



BİYOAKTİF GIDA BİLEŞENLERİNİN PÜSKÜRTEREK DONDURMA YÖNTEMİ İLE MİKROENKAPSÜLASYONU

Sultan Arslan Tontul*, Mustafa Erbaş

Akdeniz Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Antalya, Türkiye

Geliş / *Received*: 13.08.2017; Kabul / *Accepted*: 11.11.2017; Online baskı / *Published online*: 07.12.2017

Arslan Tontul, S., Erbaş, M. (2018). Biyoaktif gıda bileşenlerinin püskürterek dondurma yöntemi ile mikroenkapsülasyonu, *GIDA* (2018) 43 (1): 11-20 doi: 10.15237/gida.GD17075

ÖZ

Mikroenkapsülasyon yöntemleri içerisinde püskürterek dondurma yöntemine olan ilgi, sağladığı birçok avantaj nedeniyle son zamanlarda giderek artmaktadır. Püskürterek dondurma yönteminde, taşıyıcı olarak hidrofobik karakterli lipid materyaller kullanılmaktadır. Erime sıcaklığına getirilerek sıvı forma geçirilen lipid matrisi içerisine biyoaktif gıda bileşeni eklenerek homojenize edilmekte ve püskürterek dondurma sisteminde erime sıcaklığının daha altındaki bir sıcaklıkta lipid damlacıklarının katılması sağlanarak mikroenkapsülasyon işlemi gerçekleştirilmektedir. Püskürterek dondurma yönteminde, taşıyıcı materyalin eritilmesi sırasında minimal bir sıcaklık uygulanmakta olup aktif materyal doğrudan yüksek sıcaklığa maruz kalmamaktadır. Bu nedenle son zamanlarda sıcaklık hassasiyeti yüksek biyoaktif gıda bileşenlerinin mikroenkapsülasyonunda püskürterek dondurma tekniği yaygın olarak tercih edilmektedir. Ayrıca püskürterek dondurma yönteminde taşıyıcı olarak kullanılan hidrofobik materyaller, mikrokapsüllerin mide sindiriminden etkilenmeden geçerek asıl etkili oldukları bölge olan kolonda salınımına imkan vermekte ve bu yolla biyoaktif gıda bileşenlerinin biyoyararlılığını da oldukça arttırmaktadır.

Anahtar kelimeler: Biyoaktif bileşik, püskürterek dondurma, mikroenkapsülasyon

THE MICROENCAPSULATION OF BIOACTIVE FOOD COMPONENTS BY SPRAY CHILLING METHOD

ABSTRACT

Recently, interest in spray chilling has been increasing due to the many advantages provided by microencapsulation methods. In the spray chilling method, hydrophobic lipid materials are used as carrier. The bioactive food ingredient is added into the lipid matrix which is brought to the melting temperature and homogenized. The microencapsulation process is operated by solidifying the lipid droplets at a temperature lower than the melting temperature in the spray chilling system.

Relatively low temperature is applied during melting of the carrier material and the active material is not exposed directly to high temperature in the spray chilling method. For this reason, it is widely preferred in the microencapsulation of heat sensitive bioactive food components. In addition, using of hydrophobic materials as carrier in the spray chilling method allow the microcapsules to pass through the gastric digestion and reach colon where they are most effective, thereby it increases the bioavailability of the bioactive food components.

Keywords: Bioactive component, spray chilling, microencapsulation

*Yazışmalardan sorumlu yazar / *Corresponding author*;

✉ sltnarlan07@gmail.com,

☎ (+90) 242 310 6575

☎ (+90) 242 227 4564

GİRİŞ

Fonksiyonel özellikteki biyoaktif gıda bileşenlerinin, üretim aşamasında korunarak son ürüne taşınabilmesi ve depolama sırasında da stabilizasyonunun sağlanması son zamanlarda gıda sanayinde en çok dikkat edilen konuların başında gelmektedir. Bu amaçla uygulanan en yaygın yöntem ise mikroenkapsülasyon yöntemidir. Mikroenkapsülasyon, çekirdek materyal ve ortam koşulları arasında bir bariyer oluşturulması sonucu çevresel faktörlere karşı ekstra bir dayanım sağlayan ve son zamanlarda neredeyse her alanda kullanım imkanı bulan yaygın bir yöntemdir (Alvim vd., 2013). Biyoaktif gıda bileşenlerinin mikroenkapsülasyonunda en fazla kullanılan yöntemler ekstrüzyon, emülsiyon, dondurarak kurutma ve püskürterek kurutma (Rokka and Rantamaki 2010; Dianawati vd., 2013, 2016) olup bunların yanı sıra püskürterek dondurma (PD) yöntemi de yeni bir teknik olarak denenmektedir.

Gıda teknolojisi alanında sınırlı sayıda araştırmada kullanılmış olan PD tekniğinde, taşıyıcı olarak hidrofobik karakterli lipit materyaller kullanılmaktadır. Taşıyıcı materyallerin hidrofobik özellikleri, çekirdek materyalin stabilizasyonunda birçok avantaj sağlamaktadır. Üretilen hidrofobik mikrokapsüller gıda matrisinin hidrofilik ortamında, açılmadan stabilize olarak kalabilmektedir. Tüketildikten sonra midenin asitliğinden etkilenmeden ince bağırsağa geçen mikrokapsüller, bağırsaklarda lipaz enzimlerince parçalanarak taşıdıkları biyoaktif bileşenlerini serbest bırakabilmektedir (Okuro vd., 2013a). PD sistemi ile üretilen mikrokapsüllerin sindirim stabilitesinin araştırıldığı bir çalışmada, suda çözünür biyoaktif bileşenlerin, 3 saat sonunda sindirim sisteminde ihmal edilebilir bir seviyede salınma uğradığı ve bağırsak ortamında ise yaklaşık yarısının serbest kaldığı tespit edilmiştir (Park vd., 2014). Bu tür fiziksel avantajları nedeniyle püskürterek dondurma yöntemi ile üretilen mikrokapsüller, eczacılık çalışmalarında suda zayıf çözünürlüğe sahip farmasötiklerin katı partiküllerinin hazırlanması ve kontrollü salınımında da uzun süredir yaygın olarak kullanılmaktadır (Lopes vd., 2015). Tüm bunlara ilaveten püskürterek dondurma yöntemi, daha

fazla aktif materyal yüklenebilmesi, kolayca büyük ölçeğe dönüştürülebilmesi, üretim sırasında organik çözücüye ihtiyaç duyulmaması ve yüksek sıcaklık gerektirmemesi gibi birtakım avantajlara da sahiptir (Alvim vd., 2013; de Matos vd., 2017).

