

## اثر نوع دیواره و روش ریزپوشانی بر ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی ریزکپسول‌های روغن ماهی

بهاره شعبانپور<sup>۱\*</sup>، بهار مهران<sup>۲</sup>، پرستو پورعاشوری<sup>۳</sup>، سیدمهدی جعفری<sup>۴</sup>

۱- استاد، گروه فرآوری محصولات شیلاتی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، گرگان، ایران  
\* نویسنده مسئول (b\_shabanpour@yahoo.com)

۲- دانش‌آموخته دکتری، گروه فرآوری محصولات شیلاتی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، گرگان، ایران

۳- استادیار، گروه فرآوری محصولات شیلاتی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، گرگان، ایران

۴- دانشیار، گروه مهندسی مواد و طراحی صنایع غذایی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، گرگان، ایران

### چکیده

تاریخ دریافت: ۱۳۹۵/۰۷/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۳۹۶/۰۳/۰۹

### واژه‌های کلیدی

خشک کردن پاششی

روغن ماهی

ریزپوشانی

کوآسرواسیون

میکروکپسول

در این مطالعه خصوصیات فیزیکوشیمیایی روغن ماهی ریزپوشانی شده با استفاده از مواد دیواره و روش‌های ریزپوشانی مختلف مورد بررسی قرار گرفت. روغن ماهی با ۳ ترکیب مختلف دیواره (ژلاتین ماهی+مالتودکستروزین، کاپاکاراگینان+مالتودکستروزین، ژلاتین ماهی+کاپاکاراگینان+مالتودکستروزین) و به ۳ روش مختلف کوآسرواسیون، خشک‌کن پاششی و خشک‌کن انجمادی برای تولید پودرهایی حاوی ۲۵ درصد روغن ماهی خشک گردید. برای بررسی خصوصیات فیزیکوشیمیایی پارامترهای میزان رطوبت، میزان روغن کل، میزان روغن سطحی، میزان کارایی ریزپوشانی، رنگ و مورفولوژی میکروکپسول‌ها بررسی و اندازه‌گیری شدند. نتایج بررسی فاکتورهای فیزیکوشیمیایی پودرهای تولیدی نشان می‌دهد که ژلاتین ماهی+مالتودکستروزین بهترین ترکیب دیواره و روش کوآسرواسیون نیز مناسب‌ترین روش برای ریزپوشانی روغن ماهی بوده است. ریزپوشانی با این مواد و این روش قادر می‌باشد تا پودرهایی با کارایی ریزپوشانی بالاتر و میزان روغن سطحی پایین‌تر از سایر تیمارها تولید نماید. نتایج نشان می‌دهد که میکروکپسول‌های تولیدشده به روش کوآسرواسیون کروی‌تر و بزرگ‌تر از سایر تیمارها بودند. مقایسه روش‌های خشک‌کردن پاششی، خشک‌کردن انجمادی و کوآسرواسیون تأیید می‌کند که ترکیب دیواره، درجه حرارت خشک‌کردن، مورفولوژی میکروکپسول و زمان فرایند در واقع مهم‌ترین فاکتورهایی هستند که روی پایداری پودر روغن ماهی اثر می‌گذارند.

### مقدمه

موجود در ماهی و روغن ماهی، به‌خوبی شناخته‌شده است و مصرف منظم این اسیدهای چرب پیشنهاد شده است (Kolanowski et al., 2007; Kitessaa et al., 2001).

دولت‌های مختلف شهروندان خود را به مصرف این اسیدهای چرب تشویق می‌کنند (Dahm et al., 1999). جدیدترین پیشنهاد جامعه بین‌المللی در زمینه

در سال‌های اخیر توجه به مقدار مصرف اسیدهای چرب امگا-۳ در رژیم غذایی روزانه افزایش یافته است. فواید سلامتی بخشی حاصل از مصرف ایکوزاپنتانویک اسید (EPA)<sup>۱</sup> و دوکوزاهگزانویک اسید (DHA)<sup>۲</sup>

<sup>1</sup> Eicosapentaenoic acid (EPA)

<sup>2</sup> Docosahexaenoic acid (DHA)

بسیاری تحت تأثیر ترکیب ماده دیواره است و مقدار ماده جامد، ویسکوزیته و اندازه ذرات نیز تحت تأثیر آن قرار دارد. از این رو، گام اصلی در ریزپوشانی ترکیبات غذایی، انتخاب ترکیب مناسب ماده دیواره است و از دامنه وسیعی از پلیمرهای طبیعی و سنتزی استفاده شده است (Pourashouri *et al.*, 2014). کیتوزان، پکتین چغندر قند، کاربئنات سدیم، ژلاتین، مالتودکسترین<sup>۳</sup>، نشاسته، پروتئین آب پزیر، صمغ گیاهان مختلف و غیره به تنهایی یا به صورت ترکیبی برای ریزپوشانی روغن ماهی استفاده شده‌اند (Kagami *et al.*, 2003; Kolanowski *et al.*, 2006; Shen *et al.*, 2010; Bao *et al.*, 2011).

علی‌رغم مطالعه‌های مختلف که روی ترکیبات مختلف ماده دیواره و روش‌های مختلف ریزپوشانی شده است؛ مطالعه‌های اندکی روی استفاده از کاراگینان<sup>۴</sup> در ریزپوشانی روغن ماهی انجام شده است. بیشتر مطالعه‌ها، از کاراگینان در ریزپوشانی پروبیوتیک‌ها استفاده نموده‌اند و این ریزپوشانی سبب بهبود پایداری پروبیوتیک‌ها گردید (Shi *et al.*, 2013). در مطالعه‌های دیگر از کاراگینان به عنوان دیواره در ریزپوشانی رایحه استفاده گردید و مشخص شد که این دیواره پتانسیل ریزپوشانی رایحه و استفاده از آن در فرمولاسیون‌های غذایی را داراست (Hambleton *et al.*, 2009). مطالعه‌ای روی ترکیب کاراگینان و ژلاتین ماهی صورت نگرفته است. این دو ترکیب دیواره با منشأ دریایی برای ریزپوشانی روغن ماهی انتخاب گردیدند. در این تحقیق علاوه بر مطالعه روی ماده دیواره، ۳ روش مختلف ریزپوشانی (خشک کردن پاششی، خشک کردن انجمادی و کوآسرواسیون) نیز مورد مطالعه قرار گرفته است. تأثیر استفاده از مواد مختلف دیواره و روش‌های ریزپوشانی با سنجش ویژگی‌های پودرهای تولیدی مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

### مواد و روش‌ها

#### مواد مورد استفاده

روغن ماهی منهدان<sup>۵</sup>، K-کاراگینان، ژلاتین (از پوست

مطالعه‌های اسیدهای چرب، مصرف EPA و DHA، ۵۰۰ میلی‌گرم در روز می‌باشد.

این اسیدهای چرب در غذای روزانه کمتر از میزان پیشنهادی می‌باشند و این امر سبب شده است تا تولیدکنندگان در بسیاری از کشورها به سوی تولید غذاهای فراسودمند و عملگر حاوی این ترکیبات گام بردارند. اثر سلامت‌بخشی روغن ماهی به خوبی شناخته شده است و به عنوان منبعی برای غنی‌سازی مواد غذایی و مکمل‌های تغذیه‌ای جهت حفظ عملکرد طبیعی مغز، کاهش احتمال ابتلا به سرطان و جلوگیری از بیماری‌های قلب و عروقی می‌باشد (پورعاشوری، ۱۳۹۵؛ AROQ, 2003).

بزرگ‌ترین مانع تکنیکی موجود در افزودن مقادیر مؤثر EPA و DHA به مواد غذایی، اکسیداسیون و ایجاد عطر و بوی ماهی، ناشی از تجزیه لیپید می‌باشد، که بایستی از آنها جلوگیری شود. علاوه بر آن طعم و بوی نامطبوع روغن ماهی سبب کاهش و از بین رفتن کیفیت محصولات خوراکی می‌گردد (Cho *et al.*, 2003; Alamed *et al.*, 2006; Pourashouri *et al.*, 2014). یکی از روش‌های مناسب برای حفاظت از روغن ماهی، ریزپوشانی<sup>۱</sup> می‌باشد (Gan *et al.*, 2008; Pourashouri *et al.*, 2014; Heinzelmann *et al.*, 2000). ریزپوشانی فرایندی است که طی آن ذرات بسیار ریز، قطره‌ها یا حباب‌ها پوشش داده می‌شوند. جهت جلوگیری از تشخیص مزه با زبان یا تغییر بافت ماده غذایی، اندازه ذرات روغنی ریزپوشانی شده بایستی کمتر از ۱۰۰ میکرومتر باشد (Truelstrup-Hansen *et al.*, 2002). ریزپوشانی اسیدهای چرب امگا-۳ در مواد دیواره مناسب می‌تواند ارزش غذایی و ویژگی‌های حسی این مواد را حفظ نماید (Eratte *et al.*, 2014). خشک کردن پاششی، کوآسرواسیون<sup>۲</sup> و اکستروژن از تکنولوژی‌های اصلی و رایج در ریزپوشانی ترکیبات چربی‌دوست هستند (Drusch & Berg, 2008).

