

ẢNH HƯỞNG CỦA CÁC PHƯƠNG PHÁP SẤY ĐẾN HẠT VI BAO TINH DẦU CHANH BẰNG HỆ ALGINATE-CALCI VÀ ALGINATE-CALCI-CHITOSAN

● ĐÀO NGỌC DUY - NGUYỄN HỒNG NGUYÊN
- TRẦN ĐÌNH HƯƠNG - NGUYỄN BẢO VIỆT

TÓM TẮT:

Nghiên cứu khảo sát ảnh hưởng của các phương pháp sấy: sấy khay, sấy chân không và sấy tầng sôi đến hạt vi bao tinh dầu chanh. Các hạt vi bao tinh dầu chanh được hình thành khi tinh dầu chanh được vi bọc bởi phương pháp Ion-gel hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan. Kết quả phương pháp sấy tầng sôi hạt vi bao tinh dầu chanh bằng hệ alginate-calci cho thời gian sấy thấp nhất, hiệu suất vi bọc sau sấy (EEAD - Encapsulation Efficiency After Drying) (75% - 85%) tốt hơn sấy khay (61% - 65%) và sấy chân không (70% - 75%). Còn đối với hệ Alginate-Calci-Chitosan, phương pháp sấy khay và phương pháp tầng sôi đều cho hiệu suất vi bọc sau sấy gần tương đương với nhau từ 76% đến 86%.

Từ khóa: sấy, vi bọc, hiệu suất vi bọc sau sấy, hệ Alginate-Calci, hệ Alginate-Calci-Chitosan.

1. Đặt vấn đề

Tinh dầu chanh có nhiều tác dụng đối với sức khỏe con người như là chất kháng oxy hóa, kháng khuẩn, tăng cường chất đề kháng. 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. Mặc dù vậy lại chưa có nhiều nghiên cứu sấy 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 sử dụng các phương pháp sấy khác nhau như sấy khay, sấy chân không và sấy tầng sôi để khảo sát sự ảnh hưởng đến hạt vi bọc tinh dầu chanh hệ Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci-Chitosan.

2. Tổng quan nghiên cứu

Tinh dầu chanh là hương liệu tự nhiên được

chiết xuất từ lá chanh hoặc vỏ chanh. Tinh dầu chanh chứa khoảng 90% limonene, terpinene, phellandrene và pinene; 4% - 6% aldehyde quy tính theo citral, ngoài ra còn có citronellal, geranylacetat và sesquiterpene [1].

Vi bao là quá trình các hạt hoặc các giọt nhỏ của nguyên liệu rắn hoặc lỏng (lõi) được bao bọc bởi một lớp vật liệu polymer (vỏ) tạo thành các viên nang (hạt) có kích thước micromet đến milimet [2].

Phương pháp tạo vật liệu vi bao Alginate-Calci và hệ Alginate-Calci:

- *Đối với hệ Alginate-Calci:* Pha dung dịch Sodium Alginate ở nồng độ 1.5%(w/v) bằng nước cất, sau đó giữ nguyên 24h để loại bỏ bọt khí. Lượng tinh dầu được tính theo năng suất tải thiết kế 22% và Tween 80 (1.67% tính theo tinh dầu) được chuẩn bị trước, tiến hành đồng hóa nhũ

tương bằng máy đồng hóa. Sau đó hỗn hợp trên được nhỏ giọt vào bể đựng dung dịch CaCl_2 0.5% (w/v). [6] (Hình 1)

- Đối với hệ *Alginate-Calci-Chitosan*: Giống với hệ *Alginate-Calci*, tuy nhiên thêm bước cho các hạt vi bọc *Alginate-calci* thu được vào dung dịch chitosan 0,08 % w/v trong acid acetic 1 % và khuấy trong 1 giờ [10].

Sấy là quá trình dùng nhiệt năng để làm bay hơi nước (nước tự do) ra khỏi vật liệu. Nghiên cứu sử dụng 3 phương pháp sấy, gồm: sấy khay, sấy chân không và sấy tầng sôi.

3. Phương pháp nghiên cứu

3.1. Sấy khay hạt vi bao tinh dầu chanh hệ *Alginate-Calci* và hệ *Alginate-Calci-Chitosan*

Thí nghiệm dựa trên 3 vị trí của khay sấy từ xa đến gần calorife: (Hình 2, Bảng 1)

Thay đổi vị trí sẽ dẫn đến thay đổi nhiệt độ và tốc độ gió.

