



## KONJUGE LİNOLEİK ASİT İLE ZENGİNLEŞTİRİLMİŞ YAĞIN YAĞSIZ SÜT TOZU VE MALTODEKSTRİN KARIŞIMI İLE MİKROENKAPSÜLASYONU VE MİKROKAPSÜLLERİN KARAKTERİZASYONU

**Hakan Erinç, Hamza Alaşalvar\***

\*Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Niğde, Türkiye

Geliş / Received: 28.09.2020; Kabul / Accepted: 21.10.2020; Online baskı / Published online: 06.11.2020

Erinç, H., Alaşalvar, H. (2020). Konjuge linoleik asit ile zenginleştirilmiş yağın yağsız süt tozu ve maltodekstrin karışımı ile mikroenkapsülasyonu ve mikrokapsüllerin karakterizasyonu. GIDA (2020) 45(6)1143-1153 doi: 10.15237/gida.GD20111

Erinç, H., Alaşalvar, H. (2020). Microencapsulation of an oil rich in conjugated linoleic acid with skimmed milk powder and maltodextrin mixture and their characterization. GIDA (2020) 45(6)1143-1153 doi: 10.15237/gida.GD20111

### ÖZ

Konjuge linoleik asit (KLA), insan sağlığı üzerine birçok olumlu etkisi olan fonksiyonel bir bileşiktir. Fakat düşük oksidasyon stabilitesi ve suda çözünürlük özellikleri bu bileşenin gıdalarda kullanımını sınırlamaktadır. Bu çalışmada, KLA bakımından zenginleştirilmiş bir yağın püskürterek kurutma yoluyla enkapülasyonunda kaplama maddesi olarak yağsız süt tozu ve maltodekstrinin farklı oranlarda kullanımının mikroenkapsülasyon verimi ve mikroenkapsülasyon etkinliği üzerine etkileri incelenmiştir. Mikroenkapsülasyon verimi ve mikroenkapsülasyon etkinliği sırasıyla %21.35-42.92 ve %16.32-73.91 değerleri aralığında belirlenmiştir. Elde edilen verilere göre en uygun kaplama maddesi oranı %70 yağsız süt tozu ve %30 maltodekstrin içeren karışım olarak belirlenmiştir. Ayrıca, bu noktada elde edilen mikrokapsüllerin moleküler, morfolojik ve termal özellikleri Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi, taramalı elektron mikroskopu ve termogravimetrik analiz kullanılarak karakterize edilmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Konjuge linoleik asit, yağsız süt tozu, maltodekstrin, püskürterek kurutma

### MICROENCAPSULATION OF AN OIL RICH IN CONJUGATED LINOLEIC ACID WITH SKIMMED MILK POWDER AND MALTODEXTRIN MIXTURE AND THEIR CHARACTERIZATION

### ABSTRACT

Conjugated linoleic acid (CLA) is a functional compound that has many positive effects on human health. However, its low oxidation stability and water-solubility properties limit the use of this component in foods. In this study, the effects of different ratios of skimmed milk powder and maltodextrin on microencapsulation yield and microencapsulation efficiency were investigated in the microencapsulation of an oil-rich in CLA by spray drying. Microencapsulation yield and microencapsulation efficiency were determined in the range of 21.35-42.92% and 16.32-73.91%, respectively. According to the data obtained, the optimum coating material ratio was determined as a mixture containing 70% skimmed milk powder and 30% maltodextrin. In addition, the molecular, morphological, and thermal properties of the capsules obtained at this point were characterized using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscope (SEM), and thermogravimetric analysis (TGA).

**Keywords:** Conjugated linoleic acid, skimmed milk powder, maltodextrin, spray drying

\* Yazışmalardan sorumlu yazar / Corresponding author;

✉ hamza.alasalvar@ohu.edu.tr,

☎ (+90) 388 225 4613,

☎ (+90) 388 225 0112

Hakan Erinç; ORCID no: 0000-0001-8858-4570

Hamza Alaşalvar; ORCID no: 0000-0003-3000-7310

## GİRİŞ

İnsan sağlığı üzerine beslenmenin etkisinin bilimsel çalışmalar sonucu ortaya konulması ile sağlıklı gıdalar için tüketici talebi gün geçtikçe artmaktadır. Bu amaçla, birçok biyoaktif bileşik çeşitli gıda ürünlerinin zenginleştirilmesi için yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Vitaminler, mineraller, antimikrobiyal maddeler, fenolik bileşikler, antioksidanlar ve biyoaktif lipidler bu fonksiyonel gıda bileşenleri arasındadır. Bu bileşenleri gıdalara veya içeceklere direkt olarak uygulamada düşük çözünürlük, kimyasal bozulma, duyuşal özelliklerin kaybı, oksidasyon gibi çeşitli olumsuz durumlar ortaya çıkabilmektedir (Labuschagne, 2018; Torres-Giner vd., 2010).

Konjuge linoleik asit (KLA), antikanser, antidiyabetik ve antihipertansif özellikler sergileyen çoklu doymamış bir yağ asididir (Y. Kim, Kim, Whang, & Park, 2016). Et ve süt ürünlerinde belirli miktarlarda KLA bulunmaktadır ancak insan vücudu tarafından sentezlenemez (Choque vd., 2014). Bu sebeple KLA tüketiminin artırılması için gıdalara dışardan ilave edilmesi gerekmektedir. Ancak KLA oksidasyona maruz kaldığında biyoaktif özelliklerini kolaylıkla kaybedebilmektedir (Fernandez-Avila vd., 2016). Ayrıca, KLA'nın sudaki düşük çözünürlüğü yüksek oranda su içeren gıdalara KLA ilavesini zorlaştırmaktadır. KLA'nın sudaki çözünürlüğünü ve oksidasyon stabilitesi artırmak için kullanılan yaygın işlemlerden birisi mikroenkapsülasyondur (Costa vd., 2015).