یکی از مهم‌ترین پارامترها در افزایش کارایی ریزپوشانی توجه به ماده دیواره است. طبق مطالعه‌های کارایی ریزپوشانی، مقدار پراکسید، اندازه، چگالی و میزان رطوبت میکروکپسول‌های روغن ماهی به میزان

<sup>3</sup> Maltodextrin

<sup>4</sup> Carrageenan

<sup>5</sup> Fish Oil from Menhaden

<sup>1</sup> Encapsulation

<sup>2</sup> Coacervation

(Pourashouri *et al.*, 2014).

#### خشک کردن انجمادی امولسیون‌ها

امولسیون‌های تهیه‌شده ابتدا به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۸۰- درجه سانتی‌گراد منجمد شده و پس از آن در خشک‌کن انجمادی (Alpha 1-2 LD Plus, Christ, ساخت آلمان) در فشار تقلیل‌یافته خشک گردیدند. فرایند خشک‌شدن امولسیون‌های منجمد در خشک‌کن انجمادی ۴۵ ساعت به طول انجامید. توده‌های اسفنجی حاصل با استفاده از یک هاون چینی به پودر یکنواختی تبدیل شدند. این پودرها سپس در ظروف مخصوص و کاملاً در بسته در فریزر ۲۰- درجه سانتی‌گراد نگهداری گردیدند تا آزمایش‌های فیزیکوشیمیایی لازم روی آنها به عمل آید.

#### خشک کردن پاششی امولسیون‌ها

شرایط عملیاتی خشک‌کن پاششی (Labmaq do Ribeirão Preto, Brasil, model MSD 1.0, ساخت برزیل)، پس از آزمایش‌های اولیه و انجام پیش‌تیمار و رسیدن به شرایط بهینه تنظیم گردید (دمای ورودی ۱۸۰ درجه سانتی‌گراد و درجه حرارت خروجی ۸۰ درجه سانتی‌گراد). در نهایت نیز پودرهای تولیدی در ظروف مخصوص و کاملاً در بسته در فریزر با دمای ۲۰- درجه سانتی‌گراد نگهداری گردیدند تا آزمایش‌های فیزیکوشیمیایی لازم روی آنها به عمل آید (Pourashouri *et al.*, 2014).

#### خشک کردن امولسیون‌ها به روش کوآسرواسیون

ابتدا روغن‌ماهی در محلول پلی‌وینیل‌الکل با استفاده از همزن مغناطیسی حل شد. سپس این مخلوط به محلول کاپا کاراگینان و ژلاتین اضافه گردید. از پلی‌وینیل‌الکل به عنوان حلال و افزایش‌دهنده قدرت یونی استفاده شد (Versic, 2003). در این مرحله، pH حدود ۴/۵-۵ بود. در حین فرایند مخلوط‌کردن، قدرت یونی مخلوط توسط نمک طعام با غلظت ۰/۱ مولار تنظیم گردید. زیرا افزودن نمک به میزان زیاد فرایند ریزپوشانی را متوقف می‌کند (Dong *et al.*, 2007; 2008). در مرحله بعد برای مستحکم‌سازی

ماهیان سردآبی<sup>۱</sup>، انیسیدین<sup>۱</sup>، پیسین، محلول گلو تارا آلد هید<sup>۲</sup> (۲۵ درصد) و پلی‌وینیل‌الکل (وزن مولکولی: ۵۰-۳۱ کیلودالتون) از شرکت سیگما-آلد ریچ<sup>۳</sup> تهیه شدند. مالتودکسترین از شرکت مواد شیمیایی پاسارگاد و سایر مواد شیمیایی مورد استفاده در تمامی آزمایش‌ها با درجه آزمایشگاهی از شرکت‌های مرک<sup>۴</sup>، اپلیکم<sup>۵</sup> و فلوکام<sup>۶</sup> خریداری گردیدند. در تمامی محلول‌ها از آب مقطر دوبار تقطیر استفاده شد.

#### مراحل تولید میکروکپسول‌ها

##### تهیه امولسیون‌ها

محلول‌هایی از پودرهای مواد دیواره (جدول ۱) در آب مقطر تهیه شدند. این محلول‌ها ۱ روز قبل از تهیه امولسیون تولید و در طی شب در بن‌ماری شیکردار (Schwabach, Memmert GmbH, ساخت آلمان) قرار گرفتند، تا از آب‌گیری کامل مواد و حل‌شدن کامل آنها اطمینان حاصل شود. درصد کل مواد جامد محلول ۴۰ درصد وزنی/حجمی برای تمامی امولسیون‌ها انتخاب شد. فرمولاسیون نهایی تیمارهای مختلف پس از طی آزمایش‌های اولیه (پایداری گرمی امولسیون) جهت تعیین نسبت بهینه مواد دیواره و رسیدن به بهترین درصدها برای هر تیمار مشخص گردید. امولسیون‌های روغن در آب در طی ۲ مرحله تهیه شدند. در ابتدا مواد هسته با نسبت بیان‌شده به صورت تدریجی به مواد دیواره اضافه و مخلوط شده و به مدت ۱۰ دقیقه هم‌زده شدند. در مرحله بعد امولسیون‌ها به کمک هم‌زن‌نایزر اولتراتوراکس (Ultraturrax IKA T25, ساخت آلمان)، به مدت ۵ دقیقه در ۱۲۰۰۰ دور با یکدیگر کاملاً هم‌وزن‌شده تا امولسیونی یک‌دست حاصل شود. در ادامه آزمایش‌ها بررسی پایداری امولسیون‌ها انجام شده و پس از آن امولسیون‌ها جهت خشک‌شدن به روش خشک‌کردن انجمادی و خشک‌کردن پاششی آماده گردیدند

<sup>1</sup> p-Anisidine

<sup>2</sup> Glutaraldehyde

<sup>3</sup> Sigma-Aldrich Chemical Co. (St. Louis, MO)

<sup>4</sup> Merck (Darmstadt)

<sup>5</sup> Applichem

<sup>6</sup> Fluka

دیواره میکروکپسول‌ها از گلو تار آل‌دیئید استفاده شد (Drusch *et al.*, 2008). در انتهای کوآسرواسیون نمونه‌ها خشک شدند.

جدول ۱- تیمارهای آزمایشی جهت ریزپوشانی روغن ماهی با استفاده از کاراگینان و ژلاتین ماهی

تیمار	ترکیب دیواره			هسته
	FG	KC	مالتودکسترین (MD)	
ژلاتین ماهی (FG)	۷/۵	-	۳۲/۵	روغن ماهی منهدان
کاپاکاراگینان (KC)	-	۱	۳۸/۵	۱۰
ژلاتین ماهی - کاپاکاراگینان	۷/۵	۱	۳۱/۵	۰/۵

در ۸۰۰۰ دور (۱۲۳۷۸×گرم) سانتریفیوژ (Hamburg, Eppendorf, Centrifuge 5810R) ساخت آلمان) گردید. پس از عبور نمونه از کاغذ صافی و ۲ بار شست‌وشو با  $n$ -هگزان، حلال در روتاری (Type KRvr TD, RE 111 Rotavapor, BUCHI, 65.45) ساخت سوئیس) با دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد تبخیر گردید. عصاره عاری از حلال در ۱۰۵ درجه سانتی‌گراد خشک شده و میزان روغن سطحی پودرها محاسبه گردید (Klinkesorn *et al.*, 2006).

#### اندازه‌گیری روغن کل<sup>۵</sup>

۲ میلی‌لیتر بافر استات (pH=۳) به ۰/۵ گرم پودر اضافه شده و به مدت ۱ دقیقه با استفاده از ورتکس (IKA Vortex Shaker، ساخت آلمان) مخلوط گردیدند. محلول حاصل با ۲۵ میلی‌لیتر از مخلوط  $n$ -هگزان (۳) / ایزوپروپانل (۱) استخراج شد و لوله‌ها به مدت ۱۵ دقیقه سانتریفیوژ شدند و فاز آلی شفاف جمع‌آوری گردید و فاز آبی مجدداً با مخلوط حلال استخراج شد. پس از فیلتراسیون و عبور از سولفات سدیم خشک، حلال در روتاری تبخیر شد و عصاره عاری از حلال در ۱۰۵ درجه سانتی‌گراد خشک شد و روغن کل محاسبه گردید (Klinkesorn *et al.*, 2006).

#### اندازه‌گیری کارایی ریزپوشانی<sup>۶</sup>

مقدار کارایی ریزپوشانی به کمک مقدار روغن کل و

#### اندازه‌گیری شاخص کرمی شدن

۱۰ گرم از هر امولسیون درون یک لوله آزمایش (قطر درونی=۱۵ میلی‌متر و ارتفاع=۱۲۵ میلی‌متر) انتقال داده شده و به مدت ۲۴ ساعت در دمای اتاق نگهداری شد. بعد از نگهداری، امولسیون‌ها به صورت چشمی به امولسیون‌های با «لایه کرمی<sup>۱</sup>» کدر و غیرشفاف در بالا و «لایه سرمی<sup>۲</sup>» شفاف (یا کدر) در پایین لوله آزمایش تفکیک شدند. ارتفاع کلی امولسیون‌ها و ارتفاع لایه کرمی اندازه‌گیری شدند. درصد این شاخص طبق رابطه (۱) محاسبه گردید. تمام اندازه‌گیری‌ها حداقل روی ۳ نمونه تازه تهیه شده انجام گرفت (Pourashouri *et al.*, 2014).