3.2. Sấy tầng sôi hạt vi bao tinh dầu chanh hệ *Alginate-Calci* và hệ *Alginate-Calci-Chitosan*

Thí nghiệm khảo sát sấy tầng sôi hạt vi bao với 2 nhiệt độ sấy là 32°C và 42°C.

3.3. Sấy chân không hạt vi bao tinh dầu chanh hệ *Alginate-Calci*

Thí nghiệm khảo sát sấy chân không với 3 nhiệt độ sấy 60, 65 và 70°C, và áp suất chân không 20, 30, 40 cmHg.

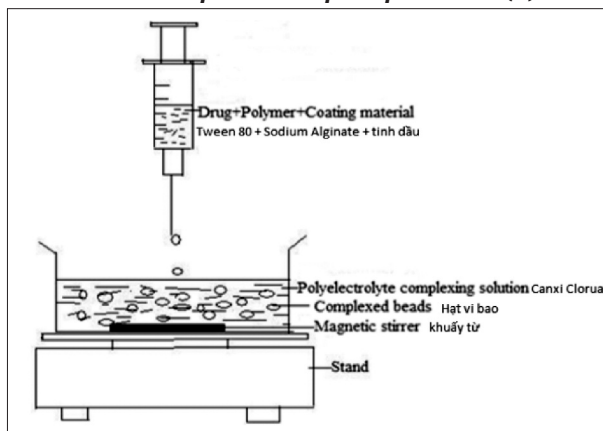
Các hạt vi bao sau sấy đều được khảo sát thời gian bảo quản ở điều kiện nhiệt độ thường 35°C và nhiệt độ 20°C.

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

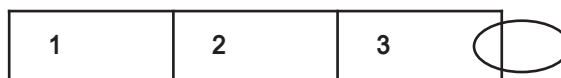
- Xác định hàm lượng tinh dầu bằng máy quang phổ UV-Vis: Được tiến hành bằng phương pháp mô tả bởi Parris và đồng nghiệp với sự cải tiến nhỏ, lượng tinh dầu vi bọc được xác định bằng cách chiết từ 1g hạt tươi bằng cách hòa tan với 5ml Natri Citrate (0,055M) và 5ml n-hexan. Rồi lắc rung mẫu bằng máy vortex, tiếp đến ly tâm ở 6.000 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.

- Hiệu suất vi bọc sau sấy (EEAD, %): là tỷ lệ năng suất tải của hạt vi bọc sau sấy so với năng suất tải của hạt vi bọc trước khi sấy. Hiệu suất vi bọc sau sấy đánh giá hiệu quả của quá trình sấy khô.

Hình 1: Mô tả quá trình tạo hạt vi bao (4)



Hình 2: Mô tả các vị trí trên khay sấy



Bảng 1. Thông số ứng với vị trí sấy khay

Vị trí	Nhiệt độ	Tốc độ gió
1	38°C	2,2 m/s
2	42°C	2,5 m/s
3	46°C	2,8 m/s

$$EEAD (\%) = (LC(\%)_{ss} / LC(\%)_{bd}) * 100 [11]$$

Với: LC_{ss} là năng suất tải của hạt vi bọc sau sấy, LC_{bd} là năng suất tải của hạt vi bọc ban đầu tính theo độ ẩm hạt tươi.

4. Kết quả và thảo luận

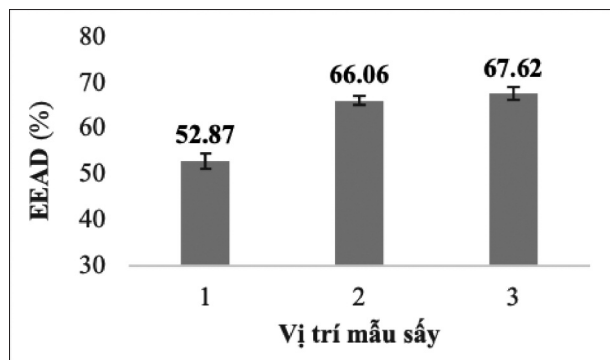
4.1. Sấy khay hạt vi bao tinh dầu chanh hệ *Alginate-Calci* và hệ *Alginate-Calci-Chitosan* (Hình 3)