Mikroenkapsülasyon işleminde yüksek verimliliği, kolay ulaşılabilirliği ve düşük işlem maliyetinden dolayı en yaygın kullanılan yöntem püskürterek kurutma metodudur (Kalušević vd., 2017). Yağların mikroenkapsülasyonunda ilk aşamada kaplama maddesi kullanılarak su içinde yağ emülsiyonu elde edilir ve daha sonra kurutma işlemi gerçekleştirilir. Bu sebeple emülsiyon oluşturma özelliği gösteren kaplama maddelerinin kullanılması gerekmektedir. Karbonhidratlar, lipidler ve proteinler gibi farklı kaplama maddeleri mikroenkapsülasyon işlemlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır (F. Gibbs, 1999). Karbonhidrat esaslı kaplama maddeleri zayıf emülsiyon özelliği

sergiledikleri için yağların mikroenkapsülasyonunda tek başına kaplama maddesi olarak kullanılmazlar (Kagami et al., 2003). Ancak, diğer kaplama maddeleri ile kombine edildiklerinde mikroenkapsülasyon etkinliğini ve verimini geliştirmektedir (Aghbashlo vd., 2012). Yağsız süt tozu, protein içeriğinden dolayı emülsifiye edici özelliği vardır, ayrıca ulaşılabilirliğinin kolay olması ve fiyatının da diğer kaplama materyallerine göre ucuz olmasından dolayı mikroenkapsülasyon işlemlerinde kullanılmaktadır (Goula ve Adamopoulos, 2012). Nar çekirdek yağı (Goula ve Adamopoulos, 2012) ve ceviz yağı (Shamaei vd., 2017) yağsız süt tozu kullanılarak mikroenkapsüle edilmiştir.

Literatürde KLA'nın mikroenkapsülasyonu üzerine olan çalışmalar incelendiğinde, bu çalışmalar genellikle serbest yağ asidi olarak KLA'nın mikroenkapsülasyonu üzerine odaklanmıştır (Costa vd., 2015; Jimenez vd., 2004, 2006; Kim vd., 2000; Lee vd., 2009). Ancak, yalnızca bir çalışmada KLA bakımında zenginleştirilmiş bir yağın (Tonalin TG 80) mikroenkapsülasyonu rapor edilmiştir (Holgado vd., 2018).

Sunulan bu çalışmada, konjuge linoleik asit bakımından zenginleştirilmiş bir yağın mikroenkapsülasyonunda yağsız süt tozu ve maltodekstrinin mikroenkapsülasyon etkinliği ve verimi üzerine etkilerinin Simplex Lattice deneme deseni kullanılarak incelenmesi amaçlanmıştır. Optimum noktada elde edilen mikrokapsüller taramalı elektron mikroskobu, Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi ve termogravimetrik analiz kullanılarak karakterize edilmiştir.

## MATERYAL VE YÖNTEM

### Materyal

Maltodekstrin (Dekstroz eşdeğeri:13-17) ve diğer kimyasallar Sigma şirketinden temin edilmiştir. Çalışmada kullanılan %1 yağ içeriğine sahip yağsız süt tozu (Pınar, İzmir, Türkiye) Niğde'de bulunan yerel bir marketten temin edilmiştir. Analizde kullanılan kimyasallar analitik saflıktadır.

### Metot

#### KLA ve KLA bakımından zenginleştirilmiş yağ üretimi

KLA üretimi, aspir yağı başlangıç materyali olarak kullanılarak Alaşalvar vd., (2019) tarafından tanımlanan metoda göre gerçekleştirilmiştir. Özetle, aspir yağı (250 g), potasyum hidroksit (57.5 g), etanol (200 mL) ve saf su (60 mL) kullanılarak kaynama noktasına kadar ısıtılarak 1 saat içinde sabunlaştırılmıştır. Bu işlemden sonra 250 mL soğutulmuş saf su ve 300 mL 4 M sülfirik asit bu karışım üzerine eklenmiş ve pH 2 olacak şekilde ayarlanmıştır. Dietil eter kullanılarak karışım içerisinde serbest yağ asitleri ayrılmıştır. Linoleik asitin saflaştırılması için aseton kullanılmış ve örnekler -70°C'de kristalize edilmiştir. Kristalizasyondan sonra %88.2 oranında linoleik asit içeren bir fraksiyon elde edilmiştir. Linoleik asitten KLA eldesi için potasyum hidroksit: LA bakımından zengin fraksiyon: Etilen glikol oranları 1:4.8:7.7 olacak şekilde karıştırılmış ve 700 W mikrodalga gücünde 6 saat reaksiyona bırakılmıştır.

#### KLA bakımından zengin yağ üretimi

KLA ile zenginleştirilmiş yağın üretiminde Güney vd, (2020) tarafından belirtilen metot kullanılmıştır. Bu işlem için palm stearin ve metillendirilmiş-KLA oranı 1/3 olacak şekilde ayarlanmıştır. Manyetik karıştırıcı kullanılarak vakum ortamında yağın sıcaklığı 90°C'ye getirilerek 15 dk süreyle karıştırılması ile nemi uzaklaştırılmıştır. Katalizör olarak %30'luk sodyum metilat çözeltisinden yağın %0.5'i oranında karışıma eklenerek 30 dakika süre ile 90 °C'de vakum altında ısıtılmıştır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra katalizörün inaktif hale getirilmesi için toplam yağ ağırlığının %2'si oranında %20'lik sitrik asit çözeltisi karışıma eklenmiş ve aynı sıcaklıkta 15 dakika karıştırma işlemine devam edilmiştir. Yağlar ağartma toprağı kullanılarak kâğıt filtreden süzülerek katalizör ve yabancı maddeler uzaklaştırılmıştır.

#### Mikrokapsüllerin üretimi

Mikrokapsüllerin üretiminde ilk aşamada yağ/kaplama maddesi oranı 1/2 olacak şekilde ağırlıkça %30 kuru madde içeren emülsiyonlar hazırlanmıştır. Kaplama maddesi

kompozisyonunun mikroenkapsülasyon üzerine etkilerinin incelenmesi amacıyla yağ ve kuru madde miktarları sabit tutularak kaplama maddesi içeriğı Simplex Lattice deneme desenine (Çizelge 1) göre 8 noktada değiştirilmiştir. Püskürterek kurutma işleminden önce elde edilen karışımlar Ultra-Turrax T18 (IKA®-Werke GmbH & Co. KG, Staufen, Almanya) kullanılarak ile 10000 rpm'de 10 dakika homojenize edilmiştir. Püskürterek kurutma işlemi Büchi B-290 (Büchi, Flawil, İsviçre) cihazı kullanılarak hava giriş sıcaklığı 180°C, çıkış sıcaklığı 91±3°C, hava akış hızı 600 L/saat, besleme hızı 8 mL/dakika olacak şekilde ayarlanmıştır. Elde edilen mikrokapsüller 4°C'de cam kaplar içerisinde muhafaza edilmiştir.

