

تاثیر ویژگی‌های نانومولسیون‌های حاصل از هموژنیزاسیون فشار بالا بر ویژگی‌های ریزکپسول‌های حاصل از فرایند ریزپوشانی لیمونن به روش خشک کردن پاششی

*امین قهرمانی فر^۱

تاریخ دریافت: ۹۳/۱۲/۱۲ تاریخ پذیرش: ۹۴/۱۰/۱۲

^۱ باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، واحد قوچان، دانشگاه آزاد اسلامی، قوچان، ایران

* مسئول مکاتبه: Email: Ghahramaniamin@gmail.com

چکیده

در این تحقیق تاثیر نانومولسیون‌های حاصل از فرایند هموژنیزاسیون فشار بالا بر خصوصیات ریزکپسول‌های حاصل از ریزپوشانی به روش خشک کردن پاششی مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور امولسیون‌های روغن در آب حاوی ۵٪ وزنی ماده خشک لیمونن در محلول آبی دارای ۱۰، ۱۵ و ۲۰٪ پروتئین آب پنیر تغليظ شده، با کمک هموژنایزر فشار بالا و در فشارهای ۲۰، ۵۰، ۸۰ و ۱۱۰ مگاپاسکال تهیه گردید و ویژگی‌های کیفی آن نظیر قطر متوسط قطرات و توزیع اندازه آن‌ها، شاخص بسپاشیدگی و ویسکوزیته به عنوان تابعی از نسبت ماده دیواره و فشار هموژنیزاسیون مورد بررسی قرار گرفت و تأثیر این پارامترها بر خصوصیات ریزکپسول‌های حاصل، نظیر اندازه ذرات، مقدار روغن سطحی، راندمان ریزپوشانی و نیز بر شاخص‌های کیفی امولسیون بازسازی شده مورد سنجش قرار گرفت. نتایج حاصله نشان‌دهنده افزایش اندازه ریزکپسول‌ها و بازده ریزپوشانی با افزایش غلظت مواد دیواره و فشار هموژنیزاسیون بود در حالی که میزان روغن سطحی ریزکپسول‌ها کاهش یافت. از طرفی با افزایش غلظت پروتئین آب پنیر تغليظ شده و زمان هموژنیزاسیون امولسیون‌های تازه، اختلاف بین اندازه ذرات امولسیون‌های تازه و بازسازی شده به طور معنی‌داری کاهش یافت.

واژگان کلیدی: پروتئین آب پنیر، نانومولسیون، هموژنیزاسیون فشار بالا، ویسکوزیته، شاخص بسپاشیدگی

مقدمه

۰/۰ نانومتر را نانوکپسول، بین ۰/۰۰۰۰۵ تا ۰/۰۰۰۵ نانومتر را میکروکپسول و بیشتر از ۰۰۰۵ نانومتر را ماکروکپسول می‌نامند (کینگ و لین، ۱۹۹۵). گروه زیادی از مواد را می‌توان به عنوان پوشش در فرایند ریزپوشانی مورد استفاده قرار داد اما تنها موادی را می‌توان در صنایع غذایی استفاده نمود که از لحاظ کاربرد

ریزپوشانی عبارت است از تشکیل پوششی مدام اطراف ترکیبات جامد، مایع یا گاز به طوری که کاملاً پوشیده شده باشند. کپسول‌های حاصل از فرایند ریزپوشانی را معمولاً بر اساس اندازه ذرات‌شان طبقه-بندی می‌کنند کپسول‌هایی با قطر متوسط کوچکتر از

قابل توجه می‌باشدند. در میان این روش‌ها، خشک کردن پاششی و اکستروژن دو روش متداول مورد استفاده به صورت تجاری می‌باشند (باربوسا و همکاران، ۲۰۰۵؛ رانشون، ۱۹۹۴). ریزپوشانی به روش خشک کردن پاششی بستگی به عوامل مختلفی نظیر نوع ماده هسته، خصوصیات ماده دیواره، نحوه تولید امولسیون، نسبت ماده هسته به دیواره، نسبت مواد جامد امولسیون، سیستم خشککن و شرایط عملیاتی دارد (پورزیو، ۲۰۰۷). اولین مرحله در ریزپوشانی تهیه امولسیون می‌باشد. تولید امولسیون نقش مهمی در ریزپوشانی مواد به روش خشک کردن پاششی داشته و نقش کلیدی در بهینه سازی راندمان ریزپوشانی در طول فرایند دارد (ریچ و رانشون، ۱۹۸۸؛ لیو و همکاران، ۲۰۰۱؛ دنویری یاکول و همکاران، ۲۰۰۲؛ باربوسا و همکاران، ۲۰۰۵؛ گود و همکاران، ۲۰۰۵). ایشیدو و همکاران، ۲۰۰۲؛ مینموتو و همکاران، ۲۰۰۲؛ سوتیانتاوات و همکاران، ۲۰۰۳ و ۲۰۰۵ گزارش کردند که اندازه ذرات امولسیون نقش مهمی در بازده ریزپوشانی دارد به طوری که با افزایش پایداری امولسیون و کوچکتر شدن اندازه قطرات امولسیون راندمان ریزپوشانی افزایش یافته و مقدار روغن سطحی ریزکپسول‌ها کاهش می‌یابد در نتیجه پایداری ریزکپسول‌ها در طول نگهداری افزایش می‌یابد. بنابراین تولید امولسیون‌های پایدار با کمترین اندازه ذرات می‌تواند باعث افزایش قابل توجهی در راندمان ریزپوشانی به روش خشک کردن پاششی شود (جعفری و همکاران، ۲۰۰۷). تولید امولسیون با اندازه ذرات بسیار ریز و توزیع ذرات یکنواخت در سال‌های اخیر مورد توجه بوده است از این‌رو می‌توان از هموژنایزرهای فشار بالا به طور متداول برای تولید امولسیون‌هایی با اندازه قطرات کوچک استفاده نمود (پاندولف، ۱۹۹۵). پیشرفت‌های اخیر در خصوص هموژنایزهای فشار بالا موجب طراحی و ساخت هموژنایزرهایی با میزان فشار بالاتر گردیده است.