MİKROENKAPSÜLASYON

Mikroenkapsülasyon, genel olarak katı, sıvı veya gazların kimyasal ve fiziksel bozunmalara karşı korunması amacıyla koruyucu bir tabaka içerisinde tutuklanmasını amaçlayan fizikokimyasal ve mekanik bir proses olarak tanımlanmaktadır. Çeşitli mikroenkapsülasyon teknikleri ile üretilen mikrokapsül ise yarı geçirgen, yuvarlak şekilli ve çekirdek materyalini güçlü bir şekilde çevreleyen bir duvara sahip partikül olarak tanımlanmaktadır. Kapsül içerisinde tutuklanan madde çekirdek, aktif materyal, dolum veya iç faz olarak isimlendirilebilir. Mikrokapsül dışını saran kaplayıcı tabaka ise duvar materyali, taşıyıcı, membran ya da kaplama olarak adlandırılmaktadır. İşlem sonunda kullanılan tekniğe ve istenilen özelliklere göre 1 mm'den µm boyutuna kadar farklı büyüklüklerde kapsüller üretilebilmektedir. Günümüzde mikroenkapsülasyon uygulamaları; aktif materyalin kontrollü salınımı, sıvı aktif materyallerin toz forma dönüştürülmesi, istenmeyen aroma bileşenlerinin maskelenmesi, raf ömrünün uzatılması ve bileşiklerin besinsel kaybının azaltılması gibi farklı amaçlarla eczacılık, gıda, kimya, ziraat ve kozmetik gibi birçok alanda yaklaşık olarak 60 yıldır kullanılmaktadır (Desai and Park, 2005; Madene vd., 2006; Chambi vd., 2008; Burgain vd., 2011; Gamboa and Goncalves, 2011; Huq vd., 2013; Alvim vd., 2016; De Prisco and Mauriello, 2016). Özellikle gıda sanayi açısından mikroenkapsülasyon yöntemi, gıdaların biyoaktif bileşenlerce zenginleştirilmesi amacıyla yaygın olarak başvurulan bir yöntemdir.

Mikroenkapsülasyon işlemi, biyoaktif gıda bileşenlerinin stabilizasyonunu artırarak, toz formunda gıda sistemlerinde kullanımına imkan sağlayan etkili bir yöntemdir. Bu teknik ile çekirdek materyali yüksek nem, ısı, ışık, asitlik, oksijen varlığı veya sindirim enzimleri gibi olumsuz çevresel faktörlerden korunmaktadır (Huq vd., 2013; Matos vd., 2015). Biyoaktif gıda bileşenleri, bir takım özel ön işlemlerden

geçirilerek uygun kaplama materyali ile mikroenkapsüle edilmekte ve böylece proses ve depolama sırasında stabilizasyonu artırılabilir.

Mikroenkapsülasyonda kullanılacak taşıyıcı materyaller genellikle polimer yapılı, toksik ve anti-bakteriyel olmayan bileşiklerdir. Bu amaçla genellikle çözücü olarak organik çözücü gerektirmeyen, suda çözünür, doğal polisakkaritler veya proteinler kullanılmaktadır (Cook vd., 2012).

PÜSKÜRTEREK DONDURMA YÖNTEMİ

PD yöntemi ile biyoaktif gıda bileşenlerinin mikroenkapsüle edilmesi, diğer mikroenkapsülasyon yöntemlerine kıyasla nispeten daha yeni bir yöntemdir. Hidrofobik materyallerin taşıyıcı olarak kullanılmasıyla mikrokapsül üretimi fikri ilk olarak 1990 yılında bir patent ile ortaya atılmıştır (Chambi vd., 2008). PD, püskürterek kurutma tekniğine oldukça benzer bir yöntem olup; kullanılan taşıyıcı materyallerin fizikokimyasal özellikleri ve ısı transfer yönü temel farklılıkları oluşturmaktadır. Püskürterek kurutma yönteminde taşıyıcı materyal olarak genellikle suda çözünür polimerler kullanılırken, PD yönteminde ise hidrofobik karakterli materyaller kullanılmaktadır. Bu amaçla en çok kullanılanlar; fosfolipitler, hidrojenize yağlar, mumlar, fitosteroller, yağ asitleri, polietilen glikol ve bunların karışımlarıdır (Chambi vd., 2008; Gamboa and Goncalves, 2011; Nedovic vd., 2011; Sillick and Gregson, 2012; Alvim vd., 2013; Okuro vd., 2013a). Püskürterek kurutma ve dondurma yöntemlerindeki bir başka farklılık ise ısı transfer yönüdür. Püskürterek kurutma yönteminde ısı akışı, havadan damlacıklara doğru gerçekleşirken, PD yönteminde ise damlacıklardan havaya doğru gerçekleşmektedir (Okuro vd., 2013a).

PD yöntemi (spray chilling) çoğu kaynakta püskürterek soğutma (spray cooling) yöntemi ile karıştırılmakla birlikte kullanılan taşıyıcı materyalin erime sıcaklığı farkı nedeniyle birbirlerinden ayrılmaktadır (Madene vd., 2006; Okuro vd., 2013a). PD yöntemi genellikle erime sıcaklığı 32-42°C arasında olan hidrofobik

taşıyıcılarla gerçekleştirilirken püskürterek soğutma yönteminde ise 45-122°C gibi daha yüksek erime sıcaklıklarına sahip taşıyıcılar tercih edilmektedir (Risch, 1995; Okuro vd., 2013a).