Theo kết quả cho thấy hiệu suất vi bọc sau sấy ở vị trí 2, 3 tương ứng nhiệt độ 42°C, 46°C cao hơn ở vị trí sấy 1, tương ứng nhiệt độ 38°C có ý nghĩa thống kê. Điều đó cho thấy hạt vi bao nếu được sấy khô nhanh sẽ làm giảm sự thất thoát tinh dầu chanh. Ở 42°C và 46°C, hạt sẽ khô nhanh hơn rất nhiều so với sấy ở 38°C. (Hình 3)

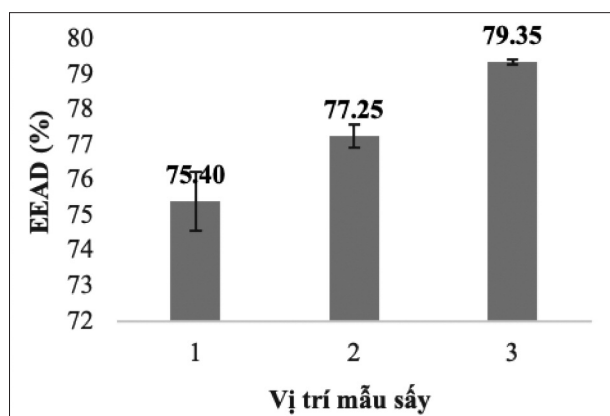
Theo Hình 4 kết quả cho thấy hiệu suất vi bọc sau sấy hạt vi bao hệ *Alginate-Calci-Chitosan* có khác biệt ở các vị trí sấy khác nhau tương ứng với nhiệt độ sấy khác nhau. Nhiệt độ sấy càng cao, hiệu suất vi bọc càng cao và ngược lại. Điều đó cho thấy nếu hạt vi bao được sấy khô càng nhanh hàm lượng tinh dầu trong hạt vi bao sẽ càng ít thất thoát.

Đồng thời kết quả cho thấy hạt vi bao hệ

Hình 3: Đồ thị hiệu suất vi bọc sau sấy theo vị trí mẫu khi sấy khay đối với hệ Alginate-Calci



Hình 4: Biểu đồ hiệu suất vi bọc sau khi sấy khay hạt vi bao Alginate-Calci-Chitosan



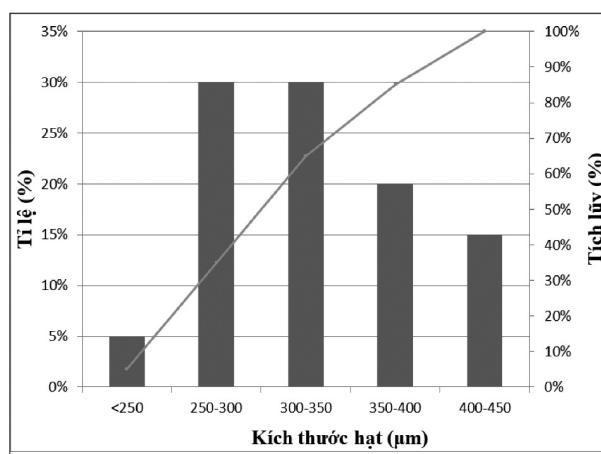
Alginate-Calci-Chitosan cho hiệu quả vi bọc tốt hơn hẳn so với hệ Alginate-Calci từ 75% - 79% so với 52% - 68%. Điều đó chứng tỏ hệ Alginate-Calci-Chitosan cho hiệu quả bảo vệ tinh dầu tốt hơn nhiều hệ Alginate-Calci. Điều này do hệ Alginate-Calci-Chitosan có liên kết chặt chẽ hơn, rất ít có khoảng trống để tinh dầu thoát ra ngoài.