رابطه (۱)

$$\text{ارتفاع لایه کرمی} \times 100 = \frac{\text{ارتفاع کلی امولسیون}}{\text{شاخص شدن کرمی}}$$

#### اندازه‌گیری رطوبت

مقدار رطوبت میکروکپسول‌ها از طریق تفاوت وزن ۱-۲ گرم پودر پس از خشک کردن به مدت ۱۶ ساعت در آون ۱۰۵ درجه سانتی‌گراد محاسبه گردید. نتایج به صورت میزان رطوبت در ۱۰۰ گرم پودر گزارش گردید (Zhong *et al.*, 2009).

#### اندازه‌گیری روغن سطحی<sup>۳</sup>

۱۵ میلی‌لیتر  $n$ -هگزان<sup>۴</sup> به ۲/۵ گرم پودر اضافه شد و به مدت ۲ دقیقه مخلوط گردید. این مخلوط ۲۰ دقیقه

<sup>۴</sup> Hexane

<sup>۵</sup> Total Oil

<sup>۶</sup> Encapsulation Efficiency

<sup>۱</sup> Cream layer

<sup>۲</sup> Serum layer

<sup>۳</sup> Surface Oil

استفاده شد. معنی‌دار بودن نتایج حاصل از بررسی فاکتورهای مختلف پودرهای تولیدی در قالب طرح کاملاً تصادفی با استفاده از آنالیز واریانس یک‌طرفه (ANOVA) و آزمون دانکن در سطح ( $P < 0.05$ ) بررسی شدند. در تمامی موارد آنالیز روی ۳ تکرار برای هر تیمار انجام گرفت.

## نتایج و بحث

### شاخص کرمی‌شدن

یکی از عواملی که بر کارایی ریزپوشانی روغن و مواد طعم‌دهنده تأثیر می‌گذارد و سبب ثبات بهتر و کارایی بالاتر می‌گردد، پایداری امولسیون است. امولسیون‌های ناپایدار توانایی اندکی در حفظ و نگهداری مواد دارند. کرمی‌شدن نشانه اولیه عدم پایداری امولسیون‌های روغن در آب می‌باشد و منجر به دو فاز شدن امولسیون می‌شود. فاز سرم پایینی کاملاً شفاف و متمایز و یا نیمه‌شفاف و لایه دیگر کرمی می‌باشد. این پدیده با هم‌پیوستگی ذرات روغن به یکدیگر در فاز کرم ادامه یافته و سبب ایجاد لایه روغنی بر سطح نمونه می‌گردد (Dickinson, 2003; Hall, 1996). بررسی پایداری امولسیون‌های تولیدی به کمک شاخص کرمی‌شدن صورت گرفت. نسبت‌های مورد مطالعه در ترکیب دیواره‌ها دارای کم‌ترین مقدار شاخص کرمی‌شدن، یعنی صفر درصد بودند. در این تحقیق هیچ نوع جدایی فاز و کرمی‌شدنی در طی نگهداری مشاهده نگردید که نشان‌دهنده پایداری امولسیون‌های تولیدشده بود. بررسی‌ها نشان می‌دهد که امولسیون‌ها در برابر انبوهش<sup>۴</sup>، لخته‌شدن<sup>۵</sup> یا انعقاد<sup>۶</sup> پایدار می‌باشند که با نتایج مطالعه‌های دیگر نیز هم‌راستا بود (McClements, 2005).

### رطوبت میکروکپسول‌ها

یکی از فاکتورهای مهم که در پایداری پودرهای ریزپوشانی‌شده نقش تعیین‌کننده دارد مقدار رطوبت است، زیرا مقدار بالای رطوبت سبب به‌هم‌چسبندگی<sup>۷</sup>

روغن سطحی طبق رابطه (۲) محاسبه گردید (Klinkesorn et al., 2006).

رابطه (۲)

$$\text{روغن ریزپوشانی شده (گرم در ۱۰۰ گرم پودر)} \times 100 = \frac{\text{کارایی ریزپوشانی}}{\text{روغن کل (گرم در ۱۰۰ گرم پودر)}}$$

### اندازه‌گیری رنگ میکروکپسول‌ها

برای اندازه‌گیری رنگ میکروکپسول‌ها، مقداری از پودرها درون ظرفی قرار گرفت و سپس میزان رنگ با استفاده از دستگاه رنگ‌سنج (Lovibond CAM-System 500، ساخت انگلستان) اندازه‌گیری شد و ۳ فاکتور  $L^*$ ،  $a^*$  و  $b^*$  در هر نمونه اندازه‌گیری گردید.  $L^*$  نشانگر روشنی میکروکپسول‌ها و  $a^*$  و  $b^*$  نشان‌دهنده رنگ میکروکپسول‌ها می‌باشند ( $a^* =$  سبزی،  $a^* = +a^*$  = قرمزی،  $b^* = -b^*$  = آبی‌رنگ و  $b^* = +b^*$  = زردی) (Takeungwongtrakul & Benjakul, 2016).

### بررسی مورفولوژی میکروکپسول‌ها

ریزساختار و مورفولوژی سطحی میکروکپسول‌های تولیدی به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۱</sup> (LEO 1455VP، Cambridge، ساخت انگلستان) بررسی شد. نمونه‌ها روی استاب‌های آلومینیومی دستگاه ثابت شده و سپس با استفاده از طلا (۴۰):پالادیوم (۶۰) پوشانده شدند. جهت بررسی سطوح خارجی میکروکپسول‌ها و بررسی شکل و ویژگی‌های سطحی (شکستگی، فرورفتگی، چین‌خوردگی و غیره) از سطح آنها تصویر تهیه گردید.

### اندازه‌گیری سایز ذرات

۰/۰۱ گرم میکروکپسول با ۰/۵ میلی‌لیتر آب مقطر در دمای اتاق ترکیب شد و سپس اندازه ذرات به کمک دستگاه زتا سائزر (Malvern Instruments Ltd، Worcestershire، ساخت انگلستان) اندازه‌گیری گردید.

### آنالیز آماری

برای تجزیه و تحلیل داده‌ها از نرم‌افزار SPSS16

<sup>3</sup> Coalescence

<sup>4</sup> Aggregation

<sup>5</sup> Flocculation

<sup>6</sup> Coalescence

<sup>7</sup> Caking, Agglomeration

<sup>1</sup> Scanning electron microscope

<sup>2</sup> Stub

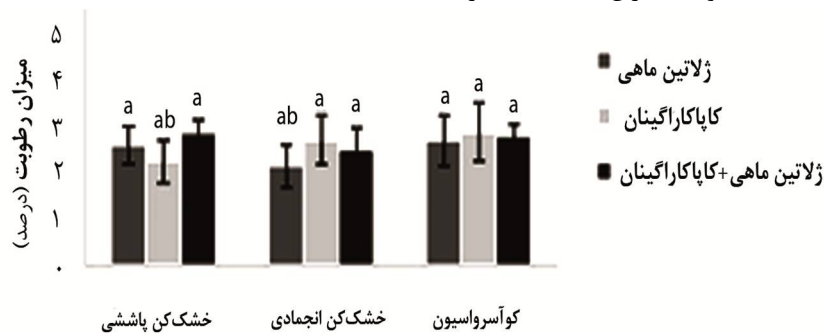
میزان رطوبت در پودرهای تولیدی به روش خشک‌کن پاششی کمی بیشتر از تیمارهای خشک‌کن انجمادی بوده است، که با نتایج به‌دست‌آمده در پژوهش اخیر هم‌راستا می‌باشد. Anandharamakrishnan و همکاران (۲۰۰۸) بیان کردند که تشکیل سریع پوسته در طی خشک‌کردن پاششی مانع از خروج بخار آب می‌گردد.

Malecki و همکاران (۱۹۷۰) و Heldman و Hohner (۱۹۷۴) نیز گزارش کردند که انتشار آب فاکتور کنترل‌کننده سرعت خشک‌شدن در خشک‌کن انجمادی است، از این رو، کاهش اندازه ذرات می‌تواند فرایند خشک‌شدن را تسریع نماید.

ذرات، تسریع رشد میکروبی و اکسیداسیون می‌گردد. میزان استاندارد صنایع غذایی در مورد رطوبت در پودرهای خشک ۳-۴ درصد می‌باشد (Masters, 1991; Baik *et al.*, 2004; Klinkesorn *et al.*, 2006; Lim *et al.*, 2011).

