0.36 ± 0.02 ^a | 0.48 ± 0.19 ^{ab} | 0.56 ± 0.07 ^{abc} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Cy-3-rut | 12.79 ± 0.04 | 2.17 ± 0.37 ^c | 1.44 ± 0.14 ^{bc} | 1.84 ± 0.06 ^{bc} | 1.22 ± 0.29 ^{bc} | 1.55 ± 0.12 ^{bc} | 1.32 ± 0.11 ^{ab} | ND | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Pe-3-rut | 99.93 ± 0.12 | 6.49 ± 0.13 ^{ab} | 6.1 ± 1 ^a | 8.36 ± 0.14 ^{abcd} | 7.21 ± 1.65 ^{abc} | 7.18 ± 0.46 ^{abc} | 9.33 ± 0.21 ^{abcde} | 10.95 ± 0.02 ^{def} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Der1Cy | 26.72 ± 0.1 | 1.36 ± 0.11 ^{ab} | 1.44 ± 0.16 ^{ab} | 2.08 ± 0.56 ^{abcd} | 1.23 ± 0.46 ^{ab} | 1.92 ± 0.1 ^{abcd} | 2.23 ± 0.24 ^{bcd} | 1.92 ± 0.11 ^{abcd} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| ANTH | 505.75 ± 4.94 | 44.04 ± 0.99^{ab} | 33.67 ± 5.79^a | 44.38 ± 1.14^{ab} | 39.57 ± 5.91^a | 38.39 ± 3.12^a | 44.46 ± 3.24^{ab} | 53.54 ± 0.39^b | | | | | | | | | | | | | | | | |
| POLY | 2334.7 ± 17.87 | 202.01 ± 0.73^{abc} | 186.52 ± 22.45^{ab} | 208.78 ± 4.98^{a-d} | 195.78 ± 8.63^{ab} | 180.15 ± 4.46^a | 217.73 ± 2.82^{abcd} | 232.8 ± 2.28^{cd} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Phenolic acids | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| NCA | 14.67 ± 0.18 ^b | 14.33 ± 0.23 ^{ab} | 14.36 ± 0.17 ^{ab} | 21.04 ± 0.09 ^c | 22.48 ± 0.21 ^c | 21.99 ± 0.54 ^c | 21.57 ± 0.09 ^c | 21.39 ± 0.85 ^c | | | | | | | | | | | | | | | | |
| p-CuA | 5.18 ± 0.34 ^a | 4.73 ± 0.18 ^a | 4.68 ± 0.21 ^a | 7.38 ± 0.41 ^b | 7.73 ± 0.68 ^b | 7.81 ± 0.36 ^b | 7.42 ± 0.13 ^b | 7.9 ± 0.47 ^b | | | | | | | | | | | | | | | | |
| CA | 63.90 ± 0.16 ^c | 62.11 ± 1.61 ^{bc} | 62.23 ± 1.14 ^{bc} | 90.41 ± 0.46 ^d | 94.74 ± 0.84 ^d | 94.35 ± 1.45 ^d | 92.33 ± 0.55 ^d | 92.07 ± 2.03 ^d | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Der1PA | 27.5 ± 0.56 ^e | 26.86 ± 0.35 ^e | 26.92 ± 0.73 ^e | 39.49 ± 0.09 ^f | 39.53 ± 0.06 ^f | 40.21 ± 0.35 ^f | 39.28 ± 0.31 ^f | 39.39 ± 0.6 ^f | | | | | | | | | | | | | | | | |
| DCFA | 5.33 ± 0.09 ^{ab} | 4.21 ± 0.85 ^a | 5.63 ± 0.31 ^{ab} | 8.76 ± 0.96 ^{bcd} | 9.28 ± 0.70 ^{cde} | 10.08 ± 0.44 ^{cdef} | 9.51 ± 0.63 ^{cdef} | 9.31 ± 0.02 ^{cde} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Der2PA | 7.92 ± 1.31 ^{bc} | 7.13 ± 0.86 ^b | 9.98 ± 0.06 ^{cd} | 12.14 ± 0.4 ^{de} | 15.02 ± 0.13 ^f | 12.93 ± 0.44 ^{ef} | 13.12 ± 1.04 ^{ef} | 14.60 ± 0.14 ^{ef} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| PA | 124.49 ± 1.59^{de} | 119.37 ± 3.71^{cde} | 123.8 ± 2.18^{cde} | 179.2 ± 2.41^f | 188.77 ± 0.95^f | 187.38 ± 3.59^f | 183.24 ± 0.62^f | 184.67 ± 3.85^f | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Flavonols | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Q-3-glu | 9.52 ± 1.22 ^{abcde} | 7.17 ± 1.47 ^{ab} | 8.17 ± 1.09 ^{abc} | 12.59 ± 1.34 ^{cde} | 12.89 ± 0.5 ^{de} | 13.73 ± 1.51 ^e | 14.1 ± 0.61 ^e | 11.32 ± 1.26 ^{bcde} | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Q-3-gal | 20.03 ± 1.61 ^a | 21.4 ± 3.3 ^{ab} | 21.94 ± 1.22 ^{ab} | 30.27 ± 0.42 ^{bc} | 32.26 ± 1.74 ^c | 33.21 ± 2.67 ^c | 31.65 ± 3.2 ^c | 33.35 ± 1.07 ^c | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Q-3-gluC | 6.31 ± 0.28 ^a | 7.49 ± 0.86 ^{abc} | 8.77 ± 1.39 ^{abcd} | 9.48 ± 0.78 ^{abcd} | 8.53 ± 0.39 ^{abcd} | 10.08 ± 1.31 ^{bcd} | 10.23 ± 1.02 ^{cd} | 11.14 ± 1.07 ^d | | | | | | | | | | | | | | | | |
| K-3-rut | 6.38 ± 1.04 ^{ab} | 5.85 ± 0.82 ^{ab} | 6.75 ± 0.79 ^{ab} | 7.49 ± 0.74 ^{bc} | 11.11 ± 0.93 ^d | 11.15 ± 0.52 ^d | 9.88 ± 1.31 ^{cd} | 12.03 ± 1.29 ^d | | | | | | | | | | | | | | | | |

Table 4. Continued

| | MDW 50DASD | MDBM 50DASD | W 50DASD | MD 70DASD | MDWPC 70DASD | MDW 70DASD | MDBM 70DASD | W70 DASD |
|--------------|------------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| K-7-glu | 10.14 ± 0.08 ^{abc} | 11.16 ± 0.63 ^{bcd} | 11.4 ± 0.6 ^{bcd} | 13.57 ± 1.06 ^{cd} | 15.99 ± 1.39 ^f | 15.16 ± 1.04 ^f | 14.65 ± 1.67 ^{df} | 16.23 ± 1.34 ^f |
| FLV | 52.4 ± 0.29^a | 53.07 ± 4.17^a | 57.04 ± 3.89^a | 73.4 ± 1.37^b | 80.78 ± 3.18^b | 83.33 ± 3.93^b | 80.5 ± 4.47^b | 84.07 ± 3.88^b |
| Anthocyanins | | | | | | | | |
| Cy-3-so | 3.23 ± 0.13 ^a | 5.82 ± 0.94 ^{ab} | 7.33 ± 0.19 ^{bc} | 9.55 ± 0.48 ^c | 9.09 ± 1.14 ^c | 9.82 ± 0.27 ^c | 9.6 ± 0.4 ^c | 9.53 ± 1.09 ^c |
| Cy-3-glu-rut | 23.7 ± 2.76 ^{ab} | 24 ± 2.96 ^{ab} | 32.19 ± 1.79 ^{cd} | 47.74 ± 1.72 ^e | 50.06 ± 1.27 ^e | 46.74 ± 0.23 ^e | 48.94 ± 1.75 ^e | 47.62 ± 0.69 ^e |
| Cy-3-glu | 0.44 ± 0.02 ^a | 0.4 ± 0.15 ^a | 0.53 ± 0.08 ^{abc} | 0.82 ± 0.02 ^c | 0.79 ± 0.01 ^{bc} | 0.8 ± 0.04 ^c | 0.81 ± 0.05 ^c | 0.82 ± 0.03 ^c |
| Cy-3-rut | ND | 1.76 ± 0.23 ^{ab} | ND | ND | ND | ND | ND | ND |
| Pe-3-rut | 6.87 ± 0.45 ^{ab} | 10.61 ± 0.14 ^{cde} | 9.74 ± 1.02 ^{bcd} | 12.07 ± 1.97 ^{efg} | 15.11 ± 1.07 ^g | 14.42 ± 0.19 ^{fg} | 10.9 ± 0.23 ^{def} | 15.19 ± 0.9 ^g |
| Der1Cy | 1.15 ± 0.02 ^a | 1.65 ± 0.38 ^{abc} | 1.46 ± 0.08 ^{ab} | 1.69 ± 0.16 ^{abc} | 2.24 ± 0.42 ^{bcd} | 2.59 ± 0.2 ^{cd} | 2.8 ± 0.07 ^d | 2.56 ± 0.22 ^{cd} |
| ANTH | 35.4 ± 3.38^a | 44.25 ± 4.8^{ab} | 51.25 ± 3.17^b | 71.88 ± 4.36^c | 77.28 ± 3.91^c | 74.37 ± 0.93^c | 73.05 ± 2.49^c | 75.72 ± 2.93^c |
| POLY | 212.28 ± 4.91^{bcd} | 216.68 ± 6.29^{bcd} | 232.09 ± 8.69^{cd} | 324.5 ± 6.81^e | 346.83 ± 3.21^e | 345.08 ± 6.98^e | 336.79 ± 4.09^e | 344.45 ± 6.13^e |

Abbreviation: NCA, neochlorogenic acid; *p*-CuA, *p*-coumaric acid; Der1PA, derivative of phenolic acid 1; DCFA, 3,5-dicafeoylquinic acid; Der2PA, derivative of phenolic acid 2; PA, sum of phenolic acids; Q-3-glu, quercetin-3-O-glucoside; Q-3-gal, quercetin-3-O-galactoside; Q-3-glu, quercetin-3-O-glucuronide; K-7-glu, kaempferol-7-O-glucoside; FLV, sum of flavonols; Cy-3-so, cyanidin-3-O-sofurososide; Cy-3-glu-rut, cyanidin-3-O-glucosyl-rutinoside; Cy-3-glu, cyanidin-3-O-glucoside; Cy-3-rut, cyanidin-3-O-rutinoside; Pe-3-rut, peonidin-3-O-rutinoside; Der1Cy, derivative of cyanidin 1; ANTH, sum of identified anthocyanins; POLY, sum of all identified phenolics; ND, not detected.
 Note: ^{a–g}The same letter within the columns indicates no statistically different values (Tukey honestly significant difference test, *P* < 0.05). Rows that are marked with values in bold present the results for major groups of phenolics.

POLY during spray drying of SCJC. The decreased share of carriers in the liquid feeds submitted to DASD (70DASD vs 50DASD) led to slightly higher RC values, resulting in higher POLY content in 70DASD, which did not result only from the increase in SCJC content.

Among groups of POLY quantified in SCJC and powders, the most abundant were phenolic acids (PA), which consisted, on average, of more than 50% of all identified POLY. The content of identified PA in powders ranged from 0.97 to 1.88 g·kg⁻¹ of solids (Table 4). A significantly higher content of PA was noted for powders gained after 70DASD, which was linked to a higher SCJC content and also higher RC values (Fig. 3). It was observed that among carriers used for powders production, the MDW blend resulted in the highest PA content in the powders. Chlorogenic acid (CA) was the dominant PA identified and quantified in powders regardless the type of carrier used for drying (more than a half of all identified PA), followed by derivative of phenolic acid 1 (Der1PA) (18%), neochlorogenic acid (NCA) (12%), 3,5-dicafeoylquinic acid (DCFA) (8%), derivative of phenolic acid 2 (Der2PA) (6%), and *p*-coumaric acid (*p*-CuA) (5%) (Table 4). This composition of PA in powders may result from application of different cultivars for SCJC production.⁶ The lowest RC values were indicated for chlorogenic and neochlorogenic acids, (Fig. 3) indicating that, for both compounds, neither drying nor carrier type significantly influenced their retention. The DASD drying technique allowed a higher content of Der2PA (the average content for 50SD was equal only to 47% of average content for 50DASD), Der1PA (54%), NCA (89%), and CA (91%) in the powders (Table 4). On the other hand, for DCFA and *p*-CuA the content after 50DASD was lower than after 50SD. This suggested different thermal stability of particular phenolics under particular thermal conditions,³⁸ which might be influenced by interactions between protein-based carriers' components. As in Abrahão *et al.*,³⁹ the influence of particular protein-based carriers on the content of individual phenolic acids was noted. Maltodextrin led to the highest content of DCFA and *p*-CuA, whereas a blend of MD and W allowed the highest content of NCA, CA, and Der1PA to be obtained, which, due to their highest share in PA content provided the highest PA content in powders. As the RC values of PA were mostly linked to CA (approx. 20%), significantly higher RC values (above 100%) were indicated for DCFA (but only in the case of SD). Previously, Ferracane *et al.*⁴⁰ observed a thermally induced formation of different dicafeoylquinic isomers in plant-based products, which may suggest its formation during SD, linked with a higher drying temperature. On the other hand, a higher RC was noted for Der2PA after DASD, which may indicate its thermolability (Fig. 3). This showed that retention of selected PA is strongly linked to the drying processes used and the composition of powders, and may be moderated by the drying technique used for powder production.³⁷

The next group of POLY identified in the commercial SCJC and the powders that were produced were flavonols (FLV), among which the presence of quercetin-3-O-galactoside (Q-3-gal), followed by kaempferol-7-O-glucoside (K-7-glu), quercetin-3-O-glucoside (Q-3-glu), quercetin-3-O-glucuronide (Q-3-glu), and kaempferol-3-O-rutinoside (K-3-rut) was confirmed⁴¹ (Table 4). Dehumidified-air assisted spray drying affected the content of identified flavonols in powders – in products with the carrier solids mass fraction in total solids of 0.5 the sum of these constituents for SD equaled to on average 90% of the content in DASD variants (Table 4). Regarding the type of carrier user, similarly to PA, the addition of MDW allowed preserving more FLV than single MD, except of 50DASD variants (Table 4). In the powders that were