Günümüzde, PD yönteminden çoğunlukla eczacılık alanında yararlanılmakta olup vitamin, mineral, peptit, serbest amino asit, enzim ve aroma bileşikleri gibi biyoaktif gıda bileşenleri mikroenkapsüle edilebilmektedir. PD; endüstriyel çapta uygulanabilme, maliyetin düşük olması, etanol ve eter gibi organik çözücüler gerektirmeme ve düşük sıcaklıkta uygulama imkanları sağlaması gibi birtakım avantajlara sahip iken; aktif maddenin yüzeye sızabilmesi gibi birtakım dezavantajlara da sahip olduğu bildirilmektedir (Chambi vd., 2008; Pedrosa vd., 2012; Okuro vd., 2013a).

PD yöntemine olan ilgi son zamanlarda hızla artmakta olup, uygulama sırasında yüksek sıcaklıklara gerek kalmaması ve kaplama ajanlarının hidrofobik özellikleri nedeniyle biyoaktif gıda bileşiklerinin mikroenkapsülasyonunda kolayca kullanılabilmesi bildirilmektedir. Kullanılan hidrofobik bazlı kaplama materyalleri kimyasal özellikleri nedeniyle, üretim ve depolama sırasında aktif materyalin stabilizasyonunu arttırmaktadır. Ayrıca püskürterek dondurma ile üretilen mikrokapsüller suda çözünmedikleri için midenin asitlik koşullarından da etkilenmeden bağırsağa ulaşabilmekte ve bu bölgede bulunan lipaz enzimi varlığıyla ortama salınarak aktivite kazanmaktadır (Okuro vd., 2013a).

PD yöntemi temel olarak üç aşamada gerçekleşmektedir. Bunlar; biyoaktif gıda bileşeninin taşıyıcı materyal içerisinde dispersiyonunun sağlanması, hazırlanan emülsiyon çözeltisinin atomizasyonu ve bunu takiben damlacıkların katılaştırılması sonucu mikrokapsüllerin elde edilmesidir (Oxley, 2012).

Besleme Çözeltisinin Hazırlanması

PD yönteminde taşıyıcı olarak daha önceki bölümde bahsedildiği üzere hidrofobik karakterli lipid materyaller tercih edilmektedir. Yapılan çalışmalarda bu amaçla genellikle ucuz ve kolay rafine edilebilir bir yağ olan palm yağı tercih edilmektedir. Ayrıca palm yağı, doymuş ve

doymamış yağ asitlerini neredeyse eşit oranda içerdiğinden yarı katı bir forma sahip olup bu fiziksel özelliği ise kolay işlenebilirlik kazandırmaktadır (Mba vd., 2015; Oriani vd., 2016).

Kullanılan taşıyıcı materyalin erime sıcaklığı, mikroenkapsüle edilmesi amaçlanan aktif materyale uygun olarak belirlenmelidir. Ayrıca taşıyıcı materyal seçiminde, aktif materyalin salınımı, istenmeyen tadın baskılanması, sindirim iritasyonuna neden olmaması ve canlılığı arttırması da göz önünde bulundurulması gereken diğer faktörler arasındadır (Okuro vd., 2013a). PD yönteminde mikroenkapsüle edilecek biyoaktif materyal, probiyotikler veya suda çözünür vitaminler gibi sıcaklık hassasiyeti yüksek bileşenler ise üretim sırasında herhangi bir inaktivasyona veya degradasyona neden olmamak için erime sıcaklığı 32-48°C olan hidrojenize katı yağlar tercih edilmelidir (Okuro vd., 2013a). Ayrıca taşıyıcı materyalin erime sıcaklığının dar bir aralıkta olması, hızlı katılaşmayı ve homojen kapsül oluşumunu da sağlamaktadır (Okuro vd., 2013b). Kullanılan hidrofobik materyallerin erime sıcaklıkları, bitkisel yağların hidrojenizasyon derecesi kontrol edilerek istenilen aralığa ayarlanabilmektedir.

PD yönteminde, taşıyıcı materyal kendi erime sıcaklığının üstünde bir sıcaklıkta tamamen sıvı forma geçene kadar eritilmekte ve belirli oranlarda emülsifikatör eklenerek homojenize edilmektedir (Arslan-Tontul and Erbas, 2017). İşlem sırasında emülsifikatör eklenmesi elzem olmayıp yapılan çalışmalarda, emülsifiye edici ajan eklenerek üretilen mikrokapsüllerin daha stabil bir hal aldığı bildirilmektedir (Oxley, 2012; Okuro vd., 2013a). Bu amaçla PD çalışmalarında en yaygın kullanılan emülsifikatör ise lesitin olarak bildirilmektedir (Schubert vd., 2006; Okuro vd., 2013a).

Homojenizasyondan sonra erime sıcaklığının 5-10°C üzerine soğutulan emülsifiye edici ajan içerisine aktif materyal ilave edilerek ikinci bir homojenizasyon işlemi yapılmaktadır (Arslan-Tontul and Erbas, 2017). Homojenizasyon işlemine, mikrokapsüllerden daha küçük boyutta

emülsiyon damlacığı elde edilene kadar devam edilmektedir (Oxley, 2012).

Emülsiyon içerisine biyoaktif materyalin eklenmesinden sonra elde edilen çözeltinin fiziksel özellikleri doğrudan mikrokapsül yapısını etkilemektedir. Kullanılan besleme emülsiyonunun viskozitesinin düşük olması, işlem sonunda daha homojen yapıda ve küçük boyutlarda mikrokapsül üretimi sağlanmasına neden olmaktadır (Oxley, 2012; Okuro vd., 2013a). Yapılan bir çalışmada, farklı viskozite değerlerine sahip emülsiyonlar PD sisteminde mikroenkapsüle edilmiş ve en küçük mikrokapsül boyutlarının 55°C'de ve 24 cP civarındaki viskozite değerine sahip besleme emülsiyonunda elde edildiği bildirilmiştir (Lakkis, 2016). Ancak burada dikkat edilmesi gereken husus, emülsiyon viskozitesini düşürmek için besleme sıcaklığını yükseltmek gerekmekte ve bu durumda sıcaklık hassasiyetine sahip biyoaktif bileşenler inaktive olabilmekte veya parçalanabilmektedir (Oxley, 2012; Gavory vd., 2014).