Về phân bố kích thước hạt khi sấy khay, các hạt từ 250 μm - 350 μm chiếm tỷ lệ rất cao (khoảng 60%). Tuy nhiên, phương pháp sấy khay có hạn chế là các hạt vi bao sau khi sấy xong lại có khả năng dính vào nhau, nếu dùng biện pháp cơ học tách ra được nhưng có thể làm thất thoát tinh dầu. (Hình 5)

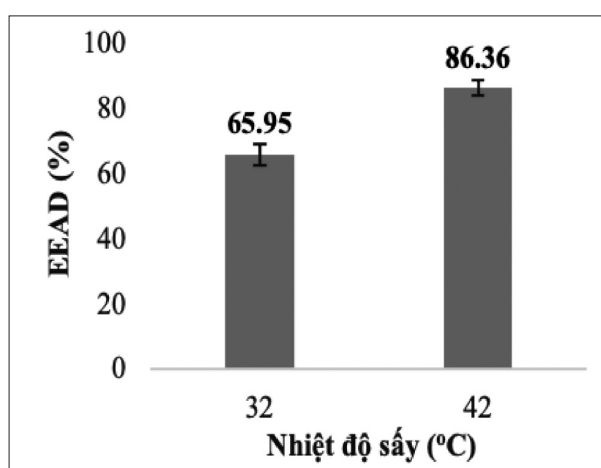
4.2. Sấy tầng sôi hạt vi bao tinh dầu chanh hệ Alginate-Calci (Hình 6)

Nhiệt độ sấy có ảnh hưởng đến hiệu suất vi bọc sau sấy của hệ Alginate-Calci. Nghiệm thức nhiệt độ sấy 42°C ($86,36 \pm 2,45\%$) cho hạt vi bao có EEAD tốt hơn 32°C ($77,54 \pm 1,66\%$). (Hình 7)

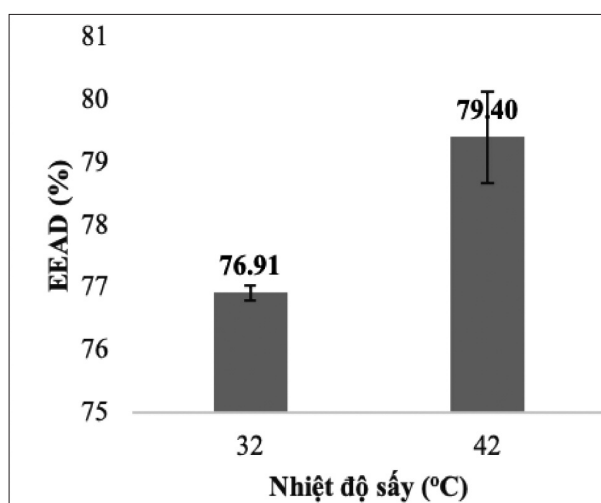
Hình 5: Phân bố kích thước hạt sấy khay



Hình 6: Biểu đồ hiệu suất vi bọc sau sấy tầng sôi hệ Alginate-Calci



Hình 7: Biểu đồ hiệu suất vi bọc sau sấy tầng sôi hệ Alginate-Calci-Chitosan



Nhiệt độ sấy có ảnh hưởng đến hiệu suất vi bọc sau sấy của hạt vi bao hệ Alginate-Calcin-Chitosan. Nghiệm thức nhiệt độ sấy 42°C (79,40±0,73%) cho hạt vi bao có EEAD tốt hơn 32°C (76,91±0,11%).

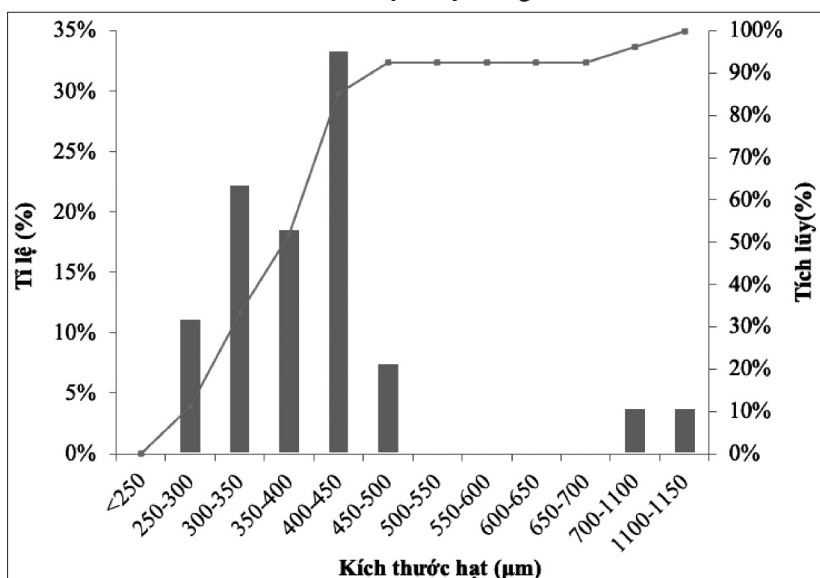
Kết quả cho thấy đối với phương pháp sấy tầng sôi, hạt vi bao bởi hệ Alginate-Calcin cho hiệu quả vi bọc sau sấy tốt hơn so với hệ Alginate-Calcin-Chitosan từ 77% - 86% so với 76% - 79%. Tuy nhiên, kết quả này không chênh lệch quá nhiều và ngược lại so với kết quả sấy khay, do trong quá trình sấy, các hạt vi bao hệ Alginate-Calcin-Chitosan có kích cỡ và trọng lượng lớn hơn hạt vi bao hệ Alginate-Calcin, nên dễ va chạm và vỡ ra, khiến tinh dầu thất thoát. (Hình 8)