پودرهای ریزپوشانی‌شده به روش خشک‌کن انجمادی دارای کم‌ترین میزان رطوبت و به‌ترتیب برای دیواره ژلاتین ماهی، دیواره ترکیبی و کاپاکاراگینان در حدود ۲/۱۳، ۲/۴۸ و ۲/۷ درصد بودند. بیشترین میزان رطوبت نیز در میکروکپسول‌های تولیدی به روش شیمیایی کوآسرواسیون مشاهده شده است. اما در کل تفاوت معنی‌داری بین میزان رطوبت در میان تیمارها مشاهده نگردید (شکل ۱).

در تحقیق Swetank و همکاران (۲۰۱۵) نیز



### روش خشک کردن

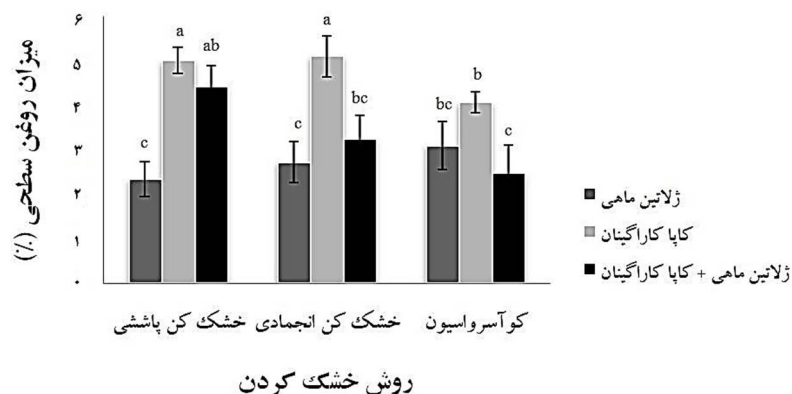
شکل ۱- مقایسه میانگین رطوبت میکروکپسول‌های روغن‌ماهی در تیمارهای مختلف

حروف مختلف نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار در سطح ۰/۰۵ درصد می‌باشند. تیرک‌های ترسیم‌شده نشان‌دهنده خطای استاندارد میانگین داده‌های اندازه‌گیری شده است.

براساس نتایج به‌دست‌آمده، در تیمارهای ژلاتین، میزان روغن سطحی کمتر از سایر تیمارها بوده است. این امر احتمالاً به دلیل تشکیل سریع پوسته بر سطح ذرات می‌باشد (Pourashouri *et al.*, 2014). مقدار روغن سطحی، یکی از فاکتورهای کلیدی در تعیین کیفیت پودرهای خشک‌شده با خشک‌کن پاششی می‌باشد. روغن موجود بر سطح ذرات اساساً مسئول اکسیداسیون است. در مقایسه کلی روش کوآسرواسیون برای کاهش میزان روغن سطحی روش مناسب‌تری بوده و تیمارهای حاوی ژلاتین ماهی نیز از کارایی بهتری در ریزپوشانی برخوردار بودند.

### روغن سطحی و کل

دیواره کاپاکاراگینان در روش کوآسرواسیون با ۲ روش دیگر تفاوت معنی‌دار در میزان روغن سطحی نشان داد (شکل ۲). مطالعه سایر محققین روی مقایسه روش‌های مختلف ریزپوشانی نشان می‌دهد که پودرهای تولیدی با روش خشک‌کن پاششی از مقدار روغن سطحی کمتر و کارایی ریزپوشانی بالاتری نسبت به روش خشک‌کردن انجمادی برخوردار می‌باشند. این محققین پس از کوآسرواسیون خشک‌کردن پاششی را روش مطلوبی برای حفظ کیفیت روغن‌ماهی معرفی نمودند (Eratte *et al.*, 2014).

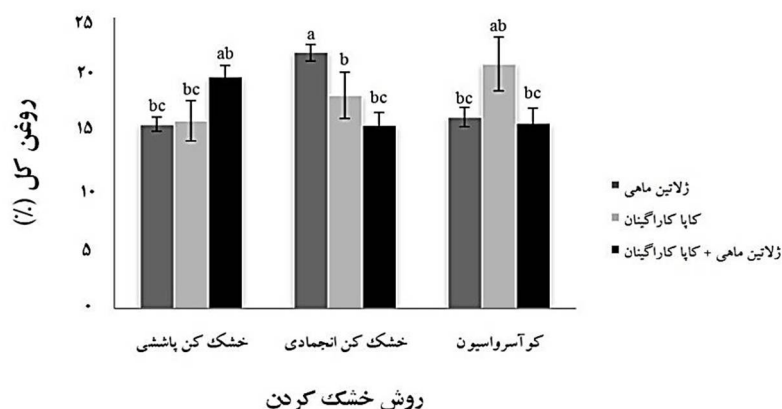


شکل ۲- مقایسه میانگین روغن سطحی میکروکپسول‌های روغن‌ماهی در تیمارهای مختلف

حروف مختلف نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار در سطح ۰/۰۵ می‌باشند. تیرک‌های ترسیم‌شده نشان‌دهنده خطای استاندارد میانگین داده‌های اندازه‌گیری شده است.

دیواره اثری بر میزان روغن کل ندارد و مقایسه دیواره‌های یکسان در روش‌های مختلف خشک کردن نیز تفاوت معنی‌داری را نشان نمی‌دهد.

نتایج مربوط به اندازه‌گیری روغن کل در شکل (۳) نشان داده شده است. به‌طورکلی نتایج نشان می‌دهد که در یک روش خشک کردن مشخص نوع



شکل ۳- مقایسه میانگین روغن کل میکروکپسول‌های روغن‌ماهی در تیمارهای مختلف

حروف مختلف نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار در سطح ۰/۰۵ می‌باشند. تیرک‌های ترسیم‌شده نشان‌دهنده خطای استاندارد میانگین داده‌های اندازه‌گیری شده است.

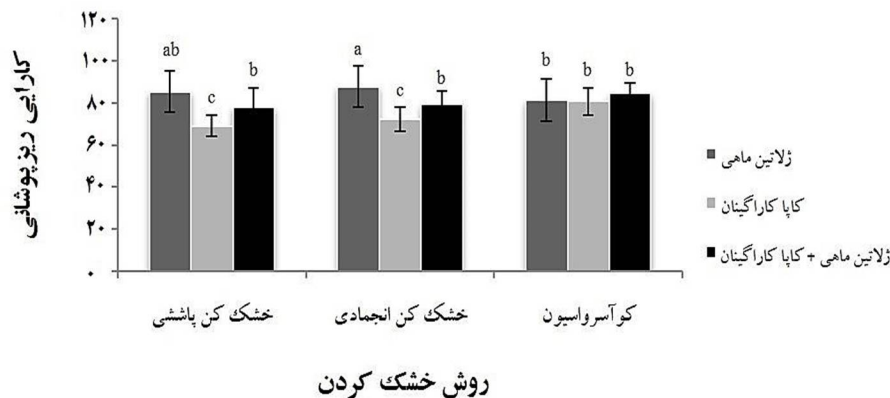
(*al.*, 2006). به‌طورکلی این دیدگاه وجود دارد که، پایداری ترکیبات با افزایش کارایی ریزپوشانی، افزایش می‌یابد و برای دستیابی به شرایط بهینه باید تا حد امکان سعی در افزایش کارایی ریزپوشانی نمود (Drusch *et al.*, 2008; 2012). مطالعه‌های پیشین نشان داده‌اند که نوع دیواره و هسته، ویژگی‌های امولسیون و پارامترهای خشک کردن، همه بر کارایی ریزپوشانی اثر می‌گذارند (Baik *et al.*, 2004; )

#### کارایی ریزپوشانی

کارایی ریزپوشانی تعیین مقدار روغنی است که با موفقیت ریزپوشانی شده و از مقادیر روغن سطحی و روغن کل، محاسبه می‌گردد ریزپوشانی یکی از فاکتورهای مهم در تعیین پایداری ترکیبات ریزپوشانی شده می‌باشد، زیرا نشانگر وجود روغن سطحی بر سطح ذرات پودر و توانایی دیواره‌ها در جلوگیری از خروج روغن درونی است (Klinkesorn *et*

معنی‌دار بین تیمار کاپاکاراگینان در روش کوآسرواسیون با ۲ روش دیگر را نشان داد. Swetank و همکاران (۲۰۱۵) مشاهده کردند که ترکیب دو ماده دیواره (پروتئین و پلی‌ساکارید) سبب کاهش کارایی ریزپوشانی نسبت به استفاده هرکدام به تنهایی می‌شود، در مطالعه حاضر نیز نتایج مشابهی به دست آمد و تیمارهای پروتئینی کارایی ریزپوشانی بهتری نسبت به دیواره‌های ترکیبی داشتند. در مطالعه Lim و همکاران (۲۰۱۱) استفاده از دیواره پروتئینی (کازئینات سدیم) در مقابل دیواره کربوهیدراتی (صمغ عربی) سبب افزایش کارایی ریزپوشانی از ۷۷ به ۹۸ درصد گردید که با نتایج این تحقیق همسو می‌باشد.

