

بررسی تاثیر نوع و غلظت مواد دیواره بر خصوصیات نانوکپسول و میکروکپسول‌های روغن ماهی کیلکا با استفاده از صمغ دانه شاهی و زانتان

سارا مقصودی^۱، رضا اسماعیل زاده کناری^{۲*}، رضا فرهمندفر^۳

۱- دانشجوی دکتری علوم و صنایع غذایی دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری

۲- دانشیار علوم و صنایع غذایی دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری

۳- استادیار علوم و صنایع غذایی دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی ساری

(تاریخ دریافت: ۹۷/۱۱/۱۷ تاریخ پذیرش: ۹۸/۰۲/۰۶)

چکیده

روغن ماهی کیلکا به دلیل دارا بودن مقادیر بالای اسیدهای چرب غیر اشباع به میزان زیادی مستعد اکسیداسیون است. یکی از روش‌هایی که جهت محافظت روغن‌های غیر اشباع از آسیب‌های محیطی استفاده می‌شود فرآیند ریزپوشانی است. هدف از این پژوهش بررسی تاثیر نوع و غلظت مواد دیواره بر خصوصیات روغن ماهی کیلکا ریزپوشانی شده بود. ترکیب زانتان: صمغ دانه شاهی در نسبت‌های ۱۰۰:۰، ۵۰:۵۰ و ۰:۱۰۰ به عنوان فاز پیوسته امولسیون استفاده شد. غلظت مواد جامد در محلول تشکیل دهنده پوشش کپسول ۳۰، ۴۰ و ۵۰ درصد انتخاب شد. برای تولید نانوامولسیون از دستگاه هموژنایزر اولتراتراکس و برای تولید میکروامولسیون از دستگاه هموژنایزر با فشار بالا استفاده شد. نتایج نشان داد کپسول‌های تهیه شده با پوشش ترکیبی در همه غلظت‌ها، کپسول با دیواره زانتان در غلظت ۴۰ و ۵۰ درصد و کپسول با دیواره صمغ شاهی در غلظت ۳۰ درصد اندازه نانو (زیر ۱۰۰ نانومتر) داشتند. میکروکپسول‌ها اندازه زیر ۱۰ میکرومتر داشتند. پتانسیل زتا برای میکروکپسول‌ها و نانوکپسول‌های بدست آمده منفی بود و کمترین و بیشترین پتانسیل زتا به ترتیب مربوط به کپسول‌های با دیواره ترکیبی و کپسول‌های با دیواره صمغ شاهی بود. نانوکپسول‌ها نسبت به میکروکپسول‌ها راندمان بالاتری در ریزپوشانی روغن ماهی کیلکا نشان دادند. نتایج این تحقیق استفاده از میکروکپسول روغن ماهی با غلظت دیواره ۴۰٪ صمغ شاهی، نانو کپسول روغن ماهی با غلظت دیواره ۴۰٪ صمغ دانه شاهی: زانتان و نانو کپسول روغن ماهی با غلظت دیواره ۳۰٪ صمغ زانتان را به علت خصوصیات مناسب جهت نگهداری روغن توصیه می‌نماید.

کلید واژگان: ریزپوشانی، روغن ماهی کیلکا، زانتان، صمغ دانه شاهی، نانوکپسول، میکروکپسول

*مسئول مکاتبات: reza_kenari@yahoo.com

۱- مقدمه

در سال‌های اخیر تجارت روغن‌های با زنجیره‌های بلند اسیدهای چرب غیر اشباع از منابع مختلفی همچون کانولا، زیتون، بزرک و روغن ماهی به سبب اهمیت برخورداری از آن‌ها برای سلامتی مصرف کنندگان متداول شده است [۱، ۲]. روغن ماهی به عنوان یک منبع مهم برای اسیدهای چرب غیر اشباع امگا ۳ (PUFAs)، ایکوزاپنتانویک اسید (EPA^۱) و دوکوزاهگزانویک اسید (DHA^۲) شناخته شده است. گزارشات متعددی مبنی بر موثر بودن این ترکیبات در جهت محافظت از سیستم‌های زنده در مقابل بیماری‌هایی همچون سرطان سینه و پروستات، بیماری‌های قلبی و آلزایمر، پیشگیری از ابتلا به سرطان، بهبود عملکرد مغز و بافت‌های عصبی وجود دارد [۳]. تاثیر روغن ماهی در ایجاد سلامتی و کاربردهای صنعتی آن در صنایع غذایی، آرایشی و صنایع رنگ موارد کاربرد بسیار بالایی را برای روغن ماهی به ارمغان می‌آورد [۴].

ماهی کیکلای معمولی با نام علمی (*Clupeonella cultriventris caspia*) یکی از فراوانترین ماهیان پرورش یافته در دریای خزر، در شمال ایران، است. روغن ماهی کیکلای معمولی حاوی ۱۹/۴۳ درصد اسیدهای چرب غیر اشباع و ۱۶/۸۱ درصد اسیدهای چرب امگا ۳ است [۳، ۵، ۶]. مقادیر بالای اسیدهای چرب غیر اشباع در روغن ماهی، آن را به میزان زیادی مستعد اکسایش نموده است که در نتیجه این فرآیند اکسایشی و تولید محصولات حاصل از اکسایش در روغن ماهی، بوهای نامطلوبی در ماهی ایجاد می‌شود. اکسیداسیون خودبخودی دلیل اصلی فساد روغن ماهی است. تخریب اسیدهای چرب چند غیر اشباع که در همان مراحل ابتدایی اکسایش منجر به ایجاد بو، رنگ و طعم نامطلوب در روغن ماهی می‌شود [۷]. یکی از روش‌های مورد استفاده در جهت افزایش عمر ماندگاری روغن‌های سرشار از اسیدهای چرب غیر اشباع ریزپوشانی می‌باشد. ریزپوشانی روشی برای محافظت از ترکیبات حساس مانند اسیدهای چرب غیر اشباع در روغن‌ها می‌باشد [۸، ۹].

تکنولوژی ریزپوشانی در صنایع غذایی توجه زیادی را به خود جلب کرده است چراکه می‌تواند نیازهای سلامتی و امنیت مصرف کنندگان را مرتفع سازد [۱۰]. این تکنولوژی فرآیندی

است که در آن یک ماده با ماهیت جامد، مایع و یا گاز توسط یک فیلم یا ماده پلیمری احاطه می‌شود [۱۱-۱۳]. از فواید ریزپوشانی می‌توان به کنترل آزاد شدن طعم و بو، محافظت از ترکیبات فعال و حساس، بهبود پایداری و افزایش عمر ماندگاری اشاره نمود [۱۴، ۱۵]. به علاوه روغن‌های مایع در صورتیکه ریزپوشانی شوند می‌توانند به مواد جامد اضافه شوند که در این حالت تولید، استفاده، نگهداری و انتقال آنها به ماده غذایی راحت تر است [۱۶]. از جمله پژوهش‌های انجام شده در این زمینه می‌توان به ریزپوشانی روغن سیوس برنج [۱۷]، روغن ماهی ریزپوشانی شده در سطوح مختلف زانتان و آلژینات [۱۸]، ریزپوشانی روغن ماهی کیکلا با استفاده از مالتودکسترین، کازئینات سدیم، کنسانتره آب پنیر و نشاسته Hi-cap [۱۹]، ریزپوشانی روغن تخم کتان [۲۰]، ریزپوشانی روغن ماهی در میکروکپسول‌های از جنس کنسانتره پروتئینی آب پنیر [۲۱]، ریزپوشانی روغن گردو با استفاده از ایزوله پروتئینی سویا و مالتودکسترین [۲۲] و ریزپوشانی روغن ماهی با استفاده از پروتئین سویا [۲۳] اشاره نمود. برای ریزپوشانی ترکیبات روش‌های مختلفی توسط محققان گزارش شده است. در میان این روش‌ها، خشک کردن پاششی به میزان بیشتری در صنایع غذایی مورد استفاده قرار می‌گیرد چراکه ارزان و با دقت بالا است [۲۴]. هدف اصلی خشک کردن پاششی در واقع ساختن یک سد بین مواد هسته و محیط است [۱، ۲۵]. کارآمدی ریزپوشانی وابسته به ترکیبات سازنده دیواره و شرایط ریزپوشانی بستگی دارد [۲۶]. زانتان یک پلی ساکارید خارج سلولی است که توسط باکتری زانتوموناس ۴ تولید می‌شود. ترکیب شیمیایی زانتان گلوکز، مانوز و گلوکوزونیک اسید و اسیدهای پیرویک و استیک است. زانتان در بسیاری از محصولات غذایی به عنوان عامل قوام دهنده [۲۷] زانتان به عنوان دیواره ای جهت ریزپوشانی ترکیبات آروماتیک، فنولیک و باکتری‌ها مورد استفاده قرار گرفته است یا پایدار کننده مورد استفاده قرار می‌گیرد [۲۸]. شاهی با نام علمی (*Lipidum sativum*) گیاهی یکساله است که به میزان زیادی در خاورمیانه و آمریکا رشد می‌کند. دانه‌های شاهی به سرعت آب را جذب می‌کنند و مقدار زیادی موسیلاژ صمغی با وزن مولکولی بالا تولید می‌کنند. موسیلاژ دانه شاهی حاوی مانوز و گالاکتوز با نسبت ۸:۲ است که می‌تواند جایگزینی برای سایر هیدروکلوئیدها باشد. به علاوه