Về phân bố kích thước hạt, những hạt có kích thước từ 400 - 450µm chiếm đa số. Trên bảng phân bố có xuất hiện một số hạt có kích thước rất lớn từ 70 µm - 1.150 µm, do trong quá trình sấy các hạt vi bao bị dính lại với nhau.

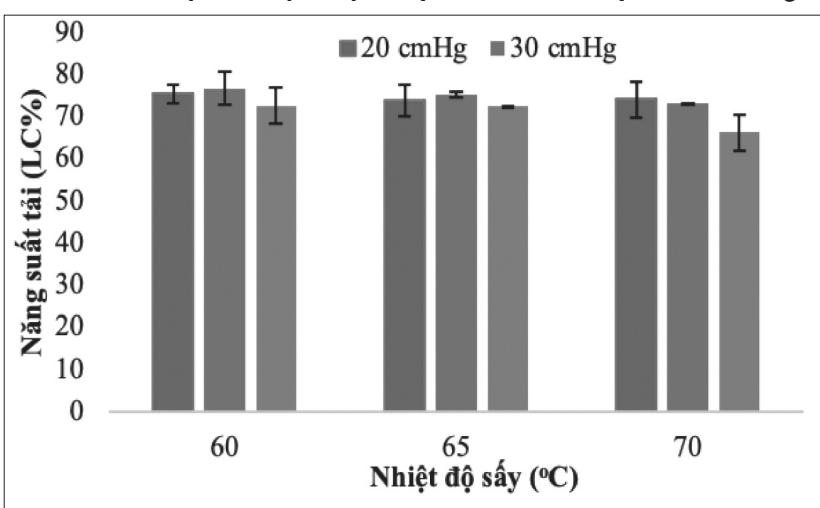
4.3. Sấy chân không hạt vi bao tinh dầu chanh hệ Alginate-Calcin (Hình 9)

Cả 2 yếu tố nhiệt độ và áp suất đều ảnh hưởng đến EEAD ($P < 0,05$) nhưng 2 yếu tố ảnh hưởng riêng lẻ không tương tác với nhau. Cao nhất ở nghiệm thức 65°C - 20cmHg và thấp nhất ở nghiệm thức 70°C - 40cmHg. Kết quả cho thấy, nhiệt độ sấy thấp và áp suất chân không thấp sẽ làm giảm sự thất thoát tinh dầu chanh. Điều này hợp lý với lý thuyết, vì tinh dầu chanh rất dễ bay hơi, nếu

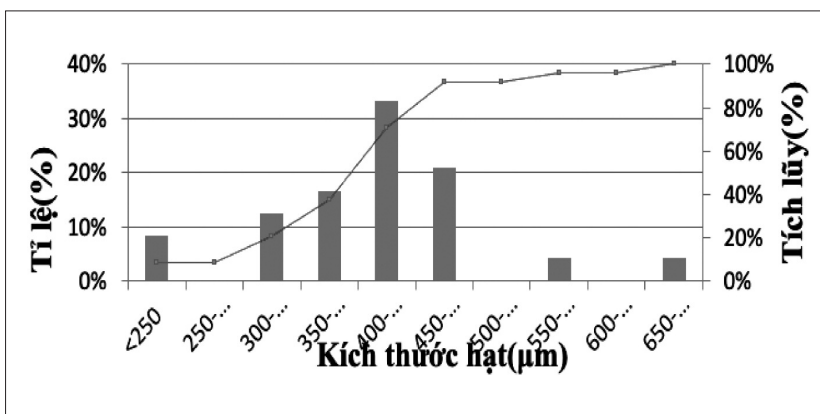
Hình 8: Phân bố kích thước hạt sấy tầng sôi



Hình 9: Biểu đồ thể hiện hiệu sấy vi bao sau sấy chân không



Hình 10: Phân bố kích thước hạt sấy chân không



hiệu suất sấy càng cao và áp suất cao sẽ làm nhanh chóng thất thoát tinh dầu chanh. (Hình 10)

Các hạt có kích thước ở 400 μm - 450 μm thu hồi được nhiều nhất.