Klinkesorn *et al.*, 2006; Hardas *et al.*, 2000; Heinzelmann *et al.*, 1999; Hogan *et al.*, 2003; Lin *et al.*, 1995; Velasco *et al.*, 2000; Eratte *et al.*, 2014). مقادیر کارایی ریزپوشانی در شکل (۴) نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار در بین دیواره‌های مختلف در روش‌های خشک‌کن انجمادی و خشک‌کن پاششی است ( $P < 0.05$ ). بررسی تأثیر دیواره‌ها بر این فاکتور نشان می‌دهد که دیواره ژلاتینی در روش خشک‌کن پاششی و خشک‌کن انجمادی بالاترین میزان کارایی ریزپوشانی (به ترتیب ۸۵/۲ و ۸۷/۶ درصد) را در پودرهای تولیدی با ۳ روش داشته است، درحالی‌که دیواره کاپاکاراگینان در هر ۳ روش تولید کمترین میزان کارایی ریزپوشانی را از خود نشان داد. بررسی تأثیر روش ریزپوشانی بر درصد کارایی، تنها تفاوت



شکل ۴- مقایسه میانگین کارایی ریزپوشانی میکروکپسول‌های روغن‌ماهی در تیمارهای مختلف

حروف مختلف نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار در سطح ۰/۰۵ می‌باشند. تیرک‌های ترسیم‌شده نشان‌دهنده خطای استاندارد میانگین داده‌های اندازه‌گیری شده است.

ژلاتینی حاصل از خشک‌کن انجمادی کمترین میزان را نشان داد که به ترتیب برابر ۳/۷۲ و ۲/۳۹ بودند (جدول ۲). مقدار قرمزی پودرهای تولیدی در تیمار کاپاکاراگینان با روش خشک‌کن انجمادی به‌طور معنی‌داری از سایر تیمارها بالاتر بوده ( $P < 0.05$ ) و تنها با تیمار کاپاکاراگینان حاصل از روش کوآسرواسیون تفاوت معنی‌دار از خود نشان نداده است ( $P > 0.05$ ).

#### رنگ میکروکپسول‌ها

رنگ پودرهای تولیدی از لحاظ پذیرش و افزودن آن به محصولی دیگر بسیار مهم است (Klaypradit & Huang, 2008). مقدار روشنایی نمونه‌های تیمار ژلاتینی حاصل از کوآسرواسیون به‌طور معنی‌داری از سایر تیمارها کمتر بود. شاخص  $a^*$  در تیمار ژلاتینی حاصل از کوآسرواسیون بیشترین میزان و در تیمار



جدول ۲- ویژگی‌های رنگ پودرهای تولیدی در تیمارهای مختلف (میانگین  $\pm$  انحراف معیار)

روش ریزپوشانی	نوع دیواره	$L^*$	$a^*$	$b^*$
خشک‌کن پاششی	ژلاتین ماهی	۹۳/۴۴ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۴۱	۲/۶۳ <sup>bc</sup> $\pm$ ۰/۲۱	۰/۷۵ <sup>b</sup> $\pm$ ۰/۱۸
	کاپاکاراگینان	۹۲/۷۳ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۷۴	۳/۰۷ <sup>bc</sup> $\pm$ ۰/۱۷	۲/۶۱ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۴۱
	ژلاتین ماهی+کاپاکاراگینان	۹۲/۴۱ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۳۹	۲/۸۴ <sup>bc</sup> $\pm$ ۰/۳۲	۰/۹۰ <sup>b</sup> $\pm$ ۰/۰۷
خشک‌کن انجمادی	ژلاتین ماهی	۹۳/۸ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۵۱	۲/۳۹ <sup>c</sup> $\pm$ ۰/۳۸	۰/۱۱ <sup>b</sup> $\pm$ ۰/۰۵
	کاپاکاراگینان	۹۲/۶۵ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۴۴	۳/۱۱ <sup>bc</sup> $\pm$ ۰/۱۱	۳/۱۷ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۵۹
	ژلاتین ماهی+کاپاکاراگینان	۹۳/۱۵ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۲۳	۳/۰۹ <sup>bc</sup> $\pm$ ۰/۱۶	۰/۱۱ <sup>b</sup> $\pm$ ۰/۰۵
کوآسرواسیون	ژلاتین ماهی	۹۰/۴۸ <sup>b</sup> $\pm$ ۱/۳۶	۳/۷۲ <sup>ab</sup> $\pm$ ۰/۲۲	۰/۹۷ <sup>b</sup> $\pm$ ۰/۱۶
	کاپاکاراگینان	۹۲/۷۵ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۶۹	۲/۴۱ <sup>c</sup> $\pm$ ۰/۳	۱/۹۸ <sup>ab</sup> $\pm$ ۰/۴۵
	ژلاتین ماهی+کاپاکاراگینان	۹۳/۲۰ <sup>a</sup> $\pm$ ۰/۴۳	۲/۵۲ <sup>c</sup> $\pm$ ۰/۲۷	۰/۱۸ <sup>b</sup> $\pm$ ۰/۰۷

حروف متفاوت در هر ستون نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار در سطح ۰/۰۵ می‌باشند. تیرک‌های ترسیم‌شده نشان‌دهنده خطای استاندارد میانگین داده‌های اندازه‌گیری شده است.

یکی از ویژگی‌های سطوح خارجی میکروکپسول‌های خشک‌شده با خشک‌کن پاششی، وجود فرورفتگی می‌باشد (Kagami *et al.*, 2003). در این بررسی نیز مقدار بسیار کمی چروکیدگی و فرورفتگی در سطح پودرهای تیمارهای خشک‌کن پاششی مشاهده می‌شود (شکل‌های A-C). این پودرها کروی بوده که از خصوصیات پودرهای خشک‌شده به این روش است. همچنین در برخی موارد پودرهای تولیدی دارای منفذ بودند، چنین ساختاری در بررسی‌های Al-Hakim & Stapley (۲۰۰۴)، Rajam و همکاران (۲۰۱۲) و Swetank و همکاران (۲۰۱۵) نیز مشاهده شده است.

پودرهای حاصل از تیمارهای خشک‌کن انجمادی دارای شکستگی و دندان‌دار می‌باشند، همچنین چروک‌خوردگی‌هایی روی سطح دیده می‌شود و مقدار چروک‌خوردگی و فرورفتگی سطح پودرها در این تیمارها بیشتر از سایر تیمارها بود، همچنین در این ذرات ترک و شکاف‌های بسیاری نیز قابل مشاهده بودند (شکل‌های D-F). پودرهای این تیمارها، نامنظم، فلس‌مانند، دارای تخلخل فراوان و کریستال‌مانند بودند. چنین مورفولوژی برای پودرهای ریزپوشانی‌شده از طریق خشک‌کن انجمادی در مطالعه Karthik & Anandharamakrishnan (۲۰۱۳)، Swetank و همکاران (۲۰۱۵) و Errate و همکاران (۲۰۱۴) نیز گزارش شده است.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به میکروکپسول‌های تولیدی از طریق کوآسرواسیون

بالابودن شاخص زردی در تیمارهای کاپاکاراگینان را شاید بتوان به استفاده از لستین در این تیمار به‌عنوان امولسیفایر نسبت داد و یا شاید بتوان فرضیه Drusch و همکاران (۲۰۰۶) را در بالابودن روغن سطحی در این تیمار قبول نمود، زیرا میزان روغن سطحی در این تیمارها از سایر تیمارها بیشتر بوده است. در بررسی پودرهای روغن‌ماهی تولیدی (ژلاتین، ساکارز و لاکتوز و پولولان<sup>۱</sup>) تغییر شاخص‌های رنگی در تیمارهای حاوی لاکتوز بیش از نمونه‌های حاوی پولولان بود. این تفاوت ناشی از شکست پودرها و خروج رنگ بیشتر و در واقع نشانگر کارایی کمتر ریزپوشانی بود (Koc *et al.*, 2010).