Atomizasyon ve Katılaştırma

Besleme emülsiyonunun hazırlanmasından sonra PD sisteminde mikroenkapsülasyon işlemi gerçekleştirilmektedir. Nozul yardımı ile atomize edilen hidrofobik taşıyıcı-biyoaktif materyal karışımı, kurutma silindiri içerisinde lipit fazın kendi erime noktasının daha altında bir sıcaklık ile temas etmesi nedeniyle katılaşarak mikrokapsül haline gelmektedir. Hava akımı ile taşınarak ayırma siklonuna gelen katı mikrokapsüller, terminal hız farkı ile toplama kabında birikmektedir. Atomizasyon sırasında ortam atmosferi kullanıldığı gibi oksidasyonu engellemek amacıyla azot veya karbondioksitte kullanılabilir (Lakkis, 2016).

PD işlemi sonunda üretilen mikrokapsüllerin karakteristik özellikleri üzerine, kullanılan nozul tipi, tasarımı, çapı, dispersiyon sıcaklığı ve atomizasyon basıncı gibi faktörler etkili olmaktadır (Lopes vd., 2015). Mikrokapsül özellikleri ve nozul ilişkisinin incelendiği bir çalışmada, 0.7 mm nozul çapında ve 80°C dispersiyon sıcaklığında optimum partikül boyutunun elde edildiği rapor edilmiştir (Lopes

vd., 2015). Başka bir çalışmada ise PD işlemi sırasında atomizasyon basıncının ve besleme oranının değiştirilmesi ile partikül boyutunun 58-278 µm arasında ve verimin ise %81-96 arasında değişebildiği bildirilmiştir (Okuro vd., 2013a).

Atomizasyondan sonra, kurutma çemberinde soğuk havayla karşılaşan damlacıklar doğrudan katı hale geçmekte ve mikrokapsül formunu almaktadır. Bu katılaşma prosesi sonunda elde edilen mikrokapsüllerin morfolojik özellikleri doğrudan çemberin soğutma sıcaklığına ve taşıyıcı özelliklerine bağlı olarak değişmektedir (Oxley, 2012). Katılaşma sırasında erimiş materyal tekrar faz değiştirmek için ısı absorbe ettiğinden çekirdek daha az ısıya maruz kalmaktadır (Oxley, 2012).

PÜSKÜRTEREK DONDURMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN MİKROKAPSÜLLERİN GENEL ÖZELLİKLERİ

PD yöntemi ile üretilen mikrokapsüllerin fiziksel ve kimyasal özellikleri mikroenkapsülasyon sırasında kullanılan proses parametrelerinden etkilenmektedir. Bu yöntemde aktif materyal yalnızca merkezde değil kapsülün her tarafına yayılmış bir biçimde bulunmakta olup bu tip mikrokapsüller daha çok matriks tipi mikrokapsüller olarak tanımlanmaktadır (Okuro vd., 2013b). Bu nedenle PD yöntemiyle üretilen mikrokapsüller yoğun ve ağır bir kapsül yapısına sahip olmaktadır. Bu yöntemle üretilen mikrokapsüllerin yığın yoğunluğunun, 0.78 g/mL olduğu (Sillick and Gregson, 2012) ancak bu değer püskürterek kurutma yöntemi ile üretilenlerde ise 0.42-0.62 g/mL arasında değiştiği tespit edilmiştir (Kingwatee vd., 2015).

Lipitler; α , β ve β' olmak üzere üç farklı kristal formda bulunmakta olup işlem sırasında faz değişimine uğrayarak birbirlerine dönüşebilmektedirler (Tulini vd., 2016). PD sırasında ortaya çıkan matriks görünümü soğuma hızı ile doğrudan ilişkili olup hızlı soğuyan lipit bazlı mikrokapsüllerde stabil olmayan α formunun, yavaş soğuyan kapsüllerde ise β formunun oluştuğu rapor edilmiştir (Okuro vd., 2013b). Bu nedenle genellikle pürüzsüz yüzeye sahip olan

mikrokapsüller, yavaş soğutma prosesinden dolayı boşluklu veya kusurlu bir görünüme sahip olabilmektedir (Lopes vd., 2015; de Matos vd., 2017). Lopes vd. (2015), farklı hızlarda soğutma uygulanan PD işlemi sırasında, minimum partikül boyutunun soğutma sıcaklığı 0°C'ye ulaşıldığında elde edildiğini belirlemiştir (Lopes vd., 2015).

PD sisteminde, mikrokapsül oluşumu sırasında püskürterek kurutma yönteminin aksine evaporasyon gerçekleşmediğinden mikrokapsüllerin boyutu doğrudan atomizasyondan etkilenmekte ve daha büyük boyutlu partiküller elde edilebilmektedir. Yapılan bir çalışmada püskürterek kurutma yöntemi ile üretilen mikrokapsüllerin boyutu 9.3 µm olarak ölçülmüşken bu değer PD yöntemi ile üretilenlerde ise 31.2 µm olarak belirlenmiştir (Alvim vd., 2016). Başka bir çalışmada ise mikrokapsüllerin partikül boyutunun 60.9-85.9 µm arasında değiştiği bildirilmiştir (Bampi vd., 2016).

PD yöntemi ile biyoaktif bileşenlerin mikroenkapsülasyonundaki en büyük avantaj yüksek enkapsülasyon etkinliği elde edilebilmesidir. PD yönteminde genellikle etkinliğin %80'in üzerinde olduğu rapor edilmektedir (Matos vd., 2015). Yapılan bir çalışmada askorbik asit PD yöntemi ile mikroenkapsüle edilmiş ve işlem sonunda mikroenkapsülasyon etkinliğinin yaklaşık %84 olduğu belirlenmiştir (Alvim vd., 2016). Probiyotik mikroorganizmaların mikroenkapsüle edildiği çalışmalarda da etkinliğin yaklaşık %90'dan fazla olduğu bildirilmektedir (Bampi vd., 2016; Arslan-Tontul and Erbas, 2017). Mikroenkapsülasyon etkinliğinde görülen bu farklı değerlerin nedeni ise kullanılan taşıyıcı materyal kombinasyonları olabilmektedir. Yapılan bir çalışmada taşıyıcı materyal içerisindeki oleik asit miktarının artmasının enkapsülasyon etkinliğini ve partikül boyutunu arttırdığı rapor edilmiştir (Gouin, 2004).