5. Kết luận và kiến nghị

Kết luận: Quá trình sấy ảnh hưởng đến chất lượng hạt vi bao tinh dầu chanh: hình dạng hạt, năng suất tải hạt khô. Xác định được quy trình sấy tầng sôi với các thông số kỹ thuật sấy nhiệt 42°C thu được hạt vi bọc tinh dầu chanh có hiệu suất vi bọc tốt nhất (85%) đối với hệ Alginate-Calci, sau đó đến phương pháp sấy chân không và cuối cùng là phương pháp sấy khay. Đề xuất sử dụng phương pháp sấy tầng sôi để sấy hạt vi bao Alginate-Calci, vì hiệu suất vi bọc sau sấy (75% - 85%) tốt

hơn sấy khay (61% - 65%) và sấy chân không (70% - 75%).

Còn đối với hệ Alginate-Calci-Chitosan, phương pháp sấy khay và phương pháp tầng sôi đều cho hiệu suất vi bọc sau sấy gần tương đương với nhau từ 76% đến 86%. Do đó, đối với hệ Alginate-Calci-Chitosan, có thể sử dụng cả 2 phương pháp sấy mà không làm ảnh hưởng đến chất lượng hạt vi bao sau sấy.

Kiến nghị: Nghiên cứu thêm phương pháp sấy chân không đối với hệ Alginate-Calci-Chitosan và các khoảng nhiệt độ thấp hơn 600 trong phương pháp sấy chân không. Cần tìm cách khắc phục hiện tượng các hạt dính nhau khi sấy bằng phương pháp sấy khay và sấy chân không ■

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 tầng 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.

Ngày nhận bài: 11/7/2022

Ngày phản biện đánh giá và sửa chữa: 9/8/2022

Ngày chấp nhận đăng bài: 19/8/2022

Thông tin tác giả:

1. ĐÀO NGỌC DUY¹

2. NGUYỄN HỒNG NGUYỄN¹

3. TRẦN ĐÌNH HƯƠNG²

4. NGUYỄN BẢO VIỆT¹

¹Bộ môn Công nghệ Hóa học, Khoa Công nghệ Hóa học và Thực phẩm

Trường Đại học Nông Lâm TP. Hồ Chí Minh

²Bộ môn Hợp chất tự nhiên, Khoa Công nghệ Hóa học và Thực phẩm

Trường Đại học Nông Lâm TP. Hồ Chí Minh

EFFECTS OF DRYING METHODS ON LEMON ESSENTIAL OIL MICROENCAPSULATED BY ION - GEL ALGINATE-CALCI AND ALGINATE-CALCI-CHITOSAN

● DUY N. DAO¹

● NGUYEN H. NGUYEN¹

● HUONG D. TRAN²

● VIET NGUYEN¹

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

²Department of Natural Products, Nong Lam University, Ho Chi Minh City

ABSTRACT:

The study investigates the effects of drying methods including tray drying, vacuum drying and fluidized bed drying on lemon essential oil microencapsulated seeds. Microencapsulated particles of lemon essential oil are formed when lemon essential oil is microencapsulated by the Alginate-Calci system and Alginate-Calci-Chitosan system. The fluidized bed drying method of microencapsulated lemon essential oil seeds by alginate-calcium system gives the lowest drying time. This method's encapsulation efficiency after drying (EEAD - Encapsulation Efficiency After Drying) (75% - 85%) is better than that of the tray drying method (61% - 65%) and the vacuum drying method (70% - 75%). As for the Alginate-Calci-Chitosan system, the tray drying method and the fluidized bed method both show the same post-drying microencapsulation efficiency from 76% to 86%.

Keywords: drying, microencapsulation, EEAD-Encapsulation Efficiency After Drying, Alginate-Calci system, Alginate-Calci-Chitosan system.