#### Mikroenkapsülasyon verimi

Mikroenkapsülasyon veriminin hesaplanmasında, emülsiyon hazırlamak için kullanılan kuru madde miktarı ve püskürterek kurutma sonucunda elde edilen toz ürün miktarı arasındaki ilişki kullanılarak aşağıdaki denklemde belirtilen şekilde hesaplanmıştır (Başyigit vd., 2020).

$$\text{Enkapsülasyon verimi(\%)} = \frac{\text{Püskürterek kurutma sonrası elde edilen toz ürün miktarı}}{\text{Emülsiyonda kullanılan kuru madde miktarı}} * 100$$

#### Yüzey yağ miktarı

Yüzey yağ mikroenkapsülasyon işleminden sonra mikroenkapsüle olmamış olan yağ ifade etmektedir. Mikrokapsüllerin yüzeyindeki yağ miktarının belirlenmesinde, 1 g mikrokapsül üzerine 5 mL petrol eteri ilave edilerek 5 dakika karıştırılmıştır. Karıştırma işleminden sonra Whatmann no.1 filtre kâğıdı kullanılarak sabit tartıma getirilmiş kaplara ekstrakte edilen yağ süzümüştür. Mikrokapsüller üzerine 3 kez daha 5 mL petrol eteri ilavesi gerçekleştirilerek kalan yağın ekstrakte edilmesi sağlanmıştır. Petrol eteri yağ karışımından petrol eterinin uzaklaştırılması 40°C'de döner buharlaştırıcı yardımıyla sağlanmıştır (Roccia vd., 2014). Sonrasında elde edilen yağ 103°C'de 1 saat kurutulmuştur.

#### Toplam yağ miktarı

Mikrokapsüllerdeki toplam yağın belirlenmesi, 2 g mikrokapsül üzerine 90 mL metanol/kloroform (1/2) karışımı ve %2 oranında NaCl içeren 10 mL

su ilave edilmiştir. Elde edilen karışım ayırma hunisi içerisinde hafifçe karıştırılmış ve faz ayrımı için 10 dakika beklenilmiştir. Faz ayrımından sonra altta kalan faz sabit tartıma getirilmiş kap içerisine alınmıştır. Çözücünün uzaklaştırılmasında 40°C'de döner buharlaştırıcı kullanılmıştır. Sonrasında elde edilen yağ 103°C'de 1 saat kurutulmuştur (Velasco vd., 2006).

### Mikroenkapsülasyon etkinliği

Mikrokapsüllerdeki toplam yağ miktarı ve mikrokapsüllerin yüzeyindeki yağ miktarı arasındaki ilişki kullanılarak aşağıdaki şekilde hesaplanmıştır (Tonon vd., 2011).

$$\text{Enkapsülasyon Etkinliği (\%)} = \frac{\text{Toplam yağ} - \text{Yüzey yağ}}{\text{Toplam yağ}} * 100$$

### Su aktivitesi

Mikrokapsüllerin su aktivitesi değerleri su aktivitesi tayin cihazı (AquaLab Series 3, ABD) kullanılarak 25 °C'de ölçülmüştür.

### Mikrokapsüllerin akış özellikleri

Mikrokapsüllerin yığın yoğunluğu (kg/m<sup>3</sup>), 10 mL hacme sahip mezür içerisine 2 g mikrokapsül hava boşluğu kalmayacak şekilde ancak herhangi bir basınç uygulamaksızın doldurulmuş ve kütle/hacim oranından hesaplanmıştır. Sıkıştırılmış yoğunluk (kg/m<sup>3</sup>) ise, 2 g toz örneğin 10 mL hacme sahip silindirik kabın içerisine doldurulup saniyede 1 vuruş olacak şekilde 180 kez vurularak sıkıştırılması ile kütle/hacim oranından belirlenmiştir (Jinapong, Suphantharika, & Jamnong, 2008). Yığın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinden yararlanılarak Carr indeks (CI) değerleri ve Hausner oranları (HO) hesaplanmıştır (Velasco vd., 2006).

### Termogravimetrik analiz

Üretilen mikrokapsüllerin termogravimetrik analizleri Linseis marka termogravimetri cihazı kullanılarak azot atmosferinde 0-500°C sıcaklık aralığında ve 10°C/dakika ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir (Başyigit vd., 2020).

### Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi

Elde edilen ürünlerin FTIR ölçümlerinde KBr ile hazırlanan pelletler kullanılmıştır. Dalga boyları

4000-400 cm<sup>-1</sup> arasında spektrum taranmıştır (Başyigit vd., 2020).

### Taramalı elektron mikroskopu

Mikrokapsüllerin morfolojik yapılarının belirlenmesi taramalı elektron mikroskopu (Zeiss, Almanya) kullanılarak 750x ve 2.5 Kx büyütme oranlarında vakum altında gerçekleştirilmiştir.

### İstatistiksel analizler

Mikrokapsüllerin üretimi iki tekrarlı olarak gerçekleştirilmiş ancak ölçümler üç tekrarlı olarak yürütülmüştür. Design expert 7 (Stat-Ease Inc., Minneapolis, ABD) programı yardımıyla varyans analizi (ANOVA) kullanılarak kaplama maddesi kombinasyonlarının mikroenkapsülasyon verimi ve etkinliği üzerine etkileri belirlenmiştir. Çoklu cevapların eş zamanlı optimizasyonu için arzu edilebilirlik fonksiyonu kullanılmıştır. Optimum noktada elde edilen tozların doğrulama analizleri Student- t test kullanılarak %95 güven aralığında SPSS 21 (Şikago, ABD) programında gerçekleştirilmiştir.

### SONUÇ VE TARTIŞMA

KLA içeriği bakımından zenginleştirilmiş yağ mikrokapsüllerinin mikroenkapsülasyon verimi, mikroenkapsülasyon etkinliği, su aktivitesi, yığın yoğunluk, sıkıştırılmış yoğunluk, Carr indeks ve Hausner oranı değerleri Çizelge 1'de verilmiştir. Mikroenkapsülasyon verimi, püskürterek kurutma işleminde sonra geri kazanılan toz ürün miktarını ifade etmektedir. Kaplama maddesi kombinasyonuna bağlı olarak örneklerin mikroenkapsülasyon verimi %21.35 ile 42.92 değerleri aralığında değişmiştir. Kaplama maddesi olarak yağsız süt tozu ile maltodekstrinin birlikte kullanımı geri kazanılan toz miktarını artırmıştır.

