

NGHIÊN CỨU BẢO QUẢN HẠT VI BAO TINH DẦU CHANH BẰNG HỆ ALGINATE-CALCI VÀ ALGINATE-CALCI-CHITOSAN SAU KHI SẤY

● ĐÀO NGỌC DUY - NGUYỄN THANH PHƯƠNG - NGUYỄN BẢO VIỆT

TÓM TẮT:

Nghiên cứu khảo sát ảnh hưởng của thời gian bảo quản ở điều kiện môi trường khác nhau đối với các hạt vi bao tinh dầu chanh hệ Alginate-Calci và Alginate-Calci-Chitosan được sấy bằng các phương pháp khác nhau. Điều kiện bảo quản hạt vi bao sau sấy ở 2 môi trường: nhiệt độ 35°C và ở 20°C. Kết quả cho thấy, điều kiện bảo quản ở nhiệt độ thường 35°C và nhiệt độ 20°C đều cho thấy sự thất thoát tinh dầu chanh trong hạt vi bọc hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan, tuy nhiên mức độ thất thoát đều không quá 50% sau 28 ngày bảo quản và có sự tương thích của sự thất thoát tinh dầu chanh ở cả 2 nhiệt độ này. Đồng thời hạt vi bao bằng phương pháp ion-gel hệ Alginate-Calci-Chitosan cho hiệu quả vi bọc tốt hơn trong bảo quản vì mức độ thất thoát tinh dầu ít hơn hệ Alginate-Calci đối với cả hạt sấy bằng phương pháp sấy khay và sấy tầng sôi.

Từ khóa: bảo quản, vi bọc, LC - Loading Capacity: năng suất tải, hệ Alginate-Calci, hệ Alginate-Calci-Chitosan.

1. Đặt vấn đề

Hiện nay chưa có sản phẩm vi bọc tinh dầu chanh tiêu thụ trên thị trường trong và ngoài nước do giá thành khá cao. Tinh dầu chanh thường chỉ sử dụng ở dạng tinh dầu nên thời gian bảo quản và hiệu quả sử dụng không được lâu. Tuy nhiên, tinh dầu chanh cũng rất dễ bị phân hủy và thời gian sử dụng rất ngắn, để cải thiện điều này đã có nhiều nghiên cứu vi bọc tinh dầu chanh để sử dụng được lâu dài. Hiện nay, các nghiên cứu về vi bọc tinh dầu bằng alginate vẫn còn hạn chế và chưa dùng các phương pháp sấy khác nhau để khảo sát giá hiệu quả giữ tinh dầu trong hệ ion-gel nhất là hệ alginate-calci-chitosan để vi bọc tinh dầu. Mặc dù vậy lại chưa có

nhiều nghiên cứu bảo quản hạt vi bọc tinh dầu chanh khô, thực tế hạt vi bọc tinh dầu khô có rất nhiều ứng dụng trong thực tế vì thời gian bảo quản tinh dầu được lâu hơn. Nghiên cứu này sử dụng các hạt vi bọc đã được sấy bằng các phương pháp khác nhau để đánh giá khả năng bảo quản của tinh dầu của chúng. Điều kiện đánh giá là khảo sát khả năng lưu trữ tinh dầu của hạt vi bọc trong điều kiện môi trường bình thường 35°C và điều kiện khí hậu mát mẻ 20°C.

2. Tổng quan nghiên cứu

Vi bọc (microencapsulation) là một quá trình bọc (bao) một chất trong một chất khác để tạo ra các hạt, phần tử có đường kính vài nanometer (nm)

đến vài millimeter (mm). Mục đích là bảo vệ hoạt chất khỏi sự tác động của môi trường bên ngoài như ánh sáng, ẩm độ, nhiệt độ, oxygen và các hóa chất khác, từ đó tăng thời hạn sử dụng trong bảo quản, giảm hư hỏng sản phẩm trong chế biến. Ngoài ra, vi bọc còn giúp kiểm soát sự phóng thích hoạt chất theo ý muốn.