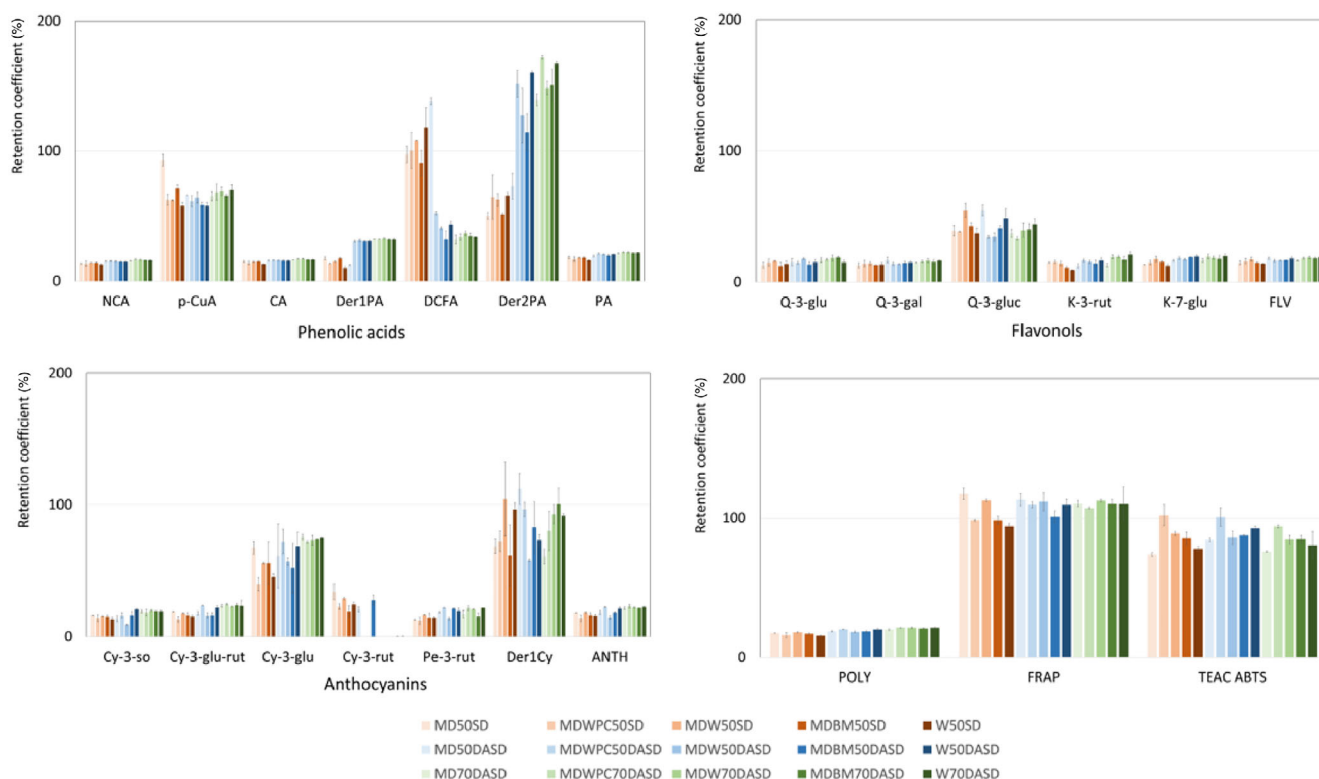


Figure 3. Retention coefficient (%) of identified phenolics and antioxidant capacity measured by TEAC ABTS, and FRAP in powders with SCJC solids mass fraction in total solids of 0.5 (symbol 50) and 0.7 (symbol 70), obtained by conventional spray drying (SD), dehumidified-air assisted spray drying (DASD) with maltodextrin (MD), whey (W) and blends of maltodextrin with whey protein concentrate (WPC), whey (W), buttermilk (BM) as carriers. NCA, neochlorogenic acid; *p*-CoA, *p*-coumaric acids; CA, chlorogenic acid; Der1PA, derivative of phenolic acid 1; DCFA, 3,5-dicaffeoylquinic acid; Der2PA, derivative of phenolic acid 2; PA, sum of identified phenolic acids; Q-3-glu, quercetin-3-*O*-glucoside; Q-3-gal, quercetin-3-*O*-galactoside; Q-3-glu, quercetin-3-*O*-glucuronide; K-3-rut, kaempferol-3-*O*-rutoside; K-7-glu, kaempferol-7-*O*-glucoside; FLV, sum identified of flavonols; Cy-3-so, cyanidin-3-*O*-soforoside; Cy-3-glu-rut, cyanidin-3-*O*-glucosyl-rutinoside; Cy-3-glu, cyanidin-3-*O*-glucoside; Cy-3-rut, cyanidin-3-*O*-rutinoside; Pe-3-rut, peonidin-3-*O*-rutinoside; Der1Cy, derivative of cyanidin 1; ANTH, sum of identified anthocyanins; POLY, sum of identified phenolics.

analyzed, the greatest difference between the average content in 50SD and 50DASD was observed for K-7-glu and K-3-rut; their average content in 50SD equaled 81% and 86% of the average content determined in 50DASD. This could be linked to better embedding of these constituents in protein-based matrix due to their chemical structure.⁴² No alteration was noted for Q-3-glu. The RC of identified FLV was on average 17% (Fig. 3), except for Q-3-glu, for which its average level was 40%. This might point to the protective role of dairy-based carriers in the retention of this flavonol. The decrease in carrier content (50DASD vs 70DASD) led to the increase in the flavonol content, and this increase was not only related to the increase of SCJC content in powders (increase in SCJC mass fraction in total powder solids from 0.5 to 0.7 was the increase by 40%). The average increase of 48% could result from the higher RC of some particular flavonols in 70DASD.

Among identified anthocyanins (ANTH), cyanidin-3-glucosyl-rutinoside (Cy-3-glu-rut) was the major compound⁴¹ – more than 62% of all identified components in this group. This finding was in agreement with Kołodziejczyk *et al.*,⁴³ pointing to the influence of processing on the phenolics profile in the sour cherry products. In the concentrate and analyzed powders, the lower content of cyanidin-3-*O*-soforoside (Cy-3-so) and peonidin-3-*O*-rutinoside (Pe-3-rut) was noted, followed by cyanidin-3-*O*-glucoside (Cy-3-glu) and derivative of anthocyanin (Der1Cy). The 50DASD powders resulted in a higher anthocyanin content – on average the content in 50SD was equal to 87% of the content in 50DASD

products with the same amount of added carrier, regardless of the type used for their production. The RC of summed ANTH was at the level of 19% (Fig. 3) with the highest value noted for 70DASD. A significantly higher Cy-3-glu, Pe-3-rut, and Cy-3-glu-rut content was noted after DASD when compared to SD at the same level of carrier addition (on average their content in 50SD corresponded to 85%, 74% and 85%, respectively, of the content in 50DASD). The only exception was Cy-3-rut, which was present mainly in SD powders, and was linked to its content below the limit of detection in the rest of the analyzed samples. This may also be connected with the different affinity of the selected compounds toward the drying temperature.⁴⁴ Higher temperature during spray drying of grape peel extracts led to higher ANTH content, but only when the highest concentration of carrier was used for drying. Interestingly, W and MDWPC led to higher retention of all identified ANTH among analyzed carriers. This is in line with Oliveira *et al.*⁴⁴ and Parthasarathi and Anandharamakrishnan,⁴⁵ who proved that the addition of WPC resulted in a higher level of ANTH in grape skin extracts and blueberry powders. The authors concluded that interactions might occur between constituents present in such mix and ANTH via hydrophobic interactions,⁴⁶ which protected these compounds from degradation at relatively high temperature during drying. Moreover, Ren *et al.*⁴⁷ emphasized that possible interactions might occur between whey proteins and ANTH, which might lead to color stabilization of the products that are obtained.

Only Cy-3-glu and Der1Cy had higher RC values, of 63% and 83%, respectively (Fig. 3). This might be linked to possible complexation reaction between carriers' components with, e.g., flavylium cation form of anthocyanins toward formation of more stable form of these constituents.⁴⁸

Antioxidant capacity in vitro

Antioxidant capacity was measured by the FRAP and TEAC ABTS methods (Table 3). It indicated the strongest influence of the amount of SCJC in powders, and also in some cases the carrier type. The FRAP and TEAC ABTS values in 50SD were, on average, as much as 96 and 95% of the values determined for 50DASD. The 70DASD powders, containing a higher amount of SCJC, had on average 40 and 30% higher values (FRAP and TEAC ABTS, respectively) than 50DASD. This improvement resulted from an increased amount of SCJC – the increase in the SCJC mass fraction in total solids from 0.5 to 0.7 corresponds to 40% higher FRAP values. Thus, for FRAP values the increase corresponded to the increase of the amount of SCJC, with no change in the retention at changed level of carrier addition. This phenomenon was observed in the values of RC that equaled on average 100% for FRAP. On the other hand, for TEAC ABTS the increase in the SCJC content by 40% (SCJC solids mass fraction in total solids increased from 0.5 to 0.7) did not lead to ABTS values increasing by 40%. The

increase was, on average, only 30%. It indicated that the retention was lower, which was confirmed by lower RC values (on average equal to approximately 85%). There were differences between the carriers in RC values for TEAC ABTS. The MDWPC blend achieved the highest values, close to 100%, and the negative effect of reduced amount of carrier can also be seen because RC was lower for the MDWPC70DASD variant. At the same time, taking into consideration the carrier type, the highest TEAC ABTS values were indicated for powders obtained with the addition of MDWPC blend, and were the lowest in the case of MD (Table 3). This could be linked to the antioxidant properties of MDWPC as a carrier, as it had the strongest ability to scavenge ABTS^{•+} radical cations among all blends analyzed (data not shown). The retention coefficient of FRAP was the highest in the case of MD and MDW. For FRAP the highest absolute values were observed in MD and MDW samples. In general, RC values for FRAP were higher than 100%, being, on average, the highest for the samples produced by 70DASD (Fig. 3). This points to the influence of SCJC compounds (higher content of SCJC) on this property. Both parameters were strongly correlated with the sum of identified phenolics: $r = 0.88$ and $r = 0.97$ (Fig. 2). Taking into consideration the RC of phenolics, the antioxidant capacity may also be linked to other components including, among others, amino acids.⁴⁹

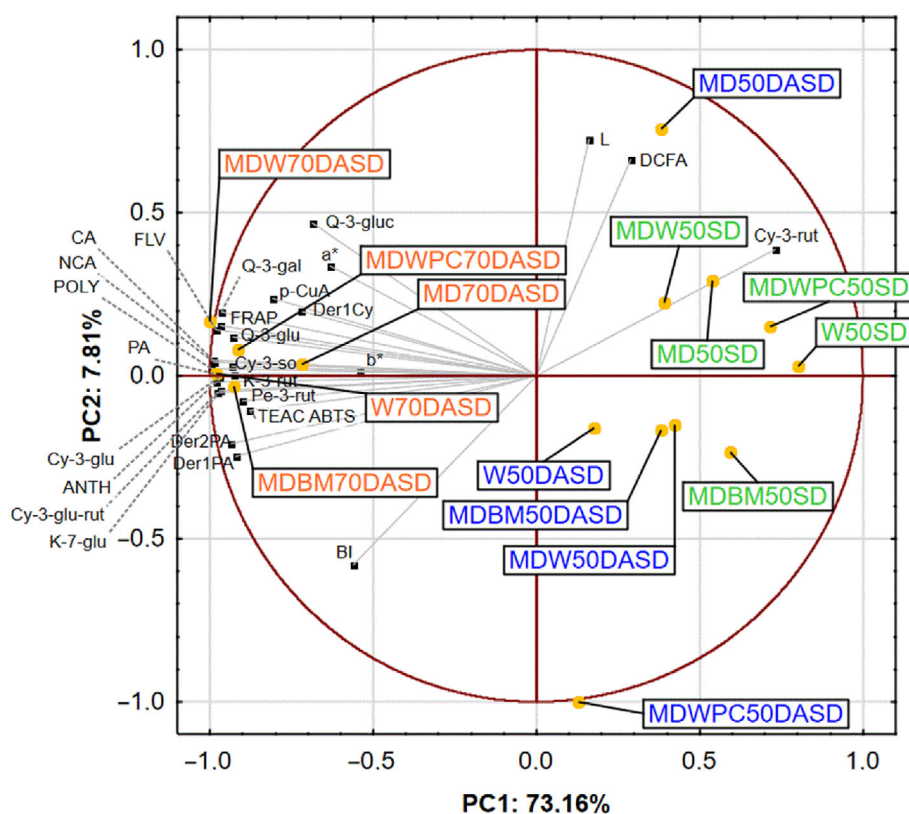


Figure 4. Principal component analysis biplot for chemical properties and colors of sour cherry juice concentrate powders with SCJC solids mass fraction in total solids of 0.5 (symbol 50) and 0.7 (symbol 70) obtained by conventional spray drying (SD), dehumidified-air assisted spray drying (DASD) with maltodextrin (MD), whey (W), and blends of maltodextrin with whey protein concentrate (MDWPC), whey (MDW), buttermilk (MDBM) as carriers. TEAC ABTS, ABTS antioxidant capacity; FRAP, ferric reducing antioxidant potential; POLY, sum of identified phenolics; NCA, neochlorogenic acid; p-CoA, *p*-coumaric acids; CA, chlorogenic acid; Der1PA, derivative of phenolic acid 1; DCFA, 3,5-dicaffeoylquinic acid; Der2PA, derivative of phenolic acid 2; PA, phenolic acids; Q-3-glu, quercetin-3-*O*-glucoside; Q-3-gal, quercetin-3-*O*-galactoside; Q-3-gluc, quercetin-3-*O*-glucuronide; K-3-rut, kaempferol-3-*O*-rutoside; K-7-glu, kaempferol-7-*O*-glucoside; FLV, flavonols; Cy-3-so, cyanidin-3-*O*-sofurososide; Cy-3-glu-rut, cyanidin-3-*O*-glucosyl-rutoside; Cy-3-glu, cyanidin-3-*O*-glucoside; Cy-3-rut, cyanidin-3-*O*-rutoside; Pe-3-rut, peonidin-3-*O*-rutoside; Der1Cy, derivative of cyanidin 1; ANTH, sum of identified anthocyanins; BI, Browning Index.