1. Polyunsaturated Fatty Acids
2. Eicosapentaenoic Acid
3. Docosahexaenoic Acid

قیمت ارزان و خصوصیات رئولوژیکی مناسبی دارد که توانایی تشکیل ژل را دارا می‌باشد [۲۹]. این مطالعه با هدف جلوگیری از اکسیداسیون روغن ماهی با استفاده از فرآیند تولید نانوامولسیون و میکروامولسیون و ریزپوشانی روغن ماهی انجام شد.

۲- مواد و روش ها

۲-۱- استخراج صمغ دانه شاهی

استخراج صمغ دانه شاهی به روش کاراژیان و همکاران (۲۰۰۹) انجام شد. صمغ از دانه کامل و با استفاده از آب مقطر با نسبت آب مقطر به دانه ۳۰ به ۱ و pH معادل ۱۰ و دمای ۳۵ درجه سانتیگراد استخراج شد [۲۹].

۲-۲- تهیه نانوکپسول و میکروکپسول های

حاوی روغن ماهی

ترکیب زانتان: صمغ دانه شاهی در نسبت های ۱۰۰:۵۰، ۵۰:۵۰ و ۵۰:۱۰۰ به عنوان فاز پیوسته امولسیون استفاده شد. هر دو پودر برای رسیدن به ماده جامد کل ۳۰، ۴۰ و ۵۰ درصد، در آب دیونیزه مخلوط شدند. pH اولیه ۱۱ بود. سپس با استفاده از سدیم هیدروکسید ۳ نرمال به ۷ رسانده شد. از همزن مغناطیسی در دور ۱۲۰ rpm به مدت ۲۰ دقیقه در دمای محیط برای انحلال بهتر ترکیبات استفاده شد. محلول جهت تکمیل فرآیند جذب آب به مدت ۲۴ ساعت در یخچال نگهداری شد.

امولسیفایر توئین ۸۰ به عنوان سورفاکتانت استفاده شد [۳۰]. برای تهیه امولسیون فازهای پیوسته به طور جداگانه تا دمای ۸۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شدند و سپس با استفاده از همزن مغناطیسی امولسیون اولیه شکل گرفت. به منظور کاهش بیشتر در اندازه ذرات امولسیون تشکیل شده از دستگاه فراصوت نوع پروبی استفاده شد. برای تبدیل اندازه ذرات به نانو، از دستگاه هموژنایزر اولتراتوراکس به مدت ۵ دقیقه در ۱۵۰۰۰ rpm و [۳۱] و برای تولید میکروامولسیون از هموژنایزر با فشار بالا ۵۰ مگاپاسکال استفاده شد. نمونه ها سپس با استفاده از یک دستگاه خشک کن پاششی با قطر نازل ۱ میلیتر، سرعت جریان ۵ میلی لیتر بر دقیقه و دمای هوای ورودی ۱۹۰ درجه سانتیگراد و دمای هوای خروجی ۷۵ درجه سانتیگراد به صورت جریان همسو خشک شدند [۲۲].

۲-۳- سنجش اندازه ذرات کپسول

اندازه گیری کپسول های تهیه شده (D_{3,2}) با استفاده از دستگاه پارتیکل سایز آنالایزر (در محدوده ۵۰ نانومتر تا ۵۰ میکرومتر) و بر اساس روش تفرق نور لیزر اندازه گیری شدند. سل حاوی آب دوبار تقطیر شده به عنوان مرجع استفاده شد. اندازه ذرات توسط معادله $D[3,2] = \frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i d_i^2}$ محاسبه و کلیه نمونه ها در سه تکرار اندازه گیری شدند [۳۲]. در این معادله n_i: تعداد ذرات، d_i: قطر میانگین ذرات و D: میانگین قطر حجمی (میانگین حجم معادل) می باشد.

Table 1 Code and Composition of Capsules

Capsule Code	Type of Wall	Wall Concentration (%)	No
LG30	Lepidium Sativum Seed Gum	30	1
XA30	Xanthan Gum	30	2
MIX30	Lepidium Sativum:Xanthan	30	3
LG40	Lepidium Sativum Seed Gum	40	4
XA40	Xanthan Gum	40	5
MIX40	Lepidium Sativum:Xanthan	40	6
LG50	Lepidium Sativum Seed Gum	50	7
XA50	Xanthan Gum	50	8
MIX50	Lepidium Sativum:Xanthan	50	9

الکتروود مثبت حرکت می کنند و سرعت حرکت ذرات اندازه گیری می شود. اندازه گیری پتانسیل زتا در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد و توان ۱۴۹ وات انجام شد [۳۲].

۲-۵- راندمان ریزپوشانی

راندمان ریزپوشانی روغن مطابق روش توضیح داده شده توسط دیما و همکاران (۲۰۱۶) اندازه گیری [۳۳] و از طریق معادله $(\text{Encapsulation Efficiency (\%)} = \frac{w_1 - w_2}{w_2} \times 100)$

۲-۴- اندازه گیری پتانسیل زتا

پتانسیل زتا با استفاده از دستگاه زتاسایزر اندازه گیری شد. دستگاه حامل یک سل الکتروشیمیایی حاوی دو الکتروود است. نمونه ها با آب دیونیزه به نسبت ۵۰:۱ رقیق و در سل قرار داده شد. زمانی که ولتاژ اعمال می شود، ذرات با بار منفی به سمت

محاسبه شد [۳۴].

در این معادله W_1 مقدار روغن ماهی در سطح کپسول و W_2 مقدار روغن افزوده شده برای آماده سازی همان مقدار کپسول می باشد که بر حسب درصد بیان می شوند.

۲-۶- مورفولوژی ذرات

پس از سنجش اندازه ذرات کپسول، پتانسیل زتا و راندمان ریزپوشانی نوع نانوکپسول XA30، MIX40، و ۲ نوع میکروکپسول MIX30 و LG40 به عنوان کپسول های بهینه انتخاب شدند. به منظور بررسی مورفولوژی و تأیید اندازه آنها از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. مقدار کمی از نمونه به کمک چسب نقره بر روی یک استاب آلومینومی گذاشته شده و سپس توسط یک لایه نازک از جنس طلا در دستگاه پوشش دهنده به مدت ۶ دقیقه جهت رسانا شدن قرار گرفتند. نمونه ها به اتاقک تحت خلا منتقل گردیدند. شعاعی از الکترون های پر شتاب و با ولتاژ ۳۰ کیلوولت و بزرگنمایی ۲۰۰۰ برابر به نمونه ها تابیده شد و تصویر بر اساس شعاع الکترونی برگشتی از نمونه ها به دست آمد [۳۲].