Có nhiều phương pháp vi bọc đã được ứng dụng. Công trình nghiên cứu của Don Home (2013) về vi bọc beta- carotene bằng kết tụ phức chitosan-alginate có hiệu suất vi bọc 54.7%, bằng phương pháp sấy phun có hiệu suất 39.5%. Các nghiên cứu trong nước về vi bọc dầu gấc có: Nhóm tác giả ThS.Trần Hải Đăng (2013) của Đại học Nha Trang dùng phương pháp sấy phun cho hiệu quả vi bọc caroten là 80%. Nhóm tác giả Trương Vĩnh và Lê Đức Ân (2012) của Trường Đại học Nông Lâm TP. Hồ Chí Minh nghiên cứu vi bọc tinh dầu ngò cho hiệu quả vi bọc 72%, hiệu suất thu hồi bột 49%. Nhóm tác giả Trần Vĩnh Phương và Nguyễn Thị Sương, khóa luận tốt nghiệp (2012) cho kết quả vi bọc tinh dầu sả cho hiệu quả 87.6%, hiệu suất thu hồi bột 58%.

Nghiên cứu của Drusch (2007) về vi bọc pectin kỵ nước ứng dụng cho thực phẩm bằng phương pháp sấy phun hay của Tan (2009) cho vi bọc dầu bằng alginate chỉ đạt được kết quả hiệu suất vi bọc là 50%. Peniche (2004) đề xuất khả năng tăng cao hàm lượng dầu vi bọc bằng cách bổ sung chitosan cho quá trình, kết quả đạt được là 65-70%. Công trình vi bọc Eugenol bằng gelatin-alginate thực hiện bởi Ujwala (2011) tập trung đánh giá cấu trúc và hiệu suất vi bọc hoạt chất.

Hạt vi bao nếu không được bảo quản đúng cách sẽ dẫn đến dễ bị thất thoát các hoạt chất vi bọc (nhất là tinh dầu), do đó để bảo quản được tốt hạt vi bao, ta cần phải có phương pháp bảo quản thích hợp.

Tinh dầu chanh có thành phần hóa học chủ yếu là hợp chất limone (LTT Xuân, 2015), được sử dụng làm hương liệu trong thực phẩm, dược phẩm và mỹ phẩm dưới dạng vi bọc (Martins & ctv., 2014). Tinh dầu chanh được vi bọc bằng nhiều phương pháp như trùng hợp (polymerization) sử dụng urea-formaldehyde (Park & ctv., 2001), kết tụ phức (complex coacervation) sử dụng hai polyemer

là whey protein và gum Arabic (weinbreck & ctv., 2004) và bằng sấy phun với khả năng tải tinh dầu là 10% (Kausadikar & ctv., 2014). Gần đây mới có nghiên cứu vi bọc tinh dầu chanh bằng phương pháp ion-gel hệ Alginate-Ca (Vinh Truong, & ctv., 2020), dùng phương pháp nhỏ giọt kim tiêm tạo hạt Alginate-Ca, khoảng nồng độ alginate khảo sát là 1 - 4%. Tuy nhiên, hiện nay, chưa có các nghiên cứu đánh giá ảnh hưởng của các phương pháp sấy hạt vi bao tinh dầu chanh bằng phương pháp ion-gel hệ Alginate-Ca và nghiên cứu đánh giá khả năng bảo quản tinh dầu của hạt vi bao.

Vì vậy, nghiên cứu này nhằm mục đích đánh giá được khả năng lưu giữ tinh dầu sau thời gian dài bảo quản của hạt vi bọc hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan.

3. Phương pháp nghiên cứu

Nghiên cứu thời gian bảo quản của hạt vi bao hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan sau khi sấy bằng phương pháp sấy khay: Điều kiện bảo quản khảo sát là nhiệt độ khảo sát là 35°C và 20°C, thời gian khảo sát 28 ngày. Khảo sát với cả 2 hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan.