Mikroenkapsülasyon etkinliği %16.32 ve 73.91 değerleri arasında değişmiştir. Kaplama maddesi olarak sadece maltodekstrin kullanılarak üretilen mikrokapsüller en düşük etkinlik değerine sahiptir. Bu bulgu maltodekstrinin düşük emülsiyon özelliği ile açıklanabilir. Formülasyonlarda sadece yağsız süt tozu veya yağsız süt tozu-maltodekstrin karışımı kullanıldığında daha yüksek etkinlik değerleri elde edilmiştir. Bu durum yağsız süt tozunun protein

içeriği ile dolayısıyla emülsifiye edici özelliği ile açıklanabilir. Farklı kaplama maddeleri (peynir alt suyu proteinleri, sodyum kazeinat ve yağsız süt tozu) ve farklı sıcaklıklar (140, 160 ve 180°C) ile balık yağının mikroenkapsülasyonunun gerçekleştirildiği bir çalışmada, kaplama maddesi olarak yağsız süt tozu ve 180°C giriş sıcaklığı kullanıldığında etkinlik değeri %81.94 olarak belirlenmiştir (Aghbashlo vd., 2013). Bir diğer

çalışmada, yağsız süt tozu, yağsız süt tozu+Tween 80 ve yağsız süt tozu+maltodekstrin ceviz yağının mikroenkapsülasyonunda kaplama maddesi olarak kullanılmış ve %90 mikroenkapsülasyon etkinliği yağsız süt tozu+Tween 80 kullanıldığında elde edilmiştir. Yağsız süt tozu maltodekstrin karışımı kullanıldığında ise etkinlik değeri %56.19 olarak rapor edilmiştir (Shamaei vd., 2017).

Çizelge 1. Simplex Lattice deneme deseni ve cevaplar

Table 1. Simplex Lattice design and responses

Seri Run	Kaplama Maddeleri Coating materials		Cevaplar Responses						
	A: Yağsız Süt tozu Skimmed Milk powder	B: Maltodekstrin Maltodextrin	Mikroenkapsü lasyon verimi Microencapsulati on yield	Mikroenkapsüla syon etkinliği Microencapsulation efficiency	Su aktivitesi Water Activity	Yağın yoğunluk Bulk density	Sıkıştırılmış yoğunluk Tapped density	Carr indeks Carr index	Hausner oranı Hausner ratio
	(%)	(%)	(%)	(%)		(Kg/m <sup>3</sup> )	(Kg/m <sup>3</sup> )	(%)	
1	25	75	39.66	58.47	0.28	269.16	485.00	44.50	1.80
2	100	0	40.17	72.30	0.26	269.04	474.65	43.32	1.76
3	50	50	42.79	73.91	0.28	254.76	460.49	44.68	1.81
4	75	25	42.92	70.30	0.22	263.32	477.49	44.85	1.81
5	50	50	38.54	65.58	0.31	239.08	420.82	43.19	1.76
6	100	0	41.84	69.55	0.26	267.87	455.29	41.16	1.70
7	0	100	22.30	17.41	0.25	324.38	518.50	37.44	1.60
8	0	100	21.35	16.32	0.26	308.70	522.41	40.91	1.69

Mikrokapsüllerin su aktivitesi değerleri 0.25-0.31 değerleri arasında belirlenmiştir. Elde edilen su aktivitesi değerleri uzun süreli depolamalarda mikrokapsüllerin mikrobiyal güvenliğini sağlamak açısından uygundur. Süt tozu kullanılarak antosiyaninlerce zengin bir ekstraktın mikroenkapsülasyonunda su aktivitesi değeri 0.32 olarak rapor edilmiştir (Kalušević vd., 2017).

Yağın yoğunluk toz örneklerin partikül boyutundan etkilenmektedir. Küçük boyutlu partiküllerin yüksek miktarda bulunması yoğunluğu artırmaktadır (Nath ve Satpathy, 1998). Yağın ve sıkıştırılmış yoğunluk değerleri, sadece maltodekstrin kullanılarak üretilen örnekler ile kıyaslandığında yağsız süt tozu içeren örneklerde azalmıştır. Sıkıştırılmış yoğunluk ve yağın yoğunluk arasındaki yüksek orandaki fark ürünlerin akabilirliğinin kötü olduğunu ve kekleşmenin yüksek olduğunu göstermektedir. Yağ/yağsız süt tozu oranı, emülsiyonun kuru madde oranı, püskürtmeli kurutucu giriş sıcaklığı ve kuru hava akış hızı gibi faktörlere bağlı olarak

nar çekirdek yağının yağın yoğunluğu 200 ile 600 kg/m<sup>3</sup> aralığında değiştiği rapor edilmiştir (Goula ve Adamopoulos, 2012). Hausner oranının 37.44 ile 44.50 değerleri arasında ve Carr indeks değerlerinin 1.4'ten büyük olması elde edilen mikrokapsüllerin akış özelliklerinin kötü olduğunu göstermektedir.

#### Uygun kaplama maddesi karışımının belirlenmesi

Simplex Lattice deneme desenine göre yürütülen analizlerden elde edilen sonuçlara göre mikroenkapsülasyon verimi ve etkinliği üzerine yağsız süt tozu ve maltodekstrin kullanımının etkileri Design Expert programı kullanılarak incelenmiştir. Modellerin önemi ve uygunluğu ANOVA kullanılarak belirlenmiştir. ANOVA sonuçları ve modellerin katsayıları Çizelge 2'de verilmiştir. Mikroenkapsülasyon verimi ve etkinliği için sırayla 0.9317 ve 0.9632 R<sup>2</sup> değerleri ile kuadratik modeller uygun bulunmuştur. Mikroenkapsülasyon verimi için yüksek tahmin edilen-R<sup>2</sup> =0.8613 ve ayarlanmış-R<sup>2</sup> =0.9044

değerleri arasındaki farkın 0.2'ten düşüktür. Ayrıca modelin doğruluğunu gösteren uyum eksikliği değeri istatistiksel ( $P>0.05$ ) olarak önemsizdir. Enkapsülasyon verimi üzerine yağsız süt tozu ve maltodekstrinin bireysel ve karışım olarak kullanımı istatistiksel ( $P<0.001$ ) olarak önemli bulunmuştur. Mikroenkapsülasyon etkinliği için tahmin edilen- $R^2$  ve ayarlanmış- $R^2$

değerleri arasındaki fark mikroenkapsülasyon verimi ile benzer şekilde 0.2'den küçüktür. Uyum eksikliği değeri istatistiksel ( $P>0.05$ ) olarak önemsizdir. ANOVA sonuçlarına göre yağsız süt tozu ve maltodektrin karışımının kullanımı mikroenkapsülasyon etkinliği üzerine istatistiksel olarak ( $P=0.0015$ ) önemli düzeyde etkilidir.