۲-۷- تجزیه و تحلیل آماری داده ها

تجزیه تحلیل آماری داده های بدست آمده این پژوهش با استفاده از مقایسه میانگین آنووا در قالب طرح آزمایشی کاملاً تصادفی و با استفاده از آزمون دانکن در سطح اطمینان ۹۵٪ انجام شد. نرم افزار مورد استفاده SPSS نسخه ۲۰ بود. برای رسم نمودار ها از نرم افزار اکسل نسخه ۲۰۱۳ استفاده شد. به منظور کاهش خطا کلیه آزمایشات در سه تکرار انجام شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- تاثیر نوع و غلظت مواد دیواره بر اندازه

کپسول

شکل گیری قطرات نانوامولسیون ها و میکروامولسیون ها در نتیجه برهم کنش دو پدیده شکستن قطرات و بهم پیوستگی قطرات تشکیل شده انجام میشود. استفاده از فراصوت منجر به فراهم آوردن نیروی برشی لازم برای شکستن قطرات و تبدیل آنها به ذرات کوچکتر می شود [۳۵]. در جدول ۱ مشاهده می شود که در غلظت ۳۰٪ مواد جامد محلول نانوکپسول ها و میکروکپسول های تهیه شده از صمغ دانه شاهی دارای بزرگترین اندازه بودند و با نانوکپسول ها و میکروکپسول های تهیه شده از

صمغ زانتان و ترکیب صمغ شاهی: صمغ زانتان اختلاف معنی دار آماری داشتند. در غلظت مواد جامد محلول ۴۰٪ نانوکپسول ها و میکروکپسول های تهیه شده از صمغ زانتان دارای کوچکترین اندازه بودند و با نانوکپسول ها و میکروکپسول های تهیه شده از صمغ شاهی و ترکیب صمغ شاهی: صمغ زانتان اختلاف معنی دار آماری داشتند. اختلاف اندازه نانوکپسول ها و میکروکپسول ها در غلظت ۵۰٪ مواد جامد از نظر آماری معنی دار بود. مشابه غلظت ۳۰٪ مواد جامد محلول در غلظت ۵۰٪ مواد جامد محلول نیز نانوکپسول ها و میکروکپسول های تهیه شده از صمغ دانه شاهی دارای بزرگترین اندازه بودند و با نانوکپسول ها و میکروکپسول های تهیه شده از صمغ زانتان و ترکیب صمغ شاهی: صمغ زانتان اختلاف معنی دار آماری داشتند. ژو و همکاران (۲۰۱۷) اندازه میکروکپسول های روغن بادام تهیه شده از ایزوله پروتئینی سویا و مالتودکسترین را در محدوده ۲۰-۲ میکرومتر اعلام نمودند که با نتایج بدست آمده از پژوهش حاضر مطابقت دارد. نظر به اینکه نوع مواد دیواره و همچنین روغن، شرایط تهیه امولسیون و عوامل بسیار دیگری بر روی اندازه کپسول ها تاثیر دارند می توان آن را دلیل اختلاف جزئی در مقادیر اندازه های بدست آمده دانست [۲۲]. اندازه ذرات از مهمترین ویژگی های کیفی امولسیون ها است. قطر متوسط ذرات در پایداری امولسیون ها اهمیت ویژه ای دارد [۳۶]. بطور کلی پلی ساکاریدها در سامانه های امولسیونی نقش تغلیظ کنندگی فاز آبی امولسیون را بر عهده دارند [۳۷]. لذا با افزایش غلظت و گرانیوز فاز پیوسته از بزرگ شدن و پراکندگی ذرات روغن جلوگیری می نمایند. هر چه اندازه ذرات کوچکتر باشد پایداری آنها در امولسیون بالاتر است که به دلیل مقاومت بالاتر نسبت به نیروی ثقل به واسطه حرکت بروانی می باشد و همچنین خصوصیات عملکردی مناسب تری دارند [۳۸]. بنابراین علت کاهش اندازه ذرات با افزایش غلظت مواد جامد محلول به خوبی مشخص می شود. ماتالانیس و همکاران (۲۰۱۱) اندازه میکروکپسول های تهیه شده با استفاده از خشک کن پاششی را در محدوده ۱۰۰-۲ میکرومتر اعلام نمودند و تاثیر نوع مواد دیواره بر اندازه ذرات را بسیار مهم و کلیدی دانستند. آنها همچنین تاثیر شرایط خشک کردن، شرایط تولید امولسیون و پارامترهای خشک کردن را نیز بر روی اندازه ذرات میکروکپسول مهم دانستند [۳۹]. در یک پژوهش بهرامی و رحمانی فرح (۱۳۹۶) اندازه کپسول های تهیه شده از صمغ

میکروکپسول‌های روغن غنی از DHA با استفاده از ترکیبات مختلف از جمله صمغ عربی، مالتودکسترین، ایزوله پروتئینی سویا، کازئین، لاکتوز و گلوکوز را بین ۰/۴۵ تا ۱۱۲/۲۰ میکرومتر اعلام نمودند که در محدوده اندازه میکروکپسول‌های تهیه شده از این پژوهش است [۴۰].

زانتان و آلژینات را مورد بررسی قرار داده و اعلام نمودند که صمغ زانتان ذرات با اندازه کوچکتر تولید می‌کند که با نتایج بدست آمده از این پژوهش مطابقت دارد و در اینجا نیز کوچکترین کپسول‌ها مربوط به نمونه‌های تهیه شده از صمغ زانتان است [۱۸]. در یک پژوهش چن و همکاران (۲۰۱۶) اندازه

Table 2 Effect of type and concentration of wall material on particle size

Capsule Code	Wall Concentration (%)	Nanocapsule (nm)	Microcapsule (μm)
LG30	30	128.3 $\pm$ 4.6a	19.14 $\pm$ 1.02a
XA30	30	101.02 $\pm$ 3.7b	17.25 $\pm$ 1.18b
MIX30	30	85.96 $\pm$ 2.12d	16.43 $\pm$ 1.28c
LG40	40	107.25 $\pm$ 3.51b	18.65 $\pm$ 1.46ab
XA40	40	65.48 $\pm$ 2.17f	15.37 $\pm$ 1.33d
MIX40	40	73.19 $\pm$ 2.23e	15.28 $\pm$ 1.52d
LG50	50	96.15 $\pm$ 3.11c	18.14 $\pm$ 1.0ab
XA50	50	63.41 $\pm$ 3.02f	15.23 $\pm$ 1.19d
MIX50	50	54.96 $\pm$ 2.19g	14.91 $\pm$ 0.98e

Different letters in each column indicate significant statistical differences at $P < 0.05$.

پایدار ماندن سامانه می‌شوند [۴۱]. همانطور که در جدول ۳ مشاهده می‌شود پتانسیل زتا در تمام نانوکپسول‌ها و میکروکپسول‌های تولید شده منفی است. دلیل منفی بودن پتانسیل زتا را میتوان به ساختار آنیونی صمغ نسبت داد. پتانسیل زتا موسیلاژ صمغ دانه شاهی ۱۰/۷۸- میلی ولت می‌باشد [۴۲]. مشاهده می‌شود که با افزایش غلظت مواد جامد بکار رفته در ساختار نانو و میکروکپسول‌ها پتانسیل زتا کاهش بیشتری داشته است. بازدارندگی استری یکی از مهمترین عواملی است که باعث پایداری نانوذرات امولسیون طی نگهداری می‌شود. برای نانسوسپانسیون‌های پایدار شده به صورت الکترواستاتیکی پتانسیل زتا در محدوده ± 30 میلی ولت مورد نیاز می‌باشد [۴۳].