Nghiên cứu thời gian bảo quản của hạt vi bao hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan sau khi sấy bằng phương pháp sấy tầng sôi: Điều kiện bảo quản khảo sát là nhiệt độ khảo sát 35°C và 20°C, thời gian khảo sát là 28 ngày. Khảo sát với cả 2 hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan.

Nghiên cứu thời gian bảo quản của hạt vi bao hệ Alginate-Calci sau khi sấy bằng phương pháp sấy chân không: Điều kiện bảo quản khảo sát là nhiệt độ khảo sát 35°C và 20°C, thời gian khảo sát là 28 ngày. Khảo sát với cả 2 hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan.

** Xác định các chỉ tiêu hạt vi bao sau sấy:*

- Xác định hàm lượng tinh dầu bằng máy quang phổ UV-Vis: Được tiến hành bằng phương pháp mô tả bởi Parris và đồng nghiệp với sự cải tiến nhỏ, lượng tinh dầu vi bọc được xác định bằng cách chiết từ 1g hạt tươi bằng cách hòa tan với 5ml Natri Citrate (0,055M) và 5ml n-hexan. Rồi lắc rung mẫu bằng máy vortex, tiếp đến ly tâm ở 6000 vòng/phút trong 10 phút, thu lớp hexan ở trên đo độ hấp thu bằng máy đo quang phổ hấp thu UV-Vis, sử dụng

phương pháp dựng đường chuẩn để xác định lượng tinh dầu có trong mẫu.

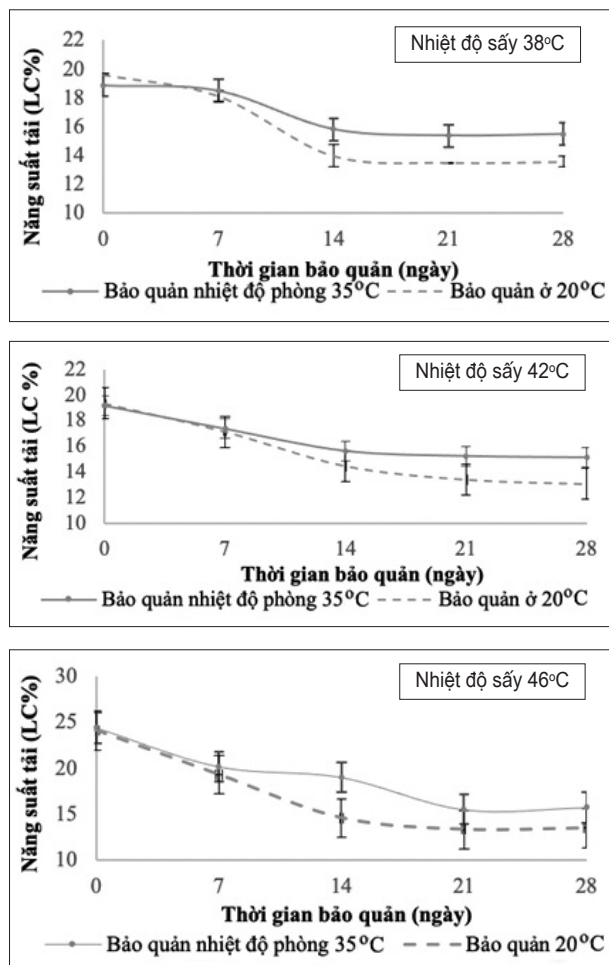
- Năng suất tải thực tế (LC - Loading Capacity, %): khối lượng tinh dầu có trong 1 gam hạt vi bọc, thể hiện mức độ tải nạp tinh dầu của hạt vi bọc.

$$LC (\%) = \frac{\text{Khối lượng tinh dầu vi bọc}}{\text{khối lượng hạt}} \cdot 100 [4]$$

Với: Khối lượng tinh dầu vi bọc bao gồm khối lượng tinh dầu trên bề mặt và cả bên trong hạt vi bọc.

Khối lượng tinh dầu tổng sử dụng là khối lượng tinh dầu ban đầu cho vào để đồng hóa tạo hệ nhũ tương, được tính theo công thức năng suất tải thiết kế. Khối lượng tinh dầu trong hạt là khối lượng được bọc bên trong lớp vỏ hạt vi bọc.