^۷ Freeze - drying

در صنایع غذایی مجاز باشدند. مهم‌ترین گروه از مواد مورد استفاده برای ریزپوشانی در صنایع غذایی، بیوپلیمرها می‌باشدند. کربوهیدرات‌ها یا پلی ساکاریدها (به عنوان فراوان‌ترین بیوپلیمرها)، پروتئین‌ها و لیپیدها مناسب‌ترین بیوپلیمرهای مورد استفاده برای فرایند ریزپوشانی می‌باشند (باربوسا و همکاران، ۲۰۰۵). با توجه به این که پروتئین‌ها دارای گروه‌های شیمیایی مختلف، خواص آمیفیلیک، قابلیت برهمنکش با ترکیبات مختلف، وزن مولکولی بالا و زنجیره‌های جانبی انعطاف‌پذیر می‌باشند از این رو دارای خصوصیات عملکردی بسیار عالی نظیر حلالت، ویسکوزیته، امولسیون‌کنندگی و تشكیل فیلم بوده و مناسب برای استفاده در فرایند ریزپوشانی می‌باشند (مادنه و همکاران، ۲۰۰۶). پروتئین‌های آب‌پنیر دارای خصوصیات عملکردی بارزی برای استفاده به عنوان ماده دیواره می‌باشند (آمریتا و همکاران، ۱۹۹۹). گزارش‌های مختلفی مبنی بر استفاده از پروتئین آب پنیر به عنوان ماده دیواره گزارش گردیده است (مورئو و روزنبرگ، ۱۹۹۹؛ شو و روزنبرگ، ۱۹۹۵). کیم و مور (۱۹۹۶) نشان دادند که ایزوله پروتئین آب‌پنیر تغليظ شده ماده‌ای مناسب برای ریزپوشانی روغن پرتقال^۱ بوده و پوشش مناسبی در جلوگیری از اکسیداسیون آن می‌باشد (کیم و مور، ۱۹۹۶).

از تکنیک‌های مختلفی برای ریزپوشانی مواد در صنایع غذایی استفاده می‌شود. نوع فرایند به کار رفته برای ریزپوشانی بستگی به ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی هسته و دیواره و نوع کاربرد آن در مواد غذایی دارد. در بین تکنیک‌های مختلف، خشک کردن پاششی^۲، سرد کردن پاششی^۳، اکستروژن^۴، پوشش از طریق تعلیق^۵ در هوا، اکستروژن گریز از مرکز^۶ و خشک کردن انجام‌دادی^۷

¹ Orange oil

² Spray drying

³ Spray Cooling / Chilling

⁴ Extrusion

⁵ Air suspenstion coating

⁶ Centrifugal extrusion

تهیه امولسیون

امولسیون روغن در آب حاوی ۵ درصد وزنی د-لیمونن در ۱۰۰ گرم ماده دیواره و ۱/۰ درصد Tween80 بدین صورت تهیه گردیدند: ابتدا تمامی اجزاء با استفاده از یک همزن مغناطیسی به مدت ۱۵ دقیقه مخلوط شدند. سپس امولسیون اولیه با استفاده از هموژنایزر فشار بالا در فشارهای ۲۰، ۵۰، ۸۰ و ۱۱۰ مگاپاسکال به مدت ۱ دقیقه هموژن گردیدند.

اندازه‌گیری اندازه ذرات و شاخص بسپاشیدگی امولسیون

متوسط قطر و توزیع اندازه امولسیون‌ها به کمک دستگاه انکسار نورلیزر (مدل Nano-Zeta sizer شرکت Malvern، ساخت انگلستان) مورد اندازه‌گیری قرار گرفتند. قطر متوسط ذرات که با نماد $d_{4,3}$ (قطر حجم به طول) نمایش داده می‌شود با استفاده از معادله ۱ محاسبه گردید.

$$D_{4,3} = \frac{\sum z_i d_i^4}{\sum z_i d_i^3} \quad [1]$$

در معادله مذکور، z_i تعداد ذرات با قطر d_i می‌باشد. همچنین شاخص بسپاشیدگی با توجه به منحنی توزیع اندازه ذرات توسط نرم افزار دستگاه محاسبه گردید. تمامی اندازه‌گیری‌ها در دمای اتاق و ظرف مدت ۲ ساعت بعد از تهیه امولسیون با ۲ تکرار انجام شد. به منظور بررسی تغییرات اندازه ذرات امولسیون‌ها در طول فرآیند ریزپوشانی، امولسیون‌های بازسازی شده از ریزکپسول‌های تولیدی نیز مورد ارزیابی قرار گرفتند. به این ترتیب که امولسیون‌های بازسازی شده دارای ۱۰، ۱۵ و ۲۰ درصد وزنی از حل شدن مقادیر مناسبی از ریزکپسول‌ها در آب دیونیزه و در دمای اتاق با کمک یک همزن مغناطیسی به مدت ۳۰ دقیقه تهیه شدند. توزیع اندازه ذرات این امولسیون‌ها نیز مانند آنچه در مورد امولسیون‌های تازه شرح داده شد، بررسی گردید.

افزایش میزان فشار اعمال شده می‌تواند موجب تولید امولسیون‌هایی با اندازه ذرات بسیار کوچک و افزایش میزان پایداری امولسیون‌ها شده و از طرفی موجب کاهش میزان بهم چسبیدن قطرات امولسیون و افزایش اندازه آن‌ها گردد. همچنین استفاده از هموژنایزر فشار بالا موجب افزایش سطح عوامل فعال سطحی نظیر امولسیفایرها شده و کارایی آن‌ها را در تثبیت امولسیون‌ها افزایش می‌دهد (فلوری و همکاران، ۲۰۰۰). هدف از این تحقیق بررسی تاثیرات ناشی از هموژنیزاسیون فشار بالا بر خصوصیات امولسیون‌های تثبیت شده با غلظت‌های مختلف پروتئین آب پنیر تغییط شده به عنوان ماده دیواره و تاثیر آن بر ریزکپسول‌های حاصل از فرآیند ریزپوشانی با استفاده از خشک کن پاششی بود.

مواد و روش‌ها

پودر آب‌پنیر تغییط شده (WPC)، د-لیمونن و Tween80 (سوربیتالمنو-۹-اکتادکنوت) از شرکت سیگما آلدربیج^۱ و هگزان از شرکت مرک^۲ آلمان خریداری گردیدند. سایر مواد شیمیایی مورد استفاده با درجه خلوص بالا ۹۹/۹ درصد) از شرکت مرک آلمان تامین شدند. برای تهیه کلیه محلول‌ها از آب دیونیزه استفاده گردید.