۳-۲- تاثیر نوع و غلظت مواد دیواره بر پتانسیل

زتا

حضور ترکیبات فعالی سطحی باردار مانند سورفاکتانت‌های یونی، پلی ساکاریدها و پروتئین‌ها در امولسیون‌های منجر به ایجاد بارهای الکتریکی متفاوت در سطح قطرات می‌شود. پتانسیل زتا بیانگر بزرگی بار الکتریکی و واکنش‌های الکترواستاتیک بین ذرات در تعلیق‌ها می‌باشد. هر چه مقدار پتانسیل زتا بیشتر باشد به معنی وجود نیروهای دافعه بیشتر بین قطرات و تمایل کمتر آنها برای بهم چسبیدن است که در این حالت قطرات امولسیون یکدیگر را دفع می‌کنند و منجر به

Table 3 Effect of type and concentration of wall material on zeta potential

Capsule Code	Wall Concentration (%)	Nanocapsule (mv)	Microcapsule (mv)
LG30	30	-10.2 $\pm$ 2.19a	-11.35 $\pm$ 1.1a
XA30	30	-22.5 $\pm$ 3.47c	-25.7 $\pm$ 2.6c
MIX30	30	-25.48 $\pm$ 4.01d	-28.02 $\pm$ 3.48cd
LG40	40	-12.35 $\pm$ 3.15ab	-14.81 $\pm$ 2.73b
XA40	40	-26.47 $\pm$ 4.23d	-30.42 $\pm$ 3.55d
MIX40	40	30.08 $\pm$ 3.54e	-33.87 $\pm$ 4.17e
LG50	50	-14.19 $\pm$ 2.17b	-16.48 $\pm$ 2.68b
XA50	50	-30.27 $\pm$ 3.08e	-33.28 $\pm$ 4.29e
MIX50	50	-34.26 $\pm$ 3.66f	-38.22 $\pm$ 3.87f

Different letters in each column indicate significant statistical differences at $P < 0.05$.

می‌نماید [۴۴-۴۷]. مقادیر پتانسیل زتای بدست آمده در این پژوهش با پژوهش‌های قبلی کلاس و همکاران (۲۰۰۷)، راستی و همکاران (۲۰۱۲) و سابالی و همکاران (۲۰۱۶) مطابقت دارد

سیستم‌های حاوی ذرات خارج از محدوده مذکور ناپایدار بوده و به سرعت آگلومریزه میشوند. دفع الکترواستاتیکی بین ذرات در محدوده مذکور از آگلومریزه شده و تجمع آنها جلوگیری

[۴۸-۵۰]. با توجه به اینکه بهترین مقدار برای پتانسیل زتا در محدوده ۳۰+ تا ۳۰- قرار دارد، نمونه های میکرو کپسول ترکیبی با غلظت ۴۰ و ۵۰٪ مواد جامد و همچنین نانوکپسول و میکروکپسول زانتان با غلظت ۵۰ درصد مواد جامد به دلیل پتانسیل زتای بالاتر پایداری مناسبی ندارند.

۳-۳- تاثیر نوع و غلظت مواد دیواره بر کارایی

انکپسولاسیون

کارایی ریزپوشانی یکی از فاکتورهای مهم در تعیین پایداری ترکیبات کپسوله شده است چراکه نشانگر وجود روغن سطحی بر سطح ذرات پودر و توانایی دیواره ها در جلوگیری از خروج روغن درونی است [۵۱، ۵۲]. راندمان ریزپوشانی در واقع تعیین مقدار روغنی است که با موفقیت کپسوله شده و از مقدار روغن سطحی و روغن کل محاسبه می شود [۵۲]. نتایج مربوط به تاثیر نوع مواد استفاده شده در دیواره (زانتان و صمغ دانه شاهی) و همچنین نسبت ماده جامد استفاده شده در دیواره (۳۰، ۴۰ و ۵۰ درصد) بر کارایی ریزپوشانی در جدول ۴ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می شود در غلظت ثابت ۳۰ درصد، هر دو نوع نانوکپسول و میکروکپسول تهیه شده از صمغ دانه شاهی دارای بیشترین کارایی انکپسولاسیون بوده اند. کپسول های تهیه شده از صمغ زانتان نسبت به کپسول های تهیه شده با دیواره ترکیبی راندمان ریزپوشانی بالاتری داشتند. در وضعیت مشابه در غلظت ۴۰٪ هر دو نوع نانوکپسول و میکروکپسول تهیه شده از صمغ دانه شاهی بیشترین کارایی انکپسولاسیون بوده اند. کپسول های تهیه شده از صمغ زانتان نسبت به کپسول های تهیه شده با دیواره ترکیبی راندمان ریزپوشانی بالاتری داشتند. هر سه دیواره در غلظت ۴۰٪ باهم اختلاف معنی دار آماری داشتند. مشابه با دو غلظت مواد جامد استفاده شده در تهیه امولسیون روغن ماهی مشاهده می شود که در غلظت ۵۰ درصد مشابه دو غلظت مواد جامد ۳۰ و ۴۰٪ نیز هر دو نوع نانوکپسول و میکروکپسول تهیه شده از صمغ دانه شاهی دارای بیشترین کارایی انکپسولاسیون بوده اند. کپسول های تهیه شده از صمغ زانتان نسبت به کپسول های تهیه شده با دیواره ترکیبی راندمان ریزپوشانی بالاتری داشتند. هر سه دیواره در غلظت ۵۰٪ باهم اختلاف معنی دار آماری داشتند. این نتایج نشان دهنده تاثیر نوع مواد استفاده شده در دیواره بر راندمان انکپسولاسیون روغن

ماهی می باشد. مشاهده می شود که غلظت مواد استفاده شده در محلول پوششی مورد استفاده در جهت تهیه نانوامولسیون و میکروامولسیون روغن ماهی کیلکا بر کارایی انکپسولاسیون تاثیر داشته است به طوریکه با افزایش غلظت مواد جامد محلول در صمغ دانه شاهی از ۳۰ به ۵۰ درصد کارایی انکپسولاسیون کاهش یافته است. اختلاف بین صمغ شاهی در غلظت ۴۰٪ و ۵۰٪ از نظر آماری معنی دار نیست. میکروکپسول های تهیه شده از صمغ زانتان از نظر کارایی انکپسولاسیون با یکدیگر اختلاف معنی دار آماری نداشتند؛ در حالیکه نانوکپسول های تهیه شده در غلظت ۴۰٪ مواد جامد محلول با نمونه های روغن ماهی نانوریزپوشانی شده در دو غلظت ۳۰ و ۵۰٪ اختلاف معنی دار آماری نداشتند. اختلاف کارایی انکپسولاسیون نمونه های تهیه شده با محلول ۳۰٪ و ۵۰٪ صمغ زانتان از نظر آماری معنی دار بود.

مواد دیواره ای ناکافی در تولید ماتریکس قوی، ایجاد لایه های نازک تر از مواد دیواره بین قطرات روغن کپسوله و یا بی ثباتی قطرات امولسیون طی فرآیند خشک کردن همگی بر میزان کارایی انکپسولاسیون تاثیر می گذارند. افزایش راندمان ریزپوشانی احتمالاً به دلیل تشکیل سریع پوسته بر سطح ذرات اتفاق افتاده است. مطالعات پیشین نشان می دهد که نوع دیواره و هسته و ویژگی های امولسیون و پارامترهای خشک کردن همگی بر راندمان ریزپوشانی اثرگذارند [۵۲-۵۴]. ژو و همکاران (۲۰۱۷) به بررسی فاکتورهای مختلف یعنی غلظت مواد تشکیل دهنده دیواره، نسبت ایزوله پروتئینی سویا بر مالتودکسترین به عنوان مواد سازنده دیواره و نسبت مواد دیواره به هسته بر کارایی انکپسولاسیون روغن بادام پرداختند. نتایج آنها نشان داد که غلظت مواد تشکیل دهنده دیواره کپسول مهمترین عامل در کارایی انکپسولاسیون است و با افزایش غلظت مواد جامد در محلول پوششی راندمان انکپسولاسیون کاهش می یابد که مطابق با نتایج بدست آمده از پژوهش حاضر است. آنها همچنین دومین عامل موثر بر کارایی انکپسولاسیون را نسبت مواد دیواره به یکدیگر دانستند که نشان می دهد نوع مواد استفاده شده در دیواره بر کارایی انکپسولاسیون تاثیر دارد و در نسبت برابر ایزوله پروتئینی سویا و مالتودکسترین و نسبت هسته به مواد پوششی کمترین بازده انکپسولاسیون به دست آمد که با نتایج پژوهش حاضر مطابقت دارد [۲۲].

