

Nghiên cứu ảnh hưởng của một số yếu tố công nghệ đến hiệu quả quá trình vi bọc tinh dầu sả dạng bột bằng phương pháp sấy phun

Nguyễn Phú Thương Nhân^{1,2}, Mai Huỳnh Cang³, Võ Tấn Thành², Trần Thị Yến Nhi², Nguyễn Dương Vũ², Lê Thị Hồng Nhan¹, Nguyễn Văn Gia Pháp⁴, Bạch Long Giang^{2,*}

¹Khoa Kỹ thuật Hóa học, Đại học Bách Khoa - Đại học Quốc gia TP.HCM

²Viện Kỹ thuật Công nghệ cao NTT, Đại học Nguyễn Tất Thành

³Bộ môn Công nghệ Kỹ thuật Hóa học, Đại học Nông Lâm TP.HCM

⁴Công ty TNHH Thương mại Đầu tư Xây dựng Phúc Nguyên TPD, Tỉnh Tiền Giang

*blgiang@ntt.edu.vn

Tóm tắt

Trong nghiên cứu này, việc vi bao tinh dầu sả đã được thực hiện thành công bằng phương pháp sấy phun. Một số yếu tố công nghệ được khảo sát để đánh giá chất lượng sản phẩm bột vi bao bao gồm: ảnh hưởng của nồng độ chất bao, ảnh hưởng của tỉ lệ và loại chất bao, ảnh hưởng của nồng độ tinh dầu. Tính chất của bột vi bao được đánh giá thông qua các chỉ số hiệu suất vi bao (MEY), hiệu quả vi bao (MEE) và hàm lượng dầu bề mặt (SO). Chất bao sử dụng trong nghiên cứu này được chọn là maltodextrin vì các đặc tính tốt trong việc hòa tan trong nước và khả năng lưu giữ các hoạt chất bên trong. Kết quả khảo sát cho thấy ở nồng độ chất bao 30% (w/w) và nồng độ tinh dầu 1.5% (w/v) thu được hiệu quả vi bọc cao. Hiệu suất vi bao cao nhất thu được là 89.31% khi sử dụng nồng độ chất bao 30% (w/w) và nồng độ tinh dầu 1.5% (w/v). Phân tích sắc kí khí ghép khối phổ (GC-MS) cho thấy thành phần chính của tinh dầu sả là hai đồng phân của Citral (Z-Citral và E-Citral) đều được lưu giữ lại với hàm lượng cao sau quá trình sấy phun. Ảnh chụp SEM cho thấy các hạt vi bao có kích thước 1µm.

Nhận 08.07.2019
Được duyệt 10.08.2019
Công bố 20.09.2019

Từ khóa

vi bao, tinh dầu sả, hiệu suất vi bao (MEY), hiệu quả vi bao (MEE), hàm lượng dầu bề mặt (SO), SEM

© 2019 Journal of Science and Technology - NTTU

1 Giới thiệu

Tinh dầu sả chanh (*Cymbopogon citratus*) là thành phần quan trọng trong nhiều loại thực phẩm, mĩ phẩm... Bên cạnh đó, các đặc tính kháng khuẩn, đặc biệt là hoạt tính kháng nấm hứa hẹn khả năng sử dụng tinh dầu sả chanh để phát triển các sản phẩm dược phẩm. Tuy nhiên, đặc tính dễ bay hơi và dễ bị phân hủy là những nhược điểm chính đối với việc sử dụng tinh dầu *Cymbopogon citratus* trong lĩnh vực thực phẩm, được phẩm[1]. Nghiên cứu và phát triển phương pháp vi bao như là chất vận chuyển thuốc đã được các nhà khoa học tiến hành trong lĩnh vực dược phẩm để kiểm soát việc phóng thích thuốc trong cơ thể, kiểm soát mùi vị, bảo vệ các hoạt chất tránh quá trình phân hủy do các tác động của môi trường, để thay đổi độ hòa tan của thuốc và để ngăn chặn sự không tương thích về dược phẩm[2]. Trong thực phẩm, công nghệ vi bao giúp các hoạt chất (vật liệu lõi) như tinh dầu, dầu thực vật, hương liệu... được bao bọc trong một vật liệu thứ cấp (vật liệu tường)[3]. Các hạt vi bao có thể được điều chế bằng một số phương

pháp vật lí và hóa học như sấy phun[4], kết tủa[5], đồng hóa[6]... Sấy phun là kĩ thuật vi bao được sử dụng phổ biến nhất cho các sản phẩm thực phẩm. Hiệu quả của quá trình vi bao bằng phương pháp sấy phun phụ thuộc vào việc đạt được độ lưu giữ cao của các vật liệu lõi đặc biệt là các chất bay hơi và lượng hoạt chất tối thiểu trên bề mặt các hạt bột trong cả hai trường hợp khi vật liệu lõi là chất bay hơi hay không bay hơi trong suốt quá trình vi bao xảy ra và trong thời gian lưu trữ sản phẩm[7]... Trong các hạt vi bao đa lõi (multiple core), được sản xuất chủ yếu bằng cách sấy phun, vật liệu lõi được phân tán khắp vật liệu tường và khu vực trung tâm bị chiếm chỗ bởi khoảng trống do sự giãn nở của các hạt trong các giai đoạn sấy sau này[8]. Các hạt vi bao với cấu trúc này có khả năng chứa vật liệu lõi từ 20 – 30% tổng khối lượng hạt vi bao[9]. Kỹ thuật sử dụng kính hiển vi điện tử (SEM) có thể được sử dụng để nghiên cứu cấu trúc bên ngoài và bên trong của các hạt vi bao[10]. Các vật liệu tường khác nhau được sử dụng để bao bọc các hoạt chất bao gồm gum arabic và gum mesquite[11], chất bao thường được sử dụng trong thực

phẩm gồm có: protein (natri caseinat, protein cô lập), keo silicon dioxide, gelatin, maltodextrin và cyclodextrin. Theo nghiên cứu của Duchene và cộng sự, chất bao được lựa chọn phải có độ ổn định tốt, độ hòa tan trong nước cao, có khả năng bao bọc tốt và giảm tác dụng phụ không mong muốn. *Cymbopogon citratus* thường được gọi là sả chanh, thuộc họ hòa thảo (Poaceae) được sử dụng như là một thành phần thực phẩm quan trọng và phổ biến do nó có hương chanh. Tinh dầu sả chanh dễ bay hơi được chiết tách từ lá tươi, thành phần chính của tinh dầu sả được đặc trưng bởi các hợp chất monoterpene và citral (một hỗn hợp tự nhiên của isoteric monoterpenes aldehydes, geranial và neral)[1]. Các nghiên cứu về hoạt tính sinh học của tinh dầu *C. Citratus* đã chỉ ra các đặc tính kháng khuẩn, chống nấm, chống vi-rút và chống côn trùng của tinh dầu sả.