Hình 1: Biểu đồ thể hiện sự thay đổi năng suất tải mẫu khi bảo quản sau khi sấy ở các nhiệt độ sấy khay khác nhau đối với hệ Alginate-Calcii



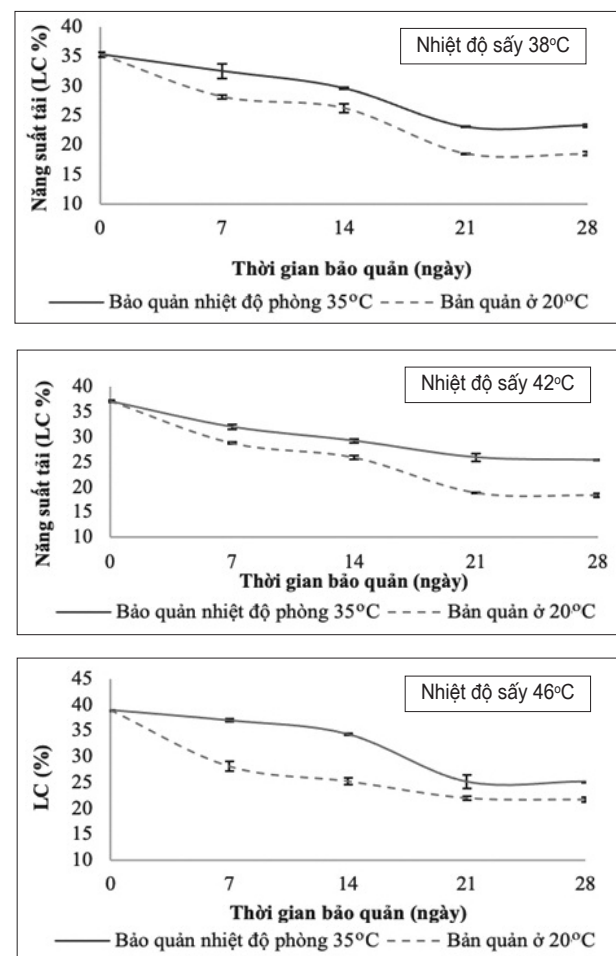
4. Kết quả và thảo luận

4.1. Kết quả bảo quản của hạt vi bao hệ Alginate-Calcii và hệ Alginate-Calcii-Chitosan sau khi sấy bằng phương pháp sấy khay (Hình 1)

Theo kết quả trong thời gian bảo quản, năng suất tải đều giảm theo thời gian bảo quản, giai đoạn giảm nhanh nhất là từ 7 - 14 ngày, giai đoạn từ 14 - 28 ngày thì ít giảm hơn nhiều (đồ thị là đoạn đi ngang). Kết quả cho thấy trong phương pháp sấy khay năng suất tải giảm xuống còn $13,46 \pm 0,13$ sau thời gian bảo quản 28 ngày kể cả ở nhiệt độ phòng 35°C và nhiệt độ 20°C . Tương ứng giảm chỉ còn 56% sau 28 ngày bảo quản. (Hình 2)

Theo kết quả trong thời gian bảo quản, năng suất tải đều giảm theo thời gian bảo quản, tuy

Hình 2: Biểu đồ thể hiện sự thay đổi năng suất tải mẫu khi bảo quản sau khi sấy ở các nhiệt độ sấy khay khác nhau đối với hệ Alginate-Calcii-Chitosan