Principal component analysis

Principal component analysis was performed for visualization of the differences between experimental variants, based on color properties and chemical analysis. Figure 4 shows that the powders can be classified into three groups: (1) Containing powders with SCJC solids mass fraction in total solids of 0.7 obtained by DASD; (2) containing powders with SCJC solids mass fraction in total solids of 0.5 obtained by DASD, except MD50DASD, but including MDBM50SD and (3) containing powders with SCJC solids mass fraction in total solids of 0.5 obtained by SD, except MDBM50SD, but including MD50DASD. Powders produced by 70DASD were similar in terms of the majority of phenolic compounds analyzed and antioxidant capacity. MD50DASD was more similar to 50SD samples than other 50DASD samples, whereas the opposite trend was observed for MDBM50SD. Moreover, MDWPC50DASD differed significantly from all powders analyzed.

CONCLUSIONS

This study proved the possibility of using blends composed of dairy-based by-products and maltodextrin, and also whey as a single carrier, for the successful production of sour cherry juice concentrate powders with a higher drying yield, when compared with the usage of maltodextrin. Dehumidified air spray drying was proposed as a novel approach to the production of powders from this type of fruit juice concentrate that enabled the reduction of carrier content in the powders. At the same time, dehumidified air spray drying provided an easier course of drying than conventional spray drying as lower drying temperature reduced the risk of stickiness. Whey, as a single carrier, differed significantly from other variants resulting in a poorer performance in both drying techniques, which was linked to particle size distribution, morphology, and drying yield. Despite the limitations it demonstrated highly satisfactory flowability. In the powders that were analyzed, 17 phenolics were identified and quantified: six phenolic acids, five flavonols, and six anthocyanins. Dehumidified air spray drying resulted in approximately 30% higher phenolic content in comparison with spray drying, regardless the type of carrier. The content and retention of phenolics was higher for blended carriers with dairy by-products (whey-maltodextrin mixture being the highest) when compared with maltodextrin. It showed that the application of dairy-based carriers and the interactions that occur during drying may cause an increase in the retention of bioactive compounds of sour cherry in powdered form, resulting in the production of powders with higher phenolic content.

AUTHOR CONTRIBUTIONS

Conceptualization, A.B. and K.S. Methodology, A.B., A.M.-C., A.W. Analysis, A.B., A.M.-C., A.W., V.A.M., and T.V.K. Writing – original draft preparation, A.B., K.S., A.M.-C. Writing – review and editing, A.M.-C., A.W. and K.S. Visualization, A.B. and A.M.-C. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

ACKNOWLEDGEMENTS

Some research equipment applied in this work was purchased as part of the Food and Nutrition Centre – a modernization of the WULS (Warsaw University of Life Sciences) campus to create a Food and Nutrition Research and Development Centre (CZiZ) co-financed by the European Union from the European Regional Development Fund under the Regional Operational Program of the Mazowieckie Voivodeship for 2014–2020 (Project

No. RPMA.01.01.00-14-8276/17). The study was partially a result of a leading research group activity, 'Plants4FOOD' (Wrocław University of Environmental and Life Sciences).

CONFLICT OF INTEREST

The authors declare no conflict of interest.

DATA AVAILABILITY STATEMENT

The data that support the findings of this study are available from the corresponding author upon reasonable request.

REFERENCES

- 1 Ray S, Raychaudhuri U and Chakraborty R, An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. *Food Biosci* **13**:76–83 (2016).
- 2 Banerjee P and Qamar I, Chapter 6 - insights into the technological and nutritional aspects of lactic milk drinks: buttermilk, in *Advances in Dairy Microbial Products*, ed. by Singh J and Vyas A. Woodhead Publishing, Sawston, pp. 93–103 (2022).
- 3 Tontul I and Topuz A, Spray-drying of fruit and vegetable juices: effect of drying conditions on the product yield and physical properties. *Trends Food Sci Technol* **63**:91–102 (2017).
- 4 Flores FP, Singh RK, Kerr WL, Phillips DR and Kong F, In vitro release properties of encapsulated blueberry (*Vaccinium ashei*) extracts. *Food Chem* **168**:225–232 (2015).
- 5 Aghababaei F, Cano-Sarabia M, Trujillo AJ, Quevedo JM and Ferragut V, Buttermilk as encapsulating agent: effect of ultra-high-pressure homogenization on chia oil-in-water liquid emulsion formulations for spray drying. *Foods* **10**:1059 (2021).
- 6 Wojdyło A, Nowicka P, Laskowski P and Oszmiański J, Evaluation of sour cherry (*Prunus cerasus* L.) fruits for their polyphenol content, antioxidant properties, and nutritional components. *J Agric Food Chem* **62**:12332–12345 (2021).
- 7 Blando F and Oomah BD, Sweet and sour cherries: origin, distribution, nutritional composition and health benefits. *Trends Food Sci Technol* **86**:517–529 (2019).
- 8 Can Karaca A, Guzel O and Ak MM, Effects of processing conditions and formulation on spray drying of sour cherry juice concentrate. *J Sci Food Agric* **96**:449–455 (2016).
- 9 Samborska K, Edris A, Jedlińska A and Barańska A, The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying. *J Food Process Eng* **45**:e13928 (2022).
- 10 Samborska K, Poozesh S, Barańska A, Sobulska M, Jedlińska A, Arpagaus C *et al.*, Innovations in spray drying process for food and pharma industries. *J Food Eng* **321**:110960 (2022).
- 11 Ballesteros LF, Ramirez MJ, Orrego CE, Teixeira JA and Mussatto SI, Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. *Food Chem* **237**:623–631 (2017).
- 12 Paini M, Aliakbarian B, Casazza AA, Lagazzo A, Botter R and Perego P, Microencapsulation of phenolic compounds from olive pomace using spray drying: a study of operative parameters. *LWT - Food Sci Technol* **62**:177–186 (2015).
- 13 Lu W, Yang X, Shen J, Li Z, Tan S, Liu W *et al.*, Choosing the appropriate wall materials for spray-drying microencapsulation of natural bioactive ingredients: taking phenolic compounds as examples. *Powder Technol* **394**:562–574 (2021).
- 14 Juarez-Enriquez E, Olivas GI, Zamudio-Flores PB, Perez-Vega S, Salmeron I, Ortega-Rivas E *et al.*, A review on the influence of water on food powder flowability. *J Food Process Eng* **45**:e14031 (2022).
- 15 Barańska A, Świeca M and Samborska K, Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier—physical properties, antioxidant activity and in vitro bioaccessibility. *Drying Technol* **41**:444–459 (2023).
- 16 Michalska A, Wojdyło A, Brzezowska J, Majerska J and Ciska E, The influence of inulin on the retention of polyphenolic compounds during the drying of blackcurrant juice. *Molecules* **24**:4167 (2019).
- 17 Samborska K, Jedlińska A, Wiktor A, Derewiaka D, Wołosiak R, Matwijczuk A *et al.*, The effect of low-temperature spray drying with dehumidified air on phenolic compounds, antioxidant activity, and

- aroma compounds of rapeseed honey powders. *Food Bioproc Tech* **12**:919–932 (2019).
- 18 Reineccius GA, Spray-drying of food flavors. *Dry Technol* **22**:1289–1324 (2004).
 - 19 Samborska K, Suszek J, Hać-Szymańczuk E, Matwijczuk A, Gładyszewska B, Chocyk D *et al.*, Characterization of membrane processed honey and the effect of ultrafiltration with diafiltration on subsequent spray drying. *J Food Process Eng* **41**:e12818 (2018).
 - 20 Bhandari BR, Datta N, Crooks R, Howes T and Rigby S, A semi-empirical approach to optimise the quantity of drying aids required to spray dry sugar-rich foods. *Drying Technol* **15**:2509–2525 (1997).
 - 21 Sarabandi K, Peighambaroust SH, Mahoonak AS and Samaei SP, Effect of carrier types and compositions on the production yield, microstructure and physical characteristics of spray dried sour cherry juice concentrate. *J Food Meas Charact* **11**:1602–1612 (2017).
 - 22 Jedlińska A, Barańska A, Witrowa-Rajchert D, Ostrowska-Liğeza E and Samborska K, Dehumidified air-assisted spray-drying of cloudy beetroot juice at low temperature. *Appl Sci* **11**:6578 (2021).
 - 23 Kang YR, Lee YK, Kim YJ and Chang YH, Characterization and storage stability of chlorophylls microencapsulated in different combination of gum Arabic and maltodextrin. *Food Chem* **272**:337–346 (2019).
 - 24 Jedlińska A, Samborska K, Wiczorek A, Wiktor A, Ostrowska-Liğeza E, Jamróz W *et al.*, The application of dehumidified air in rapeseed and honeydew honey spray drying - process performance and powders properties considerations. *J Food Eng* **245**:80–87 (2019).
 - 25 Roos YH and Drusch S, Water and phase transitions, in *Phase Transitions in Foods*, 2nd edn. Academic Press, Cambridge (2015).
 - 26 Roos YH, Glass transition temperature and its relevance in food processing. *Annu Rev Food Sci Technol* **1**:469–496 (2010).
 - 27 Goula AM and Adamopoulos KG, Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: ii. Powder properties. *Drying Technol* **26**:726–737 (2008).
 - 28 Fang Z and Bhandari B, Comparing the efficiency of protein and maltodextrin on spray drying of bayberry juice. *Food Res Int* **48**:478–483 (2012).
 - 29 Barańska A, Jedlińska A and Samborska K, Dehumidified-air-assisted spray drying of buckwheat honey with maltodextrin and skim milk powder as carriers. *Appl Sci* **11**:3150 (2021).
 - 30 Ramos F d M, Silveira Júnior V and Prata AS, Physical aspects of orange essential oil-containing particles after vacuum spray drying processing. *Food Chem X* **12**:100142 (2021).
 - 31 Bhusari SN, Muzaffar K and Kumar P, Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. *Powder Technol* **266**:354–364 (2014).
 - 32 Shrestha L, Kulig B, Moscetti R, Massantini R, Pawelzik E, Hensel O *et al.*, Optimisation of physical and chemical treatments to control browning development and enzymatic activity on fresh-cut apple slices. *Foods* **9**:76 (2020).
 - 33 Dorris MR, Voss DM, Bollom MA, Krawiec-Thayer MP and Bolling BW, Browning index of anthocyanin-rich fruit juice depends on pH and anthocyanin loss more than the gain of soluble polymeric pigments. *J Food Sci* **83**:911–921 (2018).
 - 34 Zorić Z, Pelaić Z, Pedisić S, Elez Garofulić I, Bursać Kovačević D and Dragović-Uzelac V, Effect of storage conditions on phenolic content and antioxidant capacity of spray dried sour cherry powder. *LWT - Food Sci Technol* **79**:251–259 (2017).
 - 35 Xiaowei H, Zhihua L, Tahir HE, Xiaobo Z, Jiyong S, Yiwei X *et al.*, in *Chapter 13 - Conventional and rapid methods for measurement of total bioactive components and antioxidant activity in Hibiscus sabdariffa*, ed. by Mariod AA, Tahir HE and Mahunu GK. Academic Press, Cambridge, pp. 199–214 (2021).
 - 36 Akbarbaglu Z, Peighambaroust SH, Sarabandi K and Jafari SM, Spray drying encapsulation of bioactive compounds within protein-based carriers: different options and applications. *Food Chem* **359**:129965 (2021).
 - 37 Michalska-Ciechanowska A, Brzezowska J, Wojdyło A, Gajewicz-Skretna A, Ciska E and Majerska J, Chemometric contribution for deeper understanding of thermally-induced changes of polyphenolics and the formation of hydroxymethyl-L-furfural in chokeberry powders. *Food Chem* **342**:128335 (2021).
 - 38 Xue M, Shi H, Zhang J, Liu QQ, Guan J, Zhang JY *et al.*, Stability and degradation of caffeoylquinic acids under different storage conditions studied by high-performance Liquid Chromatography with photo diode array detection and high-performance liquid chromatography with electrospray ionization collision-induced dissociation tandem mass spectrometry. *Molecules* **21**:948 (2016).
 - 39 Abrahão FR, Rocha LCR, Santos TA, Carmo EL d, Pereira LAS, Borges SV *et al.*, Microencapsulation of bioactive compounds from espresso spent coffee by spray drying. *LWT* **103**:116–124 (2019).
 - 40 Ferracane R, Pellegrini N, Visconti A, Graziani G, Chiavaro E, Miglio C *et al.*, Effects of different cooking methods on antioxidant profile, antioxidant capacity, and physical characteristics of artichoke. *J Agric Food Chem* **56**:8601–8608 (2008).
 - 41 Wojdyło A, Nowicka P, Turkiewicz IP and Tkacz K, Profiling of polyphenols by LC-QTOF/ESI-MS, characteristics of nutritional compounds and in vitro effect on pancreatic lipase, α -glucosidase, α -amylase, cholinesterase and cyclooxygenase activities of sweet (*Prunus avium*) and sour (*P. cerasus*) cherries leaves and fruits. *Ind crops Prod* **174**:114214 (2021).
 - 42 Elez Garofulić I, Zorić Z, Pedisić S and Dragović-Uzelac V, Retention of polyphenols in encapsulated sour cherry juice in dependence of drying temperature and wall material. *LWT - Food Sci Technol* **83**:110–117 (2017).
 - 43 Kołodziejczyk K, Sójka M, Abadias M, Viñas I, Guyot S and Baron A, Polyphenol composition, antioxidant capacity, and antimicrobial activity of the extracts obtained from industrial sour cherry pomace. *Ind Crops Prod* **51**:279–288 (2013).
 - 44 Oliveira BE, Junior PCG, Cilli LP, Contini LRF, Venturini AC, Yoshida CMP *et al.*, Spray-drying of grape skin-whey protein concentrate mixture. *J Food Sci Technol* **55**:3693–3702 (2018).
 - 45 Parthasarathi S and Anandharamakrishnan C, Enhancement of oral bioavailability of vitamin E by spray-freeze drying of whey protein microcapsules. *Food Bioprod Process* **100**:469–476 (2016).
 - 46 Aprodu I, Milea Ștefania A, Anghel RM, Enachi E, Barbu V, Crăciunescu O *et al.*, New functional ingredients based on microencapsulation of aqueous anthocyanin-rich extracts derived from black rice (*Oryza sativa* L.). *Molecules* **24**:3389 (2019).
 - 47 Ren S, Jiménez-Flores R and Giusti MM, The interactions between anthocyanin and whey protein: a review. *Compr Rev Food Sci Food Saf* **20**:5992–6011 (2021).
 - 48 Moser P, Telis VRN, de Andrade Neves N, García-Romero E, Gómez-Alonso S and Hermosín-Gutiérrez I, Storage stability of phenolic compounds in powdered BRS Violeta grape juice microencapsulated with protein and maltodextrin blends. *Food Chem* **214**:308–318 (2017).
 - 49 Triantis TM, Yannakopoulou E, Nikokavoura A, Dimotikali D and Papadopoulos K, Chemiluminescent studies on the antioxidant activity of amino acids. *Anal Chim Acta* **591**:106–111 (2007).