Do các đặc tính về hương vị cũng như hoạt tính sinh học mà tinh dầu sả là một nguyên liệu thô đầy hứa hẹn trong việc phát triển các sản phẩm thực phẩm cũng như dược phẩm. Trong nghiên cứu này, sự hình thành nhũ hóa chứa tinh dầu sả được phát triển và đặc tính, độ ổn định sẽ được đánh giá trong bột sản phẩm. Tuy nhiên, sự bay hơi và sự mất cảm dẫn đến sự suy thoái của tinh dầu là những hạn chế chính cho việc sử dụng tinh dầu sả *C.citratus* trong thành phần thực phẩm. Do đó, mục đích của nghiên cứu này là khảo sát một số yếu tố công nghệ của quá trình vi bao bao gồm: ảnh hưởng của nồng độ chất bao, ảnh hưởng của tỉ lệ và loại chất bao, ảnh hưởng của nồng độ tinh dầu đến các chỉ tiêu của bột, qua đó xem xét đưa ra một qui trình công nghệ với các thông số thích hợp cho quá trình vi bao tinh dầu sả.

2 Thực nghiệm

2.1 Hóa chất

Sả chanh hay còn gọi là sả (*Cymbopogon citratus*) được trồng tại tỉnh Tiền Giang, được sử dụng làm vật liệu lõi. Gum Arabic và Maltodextrin (DE 12) có nguồn gốc từ Trung Quốc và được sử dụng như vật liệu tường. Tween 80 (hãng Xilong, Trung Quốc) được sử dụng như chất nhũ hóa. n-pentane (hãng Xilong, độ tinh khiết 99%, Trung Quốc)

2.3.3 Hiệu quả vi bọc (MEE) và hàm lượng dầu bề mặt (SO)

Hiệu quả vi bọc là mức độ các chất bọc có thể bảo vệ được các phần tử vi bọc bên trong nó tránh sự hư hỏng cho đến khi bột thành phẩm được sử dụng[14]. Đó chính là tỉ lệ giữa

được sử dụng để xác định hiệu quả vi bọc, nước cất (từ máy nước cất 2 lần của hãng Lasany, Ấn Độ).

2.2. Phương pháp tổng hợp bột vi bao

Vật liệu tường sẽ được hòa tan trong nước cất. Dung dịch sẽ được chuẩn bị một ngày trước khi đem nhũ hóa và giữ qua đêm tại nhiệt độ phòng để đảm bảo độ bao bọc của phân tử polymer. Sau đó, tinh dầu sả được thêm vào dung dịch vật liệu tường và được đồng hóa với tốc độ 6000rpm trong thời gian 20 phút bằng thiết bị đồng hóa (Ultra-Turrax, IKA T18 basic, Wilmington, USA) để hình thành nhũ tương. Sau đó dung dịch nhũ tương được đưa vào quá trình sấy bằng thiết bị sấy phun. Với mỗi nghiệm thức, khoảng 800ml dung dịch mẫu được chuẩn bị cho việc sấy phun bột vi bao. Nồng độ vật liệu tường sử dụng là 30% (w/w) và nồng độ tinh dầu sả sử dụng là 1.5% (w/v) của khối lượng dung dịch.

Thiết bị sấy phun (model YC-015; Shanghai Pilotech Instrument & Equipment Co.Ltd) được trang bị vòi phun áp lực cao. Điều kiện tiến hành thí nghiệm là nhiệt độ đầu vào là 140°C và tốc độ hút mẫu là 120ml h⁻¹. Bột sau khi sấy sẽ được thu nhận và lưu trữ trong bình thủy tinh kín tại 25°C cho đến khi phân tích.

2.3. Phương pháp đánh giá tính chất bột

2.3.1 Độ ẩm

Hàm ẩm của bột sẽ được xác định bằng lò sấy khô và sấy ở 105°C cho đến khi khối lượng không đổi [12].

2.3.2 Hiệu suất vi bọc (MEY)

Hiệu suất vi bọc (MEY) là tỉ lệ giữa lượng tinh dầu sả trong sản phẩm so với lượng tinh dầu ban đầu có trong dịch sữa. Lượng tinh dầu thu được trong bột thành phẩm chính là lượng tinh dầu được vi bao[13]. Hiệu suất vi bọc (MEY) được xác định bằng cách hòa tan 30g bột vi bọc với nước trong máy lõi cuộn hơi nước kiểu Clevenger trong thời gian 4 giờ, tinh dầu thu được sẽ được cân và phần trăm hiệu quả vi bọc trong hạt sẽ được tính toán[13]. Tinh dầu giữ lại sẽ được xác định như là tỉ số của lượng tinh dầu tổng trong lượng bột cuối cùng so với lượng tinh dầu ban đầu trong dung dịch (dựa trên căn bản khô) và được tính theo công thức 1 như sau:

$$MEY (\%) = \frac{\text{Lượng tinh dầu trong bột}}{\text{Lượng tinh dầu ban đầu}} \times 100$$

hàm lượng tinh dầu không bị trích li ra khỏi lớp phim bao khi ta trộn bột sản phẩm với dung môi (pentan) và hàm lượng tinh dầu tổng trong bột sản phẩm. Hiệu quả vi bọc được xác định theo công thức 2 như sau:

$$MEE (\%) = \frac{\text{Lượng tinh dầu tổng} - \text{Lượng tinh dầu tự do}}{\text{Lượng tinh dầu tổng} (\%)} \times 100$$