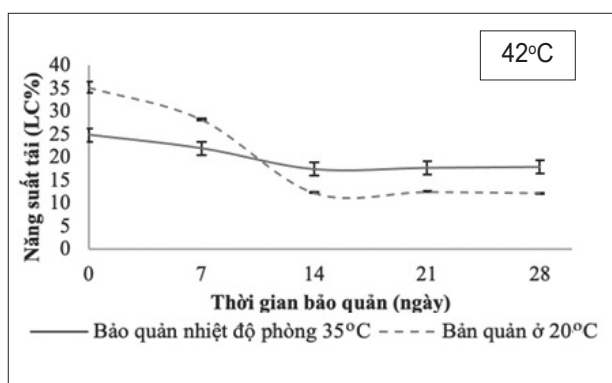
nhiên khả năng bảo quan tinh dầu vẫn còn đáng kể vì đồ thị đi ngang và ít dốc. Kết quả đối với hạt vi bao hệ Alginate-Calci-Chitosan, năng suất tải giảm còn 61% sau 28 ngày bảo quản với cả ở nhiệt độ thường 35°C và nhiệt độ 20°C.

4.2. Kết quả bảo quản của hạt vi bao hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan sau khi sấy bằng phương pháp sấy tầng sôi (Hình 3)

Theo kết quả cho thấy lượng tinh dầu giảm theo thời gian bảo quản, nhất là trong 14 ngày đầu tiên, sau đó hàm lượng tinh dầu ít giảm hơn. Năng suất tải giảm chỉ còn 51% sau 28 ngày bảo quản. (Hình 4)

Theo kết quả cho thấy lượng tinh dầu giảm theo thời gian bảo quản, tuy nhiên độ giảm năng suất tải theo thời gian bảo quản không nhiều, đồ thị không giảm nhiều. Năng suất tải giảm còn 56% sau 28 ngày bảo quản.

Hình 3: Biểu đồ thể hiện sự thay đổi năng suất tải sau thời gian bảo quản khi sấy tầng sôi hệ Alginate-Calci



4.3. Kết quả bảo quản của hạt vi bao hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan sau khi sấy bằng phương pháp sấy chân không (Hình 5)

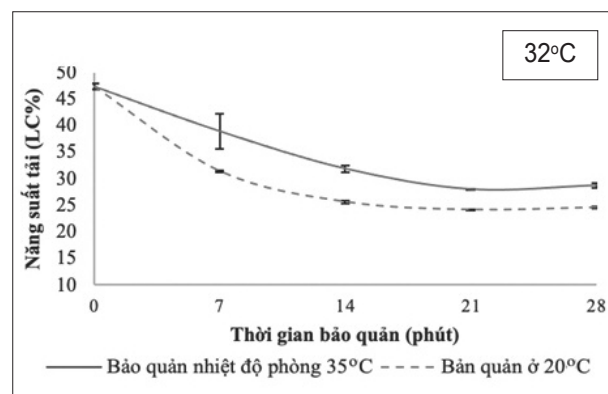
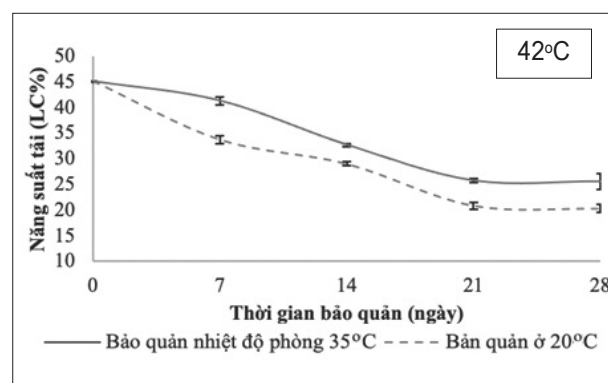
Nhiệt độ sấy ảnh hưởng đến năng suất tải còn lại sau 28 ngày bảo quản. Sau thời gian bảo quản, hàm lượng tinh dầu cũng đã thất thoát 1 cách đáng kể. Năng suất tải còn lại là 53% sau 28 ngày bảo quản.