Is it Possible to Produce Carrier-Free Fruit and Vegetable Powders by Spray Drying?

Alicja Barańska* , Aleksandra Jedlińska , Katarzyna Samborska 

Department of Food Engineering and Process Management, Institute of Food Sciences, Warsaw University of Life Sciences (WULS-SGGW), Nowoursynowska 159C str., 00-776 Warsaw, Poland

The application of low-temperature, dehumidified air-assisted spray drying was evaluated as a method to produce carrier-free powders of selected sugar-rich and acid-rich food materials: blackcurrant juice concentrate, mango puree, purple carrot juice concentrate, sauerkraut juice, kiwiberry pulp, and tomato pulp. As a consequence of decreased drying air humidity, inlet/outlet air temperature was lowered to 80/55°C. In order to validate this new approach, the conventional spray drying was conducted as well at 180/80°C inlet/outlet air temperature. The powder recovery, physical properties and color parameters of powders were determined. For blackcurrant juice concentrate, mango puree, purple carrot juice concentrate and sauerkraut juice it was possible to obtain carrier-free powders only by low-temperature drying, while for kiwiberry pulp and tomato pulp both variants of spray drying were effective. Decreased drying temperature positively influenced some properties of powders; *i.e.*, median particle size diameter and hygroscopicity of the powders obtained by spray drying with dehumidified air were lower compared to those of the powders dried by conventional spray drying. Carrier-free powders of some raw materials (blackcurrant juice concentrate, mango puree, purple carrot juice concentrate, sauerkraut juice) were spray dried solely with dehumidified air, underlining its importance in the production of “clean label” products.

Key words: dehumidified air, powder recovery, clean label, glass transition, stickiness

INTRODUCTION

The most popular method to produce powder in single and quick operation is spray drying. It enables obtaining powders from aqueous solutions, suspensions or emulsions by spraying them and then evaporating the solvent from the droplets using hot air at a certain temperature and pressure. The inlet air temperature typically used in the conventional spray drying method is 160–220°C. Recently, it was presented in some published works, that the inlet air temperature can be lowered to even 75°C while reducing the humidity of the drying air [Samborska *et al.*, 2020, 2021]. The reduction of air humidity increases the driving force of water evaporation and makes it possible to remove water at lower temperature. Such modification

increases the opportunities of spray drying application for some materials of special requirements, *i.e.*, sugar-rich and acid-rich materials, including fruit juices/concentrates/pulps or honey, characterized by low glass transition temperature (T_g) [Muzaffar *et al.*, 2015]. The problem of drying sugar-rich materials is explained by the concept of T_g . According to this theory: 1) the product shows the greatest stability at T_g and below it, 2) there is a reduction in the stability of the food above T_g ; the stability decreases with the increasing temperature difference between the temperature reached by the material during drying and its T_g [Champion *et al.*, 2000]. At the same time, the material in the glass amorphous state can easily change into a rubbery amorphous state, when temperature

*Corresponding Author:

e-mail: alicja_baranska@sggw.edu.pl (A. Barańska)

Submitted: 18 March 2023

Accepted: 20 June 2023

Published on-line: 11 July 2023



© Copyright by Institute of Animal Reproduction and Food Research of the Polish Academy of Sciences
© 2023 Author(s). This is an open access article licensed under the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivs License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

increases over the material's T_g . The rubbery amorphous state is unacceptable in spray drying – rubber sticks to the drying chamber, reduces the efficiency of the process, or even makes it impossible to obtain free-flowing powder [Barańska *et al.*, 2021; Truong *et al.*, 2005]. It is impossible to obtain the powder at the outlet temperature 20°C higher than T_g of the dried material [Shrestha *et al.*, 2007], which is why it is crucial to apply dehumidified air to reduce drying temperature. Carriers' addition can be considered as a drawback of spray drying, the application of dehumidified air affords the possibility to reduce the carrier content, which is added to increase material T_g . Typically, the powder obtained by conventional spray drying contains about 50% of carriers in solids, while dehumidified air application and low-temperature spray drying enables decreasing the carrier content even down to 10–25% [Barańska *et al.*, 2021; Samborska *et al.*, 2020, 2022]. Thus, the powder obtained by low-temperature spray drying with dehumidified air can be classified as "more natural", similar in chemical composition to raw material. In our previous study, white mulberry molasses was spray dried using dehumidified air to lower drying temperature and successfully obtain a product with a carrier (nutriose) content reduced to 10% [Samborska *et al.*, 2022]. In addition, buckwheat honey powder was produced using the same technique with a low content (25%) of the carrier (skim milk powder or maltodextrin) [Barańska *et al.*, 2021]. So far, few studies have been published on spray drying of carrier-free powders including carrier-free powders from kiwiberry fruit pulp, durian pulp, tomato pulp, mango pulp and juçara pulp [Chin *et al.*, 2008; Goula *et al.*, 2004; Jedlińska *et al.*, 2022; Pereira *et al.*, 2020; Zotarelli *et al.*, 2017]. Nowadays, consumers have greater nutritional knowledge and are looking for products with a short list of ingredients, without the additives [Asioli *et al.*, 2017]. Despite the interest in producing "clean label" products, very few materials were taken into consideration while producing carrier-free powders. Thus, in this context, it seems crucial to take up the challenge of producing powders of different materials with no additional carriers, which would have satisfactory physicochemical properties.

The aim of the present study was to investigate the possibility of producing carrier-free powders of different fruit/vegetable

juice/pulp/concentrate using dehumidified air-assisted spray drying and determine powder recovery and selected physical properties of the produced powders. In the case of materials for which conventional high-temperature spray-drying was possible, the physicochemical properties of the carrier-free powders obtained with both methods were compared.

MATERIALS AND METHODS

Materials

Juices and pulps were bought from the market: purple carrot juice concentrate (Maspex, Wadowice, Poland), mango puree (Purena, Złoty Potok, Poland), blackcurrant juice concentrate (Maspex, Wadowice, Poland), tomato pulp (EkoWital, Warszawa, Poland), and sauerkraut juice (Słoneczne Pole, Kalisz, Poland). Sauerkraut juice was concentrated to 27.2°Bx using a Rotavapor R-124 evaporator (BUCHI, Flawil, Switzerland). Kiwiberry (mini kiwi) pulp was prepared from the whole fruits of Weiki variety (Poland) using an NS-621CES squeezer (Kuvings, Buk-gu, Korea).

Spray drying of materials

A mobile minor laboratory spray dryer (GEA, Søborg, Denmark) was used to obtain powders of blackcurrant juice concentrate (BC), mango puree (M), purple carrot juice concentrate (PC), sauerkraut juice (S), kiwiberry pulp (KB), and tomato pulp (T). Conventional spray drying (SD) and dehumidified air-assisted spray drying (DASD) were carried out, and the variants of the produced powders are listed in Table 1. Every drying was performed in duplicate and liquid feed of 500 g was supplied each time. The parameters of the spray drying process were as follows: rotation speed 26,000 rpm; liquid feed speed 0.25 mL/s; inlet/outlet temperature 180/80°C for SD, 80/55°C for DASD; humidity of drying air during DASD <0.5 g/m³. To conduct DASD, the spray dryer was equipped with an air dehumidification system including a TAEvo TECHO20 cooling unit (MTA, Codogno, Italy) and an ML270 concentration-adsorption unit (MUNTERS, Kista, Sweden). Powder recovery (R_p) was calculated as the ratio of solids content in the obtained powder to the amount of solids in the liquid feed. Powders were put into PET/PE sealed bags and stored at a temperature of 4°C in the dark until analyzed. Analyses were done 24 h after each drying.

Table 1. Variants of powders produced using conventional spray drying (SD) and dehumidified air-assisted spray drying (DASD).

| Raw material | Variant | Spray drying method | Drying air temperature (inlet/outlet) |
|---------------------------------|---------|---------------------|---------------------------------------|
| Blackcurrant juice concentrate | BC/DASD | DASD | 80/55°C |
| Mango puree | M/DASD | DASD | 80/55°C |
| Purple carrot juice concentrate | PC/DASD | DASD | 80/55°C |
| Sauerkraut juice | S/DASD | DASD | 80/55°C |
| Kiwiberry pulp | KB/DASD | DASD | 80/55°C |
| Kiwiberry pulp | KB/SD | SD | 180/80°C |
| Tomato pulp | T/DASD | DASD | 80/55°C |
| Tomato pulp | T/SD | SD | 180/80°C |

■ Particle morphology analysis

Particle morphology of the powders was analyzed using an XL Phenom World scanning electron microscope (SEM) (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA) at 1,000× magnification (voltage 5 kV). Samples were prepared by placing a small amount of powder on the double sticky tape, removing the excess of the powder with compressed air, and sputtering the surface with a layer of gold by an Cressington 108auto automatic coater (EO Elektronen-Optik-Service GmbH, Dortmund, Germany).

■ Particle size determination

Powder particle size was determined with the laser light diffraction method conducted using a CILAS 1190 apparatus (Cilas, Orléans, France). The powder was suspended in ethanol at 10% obscuration. The results were presented as particle size distribution and cumulative particle size distribution curves, and as a median diameter (D_{50}) derived by Size Expert software (Cilas).

■ Moisture content and water activity measurement

Moisture content (MC) was determined using the oven method, where 1 g of powder was dried at 104°C for 4 h [Janiszewska, 2014]. Water activity (a_w) was analyzed by means of a Hygro Lab1 apparatus (Rotronic, Bassersdorf, Switzerland) at 25±1°C.

■ Hygroscopicity analysis

The aliquot of 1 g of each powder was incubated at 25°C and 75% relative humidity (over saturated NaCl solution) for 168 h. The hygroscopicity (H) was calculated as the amount of water absorbed per 100 g of powder solids and expressed in percentage [Samborska *et al.*, 2020].

■ Bulk density and flowability analysis

A cylinder (25 mL) was filled with powder and weighed to determine loose bulk density (D_L). Tapped density (D_T) was determined after 100 taps by using a STAV 2003 automatic volumeter (Engelsmann AG, Ludwigshafen am Rhein, Germany). The Hausner ratio (HR) calculated according to Equation (1) was employed to express flowability [Barańska *et al.*, 2021].

$$HR = D_L/D_T \quad (1)$$

■ Water solubility index determination

Water solubility index (WSI) was analyzed as described by Jafari *et al.* [2017] with some minor modifications. An aliquot of 2 g (m_0) of the sample (of known solids content, DB) was suspended in 30 mL of distilled water at ambient temperature in a centrifuge tube. The suspension was mixed for 1 min on a vortex mixer and then placed in a water bath at 37°C for 30 min. The suspension was centrifuged for 20 min at 2,054×g at ambient temperature. Supernatant (15 mL) was placed into a Petri dish of known weight and dried at 105°C for 24 h. The final mass of the residue (m_1) was recorded. WSI was calculated according to Equation (2):

$$WSI = \frac{m_1}{\frac{m_0}{2} \times DB} \times 100 \quad (2)$$

■ Color measurement

Color of the powders was measured using a CR-5 colorimeter (Konica-Minolta, Tokyo, Japan) in the CIELab color space. Lightness (L^*), the contribution of red and green color (a^*), and the contribution of yellow and blue color (b^*) were evaluated.

■ Statistical methods

The results were shown as mean values with standard deviation. The analysis of variance (ANOVA) and Tukey test were performed ($\alpha=0.05$) to identify the significant differences between the mean values. The Pearson correlation coefficient was determined to examine the correlations between powder parameters. Hierarchical cluster analysis (HCA) was employed to plot a dendrogram graph showing the similarities between the variants of spray dried powders. The statistical analysis was conducted using STATISTICA 13.3 software (Statsoft, Tulsa, OK, USA). All analyses were done in triplicate.

RESULTS AND DISCUSSION

■ Powder recovery

All of the powders were successfully obtained using dehumidified air as a drying medium. Their appearance immediately after drying is presented in Figure 1. It should be underlined that only two powders from kiwiberry and tomato pulps could be produced at high drying temperature without any carrier (KB/SD, T/SD, respectively). This result corroborates the viability of dehumidified air as a drying medium in the production of “clean label” powders.

Powder recovery (R_p) determined for all drying variants is presented in Table 2. Laboratory and pilot scale spray drying is deemed successful when R_p exceeds 50%, while at the industrial scale its R_p should be higher than 60% to consider it as satisfactory [Bhandari *et al.*, 1997; Wang *et al.*, 2011]. Accordingly, the R_p of PC/DASD and BC/DASD can be classified as acceptable. However, the fact that other carrier-free powders could be produced even at low R_p , is an important progress in spray drying development of difficult sugar-rich materials. Only few studies have been published so far on spray drying of carrier-free powders. In our previous research, significantly higher R_p was determined for dried kiwiberry pulp, ranging from 75% to 93% [Jedlińska, *et al.*, 2022]; however, it should be underlined that kiwiberry pulps were dried at different temperatures in both studies. Pereira *et al.* [2020] reported R_p of 66% of juçara pulp powder spray dried without a carrier. It should be emphasized that these authors determined the highest values for the powders produced with the highest carrier content (35%). In this research, a highly acceptable result (60.9%) was noted for purple carrot juice concentrate powder (PC/DASD) with no additional carrier, as a result of decreased drying temperature and stickiness, possibly due to the application of dehumidified air. Dehumidified air-assisted spray drying has also been recently applied for honey [Matwijczuk *et al.*, 2022] and sour cherry juice concentrate [Barańska *et al.*, 2023]. For this type of materials, it also showed significant improvement in carrier content reduction (from 50% to 30% solids) but not its complete elimination.