تهیه سوسپانسیون‌های کلوئیدی
نسبت‌های وزنی مناسبی از WPC به آب دیونیزه اضافه شدند سپس با استفاده از یک همزن مغناطیسی به مدت یک ساعت مخلوط گردیدند تا محلول‌های ۱۰، ۱۵، ۲۰ درصد (وزنی/وزنی) تهیه شوند. پس از آن سوسپانسیون‌های کلوئیدی مذکور به مدت ۲۴ ساعت در یخچال نگهداری شدند تا آبگیری به طور کامل انجام پذیرد.

¹ Sigma-Aldrich
² Merck

$$SSA = 6/d_{32}$$

[۳]

در این معادلات d_{32} قطر متوسط به حجم ذرات، Z_i تعداد ذرات با قطر d_i و SSA سطح مخصوص ذرات می‌باشد. تمامی اندازه‌گیری‌ها با ۲ تکرار انجام شد و میانگین‌ها گزارش گردید.

اندازه‌گیری رطوبت ریزکپسول‌ها

مقدار رطوبت ریزکپسول‌ها به روش وزن سنجی اندازه‌گیری گردید. برای این منظور طبق استاندارد AOAC، مقدار ۲ گرم از ریزکپسول‌ها در دمای 210°C به مدت ۳ ساعت قرار داده شد. پس از خنک شدن نمونه‌ها تا دمای محیط در دسیکاتور، میزان رطوبت با استفاده از معادله ۴ تعیین گردید.

$$\frac{\text{وزن نمونه بعد از خشک کردن}}{\text{وزن نمونه قبل از خشک کردن}} = \text{مقدار رطوبت نمونه}$$

تعیین مقدار روغن سطحی ریزکپسول‌ها

مقدار لیمومن موجود بر روی سطح ریزکپسول‌ها با استفاده از دستگاه اسپکتروفوتومتر (مدل *T60* شرکت *PG Instruments*) ساخت انگلستان) تعیین گردید. برای این منظور روغن موجود بر سطح ریزکپسول‌ها با حلal هگزان و با استفاده از روش نجفی و همکاران (۲۰۱۰) استخراج شد. برای این منظور، یک گرم از پودر با ۲۰ میلی لیتر هگزان مناسب برای گاز کروماتوگرافی در داخل لوله آزمایش درب پیچ دار مخلوط گردید و به مدت ۵ دقیقه با لرزاننده مخصوص لوله (مدل *VORTEX 3* شرکت *IKA* ساخت آلمان) در دمای اتاق همراه شد. سپس ذرات ریزکپسول‌ها با کمک کاغذ صافی و اتمن نمره ۱، از حلal جدا شدند. محلول باقی‌مانده توسط بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری و با کمک هگزان به حجم رسانده شد. مقدار دلیمومن موجود در نمونه در طول موج ۲۵۲ نانومتر اندازه‌گیری گردید (سوتیتانتاوات و همکاران، ۲۰۰۳). منحنی استاندارد با استفاده از محلول‌های با غلظت مختلف دلیمومن در هگزان رسم گردید. از نمونه هگزان نیز به عنوان شاهد برای جلوگیری از خطای جذب در دستگاه استفاده شد.

اندازه‌گیری ویسکوژیته ظاهری

اندازه‌گیری ویسکوژیته ظاهری امولسیون‌ها بلافضله پس از تهیه آن‌ها با استفاده از ویسکومتر چرخشی بوهلین (مدل ویسکو، ۸۸ ساخت بریتانیا) مجهز به یک سیرکولاتور حرارتی (جولا بو، مدل *FI2-MC*، ساخت آلمان) انجام گرفت. برای تمامی نمونه‌ها از هندسه نوع استوانه‌های هم مرکز^۱ و پروب *C30* استفاده گردید. جهت اندازه‌گیری پارامترهای رئولوژیکی، ابتدا مقدار مناسبی از امولسیون در استوانه خارجی ریخته شده، سپس در محل مورد نظر و در تماس با استوانه داخلی قرار گرفت. پس از رسیدن به دمای 25°C توسط سیرکولاتور، استوانه داخلی تحت یک دامنه مشخص و برنامه‌ریزی شده از سرعت برشی در مقیاس لگاریتمی که از ۱۴/۲ تا ۱۲۱۰ افزایش می‌یافتد، قرار گرفت.

تهیه ریزکپسول‌ها

برای تهیه ریزکپسول‌ها از یک خشک کن پاششی (مدل *Buchi mini spray dryer 290-B* شرکت *Sowies*) با جریان هوای غیرهمجهت استفاده گردید. شرایط خشک کردن عبارت بودند از، دمای ورودی 10°C و دمای هوای خروجی $10^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$. برای جلوگیری از جذب رطوبت، ریزکپسول‌های تهیه شده بلافضله به قوطی‌های پلاستیکی درب‌دار منتقل و تا انجام آزمایشات بعدی، درون دسیکاتور نگهداری گردیدند.

اندازه‌گیری اندازه ذرات ریزکپسول‌ها

برای سنجش اندازه و سطح مخصوص ریزکپسول‌ها، ابتدا دیسپرسیون آن‌ها در اتanol تهیه شد و سپس به کمک دستگاه انکسار نورلیزر مجهز به سل غیر مداوم (مدل *sald 2107* شرکت *shimadzu* ساخت ژاپن) بر مبنای معادلات زیر و توسط نرم افزار دستگاه محاسبه گردید.