5. Kết luận và kiến nghị

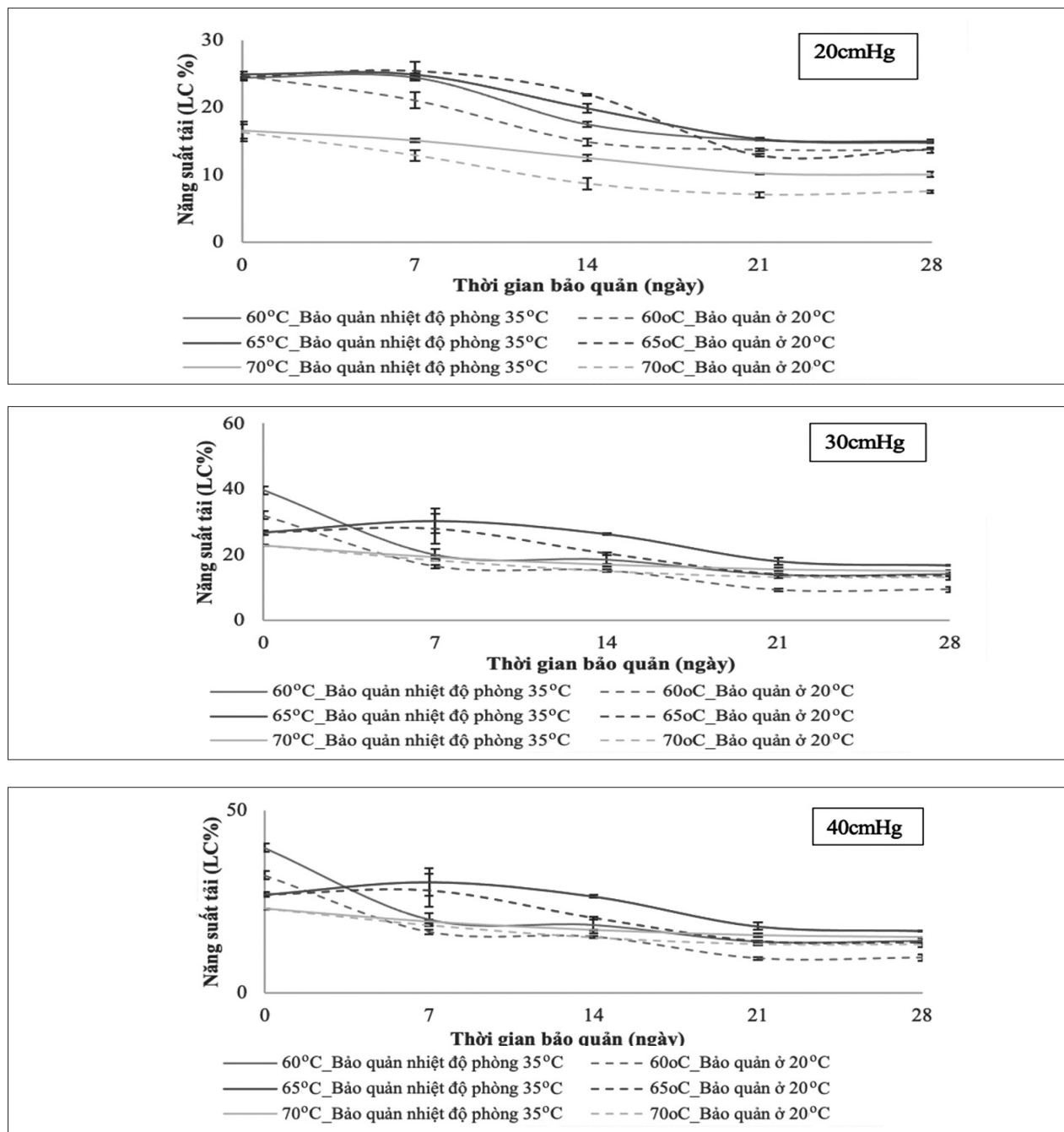
5.1. Kết luận

Hệ Alginate-Calci-Chitosan cho năng suất tải còn lại sau thời gian bảo quản tốt hơn hệ Alginate-Calci, chứng tỏ hệ Alginate-Calci-Chitosan cho hiệu quả vi bọc tốt hơn về mặt lưu trữ tinh dầu. Điều này đúng cho cả hạt vi bọc được sấy bằng cả phương pháp sấy khay và sấy chân không. Nghiên cứu cũng chỉ ra rằng, giữa