Tinh dầu bề mặt được đo bằng cách thêm 150ml n-pentane vào 30g bột và khuấy trong 60 phút ở nhiệt độ phòng. Sau đó, hỗn hợp sẽ được lọc qua giấy lọc hiệu Whatman no.1 và bột thu được trên giấy lọc được tráng ba lần bằng 20ml n-pentane[14]. Giấy lọc chứa bột được sấy khô ở 60°C cho đến khi khối lượng không đổi. Hiệu quả vi bọc của các sản phẩm bột sấy phun được xác định bằng cách chưng cất 30g bột này trong 4 giờ trong thiết bị lõi cuộn hơi nước kiểu Clevenger và khối lượng tinh dầu được xác định[14]. Lượng tinh dầu bề mặt được tính toán dựa trên sự khác biệt giữa khối lượng bình lọc ban đầu và bình lọc chứa dầu bề mặt sau quá trình lọc được sấy khô dung môi hay nói cách khác là phần trầm dầu còn lại không được bao bọc trong bột[15] được xác định theo công thức 3:

$$SO (\%) = (1 - MEE) \times 100$$

2.3.4 Phương pháp sắc kí ghép khối phổ (GC-MS)

Để xác định thành phần hóa học trong mẫu tinh dầu, 25µl tinh dầu được pha trong 1.0ml n-hexane và loại nước bằng muối Na₂SO₄. Thiết bị sử dụng là GC Agilent 6890 N (Agilent Technologies, Santa Clara, CA, USA), MS 5973, cột HP5-MS, áp lực đầu cột 9.3psi. GC-MS được cài đặt

trong điều kiện sau: khí mang He; tốc độ dòng chảy là 1.0ml.phút⁻¹; chia dòng 1:100; thể tích tiêm 1.0µl; nhiệt độ tiêm 250°C. Giữ nhiệt độ ban đầu ở 50°C trong 2 phút, nhiệt độ lò tăng lên 80°C với tốc độ 2°C.phút⁻¹, từ 80°C đến 150°C với tốc độ 5°C.phút⁻¹, từ 150°C đến 200°C với tốc độ 10°C.phút⁻¹, từ 200°C đến 300°C ở 20°C.phút⁻¹ và được duy trì ở 300°C trong 5 phút.

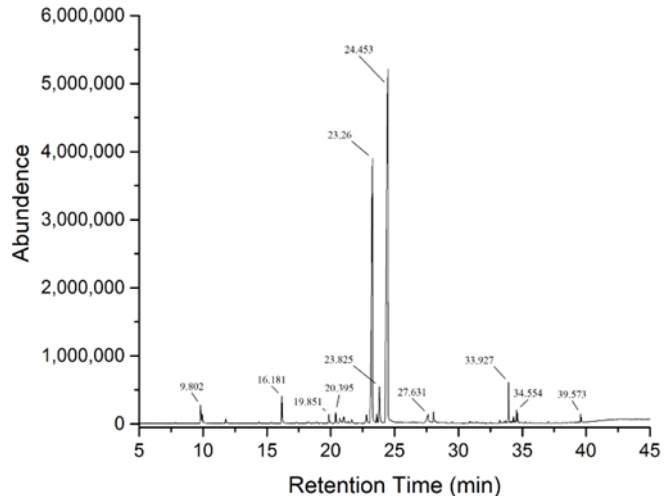
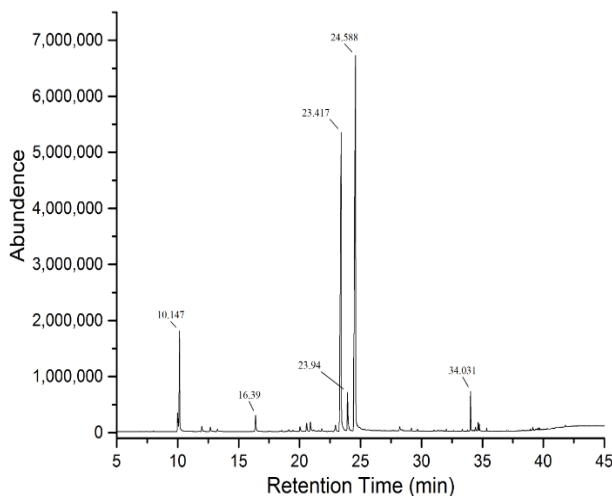
2.4 Phân tích thống kê

Mỗi thí nghiệm sẽ được lặp lại 3 lần. Phần mềm phân tích thống kê Statgraphic (phiên bản 20, IBM, USA) được sử dụng để đánh giá kết quả thu được. Phân tích các biến ANOVA và LSD được ứng dụng để so sánh các giá trị có nghĩa của các yếu tố với mức ý nghĩa là 5%.

3 Kết quả và thảo luận

3.1 Phân tích thành phần của tinh dầu sả trước và sau khi vi bao

Các thành phần của tinh dầu sả được phân tích bởi phương pháp sắc kí khí ghép khối phổ (GC - MS). Phổ đồ của mẫu tinh dầu sẽ được trình bày tại hình 1.



Hình 1 Phổ đồ của mẫu tinh dầu sả trước (trái) và sau (phải) khi vi bao

Trong đó, phổ đồ bên trái thể hiện các thành phần của tinh dầu sả trước vi bao, phổ đồ bên phải thể hiện các thành phần của tinh dầu sả sau khi vi bao. Phân tích thành phần tinh dầu sả cho thấy ở thời gian lưu là 23,41 phút và 24,59 phút trong phổ GC là hai peak có cường độ lớn nhất. Kết hợp với phương pháp khối phổ MS, chúng tôi dự đoán khối lượng, công thức phân tử dự đoán của hai chất lần lượt là m/z = 152 (C₁₀H₁₆O) và m/z = 152 (C₁₀H₁₆O). Dự đoán công thức cấu tạo của hai hợp chất có thể là hai đồng phân hình học của Citral có cùng công thức phân tử là C₁₀H₁₆O. Kết quả phân tích được trình bày trong Bảng 1. Kết quả phân tích đã xác nhận sự hiện diện của citral a, citral b, nerol, citronello, geraniol và terpinolene là thành phần chính trong tinh dầu sả. Tỷ lệ cao của citral tương đồng với

hầu hết các kết quả được báo cáo trong tài liệu và thành phần khác không cho thấy sự khác biệt đáng kể [16]. Sắc kí đồ của mẫu tinh dầu sả sau khi vi bao được trình bày trong hình 1. So sánh sắc kí đồ của hai mẫu tinh dầu trước và sau khi vi bao nhận thấy hàm lượng hoạt chất chính trong tinh dầu sả là Citral với hai đồng phân là Z-Citral và E-Citral được lưu giữ tốt qua quá trình sấy phun, cụ thể là sự hiện diện của các peak ở thời gian lưu 23.26 phút và 24.46 phút trên sắc kí đồ. Hàm lượng E-Citral có sự suy giảm từ 34.983 còn 30.492% khi tiến hành vi bao, trong khi đó hàm lượng Z-Citral tăng từ 46.603 đến 49.076%, điều này có thể được giải thích là do một phần dạng đồng phân E- chuyển thành dạng đồng phân Z- sau quá trình sấy phun[17]. Việc sử dụng chất bao là maltodextrin có độ ẩm thấp (< 5%)

thích hợp cho việc vi bao các hoạt chất do độ ẩm thấp và chỉ số DE cao (DE 12) làm tăng nồng độ hòa tan của maltodextrin vào nước, dẫn đến các chỉ số đánh giá hiệu quả của quá trình như MEY và MEE đều tăng.