Mikroenkapsülasyon çalışmalarında elde edilen mikrokapsüllerin bir başka önemli fizikokimyasal özelliği ise nem içeriği ve su aktivitesi değerleridir. PD yöntemi ile üretilen mikrokapsüllerin su aktivitesi değeri yüksek ancak nem değeri ise genellikle düşüktür. Yapılan bir çalışmada

mikrokapsüllerin su aktivitesi değerinin 0.83, nem değerinin ise %4.4 olduğu tespit edilmiştir (Arslan-Tontul and Erbaş, 2017). Başka bir çalışmada ise mikrokapsüllerin su aktivitesi ve nem değerinin sırasıyla 0.60 ve %5 olduğu belirtilmiştir (Bampi vd., 2016). Genellikle mikrokapsüllerin nem içeriğinin iyi bir depolama stabilitesi açısından %5'in altında olması istenmektedir (Chavez and Ledebuer, 2007; Ghandi vd., 2012; Arslan vd., 2015). Bu nedenle PD yöntemi ile üretilen mikrokapsüller düşük nem içeriğine sahip olması açısından da ekstra bir avantaj kazanmaktadır.

PD yöntemi ile üretilen mikrokapsüllerin genellikle yüksek depolama stabilitesine sahip olduğu bildirilmektedir. Bunun nedeni ise mikrokapsülün dış katmanını oluşturan hidrofobik fazın depolama sırasında aktif materyal ile dış ortamın oksijen, su, H⁺ iyonu ve ışık gibi oksidatif stres etkenlerinden koruduğu ve diğer yöntemlere göre daha fazla dayanıklılık sağladığı rapor edilmektedir (Lahtinen vd., 2007; Okuro vd., 2013b; Bampi vd., 2016). Matos vd. (2015), PD yöntemi ile askorbik asit mikroenkapsüle etmiş ve depolama sırasında degradasyonun oldukça düşük seviyede kaldığını rapor etmiştir. Yapılan bir başka çalışmada ise stearik asit ve ayçiçeği yağı kullanılarak üretilen mikrokapsüllerin buzdolabı sıcaklığında 7 ay depolanması sonucu biyoaktif materyalin %90'unun korunduğu bildirilmiştir (Gomes vd., 2013; Pelissari vd., 2016).

PD yöntemi ile üretilen mikrokapsüller hidrofobik karakterli dış katmana sahip olduğundan sulu ortamda çözünmezler ancak suya dayanıklı da değillerdir (Desai and Park, 2005; Lakkis, 2016). Bu nedenle bu mikrokapsüllerde aktif materyal eğer hidrofilik karakterli ise salınım sulu fazda hızla gerçekleşmektedir. Bunun nedeni ise daha önce de bahsedildiği üzere matriks tipindeki mikro-kapsüllerde aktif materyalin kapsülün yüzeyinde de bulunması ve sulu ortamda ki ozmotik stres, mekanik zedelenmeler ve difüzyon sonucu hızlıca serbest kalmasıdır (Gouin, 2004; Sartori vd., 2015). Ancak bu hızlı salınım taşıyıcı kombi-nasyonu değiştirilerek veya destek materyalleri ilave edilerek yavaşlatı-

labilmektedir. Yapılan bir çalışmada taşıyıcı içerisindeki oleik asit konsant-rasyonunun artırılması, sulu ortamdaki askorbik asit salınımını azalttığı bildirilmiştir (Sartori vd., 2015).

PÜSKÜRTEREK DONDURMA UYGULAMALARI

PD yöntemi, yüksek koruyucu etkisi nedeniyle mikroenkapsülasyon çalışmalarında yeni bir teknik olarak son zamanlarda kullanılmaya başlanmıştır. Farklı gıda bileşenlerinin bu yöntemle mikroenkapsüle edilmesi ile ilgili çeşitli çalışmalar mevcuttur. Bu çalışmaların bazılarında aktif materyal olarak likopen, zencefil oleoresini, gallik asit, askorbik asit, glikoz, serbest amino asitler, mineraller ve aroma bileşenleri seçilmiş olup taşıyıcı materyal olarak ise fırıncılık yağı, palm yağı, soya yağı, hidrojenize soya yağı, oleik asit ve stearik asit kullanılmıştır (Gibbs vd., 1999; Chambi vd., 2008; Leonel vd., 2010; Ribeiro vd., 2012; Alvim vd., 2016; Consoli vd., 2016; Oriani vd., 2016; Pelissari vd., 2016). Bu yöntem ile üretilen ve biyoaktif gıda bileşeni içeren mikrokapsüller, fırıncılık ürünlerinde, hazır çorba karışımlarında ve yağlı gıdalarda kullanılabilir (Madene vd., 2006).

Aroma bileşenlerinin mikroenkapsülasyonu genellikle püskürterek kurutma yöntemi kullanılarak yapılmakta olup üretim sırasında uygulanan yüksek sıcaklıklar aroma kayıplarına neden olduğu için etkinliği düşürmektedir. Bu nedenle son zamanlarda PD yöntemi, aroma bileşenlerinin mikroenkapsülasyonunda kullanılmaya başlanmıştır (Reineccius, 2004; Oxley, 2012). Yapılan çalışmalarda tarçın ekstraktının taşınması ve depolanmasını kolaylaştırmak için toz forma dönüştürmek ve içerisindeki aroma bileşenlerinin kaybını engellemek amacıyla PD sisteminde başarıyla mikroenkapsüle edilmiştir (Oriani vd., 2016; Tulini vd., 2016; Tulini vd., 2017). Mikroenkapsülasyon sonunda aktif materyalin miktarında 90 gün boyunca istatistiksel olarak önemli bir azalma meydana gelmemiştir (Tulini vd., 2016; Tulini vd., 2017).