$$D_{32} = \sum Z_i d_i^3 / \sum Z_i d_i^2$$

^۱ Bub & Cup

نتایج مربوط به راندمان ریزپوشانی نمونه‌های مختلف در جدول ۲ نشان داده شده است. در این بررسی افزایش فشار هموژنیزاسیون اثر معنی داری بر راندمان ریزپوشانی نمونه‌های مختلف امولسیون داشت. همان‌گونه که در جدول مشاهده می‌شود افزایش فشار هموژنیزاسیون از ۲۰ به ۱۱۰ مگاپاسکال موجب افزایش راندمان ریزپوشانی در نمونه‌های مختلف گردید. به عنوان مثال با افزایش فشار هموژنیزاسیون از ۲۰ به ۱۱۰ مگاپاسکال در نمونه با غلظت ۱۰ درصد ماده دیواره، راندمان ریزپوشانی از $61/31$ تا $69/83$ افزایش یافت. بررسی‌های صورت گرفته توسط محققین مختلف نشان داده راندمان ریزپوشانی با کوچکتر شدن اندازه ذرات امولسیون افزایش می‌یابد (ریچ و رانشوون، ۱۹۹۸؛ سوتیتاناتاوات و همکاران، ۲۰۰۵). سوتیتاناتاوات و همکاران (۲۰۰۵) گزارش کردند امولسیون‌هایی که اندازه ذرات بزرگتری دارند در اثر فشاری که طی فرایند خشک‌کردن پاششی توسط اتمایزرهای می‌شود خرد شده و مقداری از مواد هسته آزاد می‌شود در نتیجه راندمان ریزپوشانی کاهش می‌یابد. در مقابل، امولسیون‌هایی که اندازه ذرات آن‌ها کوچک می‌باشد بدون این که هنگام اتمیزاسیون تحت تاثیر قرار گرفته و خرد شوند خشک شده و به این ترتیب راندمان ریزپوشانی بهبود خواهد یافت (سوتیتاناتاوات و همکاران، ۲۰۰۳). از طرف دیگر با وجود این که ذرات بزرگتر سطح مخصوص کوچکتری در مقایسه با ذرات کوچکتر امولسیون دارند و طی خشک کردن کمتر در معرض هوای گرم قرار دارند اما به دلیل طولانی‌تر بودن زمان تشکیل دیواره در ذرات بزرگتر، میزان رهاسازی و از دست رفتن ترکیبات فرار طی خشک کردن پاششی در ذرات بزرگتر بیشتر خواهد بود به این ترتیب راندمان ریزپوشانی آن‌ها کاهش می‌یابد (ری، ۱۹۹۸، چانگ و همکاران، ۱۹۸۸). از این رو در این بررسی با توجه به این که افزایش فشار هموژنیزاسیون موجب کاهش معنادار در اندازه ذرات

تعیین مقدار روغن داخلی میکروکپسول‌ها

برای تعیین مقدار روغن باقی مانده در داخل ریزکپسول‌ها، از روش بکار گرفته شده توسط نجفی و همکاران (۲۰۱۰) استفاده گردید. برای این منظور، ریزکپسول‌های حاصل از شستشو با هگزان که از مرحله قبلی به جا مانده بود، مورد استفاده قرار گرفت. یک گرم از ریزکپسول‌ها به ۲۰ میلی لیتر آب دیونیزه در داخل لوله آزمایش درب پیچ دار منتقل و به مدت یک دقیقه با لرزاننده مخصوص لوله همزده شد. سپس به این نمونه هگزان اضافه گردید و در داخل حمام بن ماری در دمای 45°C برای ۲۰ دقیقه باقی ماند. در طول این مدت همزدن به شکل متناوب انجام گرفت. بعد از این مرحله لوله آزمایش در اتاق سرد گردید و در دستگاه سانتریفوژ با سرعت ۴۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۲۰ دقیقه سانتریفوژ شد تا فاز آبی از فاز حلال جدا گردد. سپس میزان جذب آن مطابق روش گفته شده در بالا اندازه‌گیری شد.

راندمان ریزپوشانی

تعیین راندمان ریزپوشانی از خارج قسمت مقدار لیمونن در ریزکپسول‌ها به مقدار آن در امولسیون اولیه مطابق رابطه ذیل محاسبه شد.

گرم دلیمونن در / گرم دلیمونن در ریزکپسول‌ها = راندمان ریزپوشانی امولسیون اولیه [۵]

تجزیه آماری

کلیه آزمایشات در قالب طرح کاملاً تصادفی با استفاده از آزمایش فاکتوریل و با دو تکرار انجام شد. برای تحلیل واریانس از نرم افزار Minitab استفاده گردید. میانگین‌ها به روش آزمون چند دامنه‌ای دانکن در سطح اطمینان ۹۵٪ مورد مقایسه قرار گرفتند.

نتایج و بحث

تأثیر غلظت و فشار هموژنیزاسیون بر راندمان ریزپوشانی

نمود. ری و لیو^۱(۱۹۹۶) پارامتری را به صورت زیر تعریف کردند:

$$\text{اندازه ذرات ریزپسول} / (\text{اندازه ذرات امولسیون} - \text{اندازه ذرات} = X)$$

آنان مشاهده کردند با افزایش مقدار X از ۰/۲ تا ۰/۸ میزان احتباس ترکیبات فرار (اوثنول^۱) در فرایند ریزپوشانی به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش می‌یابد. بنابراین در خصوص نتایج بدست آمده در این بررسی، از آنجا که اندازه ذرات امولسیون با افزایش فشار هموژنیزاسیون کاهش و اندازه ذرات ریزپسول‌ها افزایش یافت (جدول ۱ و ۲) طبق رابطه بالا راندمان ریزپوشانی نیز افزایش یافت بنابراین می‌توان با افزایش اختلاف بین اندازه ذرات امولسیون و اندازه ذرات ریزپسول‌های حاصل از ریزپوشانی، راندمان ریزپوشانی را افزایش داد.

پایداری امولسیون‌ها در طول فرایند ریزپوشانی از دیگر فاکتورهای موثر بر راندمان ریزپوشانی می‌باشد. برای بررسی پایداری امولسیون‌ها در طول فرایند هموژنیزاسیون، اندازه ذرات امولسیون تازه و امولسیون بازسازی شده مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که اندازه ذرات امولسیون تازه و امولسیون بازسازی شده متفاوت می‌باشد. برای مثال اندازه ذرات امولسیون تازه در نمونه ۱۰ درصد که در فشار ۲۰ مگاپاسکال هموژن گردیده بود ۲۶۰ نانومتر بود در حالی که اندازه ذرات امولسیون بازسازی شده ۲۵۱/۸ نانومتر بود. همچنین با افزایش فشار هموژنیزاسیون امولسیون تازه از ۲۰ مگاپاسکال به ۱۱۰ مگاپاسکال، اختلاف در اندازه ذرات امولسیون تازه و امولسیون بازسازی شده کاهش یافت. به عبارت دیگر مقدار ماده هسته که در طی فرایند ریزپوشانی آزاد می‌شود با افزایش فشار هموژنیزاسیون کاهش یافت. لذا نه تنها کاهش اندازه ذرات امولسیون بلکه تشکیل یک لایه از ماده امولسیون کننده با حداقل توانایی محافظت از

امولسیون‌ها شد (جدول ۱) بنابراین یکی از عوامل افزایش راندمان ریزپوشانی را می‌توان کاهش اندازه ذرات امولسیون با افزایش میزان فشار اعمال شده دانست.