Table 4 Effect of type and concentration of wall material on encapsulation efficiency

Capsule Code	Wall Concentration (%)	Nanocapsule (nm)	Microcapsule (μm)
LG30	30	95.12 $\pm$ 4.3a	85.34 $\pm$ 4.3a
XA30	30	80.42 $\pm$ 3.7c	72.17 $\pm$ 3.7d
MIX30	30	71.23 $\pm$ 4.0d	65.46 $\pm$ 4.0e
LG40	40	86.91 $\pm$ 2.5b	80.55 $\pm$ 2.5bc
XA40	40	76.18 $\pm$ 3.3cd	69.47 $\pm$ 3.3d
MIX40	40	67.39 $\pm$ 4.0e	56.16 $\pm$ 4.0f
LG50	50	85.68 $\pm$ 2.9b	77.41 $\pm$ 2.9c
XA50	50	73.74 $\pm$ 3.6d	68.64 $\pm$ 3.6d
MIX50	50	60.09 $\pm$ 4.5f	52.22 $\pm$ 4.5f

Different letters in each column indicate significant statistical differences at $P < 0.05$.

۴۰/۵۹ الی ۸۱/۹۴ درصد (ب ۲۰۱۳) بود، بالاتر است [۵۸، ۲۵]. بنابراین می‌توان انتظار داشت که نمونه‌های روغن ماهی انکپسوله شده با راندمان بالای ریزپوشانی بخوبی از اکسیداسیون روغن محافظت شوند. راندمان ریزپوشانی نشان دهنده درجه محافظت روغن از اکسیداسیون و آسیب‌های محیطی است و به عواملی مختلفی از جمله شرایط تولید امولسیون و خشک کردن و همچنین جنس دیواره های کپسول بستگی دارد [۱۲]. شکل گیری سریع پوسته کپسول که در نتیجه خشک کردن کپسول‌ها اتفاق می‌افتد مهاجرت روغن از مواد هسته به بیرون کپسول را کاهش می‌دهد [۵۹]. مواد مورد استفاده در دیواره (در اینجا صمغ شاهی و صمغ زانتان) که به عنوان مواد قوام دهنده و ایجاد کننده ویسکوزیته در صنایع غذایی استفاده می‌شوند ساختار مناسبی تشکیل دادند که مسئول راندمان بالای انکپسولاسیون در این پژوهش بود. کارایی انکپسولاسیون و یا به عبارت دیگر میزان روغن ماهی محصور در کپسول‌ها شاخص مهمی در ارتباط با مدت ماندگاری روغن ماهی می‌باشد [۶۰]. از جمله فاکتورهای نوع و ترکیب دیواره، نسبت هسته به دیواره، روش خشک کردن مورد استفاده، پایداری ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی امولسیون می‌تواند کارایی ریزپوشانی را از ۰ تا ۹۵ درصد تغییر دهد [۶۱]. آغباشلو و همکاران (۲۰۱۳) اعلام نمودند که تغییر ترکیب دیواره تاثیر زیادی در بهبود کارایی ریزپوشانی دارد [۲۵].

۳-۴- تصاویر میکروسکوپی کپسول‌ها

یکی از فاکتورهای بسیار مهم در انکپسولاسیون روغن‌ها مساله مورفولوژی سطحی کپسول‌ها می‌باشد. بطور کلی هرچه ساختار کپسول‌ها کروی‌تر و شکاف در سطح آنها کمتر باشد بهتر است. این مزیت نشان می‌دهد نفوذ گازها و رطوبت به درون کپسول کمتر است و روغن ریزپوشانی شده به میزان بیشتری از اکسیداسیون محافظت می‌شود [۵۶]. شکل ۱ تصویر میکروسکوپ روبشی ۲ نوع نانوکپسول XA30، MIX40، و

پلیمرهای با درجه غذایی که عموماً برای ریزپوشانی ترکیبات مهم غذایی انتخاب می‌شوند بایستی از ماده هسته‌ای در برابر اکسایش، حرارت و تبخیر محافظت نمایند. در تمامی موارد دیواره‌ای پوشش نقش تعیین کننده‌ای در راندمان ریزپوشانی داشتند. با توجه به اینکه امولسیون‌ها از دو بخش یعنی یک بخش آبریز و یک بخش آبدوست تشکیل شده‌اند، ترکیبات آبدوست در محیط آبی و ترکیبات آبریز در لایه های فسفولیپیدی محصور می‌شوند [۵۵]. اونسارد و همکاران (۲۰۱۸) بازده ریزپوشانی روغن ماهی در پوشش کنسانتره پروتئینی آب پنیر، مالتودکسترین و کاپاکاراگینان را که با استفاده از خشک کن پاششی خشک شده بود را ۸۶/۷۳ درصد محاسبه نمودند که با نتایج بدست آمده از پژوهش حاضر مطابقت دارد [۵۶].

هنزلمن و همکاران (۲۰۰۰) نشان دادند بین کارایی انکپسولاسیون و اندازه ذرات میکروکپسول رابطه مستقیمی وجود دارد. بطوریکه با افزایش اندازه ذرات میکروکپسول راندمان ریزپوشانی آنها افزایش می‌یابد که با نتایج پژوهش حاضر مطابقت دارد. به طور کلی ارزیابی راندمان ریزپوشانی از این نظر حائز اهمیت می‌باشد که لازم است مواد داخل هسته به منظور جلوگیری از آسیب های محیطی به طور کامل توسط پوشش احاطه شوند الغانی [۲۱]. کائوشیک و همکاران (۲۰۱۵) از روش انکپسولاسیون جهت افزایش پایداری امگا-۳ طی دوره نگهداری استفاده نمودند که موفقیت آمیز بود [۵۷]. فریرا و همکاران (۲۰۱۶) کارایی انکپسولاسیون روغن خام پالم در دیواره هایی از جنس نشاسته کاساوا، صمغ عربی و کنسانتره پروتئینی آب پنیر مورد بررسی قرار دادند و تاثیر نوع مواد دیواره ای بر کارایی انکپسولاسیون را مهم و معنی دار اعلام نمودند. کارایی انکپسولاسیون روغن ماهی در این پژوهش با استفاده از دیواره صمغ شاهی از راندمان بدست آمده توسط آغباشلو و همکاران (۲۰۱۳) که ۵۹/۰۵ الی ۸۵/۶۷ درصد و

حفره در ساختار کپسول ها یک ویژگی مثبت محسوب میشود چراکه باعث محافظت بیشتر از روغن ماهی کپسوله شده میشود و پایداری اکسایشی روغن را افزایش می دهد. هرچه نفوذ پذیری مواد دیواره ای بیشتر باشد اکسایش با سرعت بالاتری اتفاق می افتد [۵۹].

بررسی مورفولوژی سطحی نانوکپسول ها نشان می دهد نانوکپسول های تهیه شده از پوشش ترکیبی نسبت به صمغ شاهی به تنهایی دارای ساختار یکنواخت تر و صاف تری هستند که نشان دهنده این مطلب است که پوشش ترکیبی برای ریزپوشانی مناسبتر از صمغ دانه شاهی به تنهایی است. لذا میتوان پیش بینی نمود که نانوکپسول ترکیبی در افزایش پایداری اکسایشی روغن ماهی بهتر از کپسول های دیگر عمل نماید. نتایج تحقیقات محققین نیز افزایش پایداری کپسول های گروی با سطوح صاف را گزارش نموده است [۶۷، ۲۱]. ایجاد ساختارهای گروی با سطح یکنواخت که در نتیجه خشک کردن با خشک کن پاششی ایجاد میشود نیز در مطالعات دالی و همکاران، (۲۰۱۱) و کارثیک و همکاران (۲۰۱۳) گزارش شده است که مطابق با نتایج بدست آمده از پژوهش حاضر است [۶۷، ۶۸]. کارنیرو و همکاران (۲۰۱۳)، دراسچ و همکاران (۲۰۰۷)، گالاردو و همکاران (۲۰۱۳) و فریرا و همکاران (۲۰۱۶) ساختارهای مشابهی برای روغن تخم کتان، روغن ماهی، روغن تخم کتان و روغن خام پالم مشاهده نمودند و گزارش دادند که ساختارهای گروی بدون ترک نفوذپذیری کمی به گازها، اکسیژن و نشت نامطبوع روغن به سطح ذرات دارند [۷۰، ۶۹، ۵۹، ۱۲].