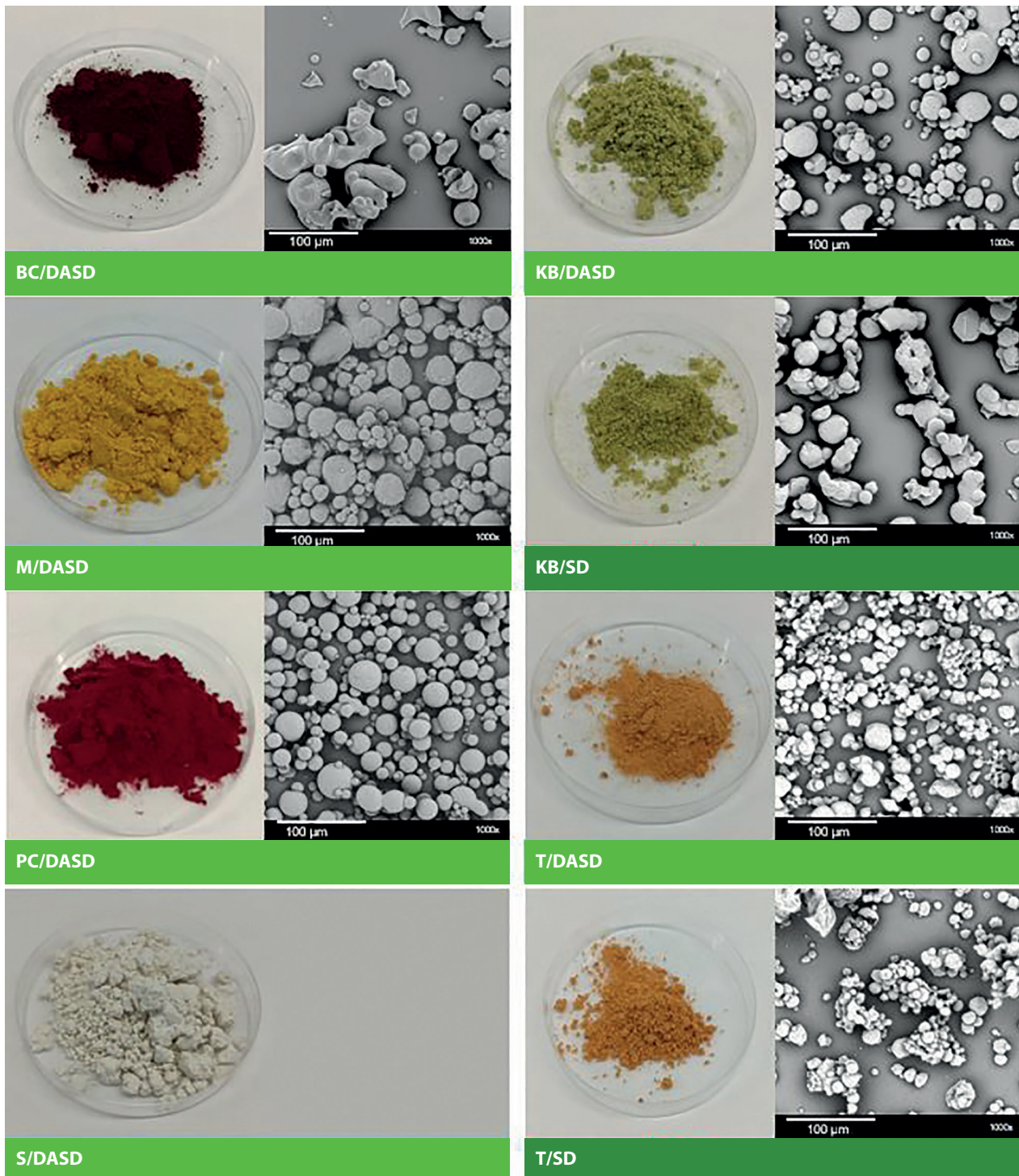


Figure 1. Carrier-free powders produced by conventional high-temperature spray drying (SD) and/or with the application of dehumidified air at low temperature (DASD) from blackcurrant juice concentrate (BC), mango puree (M), purple carrot juice concentrate (PC), sauerkraut juice (S), kiwiberry pulp (KB), and tomato pulp (T), as well as their scanning electron microscope (SEM) microphotographs (mag. 1,000 \times).

Kiwiberry and tomato pulps were the only materials that could be successfully dried also at higher temperature. It could result from their composition – high contents of pectin and dietary fiber that act as natural carriers [Baranowska-Wójcik & Sz wajgier, 2019; Del Valle *et al.*, 2006; Jedlińska *et al.*, 2022]. Moreover, kiwiberry contains sucrose as a major sugar, which presents higher T_g (62°C than fructose (5°C) or glucose (31°C)) [Bhandari *et al.*, 1997; Latocha, 2015]. These factors were probably

responsible for obtaining carrier-free powders of only these two variants in the case of spray drying at high temperature. For kiwiberry pulp, the R_p of the variant spray dried with dehumidified air was significantly ($p < 0.05$) higher than R_p obtained upon conventional drying (Table 2).

Sauerkraut juice powder (S/DASD) was the only sample that could not be further analyzed, as it turned into rubbery state after few minutes at ambient temperature without any

Table 2. Powder recovery (R_p), median diameter (D_{50}), moisture content (MC), water activity (a_w), hygroscopicity (H), loose bulk density (D_L), tapped bulk density (D_T), flowability (HR), and water solubility index (WSI) of carrier-free powders produced by conventional high temperature spray drying (SD) and/or with the application of dehumidified air at low temperature (DASD).

| | BC/DASD | M/DASD | PC/DASD | S/DASD | KB/DASD | KB/SD | T/DASD | T/SD |
|---------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|-------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| R_p (%) | 73.7±6.7 ^a | 41.7±4.7 ^{bc} | 60.9±1.7 ^a | 31.7±0.5 ^{cde} | 41.7±0.7 ^b | 28.1±4.5 ^{de} | 23.9±0.5 ^e | 23.8±1.9 ^e |
| D_{50} (µm) | 68.0±1.3 ^a | 23.7±1.3 ^d | 22.5±2.3 ^d | - | 29.2±4.9 ^c | 36.9±4.0 ^b | 14.9±2.7 ^e | 19.3±1.7 ^{de} |
| MC (g/100 g) | 14.5±1.7 ^b | 5.3±0.3 ^c | 13.6±0.3 ^b | - | 6.1±0.5 ^c | 3.8±0.2 ^d | 16.0±1.4 ^a | 12.9±1.3 ^b |
| a_w | 0.135±0.002 ^c | 0.161±0.008 ^b | 0.155±0.004 ^b | - | 0.123±0.004 ^d | 0.098±0.003 ^e | 0.196±0.002 ^a | 0.074±0.002 ^f |
| H (%) | 35.9±0.4 ^b | 27.3±0.4 ^d | 33.7±0.3 ^c | - | 25.1±0.6 ^f | 26.1±0.9 ^e | 36.3±0.5 ^b | 37.9±0.2 ^a |
| D_L (g/mL) | 0.62±0.01 ^a | 0.61±0.03 ^a | 0.52±0.01 ^b | - | 0.42±0.01 ^c | 0.54±0.02 ^b | 0.42±0.01 ^c | 0.43±0.02 ^c |
| D_T (g/mL) | 0.78±0.03 ^{ab} | 0.82±0.02 ^a | 0.67±0.01 ^c | - | 0.64±0.03 ^c | 0.76±0.02 ^b | 0.54±0.01 ^d | 0.63±0.02 ^c |
| HR (-) | 1.21±0.04 ^d | 1.34±0.06 ^{bc} | 1.32±0.04 ^{bc} | - | 1.43±0.09 ^{ab} | 1.41±0.04 ^{ab} | 1.29±0.05 ^{cd} | 1.47±0.06 ^a |
| WSI (%) | 92.3±3.3 ^a | 95.5±2.1 ^a | 92.4±2.1 ^a | - | 71.5±2.5 ^c | 69.2±2.9 ^c | 55.1±2.5 ^d | 83.8±4.6 ^b |

The differences between values with the same letter (a–f) in rows were statistically not significant ($p \geq 0.05$). BC/DASD, DASD dried blackcurrant juice concentrate; M/DASD, DASD dried mango puree; PC/DASD, DASD dried purple carrot juice concentrate; S/DASD, DASD dried sauerkraut juice; KB/DASD, DASD dried kiwiberry pulp; KB/SD, SD dried kiwiberry pulp; T/DASD, DASD dried tomato pulp; T/SD, SD dried tomato pulp. S/DASD powder analysis was not possible due to the caking of powder immediately after drying.

Table 3. Pearson correlation coefficients showing a strength of correlations between physicochemical parameters and color parameters of carrier-free powders produced by conventional high temperature spray drying (SD) and/or with the application of dehumidified air at low temperature (DASD).

| | a_w | D_L | D_T | HR | D_{50} | WSI | L^* | a^* | b^* | H |
|----------|-------|--------|--------|--------|----------|--------|--------|--------|--------|--------|
| MC | 0.158 | -0.266 | -0.568 | -0.344 | -0.045 | 0.002 | -0.647 | 0.858* | -0.536 | 0.975* |
| a_w | | 0.093 | -0.193 | -0.681 | -0.184 | -0.160 | -0.110 | 0.293 | 0.042 | 0.083 |
| D_L | | | 0.909* | -0.581 | 0.699 | 0.671 | -0.311 | 0.065 | -0.057 | -0.145 |
| D_T | | | | -0.200 | 0.578 | 0.654 | -0.013 | -0.250 | 0.164 | -0.432 |
| HR | | | | | -0.523 | -0.201 | 0.642 | -0.525 | 0.442 | -0.347 |
| D_{50} | | | | | | 0.334 | -0.526 | 0.019 | -0.520 | 0.005 |
| WSI | | | | | | | -0.416 | 0.358 | -0.107 | 0.071 |
| L^* | | | | | | | | | 0.900* | -0.629 |
| a^* | | | | | | | | | -0.595 | 0.854* |
| b^* | | | | | | | | | | -0.474 |

MC, moisture content; a_w , water activity; D_L , loose bulk density; D_T , tapped bulk density; HR, flowability; D_{50} , median diameter; WSI, water solubility index; L^* , a^* , b^* , color parameters. Significant correlations ($p < 0.05$) are marked with asterisk.

packaging. Such behavior of this sample was not unexpected, as sauerkraut juice has a high content of organic acids of low T_g , which poses problems with stickiness and caking [Muzaffar *et al.*, 2015; Satora *et al.*, 2021].

■ Particle morphology and size

SEM microphotographs of powders showing their particle morphology are presented in Figure 1. Powders had spherical, scattered particles, which is typical for powders after spray drying with no stickiness observed, or powders of low stickiness. However, some differences were noted in the morphology of the obtained carrier-free powders depending on raw material and drying approach followed. BC/DASD particles differed from the other variants – they were less spherical and formed some conglomerates with liquid bridges. It may be assumed that

blackcurrant juice concentrate was more difficult to spray dry due to its possible stickiness. However, it was not manifested in low R_p , as it was the highest among all powders examined (Table 2). A bigger particle size could as well be responsible for this result, which in consequence enhanced cyclone recovery. Kiwiberry pulp and tomato pulp powders obtained at lower drying temperature (KB/DASD and T/DASD) had less conglomerated particles than the variants produced by high-temperature spray drying (KB/SD and T/SD) (Figure 1). This again confirms the positive impact of air dehumidification and the lowering of drying temperature to 80/50°C (inlet/outlet) on the reduction of stickiness during spray drying.

Figure 2 presents particle size distribution and cumulative particle size distribution curves of powders, while the median diameters (D_{50}) are reported in Table 2. Most of the powders

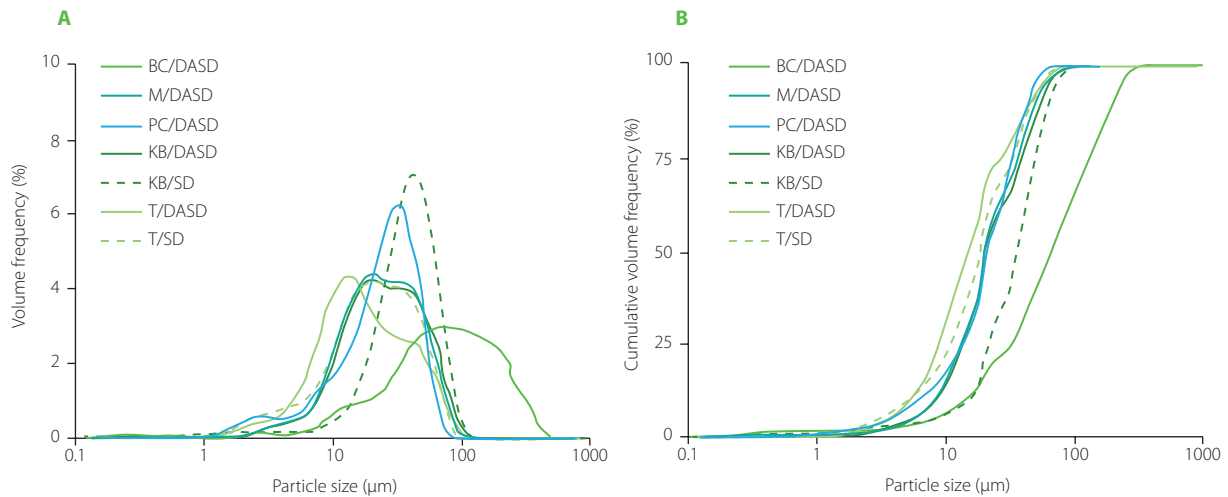


Figure 2. Particle size distribution (A) and cumulative particle size distribution (B) of carrier-free powders produced by conventional high temperature spray drying (SD) and/or with the application of dehumidified air at low temperature (DASD) from blackcurrant juice concentrate (BC), mango puree (M), purple carrot juice concentrate (PC), sauerkraut juice (S), kiwiberry pulp (KB), and tomato pulp (T).

demonstrated bimodal and/or wide particle size distribution (Figure 2). This phenomenon indicates the presence of smaller, loose particles that can fill the spaces between bigger particles, which could be observed as well on SEM microphotographs (Figure 1). Blackcurrant juice concentrate powder (BC/DASD) had the widest particle size distribution and the highest D_{50} (Table 2). As mentioned earlier, this was the effect of stickiness during drying but was surprisingly helpful to increase R_p due to enhanced cyclone efficiency. On the contrary, KB/SD had the narrowest particle size distribution, almost no particles had diameters below 10 μm , which absence could also be observed in SEM microphotographs.