Hình 4: Biểu đồ thể hiện sự thay đổi năng suất tải sau thời gian bảo quản khi sấy tầng sôi của hệ Alginate-Calci-Chitosan



Hình 5: Biểu đồ thể hiện sự thay đổi năng suất tải khi bảo quản sau sấy chân không với nhiệt độ và áp suất chân không tương ứng đối với hệ Alginate-Calcii



khoảng nhiệt độ 20°C và 35°C, khả năng thất thoát tinh dầu tương ứng với nhau. Điều đó chỉ ra rằng, hạt vi bọc có thể lưu trữ tinh dầu thời gian dài (trên 28 ngày) trong điều kiện bình thường mà vẫn giữ được lượng tinh dầu trên 50% so với hạt sau khi sấy.

5.2. Kiến nghị

Cần nghiên cứu thêm các môi trường bảo quản mới như bảo quản lạnh hoặc đông lạnh; Đồng thời nghiên cứu thêm phương pháp sấy tầng sôi hạt vi bao hệ Alginate-Calcii-Chitosan và khảo sát điều kiện bảo quản đối với hạt này sau khi sấy ■

Lời cảm ơn: Nghiên cứu này là một phần của đề tài khoa học và công nghệ cấp cơ sở mã số CS-CB21-HHTP-10, được cấp kinh phí bởi Trường Đại học Nông Lâm TP. Hồ Chí Minh.

TÀI LIỆU THAM KHẢO:

1. Vương Ngọc Chính. (2005). *Chương, Hương liệu mỹ phẩm*. TP. Hồ Chí Minh: NXB Đại học Quốc gia TP. Hồ Chí Minh.
2. Jyothi Sri.S, A. Seethadevi, K. Suria Prabha, P. Muthuprasanna and P. Pavitra (2012). Microencapsulation: A review. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, 3(1), 509-531.
3. Lowe, GM; Booth L.A et.al. (1999). Lycopene and beta carotene protect against oxidative damage in HT29 cell at low concentration but rapidly lose this capacity at high dose. *Free Radic. Res.*, 30, 141-151.
4. Emad A. Sodiman, Ahmed Y. El-Moghazy, mohammed S.Mohy El-Din, Magdy A. Massoud (2013). Microencapsulation of Essential Oils within Alginate: Formulation and in Vitro Evaluation of Antifungal Activity. Scientific Reach; *Journal of Encapsulation and Adsorption Sciences*, 3, 48-55.
5. Nguyễn Bin (2009). *Các quá trình và thiết bị trong công nghệ hóa chất và thực phẩm*. Hà Nội: NXB Khoa học và Kỹ thuật.
6. Erik G. Donhowe, et. al. (2014). Characterization and in vitro bioavailability of betacarotene: Effects of microencapsulation method and food matrix. *LWT - Food Science and Technology*, 57, 42-48.
7. Phạm Quốc Long (2020). Tinh dầu, hương liệu - Cơ hội và tiềm năng. Truy cập tại <https://congnghiepsinhhocvietnam.com.vn/tin-tuc/t1165/tinh-dau-huong-lieu-co-hoi-va-tiem-nang.html>
8. Phạm Công Dũng, (2000). *Nghiên cứu quá trình và thiết bị tăng sôi ứng dụng cho sấy và bảo quản ngô hạt*. Luận án tiến sĩ, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội, Hà Nội.
9. S. Bhunchu, P. Rojsitthisak (2013). Biopolymer alginate-chitosan nanoparticles as drug delivery carriers for cancer therapy. *Metallurgy and Materials Science Research Institute*, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand.
10. Majeti N.V Ravi kumar (2000). A review of chitin and chitosan application. *Reactive and Functional Polymers*, 46(1), 1-27.
11. Vinh Truong, Phuong T. Nguyen, Vy Truong. (2021). The prediction model of nozzle height in liquid jet-drop method to produce Ca-alginate beads under microencapsulation process. *Journal of Food Process Engineering*, 44(4), 1-14.
12. Kimberly L. Douglas & Maryam Tabrizian (2012). Effect of experimental parameters on the formation of alginate-chitosan nanoparticles and evaluation of their potential application as DNA carrier. *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition.*, 16(1), 43-56.
13. Anil K. Anal, Willem F. Stevens (2005). Chitosan-alginate multilayer beads for controlled release of ampicillin. *International journal of pharmaceutics*, 290(1-2), 45-54.
14. Emad A. Soliman, Ahmed Y. El-Moghazy, Mohammed S. Mohy El-Din, Magdy A. Massoud (2013). Microencapsulation of Essential Oils within Alginate: Formulation and in Vitro Evaluation of Antifungal Activity. *Journal of Encapsulation and Adsorption Sciences*, 3(1), 48-55.
15. DonHome E.G. (2013). *Microencapsulation of beta-carotene: characterization, in vitro release, and bioavailability*. Master of Science Thesis, The University of Georgia, Greece, USA.
16. Drusch, S. (2007). Sugar beet pectin: A novel emulsifying wall component for microencapsulation of lipophilic food ingredients by spray-drying. *Food Hydrocolloids*, 21, 1223-1228.
17. Peniche (2004) Peniche, C., Howland, I., Corrillo, O., Zaldivar, C., & Arguelles-Monal, W. (2004). Formation and stability of shark liver oil loaded hitosan/calcium alginate capsules. *Food Hydrocolloids*, 18, 865-871.
18. Trần Hải Đăng, Hoàng Ngọc Anh, An Thị Tươi (2013). Nguyên cứu tạo vi nang dầu gấc bằng phương pháp sấy phun. *Tạp chí Khoa học và Công nghệ Việt Nam*, 12, 51-55.