۱ نوع میکروکپسول LG40 را نشان می دهد. کارایی فرآیند ریزپوشانی وابسته به ایجاد یک ساختار گروی و تایید به دام انداختن ترکیبات موثره هسته است [۶۲]. شبکه مناسب و پوشش یکنواخت دیواره در اطراف کپسول ها به خوبی دیده میشود. همانطور که در شکل مشاهده میشود ذرات بدست آمده همگی دارای شکل گروی هستند. تو رفتگی و شکستگی در ساختار نانوکپسول ها مشاهده نشد. عوامل مختلفی بر روی ویژگی های سطحی دیواره نانوکپسول ها تاثیر دارند که از آن جمله میتوان به سرعت خشک کردن نانوامولسیون، ترکیب دیواره و شرایط تولید نانوامولسیون اشاره نمود [۶۳]. زمانیکه دمای خشک کردن امولسیون ها بالا باشد، امولسیون ها تمایل به حذف سریعتر رطوبت دارند و در نتیجه ساختار گروی در نمونه ها شکل میگیرد [۶۴]. بنابراین با توجه به مورفولوژی سلولی بدست آمده میتوان اطمینان حاصل کرد که تمام رطوبت طی فرآیند خشک کردن از نانوکپسول ها و میکروکپسول ها خارج شده است. در صورتیکه مقداری از رطوبت درون نانوکپسول ها باقی بماند ساختار آنها از حالات صاف به حالت تورفته و خشن (ضمخت) تغییر شکل پیدا می نماید [۶۵] که در مورد پوشش ترکیبی تا حدودی ساختار تو رفته مشاهده میشود. تان و همکاران (۲۰۱۵) مورفولوژی مشابهی از نانوکپسول های عصاره خربزه آبی در پوشش های مالتودکسترین و صمغ عربی نشان دادند [۶۶]. کارنیرو و همکاران (۲۰۱۳) استفاده از روش خشک کن پاششی جهت تولید کپسول ها را روش مناسبی دانسته و اعلام نمودند که کپسول های تهیه شده از این روش دارای ساختار صاف و پوسته ای بدون حفره است [۵۹]. عدم وجود

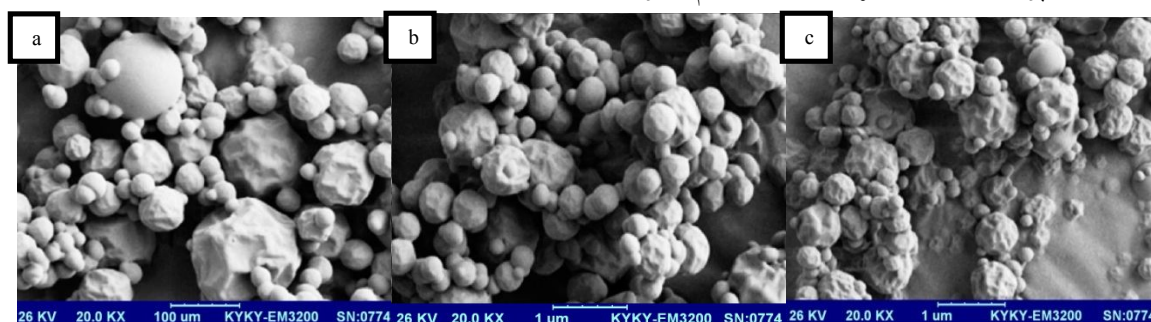


Fig 1 SEM of encapsulated fish oil in a) nano-XA30, b) nano-MIX40 and c) micro-LG40

جنوب تولید آن پتانسیل بالایی در کشور دارد. روغن ماهی کیلکا به صورت پودر انکپسوله شده در تولید بسیاری از محصولات از جمله اجزای غذایی، لوسین ها و مواد آرایشی بهداشتی استفاده میشود لذا ضرورت انجام بررسی خصوصیات پودر روغن ماهی انکپسوله شده بخوبی مشخص می باشد و

۴- نتیجه گیری

روغن ماهی رایج ترین منبع در دسترس از اسیدهای چرب بلند زنجیر خانواده امگا۳ است که به دلیل موقعیت جغرافیایی ایران و دسترسی به دریای خزر در شمال و همچنین دریای عمان در

Properties of α , γ , and δ - tocopherol in purified fish oil triacylglycerols. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 78(4):361-367.

- [8] Fuchs, M., Turchiuli, C., Bohin, M., Cuvelier, M.E., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M.N. and Dumoulin, E., 2006. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 75(1):27-35.
- [9] Karaca, A.C., Nickerson, M. and Low, N.H., 2013. Microcapsule production employing chickpea or lentil protein isolates and maltodextrin: Physicochemical properties and oxidative protection of encapsulated flaxseed oil. *Food Chemistry*, 139(1-4):448-457.
- [10] Pai, D.A., Vangala, V.R., Ng, J.W., Ng, W.K. and Tan, R.B., 2015. Resistant maltodextrin as a shell material for encapsulation of naringin: Production and physicochemical characterization. *Journal of Food Engineering*, 161:68-74.
- [11] Bakry, A.M., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M.Y., Mousa, A. and Liang, L., 2016. Microencapsulation of oils: a comprehensive review of benefits, techniques, and applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 15(1):143-182.
- [12] Gallardo, G., Guida, L., Martinez, V., López, M.C., Bernhardt, D., Blasco, R., Pedroza-Islas, R. and Hermida, L.G., 2013. Microencapsulation of linseed oil by spray drying for functional food application. *Food Research International*, 52(2):473-482.
- [13] Yang, Z., Zeng, Z., Xiao, Z. and Ji, H., 2014. Preparation and controllable release of chitosan/vanillin microcapsules and their application to cotton fabric. *Flavour and fragrance journal*, 29(2):114-120.
- [14] Champagne, C.P. and Fustier, P., 2007. Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. *Current opinion in biotechnology*, 18(2):184-190.
- [15] Li, C., Wang, J., Shi, J., Huang, X., Peng, Q. and Xue, F., 2015. Encapsulation of tomato oleoresin using soy protein isolate-gum aracia conjugates as emulsifier and coating materials. *Food Hydrocolloids*, 45:301-308.
- [16] Sagalowicz, L. and Leser, M.E., 2010. Delivery systems for liquid food products. *Current Opinion in Colloid & Interface*

لازم است در مراحل اولیه ابتدا خصوصیات کپسول ها مورد بررسی قرار بگیرد. در این پژوهش از دو صمغ زانتان و صمغ دانه شاهی به منظور ریزپوشانی روغن ماهی کیلکا استفاده شد و خصوصیات کپسول ها مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به نتایج راندمان ریزپوشانی و مورفولوژی سطحی استفاده از میکروکپسول روغن ماهی با غلظت دیواره ۴۰٪ صمغ شاهی، نانو کپسول روغن ماهی با غلظت دیواره ۴۰٪ صمغ دانه شاهی: زانتان و نانو کپسول روغن ماهی با غلظت دیواره ۳۰٪ صمغ زانتان را به علت خصوصیات مناسب جهت نگهداری روغن توصیه می نماید.