3.2 Ảnh hưởng của nồng độ chất bao

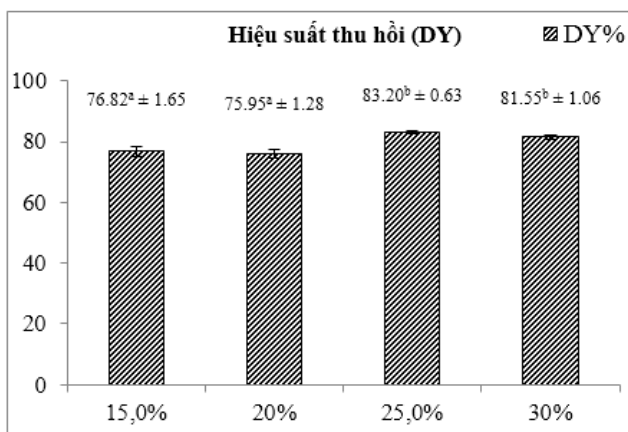
Ảnh hưởng của các loại bột vi bao với các nồng độ chất bao khác nhau được trình bày trong Bảng 1. Kết quả phân tích cho thấy: độ nhớt của dung dịch càng tăng khi ta tăng nồng độ chất bao và độ ẩm của sản phẩm có xu hướng giảm khi nồng độ chất bao gia tăng từ 15-30% (w/w). Kết quả phân tích thống kê ANOVA cho thấy ảnh hưởng có ý nghĩa của nồng độ chất bao đến các chỉ tiêu của sản phẩm bột bao gồm: hiệu suất thu hồi bột (DY), hiệu suất vi bọc (MEY), hiệu quả vi bọc (MEE) và hàm lượng dầu bề mặt (SO) với độ tin cậy 95% ($p < 0.05$). Biểu đồ 1 trình bày ảnh hưởng của nồng độ chất bao đến các chỉ tiêu của sản phẩm. Dựa vào Biểu đồ 1 nhận thấy, khi nồng độ chất bao tăng từ 15% đến 30% thì các chỉ số MEY, MEE đều tăng (MEY từ 42.18% tăng lên 82.73%; MEE từ 50% tăng lên 75.24%), riêng chỉ số DY ở nồng độ chất khô 25% đạt giá trị cao nhất là 83.20%. Trắc nghiệm phân hạng LSD các chỉ số DY và MEE cho thấy ở các nồng độ chất bao 15% và 20% có sự khác biệt so với các nồng độ 25% và 30%, trong khi đó giữa các nồng độ trên lại không có sự khác biệt. Kết quả trắc nghiệm LSD chỉ số MEY chỉ ra các nghiệm thức nồng độ chất khô đều khác biệt nhau.

Hiệu suất thu hồi bột (DY: drying process yield) phụ thuộc vào cấu hình của thiết bị sấy phun. Hiệu suất thu hồi đạt trung bình trên 80% có thể được giải thích là thiết bị sử dụng trong đề tài là thiết bị ở qui mô phòng thí nghiệm. Bên cạnh đó, quá trình thu hồi bột được thực hiện bằng thủ công dẫn đến thất thoát bột sản phẩm, làm giảm hiệu suất thu hồi

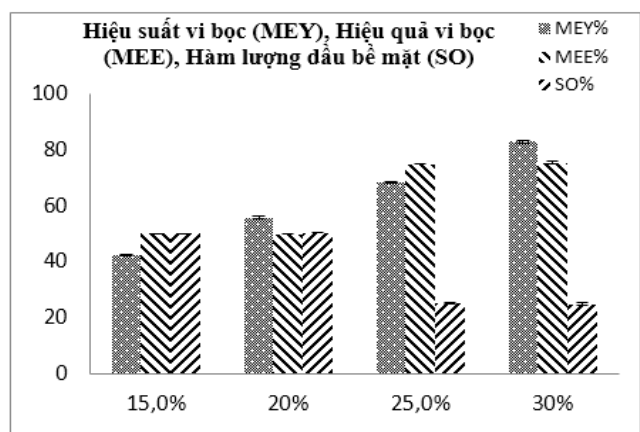
sản phẩm. Hiệu suất vi bao (MEY) là một trong những chỉ tiêu quan trọng trong việc đánh giá chất lượng của quá trình vi bao, MEY phụ thuộc đặc tính hóa lý của cả vật liệu lõi và tường [18]. Trong nghiên cứu này, cho thấy MEY cao nhất khi sử dụng nồng độ chất bao là 30%, nhiệt độ đầu vào và ra của thiết bị lần lượt là 140°C/96°C đạt hiệu suất $82.73 \pm 0.63\%$. Nghiên cứu này, cho thấy rằng khi nồng độ chất khô tăng từ 15% đến 30% thì các chỉ số MEY và MEE của sản phẩm cũng tăng lên. Điều này có thể được giải thích bằng sự ảnh hưởng của các carbohydrates hoạt động bề mặt (surface-active carbohydrates) của vật liệu bao (maltodextrin và gum arabic), các carbohydrates hoạt động bề mặt này có khả năng liên kết với các cấu tử của các hợp chất dễ bay hơi trong quá trình vi bao như trong báo cáo của Eglé Bylaitė và cộng sự [19]. Do đó, khi nồng độ chất khô càng cao thì hàm lượng các carbohydrates hoạt động bề mặt tăng, làm gia tăng hàm lượng các hợp chất dễ bay hơi trong sản phẩm. Một số lý thuyết đã được phát triển để giải thích sự lưu giữ các hợp chất dễ bay hơi trong quá trình sấy thực phẩm. Eglé Bylaitė và cộng sự cho rằng: trong quá trình sấy phun, nhiệt độ của các giọt nguyên tử tăng nhẹ, trong khi hàm lượng nước của chúng giảm. Do có sự khác biệt giữa trọng lượng phân tử của nước và chất bay hơi, sự giảm độ khuếch tán của chất bay hơi lớn hơn nước [19].