Yapılan çalışmalarda protein hidrolizatlarının acı tadının bastırılarak gıdalara ilave edilmesi ve enzimlerin stabilizasyonunun artırılması amacıyla

PD yönteminin denendiği görülmektedir. Rapor edilen farklı çalışmalarda albümin, β -galaktozidaz ve inülin bu yöntem kullanılarak mikroenkapsüle edilmiş ve böylece dayanımı arttırılmıştır (Kwak vd., 2001; Maschke vd., 2007; Di Sabatino vd., 2012; Salvim vd., 2015).

PD yöntemi ile mikroenkapsüle edilen bir başka önemli aktif materyal ise probiyotik mikroorganizmalardır. Probiyotik mikroorganizmalar, mikroenkapsülasyon sırasındaki yüksek sıcaklıklardan kolayca etkilenerek inaktive olabilmektedir. PD yönteminde minimal bir ısı işlem uygulandığından probiyotik mikroorganizmalar yüksek canlılık oranlarıyla mikroenkapsüle edilebilmektedir. Ayrıca bu yöntemle üretilen mikrokapsüllerin salınım mekanizması da probiyotik mikroorganizmalar açısından oldukça elverişlidir (Okuro vd., 2013a). Yapılan bir çalışmada *L. acidophilus* ve *B. lactis* PD yöntemi ile mikroenkapsüle edilmiş ve tahıl barları üretiminde kullanılmıştır. Tahıl barları buzdolabı şartlarında 105 gün depolanmış ve süre sonunda *L. acidophilus* ve *B. lactis* sayısının sırasıyla 7.8 ve 8.1 log kob/g olduğu tespit edilmiştir (Bampi vd., 2016). Okuro vd. (2013b), *in vitro* sindirim şartlarında PD yöntemiyle mikroenkapsüle edilen probiyotiklerin canlılığının %60 oranında korunduğu ancak serbest hücrelerin tamamının öldüğünü tespit etmiştir. Probiyotik mikroorganizmaların yüksek etkinlikle mikroenkapsüle edildiği farklı çalışmalarda da sindirim sisteminde önemli derecede korunduğu bildirilmiştir (Pedroso vd., 2012; Pedroso vd., 2013).

PD yöntemiyle üretilen mikrokapsüllerin ürünlere ilave edilerek gıdaların biyoaktif bileşen miktarının arttırılması ile ilgili sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalardan birinde PD sistemi ile askorbik asit mikroenkapsüle edilmiş ve bisküvi üretiminde kullanım imkanları araştırılmıştır (Alvim vd., 2016). Başka bir çalışmada ise probiyotik mikroorganizmaların kek pişirme sıcaklığında canlılıklarını koruyabilmesi amacıyla püskürterek dondurma ve kurutma teknikleri kombine olarak kullanılmış ve çift katlı kaplama tekniği ile mikroenkapsülasyon gerçekleştirilmiştir. Kek hamuruna ilave edilen mikrokapsüllerden *L. acidophilus* ve *S. boulardii* hücre

canlılıklarının yaklaşık yarısının pişirme sırasında korunduğu tespit edilmiştir (Arslan-Tontul, 2017). Et ürünlerinin antioksidan bileşenlerce zenginleştirilmesinin amaçlandığı bir çalışmada ise PD yöntemiyle mikroenkapsüle edilen askorbik asit, sosis hamuruna ilave edilmiştir (De Matos vd., 2015).

SONUÇ

Günümüz gıda biliminin temel araştırma konularından birisi biyoaktif gıda bileşenlerinin fonksiyonel özelliklerinin korunarak son ürüne aktarılabilmesidir. Ayrıca bu son ürünün tüketiminden sonra vücutta uğradığı değişiklikler ve sindirimin biyoaktif bileşenler üzerindeki etkileri de önemli araştırma konuları arasındadır. Bu nedenle püskürterek dondurma gibi yeni mikroenkapsülasyon yöntemleri önem kazanmaktadır.

Püskürterek dondurma yöntemi biyoaktif gıda bileşenlerinin yüksek etkinlikle mikroenkapsüle edilebilmesi ve aktif materyalin stabilitesini oldukça yüksek oranda koruması nedenleriyle diğer mikroenkapsülasyon yöntemlerine kıyasla öne çıkmaktadır. Ayrıca püskürterek dondurma yönteminde taşıyıcı olarak kullanılan hidrofobik materyal, mikrokapsüllerin mide sindiriminden etkilenmeden geçerek asıl etkili oldukları bölge olan kolonda salınımına imkan verdiğinden biyoaktif gıda bileşenlerinin biyoyararlılığını da oldukça arttırmaktadır. Tüm bunlara ilaveten püskürterek dondurma tekniğinin kolayca optimize edilebildiği düşünülürse diğer mikroenkapsülasyon teknikleri ile kombine bir şekilde kullanımı daha dayanıklı mikrokapsüllerin üretimine de imkan tanıyabilecektir.

KAYNAKLAR

Alvim, I.D., De Souza, F.D., Koury, I.P., Jurt, T., Dantas, F.B.H. (2013). Use of the spray chilling method to deliver hydrophobic components: physical characterization of microparticles. *Food Sci Technol*, 33: 34-39.

Alvim, I.D., Stein, M.A., Koury, I.P., Dantas, F.B.H., Cruz, C. (2016). Comparison between the spray drying and spray chilling microparticles contain ascorbic acid in a baked product application. *Food Sci Technol*, 65: 689-694.