۵- منابع

- [1] Calvo, P., Lozano, M., Espinosa-Mansilla, A. and González-Gómez, D., 2012. In-vitro evaluation of the availability of ω -3 and ω -6 fatty acids and tocopherols from microencapsulated walnut oil. *Food research international*, 48(1):316-321.
- [2] Waterhouse, G.I., Wang, W. and Sun-Waterhouse, D., 2014. Stability of canola oil encapsulated by co-extrusion technology: Effect of quercetin addition to alginate shell or oil core. *Food chemistry*, 142:27-38.
- [3] Pirestani, S., Sahari, M.A., Barzegar, M. and Nikoopour, H., 2010. Lipid, cholesterol and fatty acid profile of some commercially important fish species from south Caspian Sea. *Journal of Food Biochemistry*, 34(4):886-895.
- [4] Pazhouhanmehr, S., Farhoosh, R., Sharif, A. and Kenari, R.E., 2016. Oxidation kinetics of common Kilka (*Clupeonella cultiventris caspia*) oil in presence of bene oils' unsaponifiable matter. *Food chemistry*, 190:748-754.
- [5] Fazli, H., Zhang, C.I., Hay, D.E. and Lee, C.W., 2009. Stock assessment and management implications of anchovy kilka (*Clupeonella engrauliformis*) in Iranian waters of the Caspian Sea. *Fisheries Research*, 100(2):103-108.
- [6] Wan, R., Wu, Y., Huang, L., Zhang, J., Gao, L. and Wang, N., 2010. Fatty acids and stable isotopes of a marine ecosystem: study on the Japanese anchovy (*Engraulis japonicus*) food web in the Yellow Sea. *Deep Sea Research Part II: Topical Studies in Oceanography*, 57(11-12):1047-1057.
- [7] Kulås, E. and Ackman, R.G., 2001.

- material and inlet drying air temperature on the microencapsulation of fish oil by spray drying. *Food and Bioprocess Technology*, 6(6): 1561-1569.
- [26] Zhang, Y., Tan, C., Abbas, S., Eric, K., Xia, S. and Zhang, X., 2015. Modified SPI improves the emulsion properties and oxidative stability of fish oil microcapsules. *Food Hydrocolloids*, 51:108-117.
- [27] Sopade, P.A., Halley, P.J., Cichero, J.A.Y., Ward, L.C., Liu, J. and Varlivi, S., 2008. Rheological characterization of food thickeners marketed in Australia in various media for the management of dysphagia. III. Fruit juice as a dispersing medium. *Journal of food engineering*, 86(4): 604-615.
- [28] Garcia-Ochoa, F., Santos, V.E., Casas, J.A. and Gomez, E., 2000. Xanthan gum: production, recovery, and properties. *Biotechnology advances*, 18(7):549-579.
- [29] Karazhiyan, H., Razavi, S.M., Phillips, G.O., Fang, Y., Al-Assaf, S., Nishinari, K. and Farhoosh, R., 2009. Rheological properties of *Lepidium sativum* seed extract as a function of concentration, temperature and time. *Food hydrocolloids*, 23(8):2062-2068.
- [30] Jafari, S.M., Assadpoor, E., He, Y. and Bhandari, B., 2008. Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. *Drying Technology*, 26(7):816-835.
- [31] Hasani, M., Rad, A.H.E., Hosseini, M.M. and Noghabi, M.S., 2015. Physicochemical characteristic of microencapsulated fish oil by freeze-drying using different combinations of wall materials. *Bioscience Biotechnoogy Research Asia*, 12:45-51.
- [32] Joye, I.J., Davidov-Pardo, G. and McClements, D.J., 2015. Encapsulation of resveratrol in biopolymer particles produced using liquid antisolvent precipitation. Part 2: stability and functionality. *Food Hydrocolloids*, 49:127-134.
- [33] Dima, C., Pătrașcu, L., Cantaragiu, A., Alexe, P. and Dima, Ș., 2016. The kinetics of the swelling process and the release mechanisms of *Coriandrum sativum* L. essential oil from chitosan/alginate/inulin microcapsules. *Food chemistry*, 195:39-48.
- [34] Barbosa, M.I.M.J., Borsarelli, C.D. and Mercadante, A.Z., 2005. Light stability of spray-dried bixin encapsulated with different edible polysaccharide preparations. *Food Research International*, 38(8-9):989-994.
- [35] Li, P.H. and Chiang, B.H., 2012. Process *Science*, 15(1-2):61-72.
- [17] Razavizadeh, B.B., Khan Mohammadi, F. and Azizi, S.N., 2014. Comparative study on properties of rice bran oil microcapsules prepared by spray drying and freeze drying. *Journal of Innovative Food Science and Emerging Technologies*.3:97-114. [In Persian]
- [18] Bahrami Zadeh, A., Rahmani Farah, K. 2018. The effect of different levels of xanthan and alginate on the quality of encapsulated fish oil. *Iranian Journal of Fisheries Science*. 26(4): 151-139. [In Persian]
- [19] Hosseini, M., Elhami Rad, Mohammad Hosseini, M., Shahidi Novoghabi, M. 2018. Effect of various wall configurations on the properties of microcapsules obtained from microencapsulation of Kilka fish oil by freeze-drying method. *Journal of Innovation in Food Science and Technology*. 9(1): 103-114.
- [20] Barroso, A.K.M., Pierucci, A.P.T.R., Freitas, S.P., Torres, A.G. and Rocha-Leão, M.H.M.D., 2014. Oxidative stability and sensory evaluation of microencapsulated flaxseed oil. *Journal of microencapsulation*, 31(2):193-201.
- [21] El Ghannam, M., El Nemr, T., Hassan, A. and Dyab, N., 2017, Encapsulation Efficiency, Microstructur and Oxidation Stability of Fish Oil Encapsulated Powder Made by Using whey Protein Concentrate. *Alexandria Science Exchange Journal*, 36(3):232-248.
- [22] Zhou, D., Pan, Y., Ye, J., Jia, J., Ma, J. and Ge, F., 2017. Preparation of walnut oil microcapsules employing soybean protein isolate and maltodextrin with enhanced oxidation stability of walnut oil. *LWT-Food Science and Technology*, 83: 292-297.
- [23] Di Giorgio, L., Salgado, P.R. and Mauri, A.N., 2019. Encapsulation of fish oil in soybean protein particles by emulsification and spray drying. *Food Hydrocolloids*, 87:891-901.
- [24] Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A. and Saurel, R., 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food research international*, 40(9):1107-1121.
- [25] Aghbashlo, M., Mobli, H., Madadlou, A. and Rafiee, S., 2013. Influence of wall

- [45] Nita, L.E., Chiriac, A.P., Bercea, M. and Neamtu, I., 2011. Aspects concerning the temperature influence on the polymer/polymer interactions between poly (aspartic acid) and poly (ethylene glycol). *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 374(1-3):121-128.
- [46] Morariu, S., Brunchi, C.E. and Bercea, M., 2012. The behavior of chitosan in solvents with different ionic strengths. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51(39):12959-12966.
- [47] Ghimici, L. and Brunchi, C.E., 2013. Titanium dioxide separation from water by PEG and Pluronic type polymers. *Separation and Purification Technology*, 103:306-312.
- [48] Colas, J.C., Shi, W., Rao, V.M., Omri, A., Mozafari, M.R. and Singh, H., 2007. Microscopical investigations of nisin-loaded nanoliposomes prepared by Mozafari method and their bacterial targeting. *Micron*, 38(8):841-847.
- [49] Rasti, B., Jinap, S., Mozafari, M.R. and Yazid, A.M., 2012. Comparative study of the oxidative and physical stability of liposomal and nanoliposomal polyunsaturated fatty acids prepared with conventional and Mozafari methods. *Food chemistry*, 135(4):2761-2770.
- [50] Sebaaly, C., Greige-Gerges, H., Agusti, G., Fessi, H. and Charcosset, C., 2016. Large-scale preparation of clove essential oil and eugenol-loaded liposomes using a membrane contactor and a pilot plant. *Journal of liposome research*, 26(2):126-138.
- [51] Hogan, S.A., McNamee, B.F., O'Riordan, E.D. and O'Sullivan, M., 2001. Emulsification and microencapsulation properties of sodium caseinate/carbohydrate blends. *International Dairy Journal*, 11(3):137-144.
- [52] Klinkesorn, U., Sophanodora, P., Chinachoti, P., Decker, E.A. and 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.
- [53] Jafari, S.M., He, Y. and Bhandari, B., 2007. Optimization of nano-emulsions production by microfluidization. *European Food Research and Technology*, 225(5-6):733-741.
- [54] Baik, M.Y., Suhendro, E.L., Nawar, W.W., McClements, D.J., Decker, E.A. and optimization and stability of D-limonene-in-water nanoemulsions prepared by ultrasonic emulsification using response surface methodology. *Ultrasonics sonochemistry*, 19(1):192-197.
- [36] McClements, D.J., Decker, E.A., Park, Y. and Weiss, J., 2009. Structural design principles for delivery of bioactive components in nutraceuticals and functional foods. *Critical reviews in food science and nutrition*, 49(6):577-606.
- [37] Dickinson, E., 1992. Introduction to food colloids. *Oxford University Press*.
- [38] Fathi, M., Martin, A. and McClements, D.J., 2014. Nanoencapsulation of food ingredients using carbohydrate based delivery systems. *Trends in Food Science & Technology*, 39(1):18-39.
- [39] Matalanis, A., Jones, O.G. and McClements, D.J., 2011. Structured biopolymer-based delivery systems for encapsulation, protection, and release of lipophilic compounds. *Food Hydrocolloids*, 25(8):1865-1880.
- [40] Chen, W., Wang, H., Zhang, K., Gao, F., Chen, S. and Li, D., 2016. Physicochemical properties and storage stability of microencapsulated DHA-rich oil with different wall materials. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 179(7):1129-1142.
- [41] Mao, L., Xu, D., Yang, J., Yuan, F., Gao, Y. and Zhao, J., 2009. Effects of small and large molecule emulsifiers on the characteristics of β -carotene nanoemulsions prepared by high pressure homogenization. *Food Technology and Biotechnology*, 47(3):336-342.
- [42] Nerkar, P.P. and Gattani, S.G., 2012. Cress seed mucilage based buccal mucoadhesive gel of venlafaxine: in vivo, in vitro evaluation. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 23(3):771-779.
- [43] Freitas, C. and Müller, R.H., 1998. Effect of light and temperature on zeta potential and physical stability in solid lipid nanoparticle (SLNTM) dispersions. *International journal of pharmaceuticals*, 168(2):221-229.
- [44] Chibowski, E., Wiacek, A., Holysz, L. and Terpilowski, K., 2005. Investigation of the electrokinetic properties of paraffin suspension. 2. *In cationic and anionic surfactant solutions. Langmuir*, 21(17):7662-7671.