Çizelge 2. Mikroenkapsülasyon verimi ve etkinliği için ANOVA sonuçları

Table 2. ANOVA results for encapsulation yield and efficiency

Bileşenler <i>Component</i>	Katsayılar <i>Coefficient</i>	Mikroenkapsülasyon verimi <i>Microencapsulation yield</i>	Mikroenkapsülasyon etkinliği <i>Microencapsulation efficiency</i>
A-Yağsız süt tozu <i>Skimmed milk powder</i>	$\beta_1$	+39.99	+67.07
B-Maltodektrin <i>Maltodextrin</i>	$\beta_2$	+22.44	+18.18
AB	$\beta_{12}$	+40.31	+108.55
$R^2$		0.9317	0.9632
Ayarlanmış- $R^2$ <i>Adjusted-<math>R^2</math></i>		0.9044	0.9485
Tahmini $R^2$ <i>Predicted-<math>R^2</math></i>		0.8613	0.9169
p-değeri <i>p-value</i>		0.0012	0.0003
F değeri <i>F value</i>		34.12	65.50
Uyum eksikliği <i>Lack of fit</i>		0.1187	0.2404

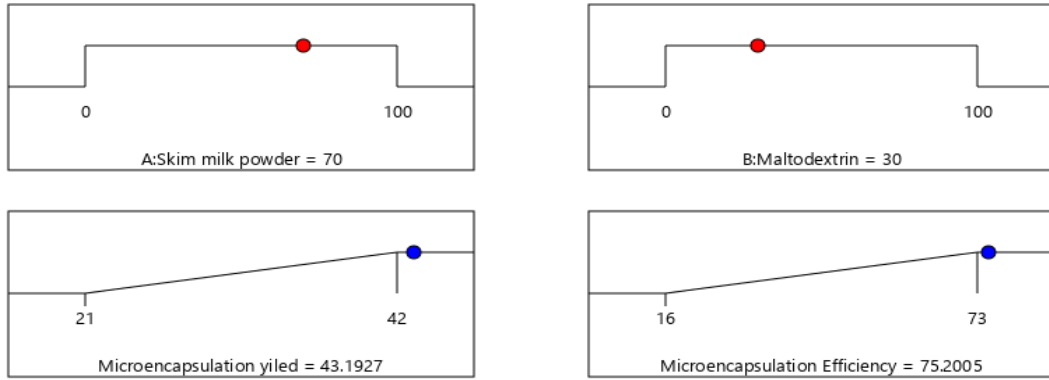
En uygun kaplama maddesi karışımının seçiminde mikroenkapsülasyon verimi ve etkinliği değerlerinin maksimum olduğu noktanın belirlenmesi amaçlanmıştır. En uygun kaplama maddesi oranı %70 yağsız süt tozu ve %30 maltodektrin içeren karışım olarak bulunmuştur. Bu noktada tahmin edilen mikroenkapsülasyon verimi ve etkinliği değerleri sırasıyla %43.1927 ve 75.2005 olarak belirlenmiştir (Şekil 1). Bu kaplama maddesi karışımı kullanılarak yürütülen püskürterek kurutma işleminde mikroenkapsülasyon verimi ve etkinliği değerleri %42.98±1.05 ve %75.85±0.92 olarak belirlenmiş ve elde edilen sonuçlar arasında istatistiksel olarak bir fark yoktur. Bu bulgu yağsız süt tozu ve maltodekstrinin farklı oranlarda kullanımının kuadratik modeller ile açıklanabileceğini göstermektedir.

### Moleküler özellikler

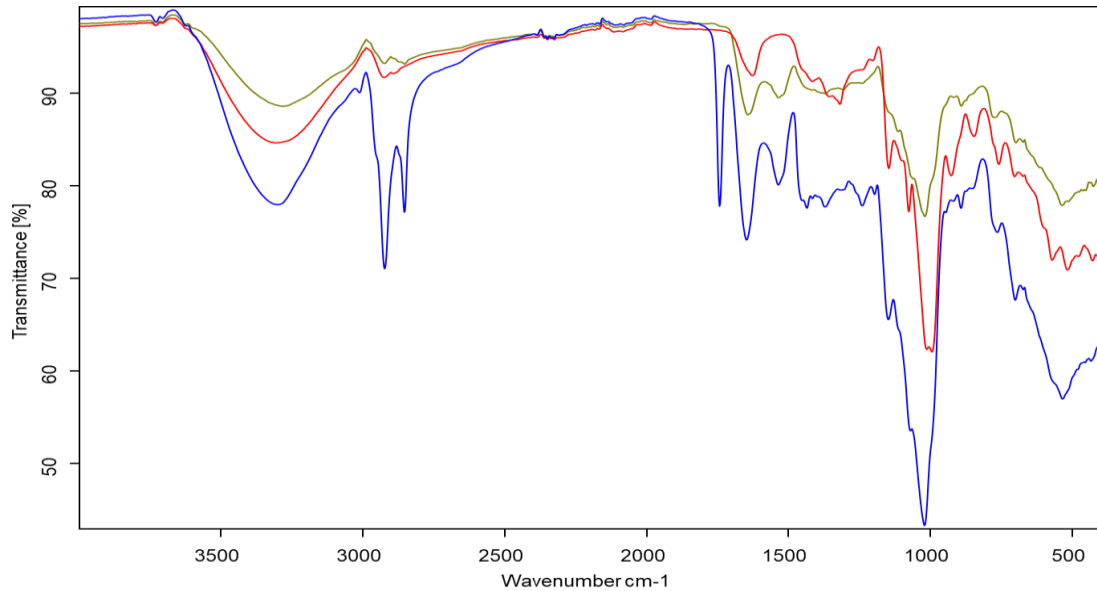
Kaplama maddeleri (yağsız süt tozu ve maltodektrin), KLA bakımından zengin yağ ve mikroenkapsüllerin FTIR spektrumları Şekil 2'de verilmiştir. FTIR analizi mikroenkapsülleri oluşturan bileşenler arasındaki etkileşimi belirlemek için kullanılmaktadır. KLA bakımından zengin yağ için 2923.09  $\text{cm}^{-1}$ 'de elde edilen pik hidrokarbon zincirindeki asimetric yağ asitlerini ifade etmektedir (Kadamne vd., 2009). Benzer şekilde mikroenkapsüllerde gözlenen ancak yağsız süt tozu ve maltodekstrinde gözlenmeyen 2923.14  $\text{cm}^{-1}$ 'deki pik mikroenkapsüllerin yüzeyinde yağın varlığının bir göstergesidir. Deformasyonlar ve bükülme bölgelerinde bulunan ve tüm örneklerde ölçülen 1461.20  $\text{cm}^{-1}$  yer alan pikin hem  $\text{CH}_2$  ve  $\text{CH}_3$  alifatik gruplarının bükülme titreşimlerini belirttiği hem de yağlarda toplam doymamışlık derecesini göstermektedir. Çift bağ