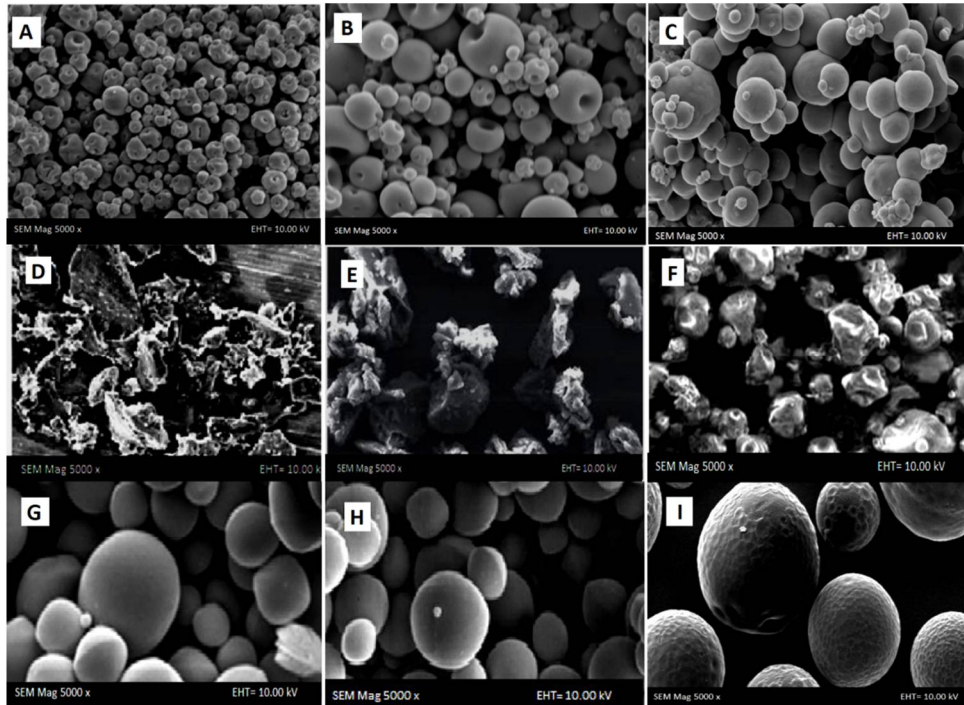
#### مورفولوژی میکروکپسول‌ها

مطالعه‌های مورفولوژیکی ذرات خشک‌شده اطلاعات بالارزشی را در مورد خشک‌کردن ذرات و فاکتورهای شیمیایی و فیزیکی مؤثر بر ساختار ذرات فراهم می‌نماید (Walton, 2000; Kagami *et al.*, 2003). مورفولوژی سطحی نمونه‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی گردید. شکل (۵) تصاویر میکروسکوپ الکترونی را برای هر دسته از میکروکپسول‌ها نشان می‌دهد. به‌طور کلی میکروکپسول‌های تولیدی دارای شکل‌های کروی و سطوح صاف و در برخی نمونه‌ها دارای چروکیدگی و در برخی دیگر دارای شکستگی و دندان‌دار بودند.

<sup>1</sup> Pullulan

میکروکپسول‌ها از میکروکپسول‌های تولیدی سایر تیمارها کروری‌تر می‌باشند.

(شکل‌های G-I) درصد ذرات با سطوح صاف بیشتری را نشان می‌دهند و میزان چروکیدگی سطوح در این تیمارها تقریباً مشاهده نمی‌شود، همچنین این



شکل ۵- تصاویر میکروسکوپ الکترونی میکروکپسول‌های تولیدی در تیمارهای متفاوت

تصاویر A-C نمونه‌های حاوی روغن‌ماهی تولیدی با روش خشک‌کردن پاششی به‌ترتیب با دیواره‌های ژلاتین ماهی، کاپاکاراگینان و دیواره ترکیبی؛ تصاویر D-F نمونه‌های حاوی روغن‌ماهی تولیدی با روش خشک‌کردن انجمادی به‌ترتیب با دیواره‌های ژلاتین ماهی، کاپاکاراگینان و دیواره ترکیبی؛ تصاویر G-I نمونه‌های حاوی روغن‌ماهی تولیدی با روش کواکراسیون به‌ترتیب با دیواره‌های ژلاتین ماهی، کاپاکاراگینان و دیواره ترکیبی

چروک‌شدن غیریکسان ایجاد شده بودند (Walton, 2000; Klinkesorn *et al.*, 2006).

برخی از محققین تشکیل حباب‌های مرکزی<sup>۱</sup> در ذرات خشک‌شده با خشک‌کن پاششی را ناشی از انبساط میکروکپسول‌ها دانسته‌اند زیرا در مرحله نهایی خشک‌شدن، درجه‌حرارت در میکروکپسول‌ها افزایش می‌یابد و امکان دارد که سبب ایجاد شکستگی و شکاف در ذرات گردد (Kagami *et al.*, 2003). پلیمرهای با وزن مولکولی بالا سریع خشک می‌شوند و فیلم‌های سطحی ایجاد می‌نمایند، ایجاد این فیلم‌ها احتمالاً مانع از انتشار و پخش بخارهای درونی می‌شوند و در نتیجه ایجاد حباب در شبکه دیواره

براساس این نتایج، در بین تیمارها نمونه‌های ریزپوشانی‌شده با ژلاتین دارای چروک‌خوردگی و سطح ناهموار بیشتری نسبت به سایر نمونه‌ها بودند. در مطالعه Cho و همکاران (۲۰۰۳) پودرهای ژلاتینی از نظر شکل، کروی و بسیار متخلخل بوده و سطوح چروک‌خورده‌ای داشتند. وجود چین‌خوردگی را می‌توان نتیجه استرس‌های مکانیکی دانست که ناشی از عدم خشک‌شدن یکسان بخش‌های مختلف ذرات مایع در طی مراحل اولیه خشک‌کردن است و به مکانیزم جابجایی و حرکت رطوبت، سبب بادکردگی و تورم یا چروک‌خوردن سطح می‌گردد. حفره‌های احتمالاً در فاز نهایی خشک‌کردن و به‌دلیل

<sup>1</sup> Ballooning

بزرگ‌ترین دسته اندازه ذرات پودرها را داشتند. بزرگ‌تر بودن این دسته از میکروکپسول‌ها به دلیل تراکم تعدادی کوآسروات‌ها<sup>۴</sup> تک‌هسته است (Barrow *et al.*, 2009). این کوآسروات‌ها در مقایسه با کوآسروات‌های تشکیل‌شده توسط روش‌هایی مانند خشک‌کن پاششی یا انجمادی، میزان بارگذاری هسته بیشتر و دیواره ضخیم‌تری دارند که این امر سبب پایداری اکسیداسیونی بیشتر آنها نیز می‌گردد (Barrow *et al.*, 2007; Wang *et al.*, 2014).

یافته‌های این تحقیق نشان می‌دهد که نوع مواد دیواره به کاررفته و روش تولیدی هر ۲ بر اندازه ذرات پودرها تأثیرگذار می‌باشند. نتایج تحقیق‌های Swetank و همکاران (۲۰۱۵) روی روغن وانیل ریزپوشانی‌شده با روش‌های مختلف هم‌راستا با یافته‌های این تحقیق است و نشان می‌دهد مواد دیواره و تکنیک ریزپوشانی هر دو به‌طور معنی‌داری روی اندازه، شکل و به‌طور کلی ساختار میکروکپسول‌ها اثرگذار است. در بررسی Pourashouri و همکاران (۲۰۱۴) روی بررسی تأثیر دیواره بر خصوصیات میکروکپسول، دیواره پروتئینی اندازه ذرات کوچک‌تری نسبت به دیواره کربوهیدراتی داشت. در تحقیق حاضر نیز تیمارهای با دیواره ژلاتینی و پس از آن کاپاکاراگینان اندازه ذرات کوچک‌تری داشته‌اند. علاوه بر این پودرهای حاصل از کوآسرواسیون با اندازه ذرات بزرگ‌تر، میزان روغن سطحی کمتری را نشان می‌دهند. در بررسی Peng و همکاران (۲۰۱۴) روی ریزپوشانی روغن خردل با روش کوآسرواسیون، اندازه ذرات بین ۱-۱۵ میکرومتر بود.

افزایش می‌یابد. بنابراین انتظار می‌رود که تشکیل سریع فیلم سطحی، فضای داخلی میکروکپسول‌ها را توسعه داده و پس از چروک‌خوردگی سبب ایجاد فرورفتگی‌های بیشتری گردد (Kagami *et al.*, 2003). در تیمارهای با دیواره ترکیبی مقداری توده‌ای شدن مشاهده می‌شود. یافته‌های مشابهی توسط Peng و همکاران (۲۰۱۳) و Swetank و همکاران (۲۰۱۵) هنگامی که از کربوهیدرات در ترکیب دیواره استفاده کردند، گزارش شده است. توده‌ای شدن (آگلومراسیون<sup>۱</sup>) و ساختار به‌هم‌چسبیده با تغییر حالت شیشه‌ای<sup>۲</sup> ماتریکس‌های بی‌شکل کربوهیدرات‌ها (Bae & Lee, 2008) و مقدار بالای روغن سطحی (Hogan *et al.*, 2001) ارتباط دارد.