D_{50} of powder particles ranged from 14.9 to 68.0 μm (Table 2) and a significant ($p < 0.05$) positive effect of dehumidified air application was noted for the kiwiberry pulp powders (BK/SD vs. BK/DASD). The effect of drying method of tomato pulp (T/SD vs. T/DASD) was not statistically significant ($p < 0.05$). Zotarelli *et al.* [2017] spray dried conventionally mango puree without any carriers and noted D_{50} of 198 μm ; thus, it can be concluded that dehumidified air application and decrease of drying temperature in this research affected positively the particle size of mango puree powder (M/DASD). Moreover, Jedlińska *et al.* [2022] described in their study properties of carrier-free powders produced from different varieties of kiwiberry and reported higher D_{50} values for Weiki variety powders than in the present research (111.2 and 166.8 μm , respectively). The authors produced powders at higher drying temperature (inlet 100 and 120°C); thus, the evidence from this study implies that lowering drying temperature is favorable in the case of kiwiberry pulp spray drying. Taken together, these findings confirm the role of dehumidified air in facilitating the course of drying.

■ Moisture content, water activity and hygroscopicity

There was a significant influence of dehumidified air application and type of material used on moisture content (MC)

of the powders (Table 2). Although MC of some powders was relatively high (even above 15g /100 g), their a_w was lower than 0.2. This suggests that water was bounded structurally and hence was not available for microbial growth and biochemical reactions, which points to powder's storage stability [Shi *et al.*, 2013]. Among T and KB powders, lower MC was noted for the variants spray dried conventionally (KB/SD and T/SD) – the rate of heat and mass transfer increased at higher temperature, and in consequence water evaporated more effectively. The lowest MC was reported for kiwiberry pulp spray dried at high temperature (KB/SD). These results are in contrast with earlier findings of Jedlińska *et al.* [2022], who spray dried carrier-free kiwiberry pulp, and reported much higher MC ranging from 10.3 g to 14.1 g/100 g. It may be assumed that the crust formed on the particles' surface as a result of drying at higher temperatures and made it more difficult for water to evaporate, thus the aforementioned authors obtained higher MC values. Zotarelli *et al.* [2017] spray dried mango pulp powders with no carrier and noted 1.5 g/100 g of MC, which was lower than the MC determined in our study for the carrier-free mango puree powder. However, as aforementioned, this powder variant was classified as safe and stable as its MC was below 6 g/100 g. It seems likely that differences compared to the mentioned literature data were due to different drying parameters, such as drying air temperature and humidity, and different origin of mango puree. Blackcurrant juice concentrate powder (BC/DASD) had one of the highest MC values (Table 2), probably due to a high content of glucose and fructose in this raw material [Stój & Targoński, 2005]. As raw material is stickier due to high content of low-molecular-weight sugars, the drying rate decreases and thus the water content of the final product is higher [Goula & Adamopoulos, 2008]. Bhandari & Hartel [2002] reported that a high content of low-molecular-weight sugars, such as glucose and fructose, corresponded with a higher water content of sucrose powder.

Hygroscopicity (H) of the produced powders was reported in [Table 2](#). According to the classification proposed by Dolivet *et al.* [2012], the powders in our study were extremely hygroscopic. This could be an effect of eliminating carrier and high sugar content of raw materials. In general, glucose and fructose have high H; thus, powders that had majority of these sugars in their composition, presented higher H values [Bhandari *et al.*, 1997]. Sucrose is a major sugar of kiwiberries [Latocha, 2017], which could be the main reason of the lowest H values determined for KB/SD and KB/DASD among all the carrier-free powders. In the case of the mango puree powder (M/DASD), H determined in our study ([Table 2](#)) confirmed findings reported by Zotarelli *et al.* [2017], who spray dried mango pulp without additional carrier and obtained H= 26.9%. Both tomato pulp powders had the highest H values ([Table 2](#)), which seemed to be an effect of small particle size, which enlarged specific total surface area for moisture sorption. Finally, it should be highlighted that dehumidified air application decreased H values of the powders obtained using both methods (KB and T), which is important for their storage stability.

■ Bulk density and flowability

Tontul *et al.* [2016] analyzed tomato powders with different vegetable proteins as carriers and observed increasing bulk density (D_L) with an increasing median particle size diameter. However, such a correlation was not observed in our work dealing with various powders of different origin, *i.e.*, no significant ($p \geq 0.05$) Pearson's correlation between D_{50} and D_L correlation was noted ([Table 3](#)). No effect of dehumidified air application on D_L was observed for tomato pulp powders (T/SD, T/DASD) ([Table 2](#)); however, the influence of drying temperature was noted in the case of kiwiberries pulp powders (KB/SD, KB/DASD). The unfavorable effect of dehumidified air application was reported, which was not expected. Higher D_L favors less free spaces between particles that are filled with air, decreasing the risk of bioactive compounds degradation [García-Segovia *et al.*, 2021]. However, it is likely that this unfavorable phenomenon was due to MC, as D_L decreases with higher MC [Koç *et al.*, 2021]. Zotarelli *et al.* [2017] analyzed carrier-free mango powders and determined D_L equal to 0.45 g/mL; however, dehumidified air was not applied as a drying medium to lower drying temperature. In this study, the produced mango puree powder was of higher bulk density as a consequence of dehumidified air application, which enhances the powder properties. Archaina *et al.* [2018] produced blackcurrant juice and extract powders from processing waste at 150°C and with 40% (w/w) addition of maltodextrin as a carrier, and reported D_L of 0.39 g/mL. As before, dehumidified air in this research enabled spray drying of blackcurrant juice concentrate with no additional carrier to powder with higher D_L . This is beneficial because the costs of transportation, packaging, handling and storage of the powders are reduced [Koç *et al.*, 2021].

Geldart *et al.* [1984] classified powders based on the Hausner ratio (HR) as of good flowability (<1.25), average flowability (1.25–1.4) and cohesive (>1.4). The positive effect of decreased drying temperature as a consequence of dehumidified air application on HR

was noted for tomato pulp powders (T/SD, T/DASD) – the variant spray dried using an innovative method had significantly ($p < 0.05$) better flowability ([Table 2](#)). The best flowability among all tested powders was noted for the blackcurrant powder (BC/DASD), which, as described earlier, had the biggest particle size ([Table 2](#)). As was discussed, bigger particle size can imply the problematical course of drying due to stickiness, while bigger particles can at the same time promote powder recovery and flowability. This supports previous findings of Barańska *et al.* [2021, 2023] and Nishad *et al.* [2017], who observed that powders with smaller particles were more cohesive. However, the general correlation between D_{50} and HR determined for all powders was not significant ($p \geq 0.05$; [Table 3](#)), because other powders (M/DASD, PC/DASD, T/DASD) obtained by DASD, with significantly smaller particles, had medium flowability.

■ Water solubility index

Water solubility index (WSI) is an important parameter that describes powder's behavior in water and as a consequence, determines the reconstitution properties of a final product [Jafari *et al.*, 2017]. As consumers' attention is focused on the dissolution of powders, it is crucial to characterize this parameter. Murali *et al.* [2015] spray dried purple carrot juice at 150–225°C with tapioca starch, gum Arabic and maltodextrin as carriers, and determined WSI values varying from 11.1 to 98.9%. Archaina *et al.* [2018] produced blackcurrant powder using spray drying at 150°C with 40% (w/w) content of maltodextrin as a carrier and reported its 94.2% solubility. Zotarelli *et al.* [2022] evaluated the solubility of mango pulp powders obtained at 150°C with and without maltodextrin as a carrier. They determined 77.2 and 78.6% solubility and no significant difference between the powders with and without a carrier. In the present research, similar or higher solubility was obtained for comparable raw materials at significantly lower drying temperature with no additional carrier ([Table 2](#)). This finding underlines the importance of dehumidified air application in designing "clean label" powders of high quality and satisfactory reconstitution properties. Moreover, the influence of the applied drying method was reported as well, but only for tomato powders. The variant produced at higher drying temperature had better solubility (T/SD), presumably due to MC of the analyzed samples. Lower MC of the variant spray dried at higher drying temperature (T/SD) facilitated the solubilization. A similar relationship was reported by Goula & Adamopoulos [2005], who produced tomato pulp powders as well.

The effect of the type of raw material used on WSI values was noted in the study ([Table 2](#)). According to Zotarelli *et al.* [2022], the presence of insoluble fiber plays an essential role in solubility of the final powder. It was confirmed by the present study results – materials that were initially in form of pulps (T and KB) had significantly ($p < 0.05$) lower WSI values than juice concentrates (BC and PC) and clear mango puree (M).

■ Color parameters

The results of measurements of color parameters of the carrier-free powders produced are presented in [Figure 3](#). In general,

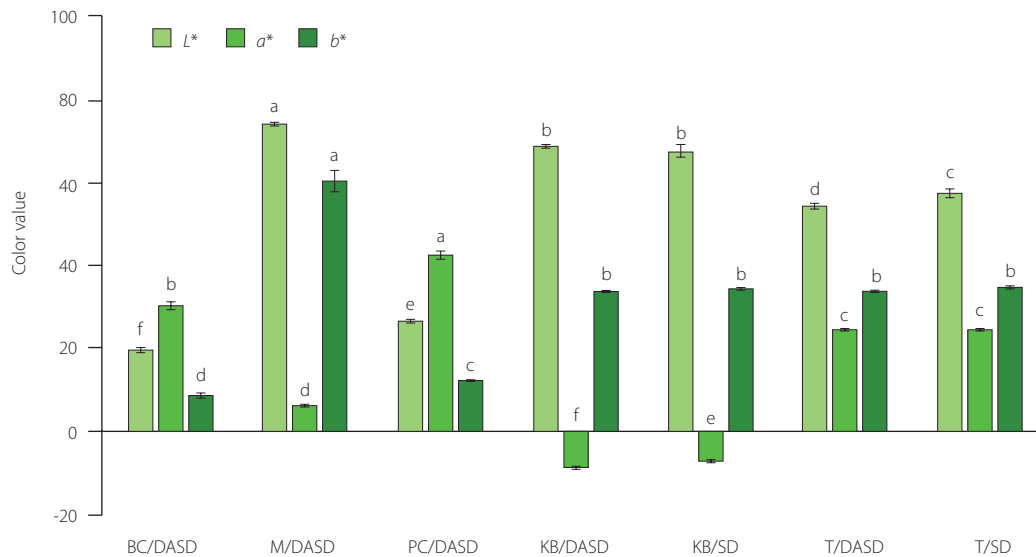


Figure 3. Color parameters (L^* , a^* , b^*) of carrier-free powders produced by conventional high temperature spray drying (SD) and/or with the application of dehumidified air at low temperature (DASD) from blackcurrant juice concentrate (BC), mango puree (M), purple carrot juice concentrate (PC), sauerkraut juice (S), kiwiberry pulp (KB), and tomato pulp (T). The differences between mean values marked with the same letter (a–f) for each parameter separately were statistically not significant ($p \geq 0.05$).

the values differed significantly between powders because of the differences in raw materials; however, attention should be focused more on the differences between the powders made of the same materials obtained using both spray drying methods. There was no statistically significant ($p \geq 0.05$) difference in L^* parameter values between KB/SD and KB/DASD. However, the difference ($p < 0.05$) was noted for tomato pulp powders (T/SD, T/DASD). In contrast to findings from our earlier study with sour cherry juice concentrate [Barańska *et al.*, 2023], tomato pulp powder obtained by DASD was darker than the powder produced at high drying temperature. The values of a^* parameter, which describes the contribution of red and green in the sample color, differed significantly ($p < 0.05$) between KB/SD and KB/DASD. The favorable effect of decreased drying temperature was noted, as the contribution of green color in the DASD sample was stronger. Thus, it can be concluded that chlorophylls, which are responsible for green color of kiwiberry berries [Lawes, 1989], were better preserved in the powder produced at low drying temperature, as they are susceptible to high temperature. The differences in the values of b^* parameter, that describes yellow hues in samples, were not significant ($p \geq 0.05$) for the variants spray dried using both methods; thus, the effect of lowering drying temperature on b^* parameter was not observed.

■ Hierarchical cluster analysis

HCA analysis enables presenting results in the form of a dendrogram that shows the hierarchy, organization and similarity of tested variants [Granato *et al.*, 2018; Senior *et al.*, 2012]. The dendrogram displays the horizontal axis representing the distance, thus the similarity between clusters. Four clusters were formed: first cluster of PC/DASD and BC/DASD, second cluster with single

M/DASD, third with KB/DASD and KB/SD, and fourth cluster with T/DASD and T/SD (Figure 4). The strongest similarity was observed for the variants in cluster 3, as the distance was only 8. The effect of the type of raw material used was more evident than that of the drying method applied, as the distance between variants spray dried using both methods were small, indicating strong similarities.