gerilim bölgesinde yer alan 1800-1600  $\text{cm}^{-1}$  bandında görülen 1743  $\text{cm}^{-1}$ 'deki pik trigliseridlerin karbonil ester fonksiyonel gruplarını belirtmektedir (Roach vd., 2002). Trans, trans KLA izomerleri, 988  $\text{cm}^{-1}$ 'de bir pik üretirken ve cis, trans KLA izomerleri, sırasıyla 981 ve 947  $\text{cm}^{-1}$ 'de iki pik üretmektedir (Christy vd., 2003). Buna göre 983,71  $\text{cm}^{-1}$ 'de yer alan bandın trans, trans KLA izomerinden

kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu karakteristik piklerin mikrokapsüllerde görülmemiş olması kaplama maddesi ile KLA ile zenginleştirilmiş yağ arasında herhangi bir reaksiyonun olmadığını göstermektedir. Bu bulguya göre KLA bakımında zengin yağ yağsız süt tozu ve maltodekstrin karışımında mikrokapsülasyonu kimyasal reaksiyondan ziyade fiziksel bir etki ile gerçekleşmektedir.



Şekil 1. Optimum kaplama maddesi oranları ve tahmin edilen değerler  
*Figure 1. Optimum coating material ratios and predicted values*

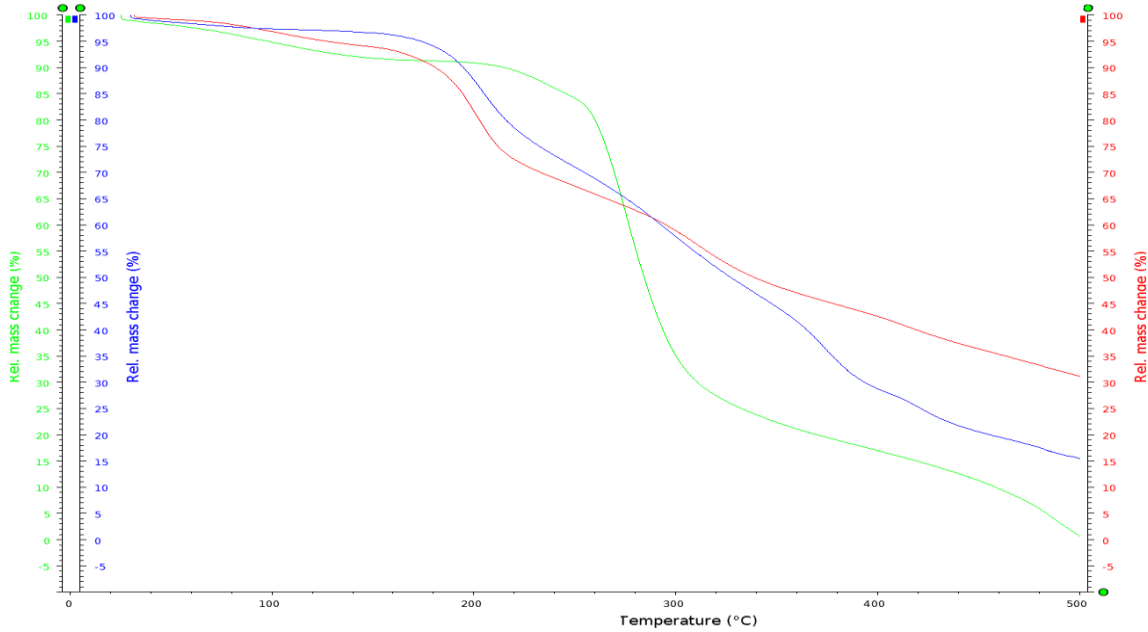


*Figure 2. Fourier transformed infrared spectra of milk powder (Green), maltodextrin (Red) and encapsulated powders (Blue)*

### Termal özellikler

Yağsız süt tozu, maltodekstrin ve mikrokapsüllerin termal özellikleri termogravimetrik analiz yoluyla belirlenmiştir. Örneklere ait ağırlık kaybı eğrileri Şekil 3'te verilmiştir. Elde edilen eğriler arasındaki farklılıklar örneklerin farklı bozulma mekanizmaları gösterdiğini ortaya koymaktadır. Termogravimetrik eğriler incelendiğinde 100-200°C aralığında maltodekstrinin diğer örneklere kıyasla daha yüksek termal dayanıklılık gösterdiği belirlenmiştir. Yağsız süt tozu ve mikrokapsüller için ilk dikkate değer termal parçalanma 175-182°C aralığında meydana gelirken maltodekstrin

için 252°C'de kütlede önemli değişimler gözlenmiştir. Yağsız süt tozu ve mikrokapsüller 300°C sıcaklığa kadar benzer termogravimetrik özellikler göstermiştir. Ancak 300°C sıcaklıktan sonra hem maltodekstrinin hem de yağsız süt tozunun özelliklerine bağlı olarak farklı bir eğri elde edilmiştir. Analiz sonucunda 500°C sıcaklık uygulandığında, mikrokapsüle toz ve maltodekstrinin kütlelerinde sırasıyla %68, 84 ve 99 kayıp meydana gelmiştir. Bu sonuçlar göstermektedir ki hem yağsız süt tozunun hem de maltodekstrinin termal özellikleri mikrokapsüllerin özelliklerini etkilemektedir.