#### اندازه ذرات میکروکپسول‌های تولیدی

اندازه‌گیری ذرات میکروکپسول بسیار مهم است، زیرا این ذرات بر بافت مواد غذایی که به آن اضافه می‌شوند، تأثیر می‌گذارد. نتایج اندازه‌گیری ذرات پودرهای تولیدی در جدول (۳) نشان داده شده‌اند. طبق نتایج به‌دست‌آمده تفاوت معنی‌داری بین اندازه پودرهای تولیدی به‌دست‌آمده در هر ۳ روش مشاهده گردید ( $P < 0.05$ ). در تیمارهای تولیدی توسط خشک‌کن انجمادی اندازه ذرات بین ۳۱۲/۸-۹۶۵/۲ نانومتر بود و این تیمارها کوچک‌ترین اندازه ذرات را به خود اختصاص دادند. پس از آن میکروکپسول‌های تولیدشده به روش خشک‌کن پاششی با اندازه ذراتی بین ۸۵۴/۱-۱۲۶۷/۸ نانومتر اندازه ذرات بزرگ‌تری دارند. اندازه ذرات پودرهای ریزپوشانی‌شده در خشک‌کن پاششی، با توجه به امولسیون‌های اولیه (ویسکوزیته و غلظت مواد جامد)، پارامترهای اتمیزاسیون<sup>۳</sup> تعیین می‌شوند (Walton, 2000). پودرهای روغن‌ماهی تولیدشده به روش کوآسرواسیون با اندازه ذراتی بین ۲۵۹۴/۳۲-۳۰۹۸/۲۱۳ نانومتر

<sup>1</sup> Agglomeration

<sup>2</sup> Glass transition

<sup>3</sup> Atomization

<sup>4</sup> Coacervated

جدول ۳- مقایسه میانگین اندازه ذرات میکروکپسول‌های تولیدی (نانومتر)

کثرت	اندازه ذرات (نانومتر)	نوع دیواره	روش ریزپوشانی
۸۰/۱	۸۵۴/۱ <sup>c</sup> ±۱۱۶/۱	ژلاتین ماهی	خشک‌کن پاششی
۷۵/۱۲	۹۰۷/۳ <sup>c</sup> ±۲۷/۹۲	کاپاکاراگینان	
۶۷/۴۸	۱۲۶۷/۸ <sup>bc</sup> ±۴۷/۳۱	ژلاتین ماهی+کاپاکاراگینان	خشک‌کن انجمادی
۸۳/۷	۹۶۵/۳ <sup>c</sup> ±۷۲۶/۳	ژلاتین ماهی	
۶۹/۹	۳۲۵/۳ <sup>d</sup> ±۳۴/۳۷	کاپاکاراگینان	ژلاتین ماهی+کاپاکاراگینان
۸۰/۶۱	۳۱۲/۸ <sup>d</sup> ±۱۹/۸۴	ژلاتین ماهی+کاپاکاراگینان	
۹۱/۳۲	۲۵۹۴/۳۳ <sup>a</sup> ±۱۱۴/۵۲	ژلاتین ماهی	کوآسرواسیون
۸۰/۶۵	۲۸۴۵/۳۶ <sup>a</sup> ±۱۳۱/۹۱	کاپاکاراگینان	
۸۹/۴۳	۳۰۹۸/۲۱۳ <sup>a</sup> ±۳۱۷/۰۵	ژلاتین ماهی+کاپاکاراگینان	

حروف متفاوت در هر ستون نشان‌دهنده تفاوت معنی‌دار در سطح ۰/۰۵ می‌باشند.

### نتیجه‌گیری

که ژلاتین ماهی در مقایسه با سایر دیواره‌ها سبب پایداری بهتر میکروکپسول‌ها گردید و کاراگینان به تنهایی دیواره مناسبی برای ریزپوشانی به‌ویژه در روش خشک‌کردن پاششی نبوده و استفاده از کاراگینان به همراه سایر ژلاتین ترکیب بهتری برای ریزپوشانی روغن‌ماهی خواهد بود. در بین روش‌ها کوآسرواسیون در بین روش‌ها از میزان روغن سطحی کمتر و کارایی بالاتری برخوردار بود.

در این تحقیق تهیه و تولید پودرهای حاوی روغن‌ماهی با استفاده از ژلاتین ماهی و کاپاکاراگینان مستخرج از جلبک‌های قرمز و با به‌کارگیری متدهای مختلف ریزپوشانی بود، تا از این مواد به شکلی نو و در ترکیب با یکدیگر استفاده شود و بتوان از محصول نهایی جهت غنی‌سازی مواد غذایی استفاده نمود. به‌طور کلی یافته‌های حاصل از این بررسی نشان دادند

### منابع

- ۱- پورعاشوری، پ. ۱۳۹۵. استفاده از عصاره پسته وحشی، چای سبز و رزماری بر پایداری اکسایشی امولسیون روغن ماهی. طرح تحقیقاتی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان.
- 2- Alamed, J., McClements, D.J., & Decker, E.A. 2006. Influence of heat processing & calcium ions on the ability of EDTA to inhibit lipid oxidation in oil-in-water emulsions containing omega-3 fatty acids. *Food Chemistry*, 95(4):585-590.
- 3- Al-Hakim, K., & Stapley, A.G.F. 2004. Morphology of spray-dried & spray-freeze-dried whey powders. In *Proceedings of the 14<sup>th</sup> International Drying symposium (IDS 2004)*, 22-25 August. Sao Paulo, Brazil.
- 4- Anandharamakrishnan, C., RIELLY, C.D., & Stapley, A.G.F. 2008. Loss of solubility of a-lactalbumin & b-lactoglobulin during the spray drying of whey proteins. *LWT-Food Science & Technology*, 41(2):270-277.
- 5- AROQ. 2003. The quest for health boosts Europe's functional foods market to £2bn. Retrieved from [http://just-food.com/features\\_detail.asp?art=806](http://just-food.com/features_detail.asp?art=806) on December 11.
- 6- Bae, E.K., & Lee, S.J. 2008. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein & maltodextrin. *Journal of Microencapsulation*, 25(8):549-560.
- 7- Baik, M., Suhendro, E., Nawar, W., McClements, J., Decker, E., & Chinachoti, D. 2004. Effects of antioxidants & humidity on the oxidative stability of microencapsulated fish oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 81(4):355-360.

- 8- Bao, S.S., Hu, X.C., Zhang, K., Xu, X.K., Zhang, H.M., & Huang, H. 2011. Characterization Of Spray-Dried Microalgal Oil Encapsulated In Cross-Linked Sodium Caseinate Matrix Induced By Microbial Transglutaminase. *Journal of Food Science*, 76(1):112-118.
- 9- Barrow, C., Nolan, C., & Jin, Y.L. 2007. Stabilization of highly unsaturated fatty acids & delivery into foods. *Lipid Technology*, 19(5):108-111.
- 10- Barrow, C., Noleen, C., & Holub, B.J. 2009. Bioequivalence of encapsulated & microencapsulated fish-oil supplementation. *Journal of Functional Foods*, 1(1):38-43.
- 11- Cho, Y.H., Shim, H.K., & Park, J. 2003. Encapsulation of fish oil by an enzymatic gelation process using transglutaminase cross-linked proteins. *Journal of Food Science*, 68(9):2717-2723.
- 12- Dahm, L. 1999. Fish oils provide fatty acids that are critical for health. *Journal of Food Processing & Preservation*, 36:185-190.
- 13- Dickinson, E. 2003. Hydrocolloids at interfaces & the influence on the properties of dispersed systems. *Food Hydrocolloids*, 17(1):25-39.
- 14- Dong, Z.J., Touré, A., Jia, C.S., Zhang, X.M., & Xu, S.Y. 2007. Effect of processing parameters on the formation of spherical multinuclear microcapsules encapsulating peppermint oil by coacervation. *Journal of Microencapsulation*, 24(7):634-46.
- 15- Dong, Z.J., Xia, S.Q., Hua, S., Hayat, K., Zhang, X.M., & Xu, S.Y. 2008. Optimization of cross-linking parameters during production of transglutaminase-hardened spherical multinuclear microcapsules by complex coacervation. *Colloids Surf Biointerfaces*, 63(1):41-47.
- 16- Drusch, S., & Berg, S. 2008. Extractable oil in microcapsules prepared by spray-drying: localisation, determination & impact on oxidation stability. *Food Chemistry*, 109(1):17-24.
- 17- Drusch, S., Serfert, Y., Berger, A., Shaikh, M.Q., Ratzke, K., Zaporozhchenko, V., & Schwarz, K. 2012. New insights into the microencapsulation properties of sodium caseinate and hydrolyzed casein. *Food Hydrocolloids*, 27(2):332-338.
- 18- Drusch, S., Serfert, Y., Heuvel, A.V.D., & Schwarz, K. 2006. Physicochemical characterization and oxidative stability of fish oil encapsulated in an amorphous matrix containing trehalose. *Food Research International*, 39(7):807-815.
- 19- Eratte D., Wang B., Dowling, K., Barrow C.J., & Adhikari B.P. 2014. Complex coacervation with whey protein isolate & gum arabic for the microencapsulation of omega-3 rich tuna oil. *Food Function*, 5(11):2743- 2750.
- 20- Hall, G.M. 1996. *Methods of testing protein functionality*. Blackie academic & professional, London, UK. 265p.
- 21- Hambleton, A., Fabra, M.J., Debeaufort, F., Dury-Brun, C., & Voilley, A. 2009. Interface and aroma barrier properties of iota-carrageenan emulsion-based films used for encapsulation of active food compounds. *Journal of Food Engineering*, 93(1):80-88.
- 22- Hardas, N., Danviriyakul, S., Foley, J.L., Nawar, W.W., & Chinachoti, P. 2000. Accelerated stability studies of microencapsulated anhydrous milk fat. *Lebensm.-Wiss. Technology*, 33(7):506-513.
- 23- Heinzelmann, K., & Franke, K. 1999. Using freezing & drying techniques of emulsions for the microencapsulation of fish oil to improve oxidation stability. *Colloids & Surfaces B: Biointerfaces*, 12(3-6):223-229.
- 24- Heinzelmann, K., Franke, K., Valesco, J., & Marquez-Ruiz, G. 2000. Protection of fish oil from oxidation by microencapsulation using freeze-drying techniques. *European Food Research Technology*, 211(2):234-239.
- 25- Heldman, D.R., & Hohner, G.A. 1974. An analysis of atmospheric freeze drying. *Journal of Food Science*, 39(1):147-155.
- 26- Hogan, S.A., O'Riordan, E.D., & O'Sullivan, M. 2003. Microencapsulation and oxidative stability of spray-dried fish oil emulsions. *Journal of Microencapsulation*, 20(5):675-688.