نتایج منتشر شده توسط کیخبوش (۱۹۷۸)، زاکاریان (۱۹۸۲)، کیخبوش و کینگ (۱۹۸۰)، روزنبرگ و همکاران (۱۹۹۰)، نشان داد تغییر ویسکوزیته امولسیون‌های مورد استفاده در فرایند ریزپوشانی به روش خشک کردن پاششی، بر راندمان ریزپوشانی موثر می‌باشد. مشاهدات صورت گرفته نشان داد افزایش ویسکوزیته از یک طرف باعث کاهش حرکت مواد فرار به سطح کیپسول‌های در حال خشک شدن می‌شود و از طرفی با توجه به این که امولسیون قبل تشکیل قطرات ریز در اتمایزه تحت جریان همزدن باشد بالا قرار می‌گیرد در نتیجه این همزدن شدید مقداری از مواد فرار امولسیون‌ها آزاد می‌شود در حالی که افزایش ویسکوزیته، شدت همزدن را کاهش می‌دهد و از این طریق باعث کاهش از دست رفتن مواد فرار می‌شود. لذا با توجه به نتایج بدست آمده در خصوص تاثیر افزایش فشار هموژنیزاسیون بر ویسکوزیته امولسیون‌ها (جدول ۱) مشخص شد افزایش فشار هموژنیزاسیون موجب افزایش ویسکوزیته امولسیون‌ها می‌گردد. این افزایش ویسکوزیته امولسیون با افزایش زمان هموژنیزاسیون به این دلیل است که اعمال فشارهای بالاتر باعث تکه تکه شدن بیشتر مولکول پروتئین شده و ظرفیت اتصال آب با مولکول‌های پروتئینی افزایش می‌باید (هرش و لیلان، ۲۰۰۵). از این رو یکی دیگر از عوامل افزایش راندمان ریزپوشانی را می‌توان افزایش ویسکوزیته امولسیون‌ها با افزایش میزان فشار هموژنیزاسیون دانست.

از دیگر عوامل موثر بر راندمان ریزپوشانی می‌توان به اختلاف بین اندازه ذرات امولسیون و ریزپسول‌های حاصل از ریزپوشانی (اندازه ذرات ریزپسول‌ها) اشاره

موثر است (جعفری و همکاران، ۲۰۰۷).

قطرات امولسیون در برابر تجمع و به هم چسبیدن ذرات

طی فرایند ریزپوشانی نیز در راندمان ریز پوشانی

جدول ۱- تأثیر غلظت WPC و فشار هموژنیزاسیون بر قطر متوسط قطرات و ویسکویریته امولسیون‌ها

ویسکویریته ظاهری امولسیون‌های تازه (mPa.s)	اندازه ذرات امولسیون‌های تازه (nm)	فشار هموژنیزاسیون (MPa)	غلظت (%) WPC
$\pm 30/1^k$	$260 \pm 0/1^c$	۲۰	۱۰
$3 \pm 0/3^k$	$228/1 \pm 0/4^h$	۵۰	
$4 \pm 0/2^j$	$221/4 \pm 0/4^i$	۸۰	
$6 \pm 0/1^i$	$216/9 \pm 0/2^l$	۱۱۰	
$7 \pm 0/3^h$	$272/2 \pm 0/1^b$	۲۰	۱۵
$10 \pm 0/3^g$	$\pm 8/251 0/3^d$	۵۰	
$11 \pm 0/2^f$	$\pm 9/224 0/2^g$	۸۰	
$13 \pm 0/1^e$	$218/8 \pm 0/3^k$	۱۱۰	
$23 \pm 0/4^d$	$285/5 \pm 0/1^a$	۲۰	۲۰
$25 \pm 0/1^c$	$251/1 \pm 0/4^e$	۵۰	
$29 \pm 0/2^b$	$249/4 \pm 0/2^f$	۸۰	
$30 \pm 0/2^a$	$220/8 \pm 0/3^j$	۱۱۰	

جدول ۲- تأثیر غلظت ماده دیواره و فشار هموژنیزاسیون بر خصوصیات ریزکپسول‌های تولیدی

زمان هموژنیزاسیون (MPa)	اندازه ریزکپسول‌ها (μm)	سطح مخصوص (m ² /ml)	روغن سطحی (%)	راندمان ریزپوشانی (%)	رطوبت (%)
$2/52 \pm 0/289^h$	$2/34 \times 10^{-1}$	$61/21 \pm 0/11^l$	$3/96 \pm 0/11^a$	$2/51 \pm 0/21$	20
$2/762 \pm 0/241^g$	$1/59 \times 10^{-1}$	$65/29 \pm 0/24^k$	$3/83 \pm 0/08^b$	$1/89 \pm 0/64$	50
$2/918 \pm 0/273^{fg}$	$1/53 \times 10^{-1}$	$68/23 \pm 0/19^j$	$2/83 \pm 0/02^c$	$2/31 \pm 0/45$	80
$2/975 \pm 0/385^{fg}$	$1/53 \times 10^{-1}$	$69/83 \pm 0/47^i$	$2/44 \pm 0/08^e$	$2/06 \pm 0/14$	110
$4/162 \pm 0/312^{ef}$	$1/44 \times 10^{-1}$	$71/56 \pm 0/32^h$	$3/82 \pm 0/09^b$	$2/06 \pm 0/56$	20
$4/439 \pm 0/346^e$	$1/35 \times 10^{-1}$	$74/47 \pm 0/29^g$	$3/74 \pm 0/07^d$	$2/59 \pm 0/32$	50
$4/854 \pm 0/361^d$	$1/23 \times 10^{-1}$	$75/50 \pm 0/64^f$	$2/79 \pm 0/12^c$	$4/57 \pm 0/33$	80
$4/972 \pm 0/327^{cd}$	$1/20 \times 10^{-1}$	$79/87 \pm 0/32^e$	$1/99 \pm 0/14^g$	$2/91 \pm 0/18$	110
$5/112 \pm 0/378^{cd}$	$1/17 \times 10^{-1}$	$80/93 \pm 0/41^d$	$2/57 \pm 0/10^d$	$2/98 \pm 0/47$	20
$5/253 \pm 0/319^c$	$1/14 \times 10^{-1}$	$85/60 \pm 0/09^c$	$2/21 \pm 0/05^f$	$2/89 \pm 0/25$	50
$5/572 \pm 0/408^b$	$1/07 \times 10^{-1}$	$88/05 \pm 0/38^b$	$1/97 \pm 0/03^g$	$2/56 \pm 0/09$	80
$6/218 \pm 0/351^a$	$0/96 \times 10^{-1}$	$90/85 \pm 0/27^a$	$1/58 \pm 0/08^h$	$4/27 \pm 0/11$	110