Şekil 3. Mikrokapsüle tozların (Mavi), Maltodekstrin (Yeşil) ve yağsız süt tozuna (Kırmızı) ait termogravimetrik analiz sonuçları

Figure 3. Thermogravimetric analysis results of encapsulated powders (Blue), Maltodextrin (Green) and milk powder (Red)

### Morfolojik özellikler

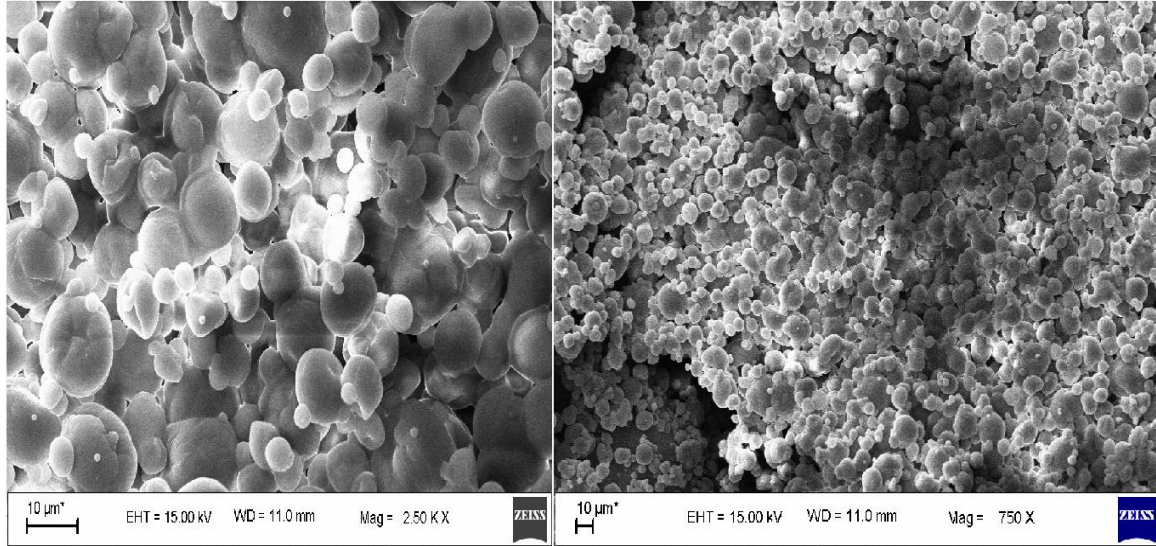
Mikrokapsüllerin taramalı elektron mikroskopu görüntüleri Şekil 4'te verilmiştir. Optimum kaplama maddesi karışımıyla üretilen mikrokapsüller, dağınık yapıda küresel nispeten pürüzsüz bir yapı göstermektedir. Bu şekilde yapıda mikrokapsüllerin üretilmiş olması depolamada yağın oksidasyondan korunarak uzun süreli depolanabileceğinin bir göstergesidir. Ayrıca, bu kaplama maddesi karışımı ile farklı

boyutlarda mikrokapsüllerin oluştuğu ve uniform bir yapının olmadığı belirlenmiştir. Yağsız süt tozu ve maltodekstrin ile elde edilen mikrokapsüllerin topaklaşma göstermemektedir. Ancak bazı çalışmalarda farklı materyallerin mikrokapsülasyonunda sadece yağsız süt tozu veya yağsız süt tozu+maltodekstrin kullanıldığında çukurlu yapıların oluştuğu rapor edilmiştir (Kalušević vd., 2017; Shamaei vd., 2017). Shamaei vd., (2017) tarafından yapılan



çalışmada 140°C giriş sıcaklığında püskürtmeli kurutucu ile kaplama maddesi olarak %50 yağsız süt tozu ve %50 maltodekstrin kullanıldığında ceviz yağı mikrokapsüllerinin çukurlu yapılar

oluşturduğu görülmüştür. Bu durum bizim çalışmamıza kıyasla düşük kurutma sıcaklığının kullanılması ile açıklanabilir.



Şekil 4. Mikrokapsüle tozların taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

*Figure 4. Scanning electron microscope images of encapsulated powders*

### SONUÇ

Bu çalışmada, kaplama maddesi olarak yağsız süt tozu ve maltodekstrin farklı oranlarda kombine edilerek KLA bakımından zengin yağ mikrokapsüle edilmiştir. Simplex Lattice deneme deseni kullanılarak belirlenen 8 farklı noktada mikrokapsülasyon işlemi gerçekleştirilmiş ve mikrokapsüle toz ürünlerin analizleri yürütülmüştür. Sadece maltodekstrin kullanılarak üretilen mikrokapsüller en düşük mikrokapsülasyon verimi ve etkinliği değerlerini göstermiştir. Yapılan optimizasyon işlemi sonucunda, verim ve etkinlik değerlerini maksimize etmek için kullanılması gereken karışım oranları %70 yağsız süt tozu ve %30 maltodekstrin olarak belirlenmiştir. Elde edilen sonuçların uygunluğu doğrulama analizleri yapılarak belirlenmiştir. Optimum noktada elde edilen mikrokapsüller genellikle pürüzsüz yapılar göstermiştir. Kaplama maddesi ve yağ arasında moleküler olarak herhangi bir etkileşimin olmadığı mikrokapsülasyonun fiziksel olarak gerçekleştiği belirlenmiştir. Ayrıca mikrokapsüllerin sıcaklık stabilitelerinin kullanılan kaplama maddesi ile ilişkili olduğu ortaya

konulmuştur. Ancak üretilen tozlar istenmeyen özelliklerde akış özellikleri sergilemiştir. Bu sebeple yağsız süt tozu ile farklı kaplama maddelerinin kullanımı toz ürünlerin akış özelliklerini geliştirmek için araştırılmalıdır.

### ÇIKAR ÇATIŞMASI BEYANI

Yazarlar arasında çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### YAZAR KATKILARI

HE, araştırmanın yürütülmesi, değerlendirilmesi ve yazımını sağlamıştır. HA analizlerin planlanması, gerçekleştirilmesi, değerlendirilmesi ve yazımını sağlamıştır. Yazarlar makalenin son halini okumuş ve onaylamışlardır.

### TEŞEKKÜR

Bu çalışma Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenen GTB 2018/05-BAGEP nolu "Mikrodalga Işınım ve Ultrases Dalgaları ile Konjuge Linoleik Asit Üretiminin Optimizasyonu ve Margarin Formülasyonunda Kullanımı" başlıklı proje kapsamında üretilmiştir.