- Arslan-Tontul, S. (2017). Probiyotik mikroorganizmaların püskürterek dondurma ve kurutma teknikleriyle mikroenkapsüle edilerek probiyotik kek üretiminde kullanım imkanlarının araştırılması, Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Antalya. 159 s.
- Arslan-Tontul, S., Erbaş, M. (2017). Single and double layered microencapsulation of probiotics by spray drying and spray chilling. *Food Sci Technol*, 81: 160-169.
- Arslan, S., Erbaş, M., Tontul, I., Topuz, A. (2015). Microencapsulation of probiotic *Saccharomyces cerevisiae* var. *boulardii* with different wall materials by spray drying. *Food Sci Technol*, 63(1): 685-690.
- Bampi, G.B., Backes, G.T., Cansian, R.L., De Matos, F.E., Ansolin, I.M.A., Poletto, B.C., Corezzolla, L.R., Favaro-Trindade, C.S. (2016). Spray chilling microencapsulation of *Lactobacillus acidophilus* and *Bifidobacterium animalis* subsp *lactis* and its use in the preparation of savory probiotic cereal bars. *Food Biopro Technol*, 9(8): 1422-1428.
- Burgain, J., Gaiani, C., Linder, M., Scher, J. (2011). Encapsulation of probiotic living cells: From laboratory scale to industrial applications. *J Food Eng*, 104(4): 467-483.
- Chambi, H.N.M., Alvim, I.D., Barrera-Arellano, D., Grosso, C.R.F. (2008). Solid lipid microparticles containing water-soluble compounds of different molecular mass: Production, characterisation and release profiles. *Food Res Int*, 41(3): 229-236.
- Chavez, B.E., Ledebor, A.M. (2007). Drying of probiotics: Optimization of formulation and process to enhance storage survival. *Drying Technol*, 25(7-8): 1193-1201.
- Consoli, L., Grimaldi, R., Sartori, T., Menegalli, F.C., Hubinger, M.D. (2016). Gallic acid microparticles produced by spray chilling technique: Production and characterization. *Food Sci Technol*, 65: 79-87.
- Cook, M.T., Tzortzis, G., Charalampopoulos, D., Khutoryanskiy, V.V. (2012). Microencapsulation of probiotics for gastrointestinal delivery. *J Control Release*, 162(1): 56-67.
- De Matos, F.E., Comunian, T.A., Thomazini, M., Favaro-Trindade, C.S. (2017). Effect of feed preparation on the properties and stability of ascorbic acid microparticles produced by spray chilling. *Food Sci Technol*, 75: 251-260.
- De Matos, F.E., Jr., Thomazini, M., Trindade, M.A., Fávoro-Trindade, C.S. (2015). Application of free or encapsulated Vitamin C to chicken frankfurter sausage by spray chilling: Physicochemical characteristics, stability and sensory acceptance. *Braz J Food Technol*, 18(4): 322-331.
- De Prisco, A., Mauriello, G. (2016). Probiotication of foods: A focus on microencapsulation tool. *Trend Food Sci Technol*, 48: 27-39.
- Desai, K.G.H., Park, H.J. (2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technol*, 23(7): 1361-1394.
- Di Sabatino, M., Albertini, B., Kett, V.L., Passerini, N. (2012). Spray congealed lipid microparticles with high protein loading: Preparation and solid state characterisation. *Eur J Pharm Sci*, 46(5): 346-356.
- Dianawati, D., Mishra, V., Shah, N.P. (2013). Survival of *Bifidobacterium longum* 1941 microencapsulated with proteins and sugars after freezing and freeze drying. *Food Res Int*, 51(2): 503-509.
- Dianawati, D., Mishra, V., Shah, N.P. (2016). Survival of microencapsulated probiotic bacteria after processing and during storage: A review. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 56(10): 1685-1716.
- Gamboa, O.D., Goncalves, L.G., Grosso, C. F. (2011). Microencapsulation of tocopherols in lipid matrix by spray chilling method. 11th International Congress on Engineering and Food, 22-26 May 2011, Athens, Greece, 1732-1739 p.
- Gavory, C., Abderrahmen, R., Bordes, C., Chaussy, D., Belgacem, M.N., Fessi, H., Briancon, S. (2014). Encapsulation of a pressure sensitive adhesive by spray-cooling: Optimum formulation and processing conditions. *Adv Powder Technol*, 25(1): 292-300.

- Ghandi, A., Powell, I.B., Chen, X.D., Adhikari, B. (2012). The effect of dryer inlet and outlet air temperatures and protectant solids on the survival of *Lactococcus lactis* during spray drying. *Drying Technol*, 30(14): 1649-1657.
- Gibbs, B.F., Kermasha, S., Alli, I., Mulligan, C.N. (1999). Encapsulation in the food industry: a review. *Int J Food Sci Nutr*, 50(3): 213-224.
- Gomes, G.V.D., Borrin, T.R., Cardoso, L.P., Souto, E., De Pinho, S.C. (2013). Characterization and shelf life of beta-carotene loaded solid lipid microparticles produced with stearic acid and sunflower oil. *Braz Arch Biol Technol*, 56(4): 663-671.
- Gouin, S. (2004). Microencapsulation. *Trend Food Sci Technol*, 15(7): 330-347.
- Huq, T., Khan, A., Khan, R.A., Riedl, B., Lacroix, M. (2013). Encapsulation of probiotic bacteria in biopolymeric system. *Critic Rev Food Sci Nutr*, 53(9): 909-916.
- Kingwatee, N., Apichartsrangkoon, A., Chaikham, P., Worametrachanon, S., Techarung, J., Pankasemsuk, T. (2015). Spray drying *Lactobacillus casei* 01 in lychee juice varied carrier materials. *Food Sci Technol*, 62(1): 847-853.
- Kwak, H.S., Ihm, M.R., Ahn, J. (2001). Microencapsulation of beta-galactosidase with fatty acid esters. *J Dairy Sci*, 84(7): 1576-1582.
- Lahtinen, S.J., Ouwehand, A.C., Salminen, S.J., Forssell, P., Myllarinen, P. (2007). Effect of starch- and lipid-based encapsulation on the culturability of two *Bifidobacterium longum* strains. *Lett Appl Microbiol*, 44(5): 500-505.
- Lakkis, J.M. (2016). Encapsulation and controlled release in bakery applications. In: *Encapsulation and Controlled Release Technologies in Food Systems*, Lakkis, J.M. (ed.). Wiley-Blackwell, Boca Raton, pp. 204-235.
- Leonel, A.J., Chambi, H.N.M., Barrera-Arellano, D., Pastore, H.O., Grosso, C.R.F. (2010). Production and characterization of lipid microparticles produced by spray cooling encapsulating a low molar mass hydrophilic compound. *Cien Tecnol Alimentos*, 30(1): 276-281.
- Lopes, J.D., Grosso, C.R.F., Calligaris, G.D., Cardoso, L.P., Basso, R.C., Ribeiro, A.P.B., Efraim, P. (2015). Solid lipid microparticles of hardfats produced by spray cooling as promising crystallization modifiers in lipid systems. *Eur J Lipid Sci Technol*, 117(11): 1733-1744.
- Madene, A., Jacquot, M., Scher, J., Desobry, S. (2006). Flavour encapsulation and controlled release - A review. *Int J Food Sci Technol*, 41(1): 1-21.
- Maschke, A., Becker, C., Eyrich, D., Kiermaier, J., Blunk, T., Gopferich, A. (2007). Development of a spray congealing process for the preparation of insulin-loaded lipid microparticles and characterization thereof. *Eur J Pharm Biopharm*, 65(2): 175-187.
- Matos, F.E., Di Sabatino, M., Passerini, N., Favaro-Trindade, C.S., Albertini, B. (2015). Development and characterization of solid lipid microparticles loaded with ascorbic acid and produced by spray congealing. *Food Res Int*, 67: 52-59.
- Mba, O.I., Dumont, M.J., Ngadi, M. (2015). Palm oil: Processing, characterization and utilization in the food industry - A review. *Food Biosci*, 10: 26-41.
- Nedovic, V., Kalusevic, A., Manojlovic, V., Levic, S., Bugarski, B. (2011). An overview of encapsulation technologies for food applications. *Proc Food Sci*, 1: 1806-1815.
- Okuro, P.K., De Matos Junior, F.E., Favaro-Trindade, C.S. (2013a). Technological challenges for spray chilling encapsulation of functional food ingredients. *Food Technol. Biotechnol*, 51(2): 171-182.
- Okuro, P.K., Thomazini, M., Balieiro, J.C.C., Liberal, R., Favaro-Trindade, C.S. (2013b). Co-encapsulation of *Lactobacillus acidophilus* with inulin or polydextrose in solid lipid microparticles provides protection and improves stability. *Food Res Int*, 53(1): 96-103.
- Oriani, V.B., Alvim, I.D., Consoli, L., Molina, G., Pastore, G.M., Hubinger, M.D. (2016). Solid lipid microparticles produced by spray chilling technique to deliver ginger oleoresin: Structure and compound retention. *Food Res Int*, 80: 41-49.