Bảng 1 Hình ảnh và độ ẩm của bột vi bao với các nồng độ chất bao khác nhau

STT	Mẫu	Độ ẩm
1	15% Maltodextrin	6.14 ± 1.43
2	20% Maltodextrin	4.20 ± 0.41
3	25% Maltodextrin	3.20 ± 0.01
4	30% Maltodextrin	3.63 ± 0.05



Biểu đồ 1 Các chỉ tiêu của bột vi bao sử dụng các nồng độ chất bao khác nhau



3.3 Ảnh hưởng của loại chất bao

Ảnh hưởng của bột vi bao với các tỉ lệ và loại chất bao khác nhau được trình bày trong Bảng 2. Kết quả phân tích cho thấy: độ nhớt của dung dịch maltodextrin (100%) thấp hơn so với

hỗn hợp maltodextrin:gum ở các tỉ lệ từ 2:1, 4:1, 6:1, 8:1. Ta nhận thấy, khi tỉ lệ giữa maltodextrin/gum arabic càng thấp thì độ nhớt của dung dịch càng tăng, đặc biệt là dung dịch gum arabic (100%) có độ nhớt cao là do gum arabic có trọng

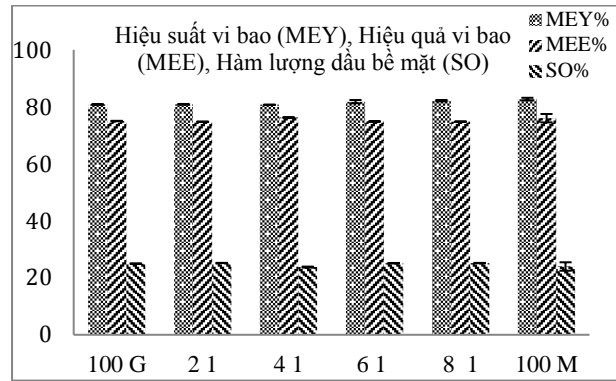
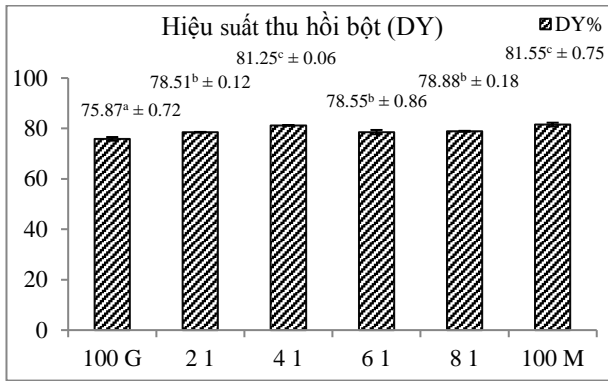
lượng phân tử lớn, tạo nhánh cao và là hỗn hợp của nhiều polysaccharide[20] nên khi hòa tan trong nước tạo độ nhớt cao gây khó khăn cho việc đồng hóa với tinh dầu cũng như quá trình sấy phun dung dịch. Ngược lại, dung dịch maltodextrin (100%) lại có khả năng hòa tan trong nước và tính chất tạo màng tốt. Độ ẩm của sản phẩm sử dụng chất bao maltodextrin cao hơn sản phẩm sử dụng chất bao maltodextrin:gum và sản phẩm sử dụng chất bao gum arabic (100%). Kết quả trên tương đồng với các nghiên cứu trước đó đã được công bố như: tác giả Botrel và cộng sự tiến hành vi bọc tinh dầu oregano bằng phương pháp sấy phun sử dụng hỗn hợp chất bao bao gồm: gum arabic, maltodextrin và tinh bột biến tính làm vỏ bọc, ẩm độ của bột từ 1.30 – 3.65%[15]; tác giả Jafari và cộng sự đã tiến hành vi bọc D-limonene sử dụng hỗn hợp chất bao bao gồm: tinh bột biến tính, whey protein concentrate và maltodextrin, ẩm độ của bột từ 1.20 – 2.70%[7]. Điều này là do độ nhớt của dung dịch hỗn hợp chất bao đặc biệt là dung dịch gum arabic 100% cao hơn rất nhiều so với dung dịch sử dụng chất bao maltodextrin, do đó, trong quá trình sấy, nhiệt độ đầu vào/ra của thiết bị phải được cài đặt cao hơn. Kết quả phân tích thống kê ANOVA cho thấy ảnh hưởng có ý nghĩa của tỉ lệ chất bao đến các chỉ tiêu của sản phẩm bột bao gồm: hiệu suất thu hồi bột (DY), hiệu suất vi bọc (MEY), hiệu quả vi bọc (MEE) và hàm lượng dầu bề mặt (SO) với độ tin cậy 95% (p<0.05). Biểu đồ 2 trình bày ảnh của tỉ lệ và các loại chất bao đến các chỉ tiêu của bột vi bao. Kết quả chỉ ra rằng các chỉ số về hiệu suất vi bọc (MEY) và hiệu quả vi bọc (MEE) khi sử dụng chất bao maltodextrin (100%) đều cao hơn khi sử dụng hỗn hợp chất bao maltodextrin:gum và chất bao gum arabic (100%).