## KAYNAKLAR

- Aghbashlo, M., Mobli, H., Madadlou, A., Rafiee, S. (2012). The correlation of wall material composition with flow characteristics and encapsulation behavior of fish oil emulsion. *Food Research International*, 49(1), 379-388.
- Aghbashlo, M., Mobli, H., Madadlou, A., Rafiee, S. (2013). Influence of wall material and inlet drying air temperature on the microencapsulation of fish oil by spray drying. *Food and Bioprocess Technology*, 6(6), 1561-1569.
- Alaşalvar, H., Erinç, H., Salur, F., Özbey, A. (2019). Production of Conjugated Linoleic Acid by Microwave-Assisted and Ultrasound-Assisted Alkali Isomerization: Effects of Microwave Power and Ultrasound Amplitude. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 96(7), 839-846.
- Başıyigit, B., Sağlam, H., Kandemir, Ş., Karaaslan, A., Karaaslan, M. (2020). Microencapsulation of sour cherry oil by spray drying: Evaluation of physical morphology, thermal properties, storage stability, and antimicrobial activity. *Powder Technology*, 364, 654-663. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.02.035>
- Choque, B., Catheline, D., Rioux, V., Legrand, P. (2014). Linoleic acid: between doubts and certainties. *Biochimie*, 96, 14-21.
- Christy, A. A., Egeberg, P. K., Østensen, E. T. (2003). Simultaneous quantitative determination of isolated trans fatty acids and conjugated linoleic acids in oils and fats by chemometric analysis of the infrared profiles. *Vibrational Spectroscopy*, 33(1-2), 37-48.
- Costa, a. M., Nunes, J., Lima, B., Pedrosa, C., Calado, V., Torres, A., Pierucci, A. (2015). Effective stabilization of CLA by microencapsulation in pea protein. *Food Chemistry*, 168, 157-166.
- F. Gibbs, S. K., Inteaz Alli, Catherine N. Mulligan, Bernard. (1999). Encapsulation in the food industry: a review. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 50(3), 213-224.
- Fernandez-Avila, C., Arranz, E., Guri, A., Trujillo, A., Corredig, M. (2016). Vegetable protein isolate-stabilized emulsions for enhanced delivery of conjugated linoleic acid in Caco-2 cells. *Food Hydrocolloids*, 55, 144-154.
- Holgado, F., García-Martínez, M. C., Velasco, J., Ruiz-Méndez, M. V., Márquez-Ruiz, G. (2018). Microencapsulation of Conjugated Linoleic Acid (CLA)-Rich Oil with Skimmed Milk Components Protects against Polymerization. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 95(11), 1399-1408.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G. (2012). A method for pomegranate seed application in food industries: Seed oil encapsulation. *Food and Bioprocess Technology*, 90(4), 639-652.
- Güney, A., Alaşalvar, H., Erinç, H. (2020). Margarin Formülasyonunda Konjüğe Linoleik Asit Kullanımının Depolama Stabilitesi Üzerine Etkisi. *Gıda*, 45(5), 997-1008.
- Jimenez, M., Garcia, H., Beristain, C. (2004). Spray-drying microencapsulation and oxidative stability of conjugated linoleic acid. *European Food Research and Technology*, 219(6), 588-592.
- Jimenez, M., Garcia, H., Beristain, C. (2006). Spray-dried encapsulation of conjugated linoleic acid (CLA) with polymeric matrices. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86(14), 2431-2437.
- Jinapong, N., Suphantharika, M., Jamnong, P. (2008). Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 84(2), 194-205.
- Kadamne, J. V., Jain, V. P., Saleh, M., Proctor, A. (2009). Measurement of conjugated linoleic acid (CLA) in CLA-rich soy oil by attenuated total reflectance–fourier transform infrared spectroscopy (ATR–FTIR). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(22), 10483-10488.
- Kagami, Y., Sugimura, S., Fujishima, N., Matsuda, K., Kometani, T., Matsumura, Y. (2003). Oxidative stability, structure, and physical characteristics of microcapsules formed by spray drying of fish oil with protein and dextrin wall materials. *Journal of Food Science*, 68(7), 2248-2255.
- Kalušević, A., Lević, S., Čalija, B., Pantić, M., Belović, M., Pavlović, V., Nedović, V. (2017). Microencapsulation of anthocyanin-rich black soybean coat extract by spray drying using

- maltodextrin, gum Arabic and skimmed milk powder. *Journal of Microencapsulation*, 34(5), 475-487.
- Kim, S. J., Park, G. B., Kang, C. B., Park, S. D., Jung, M. Y., Kim, J. O., Ha, Y. L. (2000). Improvement of oxidative stability of conjugated linoleic acid (CLA) by microencapsulation in cyclodextrins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(9), 3922-3929.
- Kim, Y., Kim, J., Whang, K.-Y., Park, Y. (2016). Impact of conjugated linoleic acid (CLA) on skeletal muscle metabolism. *Lipids*, 51(2), 159-178.
- Labuschagne, P. (2018). Impact of wall material physicochemical characteristics on the stability of encapsulated phytochemicals: A review. *Food Research International*, 107, 227-247. doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.02.026>
- Lee, J.-S., Song, Y.-B., Lee, J. Y., Kim, M. K., Jun, S. J., Lee, H. G. (2009). Optimization and oxidative stability of the microencapsulated conjugated linoleic acid. *International Journal of Biological Macromolecules*, 45(4), 348-351.
- Nath, S., ve Satpathy, G. R. (1998). A systematic approach for investigation of spray drying processes. *Drying Technology*, 16(6), 1173-1193.
- Roach, J. A., Mossoba, M. M., Yurawecz, M. P., Kramer, J. K. (2002). Chromatographic separation and identification of conjugated linoleic acid isomers. *Analytica Chimica Acta*, 465(1-2), 207-226.
- Roccia, P., Martínez, M. L., Llabot, J. M., Ribotta, P. D. (2014). Influence of spray-drying operating conditions on sunflower oil powder qualities. *Powder Technology*, 254, 307-313.
- Shamaei, S., Seiedlou, S. S., Aghbashlo, M., Tsotsas, E., Kharaghani, A. (2017). Microencapsulation of walnut oil by spray drying: Effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 39, 101-112. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2016.11.011>
- Tonon, R. V., Grosso, C. R., Hubinger, M. D. (2011). Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. *Food Research International*, 44(1), 282-289.
- Torres-Giner, S., Martinez-Abad, A., Ocio, M. J., Lagaron, J. M. (2010). Stabilization of a nutraceutical omega-3 fatty acid by encapsulation in ultrathin electrosprayed zein prolamine. *Journal of Food Science*, 75(6), N69-N79.
- Velasco, J., Marmesat, S., Dobarganes, C., Márquez-Ruiz, G. (2006). Heterogeneous aspects of lipid oxidation in dried microencapsulated oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(5), 1722-1729.