CONCLUSIONS

Food products with a short list of ingredients have spurred a growing interest among consumers whose awareness on food formulation has substantially increased over the past decade. Dehumidified air application to produce powders by spray drying enables not only decreasing carrier content, but also eliminating it entirely in some types of raw materials. This study has investigated the possibility of producing carrier-free powders from sauerkraut juice, purple carrot juice concentrate, mango puree, blackcurrant juice concentrate, kiwiberry pulp, and tomato pulp using high temperature – conventional spray drying and low temperature – dehumidified air-assisted spray drying. Decreasing drying temperature as a consequence of low drying air humidity was the only possible solution to produce carrier-free powders of sauerkraut juice, purple carrot juice concentrate, mango puree, and blackcurrant juice concentrate. Moreover, considering process performance, the satisfactory powder recovery (over 60%) was noted in the case of two variants: purple carrot juice concentrate and blackcurrant juice concentrate. For kiwiberry and tomato pulps that were spray dried using both methods, some of the physicochemical properties were enhanced when the dehumidified air was applied. Median particle size diameter, that indicates the ease of the course of drying, was favorably smaller, hygroscopicity was reported to decrease and flowability

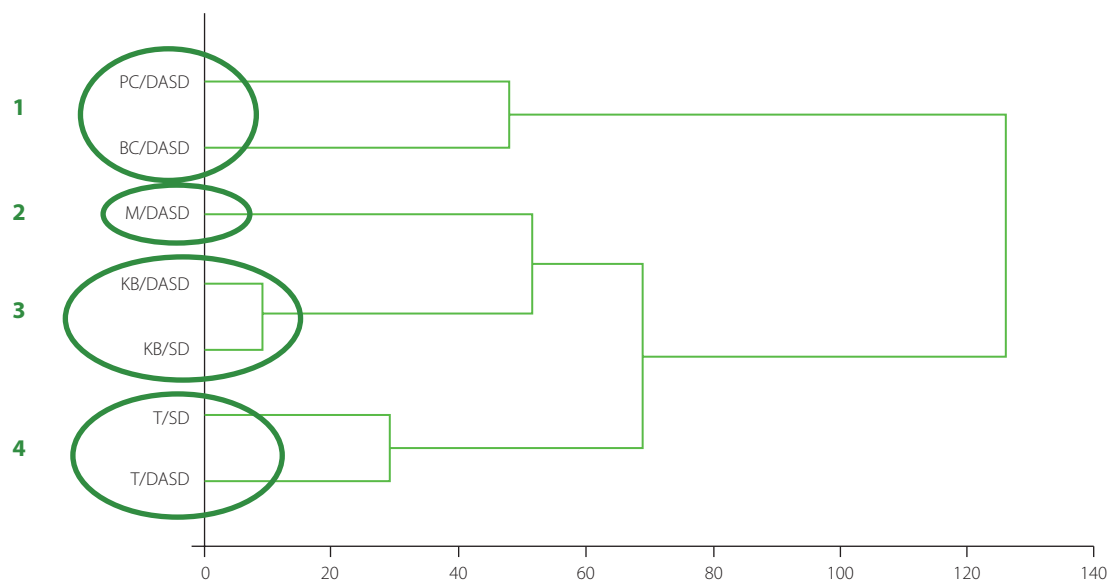


Figure 4. Dendrogram plot derived from hierarchical cluster analysis (HCA) for physiochemical and color parameters of carrier-free powders produced by conventional high temperature spray drying (SD) and/or with the application of dehumidified air at low temperature (DASD) from blackcurrant juice concentrate (BC), mango puree (M), purple carrot juice concentrate (PC), sauerkraut juice (S), kiwiberry pulp (KB), and tomato pulp (T).

was improved when the inlet drying temperature was lower (flowability only for tomato pulp powders). Taken together, the differences between the variants spray dried with both methods were minor; however, selected properties of the powders produced using dehumidified air were more beneficial than these of the powders dried conventionally.

This research provided results demonstrating that lowering drying air humidity is a vital factor in designing powders of carrier-free juice/concentrate/pulp. Dehumidified air application enables lowering drying temperature, which consequently decreases the risk of stickiness and problems during drying, allowing the successful production of powders. The approach presented in this study has the potential to be applied in the formulation and production of clean label powders, meeting expectations of modern consumers.

ACKNOWLEDGEMENTS

The research for this publication was carried out with the use of equipment purchased as part of the “Food and Nutrition Centre – modernization of the WULS campus to create a Food and Nutrition Research and Development Centre (CZiZ)” co-financed by the European Union from the European Regional Development Fund under the Regional Operational Programme of the Mazowieckie Voivodeship for 2014–2020 (Project No. RPMA.01.01.00-14-8276/17).

CONFLICTS OF INTERESTS

The authors declare no conflicts of interests.

ORCID IDs

A. Barańska
A. Jedlińska
K. Samborska

<https://orcid.org/0000-0003-2711-6073>
<https://orcid.org/0000-0003-4387-8537>
<https://orcid.org/0000-0002-1221-7261>

REFERENCES

- Archaina, D., Leiva, G., Salvatori, D., Schebor, C. (2018). Physical and functional properties of spray-dried powders from blackcurrant juice and extracts obtained from the waste of juice processing. *Food Science and Technology International*, 24(1), 78-86. <https://doi.org/10.1177/1082013217729601>
- Asioli, D., Aschemann-Witzel, J., Caputo, V., Vecchio, R., Annunziata, A., Næs, T., Varela, P. (2017). Making sense of the “clean label” trends: A review of consumer food choice behavior and discussion of industry implications. *Food Research International*, 99, Part 1, 58-71. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.07.022>
- Baranowska-Wójcik, E., Sz wajgier, D. (2019). Characteristics and pro-health properties of mini kiwi (*Actinidia arguta*). *Horticulture, Environment, and Biotechnology*, 60, 217-225. <https://doi.org/10.1007/s13580-018-0107-y>
- Barańska, A., Jedlińska, A., Samborska, K. (2021). Dehumidified-air-assisted spray drying of buckwheat honey with maltodextrin and skim milk powder as carriers. *Applied Sciences*, 11(7), art. no. 3150. <https://doi.org/10.3390/app11073150>
- Barańska, A., Świeca, M., Samborska, K. (2023). Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier — Physical properties, antioxidant activity and *in vitro* bioaccessibility. *Drying Technology*, 41(3), 444-459. <https://doi.org/10.1080/07373937.2022.2096060>
- Bhandari, B., Datta, N., Howes, T. (1997). Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology*, 15(2), 671-684. <https://doi.org/10.1080/07373939708917253>
- Bhandari, B., Hartel, R. (2002). Co-crystallization of sucrose at high concentration in the presence of glucose and fructose. *Journal of Food Science*, 67(5), 1797-1802. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2002.tb08725.x>
- Champion, D., Le Meste, M., Simatos, D. (2000). Towards an improved understanding of glass transition and relaxations in foods: Molecular mobility in the glass transition range. *Trends in Food Science & Technology*, 11(2), 41-55. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(00\)00047-9](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(00)00047-9)
- Chin, S.T., Nazimah, S.A.H., Quek, S.Y., Che Man, Y.B., Abdul Rahman, R., Mat Hashim, D. (2008). Changes of volatiles' attribute in durian pulp during freeze- and spray-drying process. *LWT – Food Science and Technology*, 41(10), 1899-1905. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.01.014>
- Del Valle, M., Cámara, M., Torija, M.E. (2006). Chemical characterization of tomato pomace. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86(8), 1232-1236. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2474>
- Dolivet, A., Schuck, P., Jeantet, R. (2012). Determination of the Sorption Isotherm, Water Activity and Hygroscopicity of Powders. In P. Schuck, A. Dolivet, A.R. Jeantet (Eds.), *Analytical Methods for Food and Dairy Powders*, John Wiley & Sons, Ames, Iowa, USA, pp. 167–190.

12. García-Segovia, P., Igual, M., Martínez-Monzó, J. (2021). Beetroot microencapsulation with pea protein using spray drying: Physicochemical, structural and functional properties. *Applied Sciences*, 11(14), art. no. 6658. <https://doi.org/10.3390/app11146658>
13. Geldart, D., Harnby, N., Wong, A. (1984). Fluidization of cohesive powders. *Powder Technology*, 37(1), 25-37. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(84\)80003-0](https://doi.org/10.1016/0032-5910(84)80003-0)
14. Goula, A.M., Adamopoulos, K.G. (2005). Spray drying of tomato pulp in dehumidified air. II. The effect on powder properties. *Journal of Food Engineering*, 66(1), 35-42. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.02.031>
15. Goula, A.M., Adamopoulos, K.G. (2008). Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air. II. Powder properties. *Drying Technology*, 26(6), 726-737. <https://doi.org/10.1080/07373930802046377>
16. Goula, A.M., Adamopoulos, K.G., Kazakis, N.A. (2004). Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. *Drying Technology*, 22(5), 1129-1151. <https://doi.org/10.1081/DRT-120038584>
17. Granato, D., Santos, J.S., Escher, G.B., Ferreira, B.L., Maggio, R.M. (2018). Use of principal component analysis (PCA) and hierarchical cluster analysis (HCA) for multivariate association between bioactive compounds and functional properties in foods: A critical perspective. *Trends in Food Science & Technology*, 72, 83-90. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.12.006>
18. Jafari, S.M., Ghalenoi, M.G., Dehnad, D. (2017). Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder. *Powder Technology*, 311, 59-65. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.01.070>
19. Janiszewska, E. (2014). Microencapsulated beetroot juice as a potential source of betalain. *Powder Technology*, 264, 190-196. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.05.032>
20. Jedlińska, A., Samborska, K., Wiktor, A., Balik, M., Derewiaka, D., Matwijczuk, A., Gondek, E. (2022). Spray drying of pure kiwiberry pulp in dehumidified air. *Drying Technology*, 40(7), 1421-1435. <https://doi.org/10.1080/07373937.2020.1871006>
21. Koç, B., Koç, M., Baysan, U. (2021). Food Powders Bulk Properties. In E. Ermiş (Ed.), *Food Powders Properties and Characterization*, Springer, Cham, pp. 1-36. https://doi.org/10.1007/978-3-030-48908-3_1
22. Latocha, P. (2017). The nutritional and health benefits of kiwiberry (*Actinidia arguta*) – a review. *Plant Foods for Human Nutrition*, 72, 325-334. <https://doi.org/10.1007/s11130-017-0637-y>
23. Lawes, G.S. (1989). The effect of shading on the chlorophyll content of 'Hayward' kiwifruit. *New Zealand Journal of Crop and Horticultural Science*, 17(3), 245-249. <https://doi.org/10.1080/01140671.1989.10428039>
24. Matwijczuk, A., Budziak-Wieczorek, I., Czernel, G., Karcz, D., Barańska, A., Jedlińska, A., Samborska, K. (2022). Classification of honey powder composition by FTIR spectroscopy coupled with chemometric analysis. *Molecules*, 27(12), art. no. 3800. <https://doi.org/10.3390/molecules27123800>
25. Murali, S., Kar, A., Mohapatra, D., Kalia, P. (2015). Encapsulation of black carrot juice using spray and freeze drying. *Food Science and Technology International*, 21(8), 604-612. <https://doi.org/10.1177/1082013214557843>
26. Muzaffar, K., Nayik, G.A., Kumar, P. (2015). Stickiness problem associated with spray drying of sugar and acid rich foods: a mini review. *Journal of Nutrition & Food Sciences*, 5(12), art. no. S12003. <https://doi.org/10.4172/2155-9600.512-003>
27. Nishad, J., Selvan, C.J., Mir, S.A., Bosco, S.J.D. (2017). Effect of spray drying on physical properties of sugarcane juice powder (*Saccharum officinarum* L.). *Journal of Food Science and Technology*, 54, 687-697. <https://doi.org/10.1007/s13197-017-2507-x>
28. Pereira, D.C.d.S., Beres, C., Gomes, F.d.S., Tonon, R.V., Cabral, L.M. (2020). Spray drying of juçara pulp aiming to obtain a "pure" powdered pulp without using carrier agents. *Drying Technology*, 38(9), 1175-1185. <https://doi.org/10.1080/07373937.2019.1625363>
29. Samborska, K., Barańska, A., Szulc, K., Jankowska, E., Truszkowska, M., Ostrowska-Ligeża, E., Wołosiak, R., Szymańska, E., Jedlińska, A. (2020). Reformulation of spray dried apple concentrate and honey for the enhancement of drying process performance and the physicochemical properties of powders. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 100(5), 2224-2235. <https://doi.org/10.1002/jsfa.10247>
30. Samborska, K., Bonikowski, R., Kalemba, D., Barańska, A., Jedlińska, A., Edris, A. (2021). Volatile aroma compounds of sugarcane molasses as affected by spray drying at low and high temperature. *LWT – Food Science and Technology*, 145, art. no. 111288. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111288>
31. Samborska, K., Edris, A., Jedlińska, A., Barańska, A. (2022). The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying. *Journal of Food Process Engineering*, 45(1), art. no. e13928. <https://doi.org/10.1111/jfpe.13928>
32. Satora, P., Skotniczny, M., Strnad, S., Piechowicz, W. (2021). Chemical composition and sensory quality of sauerkraut produced from different cabbage varieties. *LWT – Food Science and Technology*, 136, Part 1, art. no. 110325. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110325>
33. Senior, S., Hamed, E., Masoud, M., Shehata, E. (2012). Characterization and dating of blue ballpoint pen inks using principal component analysis of UV-Vis absorption spectra, IR spectroscopy, and HPTLC. *Journal of Forensic Sciences*, 57(4), 1087-1093. <https://doi.org/10.1111/j.1556-4029.2012.02091.x>
34. Shi, Q., Fang, Z., Bhandari, B. (2013). Effect of addition of whey protein isolate on spray-drying behavior of honey with maltodextrin as a carrier material. *Drying Technology*, 31(13-14), 1681-1692. <https://doi.org/10.1080/07373937.2013.783593>
35. Shrestha, A.K., Ua-Arak, T., Adhikari, B.P., Howes, T., Bhandari, B.R. (2007). Glass transition behavior of spray dried orange juice powder measured by differential scanning calorimetry (DSC) and thermal mechanical compression test (TMCT). *International Journal of Food Properties*, 10(3), 661-673. <https://doi.org/10.1080/10942910601109218>
36. Stój, A., Targoński, Z. (2005). Use of sugar content analysis for the estimation of berry juice authenticity. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 55(4), 403-409.
37. Tontul, I., Topuz, A., Ozkan, C., Karacan, M. (2016). Effect of vegetable proteins on physical characteristics of spray-dried tomato powders. *Food Science and Technology International*, 22(6), 516-524. <https://doi.org/10.1177/1082013216629528>
38. Truong, V., Bhandari, B.R., Howes, T. (2005). Optimization of co-current spray drying process of sugar-rich foods. Part I — Moisture and glass transition temperature profile during drying. *Journal of Food Engineering*, 71(1), 55-65. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.10.017>
39. Wang, S., Konkol, E., Langrish, T.A.G. (2011). Spray drying of fruit juice using proteins as additives. *Drying Technology*, 29(16), 1868-1875. <https://doi.org/10.1080/07373937.2011.589552>
40. Zotarelli, M.F., da Silva, V.M., Durigon, A., Hubinger, M.D., Laurindo, J.B. (2017). Production of mango powder by spray drying and cast-tape drying. *Powder Technology*, 305, 447-454. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2016.10.027>
41. Zotarelli, M.F., Durigon, A., da Silva, V.M., Hubinger, M.D., Laurindo, J.B. (2022). Rehydration of mango powders produced by cast-tape drying, freeze drying, and spray drying. *Drying Technology*, 40(1), 175-187. <https://doi.org/10.1080/07373937.2020.1777562>

Warszawa, 20.09.2023

Alicja Barańska
alicja_baranska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska, A., Jedlińska, A., Samborska, K., 2021, “*Dehumidified-air-assisted spray drying of buckwheat honey with maltodextrin and skim milk powder as carriers*”, Applied Sciences, 11(7), 3150, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na: przeprowadzeniu części doświadczalnej, przygotowaniu danych do dalszych analiz, analizie danych, wizualizacji danych, napisaniu publikacji, edycji publikacji.