اثر عوامل مختلف بر میزان روغن سطحی ریزکپسول‌ها

روغن سطحی باقی مانده روی سطح ریزکپسول‌ها پس از فرایند ریزپوشانی به راحتی اکسید شده و منجر به تولید ترکیبات نامطلوب می‌شود بنابراین مقدار روغن سطحی ریزکپسول‌ها در میزان ماندگاری آن‌ها در طول نگهداری دارای اهمیت زیادی می‌باشد (بارانا‌سکین و همکاران، ۲۰۰۷). نتایج مربوط به اندازه‌گیری روغن سطحی نمونه‌های مختلف ریزکپسول‌ها در جدول ۲ آورده شده است. نتایج آنالیز واریانس نشان داد، افزایش غلظت *WPC* اثر معنی‌داری بر مقدار روغن سطحی نمونه‌های مختلف دارد ($p < 0.05$). با توجه به نتایج بدست آمده، افزایش غلظت *WPC* باعث کاهش مقدار روغن سطحی ریزکپسول‌ها شد. به عنوان مثال مقدار روغن سطحی نمونه با غلظت ۱۰٪ دیواره و فشار هموژنیزاسیون ۲۰ مگاپاسکال، ۳/۹۶٪ بود درحالی که مقدار روغن سطحی در نمونه‌ای با غلظت ۲۰٪ دیواره و با همان فشار هموژنیزاسیون ۲/۵۷٪ بود. دلیل کاهش مقدار روغن سطحی با افزایش غلظت *WPC* این است که افزایش غلظت *WPC* باعث افزایش پایداری امولسیون‌ها و جلوگیری از تخریب و شکستگی ذرات و آزاد شدن ترکیبات فرار هسته در طول اتمیزاسیون توسط خشک کن شده و به این ترتیب مقدار روغن سطحی با افزایش غلظت *WPC* کاهش می‌یابد.

همچنین نتایج آنالیز آماری نشان داد افزایش فشار هموژنیزاسیون اثر معنی‌داری بر میزان روغن سطحی ریزکپسول‌ها دارد به طوری که افزایش فشار هموژنیزاسیون از ۲۰ به ۱۱۰ مگاپاسکال باعث کاهش روغن سطحی ریزکپسول‌ها شد. کمترین مقدار روغن سطحی ۱/۵۸٪ و مربوط به نمونه با فشار هموژنیزاسیون ۱۱۰ مگاپاسکال بود و بیشترین مقدار آن ۳/۹۶٪ مربوط به نمونه با فشار هموژنیزاسیون ۲۰ مگاپاسکال بود. میزان روغن سطحی میکروکپسول‌ها بستگی زیادی به اندازه ذرات امولسیون دارد (ریچ و

اثر فشار هموژنیزاسیون بر کیفیت امولسیون‌های بازسازی شده با ریزکپسول‌ها

طبق نتایج آنالیزهای آماری، با افزایش فشار هموژنیزاسیون امولسیون تازه، اندازه ذرات امولسیون بازسازی به طور معناداری کاهش یافت ($p < 0.05$). همانطور که در جدول ۲ دیده می‌شود اندازه ذرات امولسیون‌های بازسازی شده از ۲۱۱/۶ تا ۲۸۳/۹ نانومتر متغیر می‌باشد. علت افزایش اندازه ذرات امولسیون بازسازی شده با افزایش فشار هموژنیزاسیون امولسیون تازه احتمالاً به این دلیل است که با افزایش فشار هموژنیزاسیون از ۲۰ به ۱۱۰ مگاپاسکال، اندازه ذرات امولسیون‌های تازه کوچک‌تر می‌شود (جدول ۱) و همانگونه که قبل نیز ذکر گردید، قطرات کوچک‌تر امولسیون‌های هنگام فرایند اتمیزاسیون طی فرایند خشک کردن، پایداری بیشتری نسبت به قطرات بزرگ‌تر امولسیون دارند و کمتر دچار شکستگی می‌شوند در حالی که قطرات بزرگ‌تر امولسیون هنگام فرایند خشک کردن پاششی دچار تخریب و شکستگی شده و تبدیل به ذرات کوچک‌تر می‌گردند. این در حالی است که خرد شدن قطرات بزرگ‌تر امولسیون طی فرایند خشک کردن موجب آزاد شدن مواد فرار هسته شده و باعث کاهش راندمان ریزپوشانی می‌شود. مقایسه اندازه ذرات امولسیون بازسازی شده و امولسیون‌های تازه نشان داد با افزایش فشار هموژنیزاسیون تفاوت بین اندازه ذرات امولسیون‌های بازسازی شده و امولسیون‌های تازه کاهش می‌یابد. به عنوان مثال اختلاف بین اندازه ذرات امولسیون تازه و امولسیون بازسازی شده در نمونه با غلظت ۱۰٪ ماده دیواره با فشار هموژنیزاسیون ۲۰ مگاپاسکال ۸/۲ نانومتر بود در حالی که برای نمونه با فشار هموژنیزاسیون ۱۱۰ مگاپاسکال با غلظت مشابه ماده دیواره، این اختلاف ۳/۵ نانومتر بود.