19. Tan (2009) Tan, L. H., Chan, L. W., & Heng, P. W. S. (2009). Alginate/starch composites as wall material to achieve microencapsulation with high oil loading. *Journal of Microencapsulation*, 26, 263-271.
20. Ujwala Shinde and Mangal Nagarsenker (2011). Microencapsulation of Eugenol by Gelatin-Sodium Alginate Complex Coacervation. *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*, May-June, 11-315.

Ngày nhận bài: 5/7/2022

Ngày phản biện đánh giá và sửa chữa: 2/8/2022

Ngày chấp nhận đăng bài: 12/8/2022

Thông tin tác giả:

1. ĐÀO NGỌC DUY

2. NGUYỄN THANH PHƯƠNG

3. NGUYỄN BẢO VIỆT

**Bộ môn Công nghệ Hóa học, Khoa Công nghệ Hóa học và Thực phẩm,
Trường Đại học Nông Lâm TP. Hồ Chí Minh**

A STUDY ON PRESERVING LEMON ESSENTIAL OIL MICROENCAPSULATED BY ION- GEL ALGINATE-CALCI AND ALGINATE-CALCI-CHITOSAN AFTER DRYING

● DAO NGOC DUY¹

● NGUYEN THANH PHUONG¹

● NGUYEN BAO VIET¹

¹Department of Chemical Engineering, Nong Lam University, Ho Chi Minh City

ABSTRACT:

This study investigates the impact of storage time at different environmental conditions on the Alginate-Calci and Alginate-Calci-Chitosan system of lemon essential oil microencapsulated particles dried by different methods. Storage conditions for microencapsulated seeds after drying at the temperature of 350C and at 200C. The results indicate that the storage conditions at normal temperature of 350C and temperature of 200C both experience the loss of lemon essential oil in Alginate-Calci and Alginate-Calci-Chitosan systems. However, the loss levels are less than 50% after 28 days of storage, and there is compatibility of lemon essential oil loss at both these temperatures. Microencapsulated particles by ion-gel method of Alginate-Calci-Chitosan system also give better microencapsulation efficiency in storage because the loss of essential oil is less than that of Alginate-Calci system for both dried seeds by the tray drying method. and fluidized bed drying.

Keywords: storage, encapsulation, LC - Loading Capacity, Alginate-Calci system, Alginate-Calci-Chitosan system.