Podpis

A. Barańska

Warszawa, 20.09.2023

Aleksandra Jedlińska
aleksandra_jedlinska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska, A., Jedlińska, A., Samborska, K., 2021, “*Dehumidified-air-assisted spray drying of buckwheat honey with maltodextrin and skim milk powder as carriers*”, Applied Sciences, 11(7), 3150, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na udziale w opracowaniu części metodyki oraz części doświadczalnej.

Podpis



Warszawa, 06.09.2023

Katarzyna Samborska
katarzyna_samborska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska, A., Jedlińska, A., Samborska, K., 2021, “*Dehumidified-air-assisted spray drying of buckwheat honey with maltodextrin and skim milk powder as carriers*”, Applied Sciences, 11(7), 3150, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na udziale w opracowaniu ogólnej koncepcji badań, metodyki, wynonaiu recenzji oraz edycji publikacji.



Warszawa, 06.09.2023

Katarzyna Samborska
katarzyna_samborska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Samborska, K., Edris, A., Jedlińska, A., Barańska, A., 2022, "*The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying*", Journal of Food Process Engineering, 45(1), e13928, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na udziale w opracowaniu ogólnej koncepcji badań, analizie wyników, opracowaniu metodyki, nadzorowaniu postępu prac, edycji publikacji oraz procesie recenzji.





Appendix 2 – The template of the Declaration of Co-authorship

Cairo, Egypt
March, 1, 2023

Prof. Amr Edris
Food Industry and Nutrition Research
Division, Department of Chemistry of Flavor
and Aroma, National Research Center
Cairo, Egypt
amredris07@gmail.com

**The Discipline Council
Food Technology and Nutrition
SGGW - Warsaw University of Life Sciences**

Declaration of Co-authorship

I hereby declare that my individual contribution in the preparation of the publication:
Samborska, K., Edris, A., Jedlińska, A., & Barańska, A. (2022). The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying. Journal of Food Process Engineering, 45(1), e13928
included: data curation, formal analysis, investigation.

I agree
Amr E. Edris
1. March 2023

Warszawa, 20.09.2023


Aleksandra Jedlińska
aleksandra_jedlinska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Samborska, K., Edris, A., Jedlińska, A., Barańska, A., 2022, *“The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying”*, Journal of Food Process Engineering, 45(1), e13928, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na udziale w opracowaniu ogólnej koncepcji badań, udziale w części badawczej, przygotowaniu części wyników do dalszych analiz, analizie części danych.

Podpis



Warszawa, 20.09.2023

Alicja Barańska
alicia_baranska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Samborska, K., Edris, A., Jedlińska, A., Barańska, A., 2022, "*The production of white mulberry molasses powders with prebiotic carrier by dehumidified air-assisted spray drying*", Journal of Food Process Engineering, 45(1), e13928, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na: przeprowadzeniu części doświadczalnej, przygotowaniu danych do dalszych analiz, analizie danych, wizualizacji danych, napisaniu publikacji, edycji publikacji, pracy związanej z odpowiedziami w procesie recenzji.

Podpis

A. Barańska

Warszawa, 20.09.2023

Alicja Barańska
alicia_baranska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska, A., Świeca, M., Samborska, K, 2023, "*Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier—Physical properties, antioxidant activity and in vitro bioaccessibility*", Drying Technology, 41(3), 444-459, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał: opracowaniu ogólnej koncepcji badań, opracowaniu metodyki, przeprowadzeniu części doświadczalnej, przygotowaniu danych do dalszych analiz, analizie danych, wizualizacji danych, napisaniu publikacji, edycji publikacji, pracy związanej z odpowiedziami w procesie recenzji.

Podpis

A. Barańska

Warszawa, 12.07.2023

Michał Świeca

michal.swieca@up.lublin.pl

Rada Dyscypliny
technologia żywności i żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy

Barańska, A., Świeca, M., & Samborska, K. (2023). Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier—Physical properties, antioxidant activity and *in vitro* bioaccessibility. *Drying Technology*, 41(3), 444-459.
DOI: 10.1080/07373937.2022.2096060

mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na wykonaniu analiz zawartości związków polifenolowych, właściwości przeciwutleniających i biodostępności *in vitro* oraz pomocy w interpretacji otrzymanych wyników.

Michał Świeca



Signed by /
Podpisano przez:

Michał Świeca
Uniwersytet
Przyrodniczy w
Lublinie

Date / Data:
2023-07-13 13:48

/podpisano kwalifikowalnym podpisem elektronicznym/

Warszawa, 06.09.2023

Katarzyna Samborska
katarzyna_samborska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska, A., Świeca, M., Samborska, K., 2023, "*Sour cherry juice concentrate powdered by high and low temperature spray drying with pea protein as a carrier—Physical properties, antioxidant activity and in vitro bioaccessibility*", *Drying Technology*, 41(3), 444-459, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na udziale w opracowaniu ogólnej koncepcji badań, przygotowaniu edytorskim publikacji i w procesie recenzji.



Warszawa, 23.10.2023

Alicja Barańska
alicja_baranska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska A., Michalska-Ciechanowska A., Wojdyło A., Mykhailyk V.A., Korinchevska T.V., Samborska K., 2023. *Carriers based on dairy by-products and dehumidified-air spray drying as novel multiple approach towards improved retention of phenolics in powders: sour cherry juice concentrate case study*. Journal of the Science of Food and Agriculture, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na opracowaniu głównej koncepcji badawczej oraz metodyki, przeprowadzeniu części doświadczalnej, opracowaniu danych do dalszej analizy, napisaniu publikacji oraz jej edycji, wizualizacji danych oraz pracy związanej z odpowiedziami w procesie recenzji.



Podpis

Warszawa, 23.10.2023r

Anna Michalska-Ciechanowska
anna.michalska@upwr.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska A., Michalska-Ciechanowska A., Wojdyło A., Mykhailik V.A., Korinchevska T.V., Samborska K., 2023. *Carriers based on dairy by-products and dehumidified-air spray drying as novel multiple approach towards improved retention of phenolics in powders: sour cherry juice concentrate case study*. Journal of the Science of Food and Agriculture, <https://doi.org/10.1002/jsfa.13033>, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na opracowaniu metodyki, przeprowadzeniu części badań analitycznych, napisaniu części publikacji i jej edycji oraz wizualizacji danych.

 Prostytut ENIGMA
ANNA OLGA MICHALSKA-CIECHANOWSKA
25.10.2023
15:36:46 +0200

Podpis

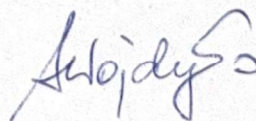
Warszawa, 23.10.2023

Aneta Wojdyło
aneta.wojdylo@upwr.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywnienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska A., Michalska-Ciechanowska A., Wojdyło A., Mykhailyk V.A., Korinchevska T.V., Samborska K., 2023. *Carriers based on dairy by-products and dehumidified-air spray drying as novel multiple approach towards improved retention of phenolics in powders: sour cherry juice concentrate case study* Journal of the Science of Food and Agriculture, <https://doi.org/10.1002/jsfa.13033>, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na opracowaniu metodyki, przeprowadzeniu części badań analitycznych, zrewidowaniu publikacji oraz jej edycji.



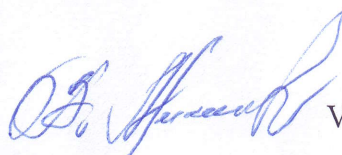
Podpis

The Discipline Council
of the Food and Nutrition Technology
SGGW - Warsaw University of Life Sciences

Declaration of Co-authorship

I hereby declare that my individual contribution in the preparation of the dissertation Barańska A., Michalska-Ciechanowska A., Wojdyło A., Mykhailyk V.A., Korinchevska T.V., Samborska K., 2023. *Carriers based on dairy by-products and dehumidified-air spray drying as novel multiple approach towards improved retention of phenolics in powders: sour cherry juice concentrate case study*. Journal of the Science of Food and Agriculture, <https://doi.org/10.1002/jsfa.13033>, included analytical part – determination of glass transition temperature (T_g).

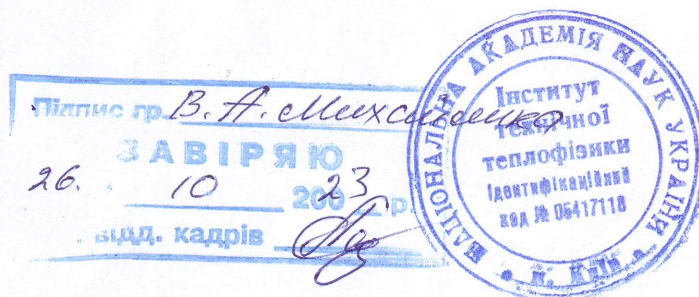
PhD, Senior Research Scientist,
Leading Researcher of
Institute of Engineering Thermophysics of
National Academy of Sciences of Ukraine



Viacheslav A. Mykhailyk

25.10.2023.

mhlk45@gmail.com



The Discipline Council
of the Food and Nutrition Technology
SGGW - Warsaw University of Life Sciences

Declaration of Co-authorship

I hereby declare that my individual contribution in the preparation of the dissertation Barańska A., Michalska-Ciechanowska A., Wojdyło A., Mykhailyk V.A., Korinchevska T.V., Samborska K., 2023. *Carriers based on dairy by-products and dehumidified-air spray drying as novel multiple approach towards improved retention of phenolics in powders: sour cherry juice concentrate case study*. Journal of the Science of Food and Agriculture, <https://doi.org/10.1002/jsfa.13033>, included analytical part – determination of glass transition temperature (T_g).

PhD, Senior Researcher of
Institute of Engineering Thermophysics of
National Academy of Sciences of Ukraine

T.V. Korinchevska Tetiana V. Korinchevska
26.10.2023 tvkorin@gmail.com



Warszawa, 23.10.2023

Katarzyna Samborska
katarzyna_samborska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska A., Michalska-Ciechanowska A., Wojdyło A., Mykhailik V.A., Korinchevska T.V., Samborska K., 2023. *Carriers based on dairy by-products and dehumidified-air spray drying as novel multiple approach towards improved retention of phenolics in powders: sour cherry juice concentrate case study*. Journal of the Science of Food and Agriculture, <https://doi.org/10.1002/jsfa.13033>, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na przygotowaniu ogólnej koncepcji badań, napisaniu części publikacji, sprawdzeniu poprawności merytorycznej publikacji oraz jej edycji.



Podpis

Warszawa, 20.09.2023

Alicja Barańska
alicia_baranska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska, A., Jedlińska, A., Samborska, K., 2023, „*Is it Possible to Produce Carrier-Free Fruit and Vegetable Powders by Spray Drying?*” Polish Journal of Food and Nutrition Sciences, 73(3), 214-223, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na: opracowaniu ogólnej koncepcji badań, opracowaniu metodyki, przeprowadzeniu części doświadczalnej, przygotowaniu danych do dalszych analiz, analizie danych, wizualizacji danych, napisaniu publikacji, edycji publikacji.

Podpis

A. Barańska

Warszawa, 20.09.2023

Aleksandra Jedlińska
aleksandra_jedlinska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska, A., Jedlińska, A., Samborska, K., 2023, „*Is it Possible to Produce Carrier-Free Fruit and Vegetable Powders by Spray Drying?*” Polish Journal of Food and Nutrition Sciences, 73(3), 214-223, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na udziale w części doświadczalnej oraz edycji publikacji.

Podpis



Warszawa, 06.09.2023

Katarzyna Samborska
katarzyna_samborska@sggw.edu.pl

**Rada Dyscypliny Technologia
Żywności i Żywienia
Szkoły Głównej Gospodarstwa
Wiejskiego w Warszawie**

Oświadczenie o współautorstwie

Niniejszym oświadczam, że w pracy: Barańska, A., Jedlińska, A., Samborska, K., 2023, „*Is it Possible to Produce Carrier-Free Fruit and Vegetable Powders by Spray Drying?*” Polish Journal of Food and Nutrition Sciences, 73(3), 214-223, mój indywidualny udział w jej powstaniu polegał na udziale w opracowaniu ogólnej koncepcji badań, przygotowaniu edytorskim publikacji i w procesie recenzji.



Wyrażam zgodę na udostępnianie mojej pracy w czytelniach Biblioteki SGGW.

.....

(czytelny podpis autora)