و راینشوز (۱۹۸۸) بدست آمد. آنان مشاهده کردند افزایش اندازه ذرات امولسیون باعث افزایش روغن سطحی ریزکپسول‌های حاصل از ریزپوشانی می‌شود. دلیل افزایش روغن سطحی ریزکپسول‌ها، خرد شدن قطرات امولسیون‌های بزرگتر در طول فرایند اتمیزاسیون بود.

راینشون، ۱۹۸۸؛ سوتیتانتاوات و همکاران، ۲۰۰۳؛ بارانا‌سکین و همکاران، ۲۰۰۷). با توجه به این که افزایش فشار هموژنیزاسیون باعث کوچکتر شدن اندازه ذرات امولسیون می‌شود بنابراین دلیل کاهش روغن سطحی با افزایش فشار هموژنیزاسیون احتمالاً کوچکتر شدن اندازه ذرات امولسیون می‌باشد. نتایج مشابهی توسط سوتیتانتاوات و همکاران (۲۰۰۵) و ریچ

جدول ۳- تأثیر غلظت ماده دیواره و فشار هموژنیزاسیون بر قطر متوسط قطرات و شاخص بس‌پاشیدگی امولسیون‌های بازسازی شده

شاخص بس پاشیدگی	قطر ذرات (nm)	فشار هموژنیزاسیون (MPa)	غلظت (%)WPC
۰/۲۶۷	۲۵۱/۸ ^c	۲۰	۱۰
۰/۲۶۵	۲۲۰/۳ ^h	۵۰	
۰/۲۵۴	۲۱۴/۸ ^j	۸۰	
۰/۲۴۵	۲۱۱/۶ ^k	۱۱۰	
۰/۲۶۶	۲۶۷/۷ ^b	۲۰	۱۵
۰/۲۵۸	۲۴۸/۸ ^e	۵۰	
۰/۲۵۴	۲۳۲/۲ ^g	۸۰	
۰/۲۴۳	۲۱۶/۴ ⁱ	۱۱۰	
۰/۲۳۴	۲۸۳/۹ ^a	۲۰	۲۰
۰/۲۲۹	۲۴۹/۸ ^d	۵۰	
۰/۲۲۸	۲۴۸/۲ ^f	۸۰	
۰/۲۱۹	۲۱۹/۹ ^h	۱۱۰	

نتیجه گیری

هموژنیزاسیون فشار بالا به عنوان یکی از روش‌های موثر برای آماده‌سازی امولسیون به منظور ریزپوشانی مواد می‌باشد به‌طوری‌که استفاده از این روش موجب تولید امولسیون‌های پایدار با اندازه ذرات بسیار کوچک و توزیع اندازه ذرات یکنواخت برای استفاده در فرایند ریزپوشانی می‌شود. عوامل مختلفی بر بازده ریزپوشانی موثر می‌باشند که از آن جمله می‌توان به اندازه ذرات امولسیون و پایداری امولسیون که خود تابعی از اندازه ذرات امولسیون می‌باشد اشاره نمود.

میزان رطوبت ریزکپسول‌ها

نتایج مربوط به اندازه‌گیری محتوای رطوبت نمونه‌های مختلف ریزکپسول‌ها در جدول ۲ آورده شده است. همان گونه که مشاهده می‌شود با افزایش غلظت و فشار هموژنیزاسیون روند مشخصی در میزان رطوبت ریزکپسول‌ها مشاهده نمی‌شود. در این تحقیق محتوای رطوبت ریزکپسول‌ها بین ۱/۸۹ تا ۴/۵۷ درصد بود.

فشارهای هموژنیزاسیون و افزایش فشار هموژنیزاسیون در کلیه غلظت‌های ماده دیواره، راندمان ریزپوشانی به طور معناداری افزایش یافت در حالی که افزایش غلظت ماده دیواره و زمان هموژنیزاسیون باعث کاهش میزان روغن سطحی ریزکپسول‌ها گردید از طرفی با افزایش غلظت پروتئین آب پنیر تغليط شده و زمان هموژنیزاسیون امولسیون‌های تازه، اختلاف بین اندازه ذرات امولسیون‌های تازه و بازسازی شده که شاخص مناسبی برای بررسی پایداری ذرات امولسیون می‌باشد طی فرایند خشک کردن پاششی به طور معنی‌داری کاهش یافت.

بنابراین تولید امولسیون در اندازه نانو می‌تواند تاثیر بسزایی در افزایش راندمان ریزپوشانی داشته باشد از طرفی برای تولید امولسیون در ابعاد نانو با استفاده از هموژنیزاسیون فشار بالا نه تنها نیاز به اعمال فشارهای بالا می‌باشد بلکه باید غلظت مناسبی از امولسیون‌کننده نیز وجود داشته باشد تا بتوان سطح ذرات ناشی از خرد شدن قطرات امولسیون‌ها را پوشش داد و باعث ایجاد پایداری در آن‌ها گردید. نتایج حاصله در این تحقیق نشان‌دهنده افزایش اندازه ریزکپسول‌ها و بازده ریزپوشانی با افزایش غلظت مواد دیواره و فشار هموژنیزاسیون بود به‌طوری‌که با افزایش غلظت در کلیه