Điều này được lí giải là: các loại bột sử dụng làm chất bao trong ngành công nghệ thực phẩm phải có độ hòa tan tốt, độ hòa tan là yếu tố quyết định đến chất lượng cũng như khả năng lưu giữ các hợp chất của các sản phẩm này như báo cáo của Jayasundera và cộng sự[21]. Xét về khía cạnh này thì dung dịch maltodextrin (100%) đáp ứng được yêu cầu trên, do cấu trúc của maltodextrin là các đơn vị D-glucose chứa các nhóm –OH nên khả năng hòa tan trong nước cao lên đến 70% (w/v) như tác giả (trên) đã trình bày[20]. Nghiên cứu vi bọc tinh dầu Rosemary bằng các loại chất bao khác nhau của Regiane Victória de Barros Fernandes cho thấy khi sử dụng hỗn hợp chất bao modified starch/inulin hoặc gum arabic/inulin thì tất cả các hạt thu được tương đối hòa tan tốt trong nước mặc dù vật

liệu lõi có bản chất kỵ nước, tinh dầu hương thảo nguyên chất không hòa tan trong nước tinh khiết ở nhiệt độ phòng, trong khi đó việc vi bọc tinh dầu dẫn đến khả năng hòa tan tốt hơn[15]. Tuy nhiên gum arabic có giá thành cao và khó kiếm trên thị trường, vì vậy việc nghiên cứu phối trộn gum arabic với các chất bao khác hoặc sử dụng một loại chất bao thay thế hoàn toàn gum là một vấn đề cần thiết giúp mở rộng phạm vi ứng dụng cũng như khả năng thương mại hóa của sản phẩm. Các nghiên cứu đã chỉ ra rằng, maltodextrin có thể thay thế một phần gum arabic để làm vật liệu bao và các nghiên cứu đã xác định được tỉ lệ gum/malto tốt nhất để sử dụng dựa vào bản chất cũng như thành phần của vật liệu lõi. Việc nghiên cứu sử dụng maltodextrin làm vật liệu bao thay thế một phần hoặc hoàn toàn các loại gum là hướng ứng dụng phù hợp giúp giảm giá thành cũng như mở rộng phạm vi ứng dụng của sản phẩm vi bọc trên thị trường. Dựa vào kết quả phân tích thống kê, ta nhận thấy không có sự khác biệt về các chỉ tiêu MEY và MEE khi sử dụng maltodextrin (100%) hoặc hỗn hợp gum/malto ở các tỉ lệ khác nhau (p<0.05), kết quả trên có thể mở ra hướng sử dụng thay thế hoàn toàn hỗn hợp gum/malto bằng maltodextrin (100%) làm chất bao trong sấy phun tinh dầu sả. Có nhiều công trình nghiên cứu về việc sử dụng maltodextrin (100%) làm chất bao trong quá trình sấy phun như nghiên cứu của Le Phuc Ho và cộng sự về việc sử dụng maltodextrin làm chất bao trong việc sản xuất bột nước ép sim (*Rhodomyrtus tomentosa*) bằng phương pháp sấy phun[22]; nghiên cứu sử dụng maltodextrin làm chất bao trong sản xuất sữa dừa bằng phương pháp sấy phun và sấy lạnh của tác giả N. S. Zafisah và cộng sự[23]. Những nghiên cứu trên cho thấy tính hiệu quả cao của việc thay thế các loại gum bằng maltodextrin làm chất bao cho quá trình sấy phun trong ngành công nghệ thực phẩm. Từ những nhận định trên, đề tài lựa chọn maltodextrin (100%) làm chất bao cho quá trình sấy phun tinh dầu sả.

Bảng 2 Độ ẩm của bột vi bao với các tỉ lệ và loại chất bao khác nhau

STT	Mẫu	Ẩm độ
1	Maltodextrin 100%	3.63 ± 0.05
2	Maltodextrin : Gum (2 : 1)	3.50 ± 1.19
3	Maltodextrin : Gum (4 : 1)	2.86 ± 0.24
4	Maltodextrin : Gum (6 : 1)	3.5 ± 0.65
5	Maltodextrin : Gum (8 : 1)	3.41 ± 0.165
6	Gum arabic 100%	3.29 ± 0.04



Biểu đồ 2 Các chỉ tiêu của bột vi bao sử dụng các loại chất bao khác nhau

3.4 Ảnh hưởng của nồng độ tinh dầu

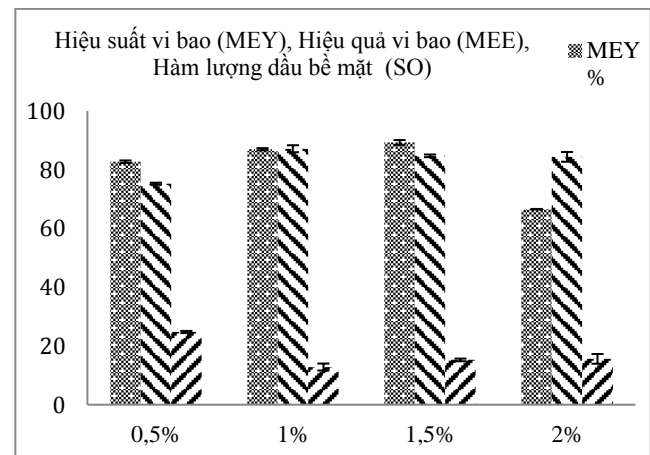
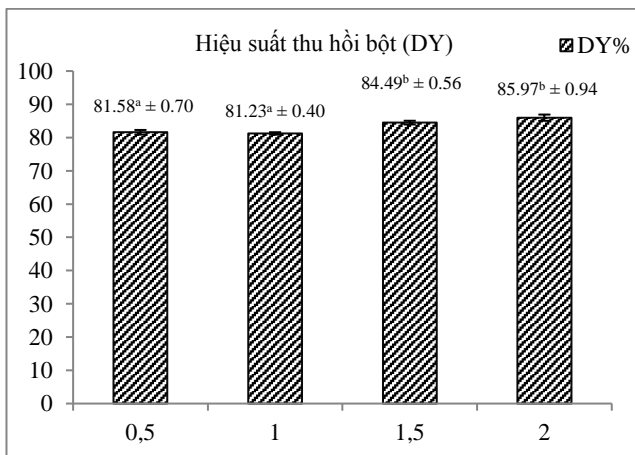
Hình ảnh và âm độ của bột vi bao với các nồng độ tinh dầu khác nhau được trình bày trong Bảng 3. Việc lưu giữ lại thành phần lõi (là các hoạt chất trong một viên vi bọc siêu nhỏ) và tính ổn định của hoạt chất được bao bọc phụ thuộc vào nhiều yếu tố như: bản chất hóa học, trọng lượng phân tử, độ phân cực và độ bay hơi của hoạt chất, sự tương tác của nó với vật liệu tường và vị trí của nó trong cấu trúc của hạt vi bọc cho đến khi sự giải phóng của nó được kích hoạt bởi yếu tố kích thích bên ngoài[24]. Độ ẩm của sản phẩm có xu hướng cao hơn khi nồng độ tinh dầu tăng lên. Bởi vì nồng độ của tinh dầu tăng lên dẫn đến độ nhớt của dung dịch càng cao nên thời gian sấy lâu hơn, quá trình liên kết bao phủ lên vật liệu lõi xảy ra chậm hơn, do đó độ ẩm của bột thu được có xu hướng tăng. Kết quả phân tích thống kê ANOVA cho thấy: nồng độ tinh dầu ảnh hưởng có ý nghĩa ($p < 0,05$) đến các chỉ số MEY, MEE và SO của bột vi bọc. Biểu đồ 3 cho thấy ảnh hưởng của nồng độ tinh dầu đến các chỉ số sản phẩm. Dựa vào Biểu đồ 3 nhận thấy rằng khi nồng độ tinh dầu tăng từ 0.5 đến 1.5%, chỉ số MEY tăng (MEY tăng từ 82.73 lên 89.31%).