- 27-Hogan, S.A., McNamee, B.F., O’Riordan, E.D., & O’Sullivan, M. 2001. Emulsification and microencapsulation properties of sodium caseinate/carbohydrate blends. *International Dairy Journal*, 11(3):137-144.
- 28-Gan, C.Y., Cheng, L.H., & Easa, A.M. 2008. Evaluation of microbial transglutaminase & ribose crosslinked soy protein isolate-based microcapsules containing fish oil. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 9(4):563-569.
- 29-Kagami, S., Sugimura, S., Fujishima, N., Matsuda, K., Kometani, T., & Matsumura, Y. 2003. Oxidative stability, structure, & physical characteristics of microcapsules formed by spraying drying of fish oil with protein & dextrin wall materials. *Journal of Food Science*, 68(7):2248-2255.
- 30-Karthik, P., & Annharamkrishnan, C. 2013. Microencapsulation of docosahexaenoic acid by spray-freeze-drying method & comparison of its stability with spray-drying & freeze-drying methods. *Food & Bioprocess Technology*, 6(10):2780-2790.
- 31-Kitessaa, S.M., Gulatib, S.K., Asheshb, J.R., Fleckb, E., Scottc, T.W., & Nichols, P.D. 2001. Utilisation of fish oil in ruminants II. Transfer of fish oil fatty acids into goats' milk. *Animal Feed Science & Technology*, 89(3-4):201-208.
- 32-Klinkesorn, U., Sophanodora, P., Chinachoti, P., Decker, E.A., & McClements, D.J. 2006. Characterization of spray-dried tuna oil emulsified in two-layered interfacial membranes prepared using electrostatic layer-by-layer deposition. *Food Research International*, 39(4):449-457.
- 33-Klaypradit, W., & Huang, Y. 2008. Fish oil encapsulation with chitosan using ultrasonic atomizer. *LWT-Food Science & Technology*, 41(6):1133-1113.
- 34-Koc, M., Yilmazer, M.S., & Figen, K.E. 2010. Use of Gelatin, Pullulan, Lactose & Sucrose as Coating Material for Microencapsulation of Fish Oil by Freeze Drying. *Akademik Gida*, 8(4):13-16.
- 35-Kolanowski, W., Ziolkowski, M., Weissbrodt, J., Kunz, B., & Laufenberg, G. 2006. Microencapsulation of fish oil by spray drying-impact on oxidative stability. Part I. *European Food Research and Technology*, 222(3-4):336-342.
- 36-Kolanowski, W., Jaworska, D., Weissbrodt, J., & Kunz, B. 2007. Sensory assessment of microencapsulated fish oil powder. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 84(1):37-45.
- 37-Lim, H.K., Tan, C.P., Bakar, J., & Ng, S.P. 2011. Effects of different wall materials on the physicochemical properties & oxidative stability of spray-dried microencapsulated red-Fleshed Pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) seed oil. *Food Bioprocess & Biotechnology*, 5(4):1220-1227.
- 38-Lin, C.C., Lin, S.Y., & Hwang, L.S. 1995. Microencapsulation of squid oil with hydrophilic macromolecules for oxidative & thermal stabilization. *Journal of Food Science*, 60(1):36-39.
- 39-Malecki, G.J., Shinde, P., Morgan, A.I., & Farkas, D.F. 1970. Atmospheric fluidized bed freeze drying. *Food Technology*, 24:601-603.
- 40-Masters, K., 1991. *Spray Drying H & book*, 5<sup>th</sup> ed. Longman Scientific & Technical, London.
- 41-McClements, D.J. 2005. *Food Emulsions: Principles, Practice, & Techniques* (2<sup>nd</sup> ed.). Boca Raton: CRC Press.
- 42-Peng, Z., Li, J., Guan, Y., & Zhao, G. 2013. Effect of carriers on physicochemical properties, antioxidant activities & biological components of spray-dried purple sweet potato flours. *LWT-Food Science & Technology*, 51(1):348-355.
- 43-Pourashouri, P., Shabanpour, B., Razavi, S.H., Jafari, S.M., Shabani, A., & Aubourg, S. 2014. Impact of Wall Materials on Physicochemical Properties of Microencapsulated Fish Oil by Spray Drying. *Food Bioprocess Technology*, 51(8):348-355.
- 44-Rajam, R., Karthik, P., Parthasarathi, S., Joseph, G.S., & Anandharamkrishnan, C. 2012. Effect of whey protein-Alginate wall systems on survival of microencapsulated *Lactobacillus plantarum* in simulated gastrointestinal conditions. *Journal of Functional Foods*, 4(4):891-898.

- 45-Shen, Z., Augustin, M.A., Sanguansri, L., & Cheng, L.J. 2010. Oxidative stability of microencapsulated fish oil powders stabilized by blends of chitosan, modified starch, & glucose. *Journal of Agricultural of Food Chemistry*, 58: 4487-4493.
- 46-Shi, L., Li, Z., Zhang, Z., Zhang, T., Yu, W., Zhou, M., & Tang, Z. 2013. Encapsulation of *Lactobacillus bulgaricus* in carrageenan-locust bean gum coated milk microspheres with double layer structure. *LWT-Food Science & Technology*, 54(1):147-151.
- 47-Swetank, Y., Hundre, P., & Anaharamkrishnan C. 2015. Effect of whey protein isolate and  $\beta$ -cyclodextrin wall systems on stability of microencapsulated vanillin by spray-freeze drying method. *Food Chemistry* 174:16-24.
- 48-Takeungwongtrakul, S., & Benjakul, S. 2017. Effect of glucose syrup and fish gelatin on physicochemical properties and oxidative stability of spray-dried micro-encapsulated shrimp oil. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41(3):1-12.
- 49-Truelstrup-Hansen, L, Allan-Wojtas, P.M., Jin, Y.L., & Paulson, A.T. 2002. Survival of free & Calcium alginate microencapsulated *Bifidobacterium* spp. in simulated gastrointestinal conditions, *Food Microbiology*, 19(1):35-45.
- 50-Velasco, J., Dobarganes, C., & Marquez-Ruiz, G. 2000. Oxidation of free & encapsulated oil fractions in dried microencapsulated fish oils. *Grasas Aceites (Sevilla)*, 51(6):439-446.
- 51-Versic, R.J. 2003. Coacervation for flavor encapsulation. *Journal of Microencapsulation*, 14:126-131.
- 52-Walton, D.E. 2000. The morphology of spray-dried particles. A qualitative view. *Drying Technology*, 18(9):1943-1986.
- 53-Wang, B., Adhikari, B., & Barrow, C.J. 2014. Optimisation of the microencapsulation of tuna oil in gelatin-sodium hexametaphosphate using complex coacervation. *Food Chemistry*, 158(1):358-365.
- 54-Zhong, Q., Tian, H., & Zivanovic, S. 2009. Encapsulation of fish oil in solid zein particles by liquid-liquid dispersion. *Journal of Food Processing and Preservation*, 33(2):255-270.

## The Effect of Wall Material and Encapsulation Method on Physicochemical Properties Micro-encapsulated Fish Oil

Bahare Shabanpour<sup>1\*</sup>, Bahar Mehrad<sup>2</sup>, Parastoo Pourashouri<sup>3</sup>,  
Seyed Mahdi Jafari<sup>4</sup>

- 1- Professor, Department of Seafood Science and Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran
- \* Corresponding author (b\_shabanpour@yahoo.com)
- 2- PhD Graduated, Department of Seafood Science and Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran
- 3- Assistant Professor, Department of Seafood Science and Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran
- 4- Associate Professor, Department of Food Process Engineering, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran

### Abstract

In this study the physicochemical characteristics of microencapsulated fish oil using various wall materials and drying methods were examined. The fish oil encapsulated by three combinations of matrices (fish gelatin+maltodextrin,  $\kappa$  carrageenan+maltodextrin, fish gelatin+ $\kappa$  carrageenan +maltodextrin), and 25% fish oil emulsions were dried through three different methods: coacervation (CC), spray drying (SD), and freeze drying (FD). Physicochemical characteristics including moisture content, surface and total oil, encapsulation efficiency, color and morphology of microcapsules were investigated. According to results, the combination of fish gelatin and maltodextrin was the best wall combination and also coacervation was the best method to encapsulation of fish oil. These powders had higher encapsulation efficiency and lower surface oil than the other treatments. The results indicated that microcapsules produced by coacervation actually formed larger microcapsules, which provided maximum protection to the fish oil droplets. Comparison of the CC, SD, and FD processes confirmed that combination of matrices; drying temperature, morphology and processing time were among the most critical factors influencing fish oil powders.

**Keywords:** Coacervation, Encapsulation, Fish Oil, Microcapsule, Spray Drying