منابع مورد استفاده

- Amrita K, Dabur RS and Kapoor CM, 1999. Application of microencapsulation technology in dairy industry. *Indian Food Industry*, 18, pp.57–64.
- Baranauskienė R and et al, 2007. *Flavor retention of peppermint (*Mentha piperita L.*) essential oil spray-dried in modified starches during encapsulation and storage*. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55(8), pp.3027–3036.
- Barbosa M, Borsarelli CD and Mercadante AZ, 2005. *Light stability of spray-dried bixin encapsulated with different edible polysaccharide preparations*. *Food Research International*, 38(8), pp.989–994.
- Barbosa-Cánovas GV and et al, 2005. *Food powders: physical properties, processing, and functionality*, Springer.
- Chang YI, Scire J and Jacobs B, 1988. *Effect of particle size and microstructure properties on encapsulated orange oil*. In *Reineccius, GA; Risch, SJ Flavor encapsulation. ACS Symposium Series*. pp. 87–102.
- Danviriyakul S and et al, 2002. Physical Stability of Spray-Dried Milk Fat Emulsion as Affected by Emulsifiers and Processing Conditions. *Journal of food science*, 67(6), pp.2183–2189.
- Floury J, Desrumaux A and Lardières J, 2000. Effect of high-pressure homogenization on droplet size distributions and rheological properties of model oil-in-water emulsions. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 1(2), pp.127–134.
- Herceg Z and Lelas V, 2005. The influence of temperature and solid matter content on the viscosity of whey protein concentrates and skim milk powder before and after tribomechanical treatment. *Food Engineering*, 66 ,433–438.
- Ré MI, 1998. Microencapsulation by spray drying. *Drying technology*, 16(6), pp.1195–1236.
- ISHIDO E and et al, 2002. Oxidation Process of Linoleic Acid Encapsulated with a Polysaccharide by Spray-Drying. *Food Science and Technology Research*, 8(1), pp.85–88.
- Izquierdo P and et al., 2002. Formation and stability of nano-emulsions prepared using the phase inversion temperature method. *Langmuir*, 18(1), pp.26–30.
- Jafari SM, He Y and Bhandari B, 2007. Production of sub-micron emulsions by ultrasound and microfluidization techniques. *Journal of Food Engineering*, 82(4), pp.478–488.
- Kieckbusch TG, 1978. Volatile loss in the nozzle zone in spray drying of liquid foods. University of California, Berkeley.
- Kieckbusch Theo G and King CJ, 1980. Volatiles loss during atomization in spray drying. *AIChE Journal*, 26(5), pp.718–725.

- Kim YD and Morr CV, 1996. Microencapsulation properties of gum arabic and several food proteins: spray-dried orange oil emulsion particles. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44(5), pp.1314–1320.
- King V and Lin HJ, 1995. Studies on the effect of protectants on Lactobacillus acidophilus strain dehydrated under controlled low-temperature vacuum dehydration and freeze-drying by using response surface methodology. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 68(2), pp.191–196.
- Liu XD and et al, 2001. Microencapsulation of emulsified hydrophobic flavors by spray drying. *Drying Technology*, 19(7), pp.1361–1374.
- Madene A and et al, 2006. Flavour encapsulation and controlled release--a review. *International journal of food science & technology*, 41(1), pp.1–21.
- Minemoto Y and et al, 2002. Oxidation of linoleic acid encapsulated with gum arabic or maltodextrin by spray-drying. *Journal of microencapsulation*, 19(2), pp.181–189.
- Moreau DL and Rosenberg M, 1999. Porosity of microcapsules with wall systems consisting of whey proteins and lactose measured by gas displacement pycnometry. *Journal of food science*, 64(3), pp.405–409.
- Najafi M, Kadkhodaee R and Mortazavi A, 2010. Factors Influencing Formation and Properties of Nanoemulsion Stabilized by Sodium Caseinate and Tween 80. *Iranian Food Science and Technology Research Journal*, 6(1), pp.11–20.
- Pandolfe WD, 1995. Effect of premix condition, surfactant concentration, and oil level on the formation of oil-in-water emulsions by homogenization. *Journal of dispersion science and technology*, 16(7), pp.633–650.
- Porzio M, 2007. Flavor Encapsulation: Spray Drying. issue of P&F magazine, pp.34–36.
- Reineccius GA, 1994. Flavor manufacturing. Part II. Flavor encapsulation. In In Source Book of Flavors. New York: Chapman & Hall, pp. 605– 625.
- Risch SJ and Reineccius GA, 1988. Spray-dried orange oil: Effect of emulsion size on flavor retention and shelf stability. *Flavor encapsulation*, 370, pp.67–77.
- Rosenberg M, Kopelman IJ and Talmon Y, 1990. Factors affecting retention in spray-drying microencapsulation of volatile materials. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 38(5), pp.1288–1294.
- Ré MI and Liu YJ, 1996. Microencapsulation by spray drying: Influence of wall systems on the retention of the volatile compounds. In *Drying'96-Proceedings of the 10th Intl Drying Symposium, Kraków, Poland*. p. pp. 541–549.
- SHEU TY and Rosenberg M, 1995. Microencapsulation by spray drying ethyl caprylate in whey protein and carbohydrate wall systems. *Journal of Food Science*, 60(1), pp.98–103.
- Solè I and et al, 2006. Optimization of nano-emulsion preparation by low-energy methods in an ionic surfactant system. *Langmuir*, 22(20), pp.8326–8332.
- Soottitantawat A and et al, 2003. Microencapsulation by spray drying: influence of emulsion size on the retention of volatile compounds. *Journal of Food Science*, 68(7), pp.2256–2262.
- Soottitantawat A and et al, 2005. Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated D-limonene by spray drying. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6(1), pp.107–114.
- Zakarian JA and King CJ, 1982. Volatiles loss in the nozzle zone during spray drying of emulsions. *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*, 21(1), pp.107–113.

The effect of nanoemulsion properties produced from high pressure homogenization on properties of microcapsules resulted from microencapsulation process by spray drying technique

A Ghahramanifar^{*1}

Received: May 02, 2014 Accepted: January 02, 2016

¹Young Researchers and Elite Club, Quchan Branch, Islamic Azad University, Quchan, Iran

*Corresponding author: Email: Ghahramaniamin@gmail.com

Abstract

In this paper, the effect of *nanoemulsion* produced from *high pressure homogenization* process on properties of microcapsules resulted from *microencapsulation* by *spray drying* was studied. For this purpose, oil-in-water *emulsions* containing 5% *limonene* (wall material basis) in a solution of 10, 15 and 20% *whey protein concentrate (WPC)* using *high pressure homogenizer* at pressures of 20, 50, 80 and 110 MPa was prepared and their quality attributes such as mean diameter of droplets and size distribution, polydispersity index and viscosity was studied as a function of wall material concentration and pressure of *homogenization*. Moreover, the influence of these parameters on the properties of spray-dried *microcapsules* such as particle size, percent of oil retention, *encapsulation efficiency* and also on the quality indexes of reconstituted *emulsions* was evaluated. The results indicated that an increase in the pressure of *homogenization* and wall material concentration increase the size of *microcapsules* and efficiency of *microencapsulation* while decrease surface oil content of *microcapsules*. However, increasing the concentration of *WPC* and *homogenization* time of fresh emulsions decreased significantly the difference between particle size of fresh and reconstituted *emulsions*.

Key words: whey protein, nanoemulsion, high pressure homogenization, viscosity, polydispersity index