Chỉ số MEE cho thấy xu hướng ngày càng tăng khi nồng độ tinh dầu tăng từ 0.5 đến 2%, đặc biệt là chỉ số DY ở nồng độ tinh dầu 2% đạt giá trị cao nhất là 85.97%. Thử nghiệm phân hạng LSD cho thấy chỉ số MEY có sự khác biệt giữa các nồng độ tinh dầu,

chỉ số MEY cao nhất khi sử dụng nồng độ tinh dầu 1,5% đạt 89.31%, chỉ số MEE cho thấy không có sự khác biệt giữa các nồng độ tinh dầu. Trong nghiên cứu này, với hàm lượng tinh dầu 1.5% (w/v) các chỉ số MEY và MEE đạt kết quả cao nhất, trong khi đó với hàm lượng 2% (w/v) tinh dầu thì các chỉ số này lại thấp hơn, kết quả trên có thể được giải thích là do dưới ảnh hưởng của nồng độ chất bao sử dụng là 30% (w/w), khi sử dụng nồng độ tinh dầu là 2% (w/v), các nhóm hydroxyl (-OH) của các hợp chất kỵ nước điển hình là Citral bị loại ra khỏi mạng lưới liên kết của maltodextrin do bị giới hạn về nồng độ cũng như số lượng liên kết mà chất bao tạo thành. Mặt khác, khi sử dụng hàm lượng tinh dầu 1.5% (w/v), với nồng độ chất bao sử dụng 30% (w/w) cho hàm lượng tinh dầu cao hơn trong sản phẩm do nồng độ và số lượng liên kết mà chất bao tạo thành thích hợp cho việc bao bọc được nhiều nhất lượng tinh dầu đưa vào dung dịch như được trình bày trong nghiên cứu của tác giả Uracha và nhóm cộng sự[25].

Bảng 3 Âm độ của bột vi bao với các nồng độ tinh dầu khác nhau

STT	Mẫu	Độ ẩm
1	0.5% (w / v)	3.63 ± 0.05
2	1% (w / v)	4.42 ± 0.35
3	1.5% (w / v)	4.14 ± 0.06
4	2% (w / v)	3.46 ± 0.12



Biểu đồ 3 Các chỉ tiêu của bột vi bao sử dụng các nồng độ tinh dầu khác nhau

4 Kết luận

Trong nghiên cứu này việc sử dụng carbohydrate có khả năng nhũ hóa cao như gum arabic và maltodextrin được khẳng định là có hiệu quả trong việc giữ lại các chất dễ bay hơi. Các yếu tố được sử dụng để khảo sát quá trình sấy phun bao gồm: ảnh hưởng của nồng độ chất bao, ảnh hưởng của tỉ lệ và loại chất bao, ảnh hưởng của nồng độ tinh dầu. Một sự thay thế vật liệu bao hoàn toàn bằng maltodextrin, được giới thiệu là một loại vật liệu tương đối rẻ tiền với các đặc tính tốt và khả năng lưu giữ cao các hợp chất bay hơi được chứng minh là có hiệu quả. Kết quả khảo sát cho thấy ở nồng độ chất bao 30% (w/w) và nồng độ tinh dầu 1.5%

(w/v) thu được hiệu quả vi bọc là 89.31%. Nghiên cứu cũng chỉ ra rằng quá trình vi bọc giúp lưu giữ lại các hoạt chất chính của tinh dầu sả bao gồm hai đồng phân của Citral. Tuy nhiên, các nghiên cứu sâu hơn vẫn là cần thiết để đánh giá tính ổn định của tinh dầu sả đã được vi bọc theo thời gian và các điều kiện bảo quản khác nhau.

Lời cảm ơn

Nhóm nghiên cứu xin cảm ơn sự hỗ trợ kinh phí thực hiện bởi đề tài “Nghiên cứu đa dạng hóa sản phẩm nguồn nguyên liệu cây sả và tinh dầu sả Tiền Giang” - mã số đề tài: ĐTCN 09/18 của Sở Khoa học và Công nghệ tỉnh Tiền Giang.