- Journal of Food Engineering*, 124:158-165.
- [63] Lee, S.J. and Rosenberg, M., 2000. Whey protein-based microcapsules prepared by double emulsification and heat gelation. *LWT-Food Science and Technology*, 33(2):80-88.
- [64] Nijdam, J.J. and Langrish, T.A.G., 2006. The effect of surface composition on the functional properties of milk powders. *Journal of Food Engineering*, 77(4):919-925.
- [65] Tonon, R.V., Brabet, C. and 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.
- [66] Tan, S.P., Kha, T.C., Parks, S., Stathopoulos, C. and Roach, P.D., 2015. Optimising the Encapsulation of an Aqueous Bitter Melon Extract by Spray-Drying. *Foods*, 4(3):400-419.
- [67] Karthik, P. and Anandharamakrishnan, C., 2013. Microencapsulation of docosahexaenoic acid by spray-freeze-drying method and comparison of its stability with spray-drying and freeze-drying methods. *Food and Bioprocess Technology*, 6(10):2780-2790.
- [68] Dolly, P., Anishparvin, A., Joseph, G.S. and Anandharamakrishnan, C., 2011. Microencapsulation of *Lactobacillus plantarum* (mtcc 5422) by spray-freeze-drying method and evaluation of survival in simulated gastrointestinal conditions. *Journal of microencapsulation*, 28(6):568-574.
- [69] Ferreira, C.D., da Conceição, E.J.L., Machado, B.A.S., Hermes, V.S., de Oliveira Rios, A., Druzian, J.I. and Nunes, I.L., 2016. Physicochemical characterization and oxidative stability of microencapsulated crude palm oil by spray drying. *Food and bioprocess technology*, 9(1):124-136.
- [70] Drusch, S., Serfert, Y., Scampicchio, M., Schmidt-Hansberg, B. and Schwarz, K., 2007. Impact of physicochemical characteristics on the oxidative stability of fish oil microencapsulated by spray-drying. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55(26):11044-11051.
- Chinachoti, P., 2004. Effects of antioxidants and humidity on the oxidative stability of microencapsulated fish oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 81(4):355-360.
- [55] Heurtault, B., Saulnier, P., Pech, B., Proust, J.E. and Benoit, J.P., 2003. Physicochemical stability of colloidal lipid particles. *Biomaterials*, 24(23):4283-4300.
- [56] Onsaard, E., Putthanimon, J., Singthong, J. and Thammarutwasik, P., 2018. Oxidation stability of sesame oil encapsulated by spray drying. *International Food Research Journal*, 25(2).
- [57] Kaushik, P., Dowling, K., Barrow, C.J. and Adhikari, B., 2015. Microencapsulation of omega-3 fatty acids: A review of microencapsulation and characterization methods. *Journal of functional foods*, 19:868-881.
- [58] Aghbashlo, M., Mobli, H., Madadlou, A. and Rafiee, S., 2013. Fish oil microencapsulation as influenced by spray dryer operational variables. *International Journal of Food Science & Technology*, 48(8):1707-1713.
- [59] Carneiro, H.C., Tonon, R.V., Grosso, C.R. and Hubinger, M.D., 2013. Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. *Journal of Food Engineering*, 115(4):443-451.
- [60] Pourashouri, P., Shabanpour, B., Razavi, S.H., Jafari, S.M., Shabani, A. and Aubourg, S.P., 2014. Impact of wall materials on physicochemical properties of microencapsulated fish oil by spray drying. *Food and Bioprocess Technology*, 7(8):2354-2365.
- [61] Shaw, L.A., McClements, D.J. and Decker, E.A., 2007. Spray-dried multilayered emulsions as a delivery method for ω -3 fatty acids into food systems. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55(8):3112-3119.
- [62] López-Córdoba, A., Deladino, L., Agudelo-Mesa, L. and Martino, M., 2014. Yerba mate antioxidant powders obtained by co-crystallization: Stability during storage.

Effect of Type and Concentration of Wall Materials on Kilka Fish Oil Nano and Microcapsules Properties Using Xanthan and *Lepidium Sativum* Seeds gum

Maghsoudi, S. ¹, Esmailzadeh Kanari, R. ^{2*}, Farahmandfar, R. ³

1. Ph.D. Student of Food Science and Technology, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University

2. Associate Professor of Food Science and Technology, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University

3. Assistant Professor of Food Science and Technology, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University

(Received: 2019/02/06 Accepted: 2019/04/26)

Kilka fish oil is highly susceptible to oxidation due to high amounts of unsaturated fatty acids. One of the methods used to protect unsaturated oils from environmental damage is the encapsulation process. The purpose of this study was to investigate the effect of encapsulation process on reduction of Kilka fish oil oxidation. The purpose of this study was to investigate the effect of type and concentration of wall materials on encapsulated fish oil properties. The mixture of xanthan and lepidium sativum (Shahi) seed gum was used in 100: 0, 50:50 and 0: 100 ratios as the continuous phase of emulsion. Concentration of solid material in wall solution was chosen at 30, 40 and 50%. A homogenizer ultraturax was used to prepare nanomulsions and a high pressure homogenizer was used to produce microemulsion. The results showed that the size of the capsules prepared with mixture wall in all concentration, xanthan gum at 40 and 50% concentration and capsules with shahi seed gum at 30% concentration was in the range of nano (below 100 nm). All microcapsules had a size below 10 micrometers. Zeta potential was negative for microcapsules and nanocapsules and the lowest and highest zeta potentials were related to capsule with mixture and shahi seed gum walls respectively. The nanocapsules showed higher efficiency of Kilka fish oil encapsulation than microcapsules. The images of the Scanning Electron Microscope represent a suitable network and uniform wall cover around the capsules, and structural fractures were not observed. The results of this study suggest using of fish oil microcapsules with shahi gum wall at 40% concentration, fish oil nanocapsules with mixture of xanthan and shahi gum wall at 40% concentration, and fish oil nanocapsules with 30% xanthan gum due to good properties for oil storage.

Keywords: Encapsulation, Kilka fish oil, Xanthan, *Lepidium sativum* seed gum, Nanocapsule, microcapsule

* Corresponding Author E-Mail Address: reza_kenari@yahoo.com