- Oxley, J.D. (2012). Spray cooling and spray chilling for food ingredient and nutraceutical encapsulation. In: *Encapsulation Technologies and Delivery Systems for Food Ingredients and Nutraceuticals*, Garti, N., Bhandari, B. (Eds.). Academic Press, Boca Raton, pp. 110-130.
- Park, K.M., Sung, H., Choi, S.J., Choi, Y.J., Chang, P.S. (2014). Double-layered microparticles with enzyme-triggered release for the targeted delivery of water-soluble bioactive compounds to small intestine. *Food Chem*, 161: 53-59.
- Pedroso, D.D., Thomazini, M., Heinemann, R.J.B., Favaro-Trindade, C.S. (2012). Protection of *Bifidobacterium lactis* and *Lactobacillus acidophilus* by microencapsulation using spray-chilling. *Int Dairy J*, 26(2): 127-132.
- Pedroso, D.L., Dogenski, M., Thomazini, M., Heinemann, R.J.B., Favaro-Trindade, C.S. (2013). Microencapsulation of *Bifidobacterium animalis* subsp *lactis* and *Lactobacillus acidophilus* in cocoa butter using spray chilling technology. *Braz J Microbiol*, 44(3): 777-783.
- Pelissari, J.R., Souza, V.B., Pigoso, A.A., Tulini, F.L., Thomazini, M., Rodrigues, C.E.C., Urbano, A., Favaro-Trindade, C.S. (2016). Production of solid lipid microparticles loaded with lycopene by spray chilling: Structural characteristics of particles and lycopene stability. *Food Bioprocess Technol*, 98: 86-94.
- Reineccius, G.A. (2004). The spray drying of food flavors. *Drying Technol*, 22(6): 1289-1324.
- Ribeiro, M., Arellano, D.B., Grosso, C.R.F. (2012). The effect of adding oleic acid in the production of stearic acid lipid microparticles with a hydrophilic core by a spray-cooling process. *Food Res Int*, 47(1): 38-44.
- Risch, S.J. (1995). Encapsulation: Overview of uses and techniques. In: *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*, Risch, S.J., Reineccius, G.A. (ed). American Chemical Society, Washington, pp. 2-7.
- Rokka, S., Rantamäki, P. (2010). Protecting probiotic bacteria by microencapsulation: challenges for industrial applications. *Eur Food Res Technol*, 231(1): 1-12.
- Salvim, M.O., Thomazini, M., Pelaquim, F.P., Urbano, A., Moraes, I.C.F., Favaro-Trindade, C.S. (2015). Production and structural characterization of solid lipid microparticles loaded with soybean protein hydrolysate. *Food Res Int*, 76: 689-696.
- Sartori, T., Consoli, L., Hubinger, M.D., Menegalli, F.C. (2015). Ascorbic acid microencapsulation by spray chilling: Production and characterization. *Food Sci Technol*, 63(1): 353-360.
- Schubert, M.A., Harms, M., Muller-Goymann, C.C. (2006). Structural investigations on lipid nanoparticles containing high amounts of lecithin. *Eur J Pharm Sci*, 27(2-3): 226-236.
- Sillick, M., Gregson, C.M. (2012). Spray chill encapsulation of flavors within anhydrous erythritol crystals. *Food Sci Technol*, 48(1): 107-113.
- Tulini, F.L., Souza, V.B., Echalar-Barrientos, M.A., Thomazini, M., Pallone, E., Favaro-Trindade, C.S. (2016). Development of solid lipid microparticles loaded with a proanthocyanidin-rich cinnamon extract (*Cinnamomum zeylanicum*): Potential for increasing antioxidant content in functional foods for diabetic population. *Food Res Int*, 85: 10-18.
- Tulini, F.L., Souza, V.B., Thomazini, M., Silva, M.P., Massarioli, A.P., Alencar, S.M., Pallone, E., Genovese, M.I., Favaro-Trindade, C.S. (2017). Evaluation of the release profile, stability and antioxidant activity of a proanthocyanidin-rich cinnamon (*Cinnamomum zeylanicum*) extract co-encapsulated with alpha-tocopherol by spray chilling. *Food Res Int*, 95: 117-124.