Tài liệu tham khảo

1. V. Weisheimer, D. Miron, C. B. Silva, S. S. Guterres, and E. E. S. Schapoval, “Microparticles containing lemongrass volatile oil : preparation , characterization and thermal stability,” *Pharmazie*, vol. 65, pp. 885–890, 2010.
2. V. V. Ranade and M. A. Hollinger, “Drug delivery systems”, *Pharmacology and Toxicology series*, pp. 03-30, 2004.
3. R. Arshady, “Microcapsules for food,” *Drying technology*, vol. 10, no. 4, pp. 413–435, 1993.
4. E. E. S. Schapoval, A. R. Pohlmann, and S. S. Guterres, “Increasing sodium pantoprazole photostability by microencapsulation : Effect of the polymer and the preparation technique,” *Eur. J. Pharm. Biopharm.*, vol. 69, pp. 1014–1018, 2008.
5. B. R. Bhandari, B. R. D. Arcy, L. Le, and T. Bich, “Lemon Oil to -Cyclodextrin Ratio Effect on the Inclusion Efficiency of -Cyclodextrin and the Retention of Oil Volatiles in the Complex,” *J. Agric. Food Chem*, vol. 46, no. 97, pp. 1494–1499, 1998.
6. A. O. Oyedele, A. A. Gbolade, M. B. Sosan, F. B. Adewoyin, and O. L. Soyelu, “Formulation of an effective mosquito-repellent topical product from Lemongrass oil,” *Urban & Fischer Verlag*, vol. 9, pp. 259–262, 2002.
7. S. M. Jafari, E. Assadpoor, Y. He, and B. Bhandari, “Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying,” *Dry. Technol.*, vol. 26, pp. 816–835, 2008.
8. Y. Liu and M. Re, “In spray drying microencapsulation of active.” *Drying technology*, 1998.
9. C. Thies, “Microencapsulation: What it is and purpose. In Microencapsulation of Food Ingredients,” *Vilstrup, P., Ed. Leatherhead Publ. Surrey, England*, pp. 1–29, 2001.
10. J. R. de P. Suzana F. Alves, Leonardo L. Borges, Tatiane O. dos Santos and M. T. F. B. Edemilson C. Conceição, “Microencapsulation of Essential Oil from Fruits of *Pterodon emarginatus* Using Gum Arabic and Maltodextrin as Wall Materials: Composition and Stability,” *taylor*, no. May 2014, pp. 151–185, 2013.
11. C. I. Beristain, “Spray-dried Encapsulation of Cardamom (*Elettaria cardamomum*) Essential Oil with Mesquite,” *Leb. u.-Technol*, vol. 401, pp. 398–401, 2001.
12. A. of O. A. Chemists, “Official methods of analysis (17th ed.),” *Maryl. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 2007.
13. E. K. B. & S. J. LEE and . LEE, “Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin,” *J. Microencapsul.*, vol. 25(8), pp. 549–560, 2008.
14. H. Turazan, “Encapsulation of Rosemary essential oil,” no. July, pp. 01-108, 2014.
15. D. A. B. Regiane Victória de Barros Fernandes, Soraia Vilela Borgesa, “Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil,” *Elsevier*, pp. 524–532, 2013.
16. M. Saleem, N. Afza, M. A. Anwar, M. A. Hai, M. S. Ali, and S. Shujaat, “Natural Product Research : Formerli Natural Product Letters Chemistry and Biological Significance of Essential Oils of *Cymbopogon Citratus* from Pakistan,” *Nat. Prod. Res.*, vol. 17, pp. 159–163, 2003.
17. L. Flavor, “Relationship between Acid- Citral and Deterioration,” *Agric. Biol. Chem.*, vol. 46, no. 5, pp. 1387–1389, 1982.
18. I. L. Nunes and A. Z. Mercadante, “Encapsulation of Lycopene Using Spray-Drying and Molecular Inclusion Processes,” *Brazilian Arch. Biol. Technol.*, vol. 50, pp. 893–900, 2007.

19. P. Rimantas and V. Ramut, "Properties of caraway (*Carum carvi* L .) essential oil encapsulated into milk protein-based matrices," *Eur. Food Res. Technol.*, pp. 661–670, 2001.
20. M. E. Embuscado and K. C. Huber, *Edible Films and Coatings for Food Applications*. 2009.
21. M. Jayasundera, B. Adhikari, T. Howes, and P. Aldred, "Surface protein coverage and its implications on spray-drying of model sugar-rich foods : Solubility , powder production and characterisation," *Food Chem.*, vol. 128, no. 4, pp. 1003–1016, 2011.
22. L. E. P. Ho, A. N. H. H. U. Y. Pham, and V. A. N. V. M. A. N. Le, "Effects of core / wall ratio and inlet temperature on the retention of antioxidant compounds during the spray drying of sim (*RHODOMYRTUS TOMENTOSA*) juice," *J. Food Process. Preserv.*, pp. 1–7, 2015.
23. N. S. Z. Y. A. Yusof, M. G. Aziz, N. L. Chin, and M. A. Ali, "Processing of raw coconut milk for its value addition using spray and freeze drying techniques," *Food Process Engineering*, vol. 41, pp. 1–11, 2018.
24. M. Ann, Y. Hemar, and M. Ann, "Nano- and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients," *R. Soc. Chem. 2009*, vol. 38, pp. 902–912, 2009.
25. U. R. U. R. Uktanochai, W. S. Rinuanchai, S. S. Aesoo, I. S. Ramala, S. P. Uttipitakhachorn, and A. S. Oottitawat, "Encapsulation of Citral Isomers in Extracted Lemongrass Oil with Cyclodextrins : Molecular Modeling and Physicochemical Characterizations," *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, vol. 75, no. 12, pp. 2340–2345, 2011.

The effect of some technological factors on the efficiency of microencapsulation of lemongrass essential oil by the spray drying method

Nguyen Phu Thuong Nhân^{1,2}, Mai Huynh Cang³, Vo Tan Thanh², Tran Thi Yen Nhi², Nguyen Duong Vu²,
Le Thi Hong Nhan¹, Nguyen Van Gia Phap⁴, Bach Long Giang^{2,*}

¹Department of Chemical Engineering, HCMC University of Technology, VNU-HCM

²NTT Hi-Tech Institute, Nguyen Tat Thanh University

³Department of Chemical Engineering, Nong Lam University, Ho Chi Minh City

⁴Phuc Nguyen – TPĐ Co., Ltd, Tien Giang Province, Vietnam

*blgiang@ntt.edu.vn

Abstract In this study, the microencapsulation of the lemongrass essential oil was successfully carried out by the spray drying method. A number of technological factors were surveyed to assess the quality of powder products including: the effect of the concentration of wall material, of the ratio and type of wall material, and that of the concentration of essential oils. The properties of powder products were evaluated through microencapsulation yield (MEY), microencapsulation efficiency (MEE) and surface oil (SO) content. Maltodextrin was chosen as the wall material because of its good properties in water solubility and its ability to store active substances inside. The survey results have shown that at wall material concentration of 30% (w/w) and the concentration of the essential oils of 1.5% (w/v), the microencapsulation yield was the highest at 89.31%. The gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) indicated that the main components of lemongrass oil; Citral (*Z*-Citral and *E*-Citral) were retained with high concentration after the spray drying process. In addition, the result of the SEM images displayed particles' size of 1 μ m. This proves that the lemongrass oil, which contains a large amount of Citral, was well protected by spray drying method with micro size.

Keywords microencapsulation, lemongrass essential oil, microencapsulation yield (MEY), microencapsulation efficiency (MEE), surface oil (SO), SEM

