

WPŁYW ZAWARTOŚCI AROMATU CYTRYNOWEGO NA WYBRANE WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNE MIKROKAPSULEK

Emilia Janiszewska, Daniela Śliwińska, Dorota Witrowa-Rajchert

Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji, Wydział Nauk o Żywności, SGGW
ul. Nowoursynowska 159C, 02-776 Warszawa
e-mail: emilia_janiszewska@sggw.pl

Streszczenie. W procesie mikrokapsułkowania aromatów istotny wpływ na efektywność retencji aromatu mają właściwości fizyczne proszków. Celem pracy było zbadanie zależności pomiędzy zawartością aromatu cytrynowego w roztworze przeznaczonym do mikrokapsułkowania metodą suszenia rozpyłowego a wybranymi właściwościami fizycznymi proszków. Do badań przygotowano roztwory o stężeniu 30% (26% maltodekstryny i 4% gumy arabskiej), dodatek aromatu wynosił 2, 4, 6, 8 i 10% całkowitej masy roztworu. Pomiary lepkości emulsji wykazały, iż po przekroczeniu wartości 4% dodatku aromatu następował wzrost lepkości pozornej emulsji poddawanych suszeniu od 30 do 41 mPa·s. Natomiast gęstość emulsji malała liniowo wraz ze wzrostem zawartości aromatu. Wzrost zawartości aromatu spowodował spadek gęstości pozornej proszków od 1437 do 1220 kg·m⁻³. Nie wykazano jednoznacznego wpływu dodatku aromatu na zawartość wody, gęstość luźną i porowatość złoża. Wielkość cząstek proszków wzrastała wraz ze zwiększeniem ilości dodatku aromatu. Z krzywej skumulowanej wynika, że połowa analizowanych cząstek miała średnicę mniejszą lub równą 6,3 μm w proszkach z 4%-owym dodatkiem aromatu, a 9,1 μm gdy zawartość aromatu wynosiła 10%.

Słowa kluczowe: gęstość pozorna, gęstość luźna, średnica zastępcza, suszenie rozpyłowe, aromat cytrynowy

WSTĘP

Technika mikrokapsułkowania polega na okrywaniu ciekłych, stałych lub gazowych substancji otaczającym je materiałem (nośnikiem). Procesem najczęściej stosowanym do zamykania aromatów jest suszenie rozpyłowe. Tak szerokie zastosowanie wynika z zalet tej metody, tzn. jej elastyczności i ekonomiczności, dostępności urządzeń powszechnie stosowanych w przemyśle, oraz dobrej jakości otrzymywanych produktów (Yoshii i in. 2001, Gharsallaoui i in. 2007). Artykuły spożywcze w proszku z przeznaczeniem do dyspersji w płynie powinny charakte-

ryzować się właściwościami typu instant (Domian i Bialik 2006). W procesie suszenia rozpyłowego na parametry fizyczne mikrokapsułek wpływ mają parametry samego procesu suszenia takie jak temperatura powietrza na wlocie, prędkość dysku rozpyłowego, strumienia surowca oraz stężenie i rodzaj użytego materiału nośnika oraz substancji zamykanej (Zbiciński i Kwapińska 2003, Tonon i in. 2008). Temperatura powietrza na wlocie ma wpływ na zawartość wody w cząstkach oraz ich wielkość. Im wyższa temperatura tym mniej wody zawiera proszek, a otrzymywane cząstki są większe (Rattes i Oliveira 2007, Kha i in. 2010). Morfologiczne różnice między końcowym proszkiem uzyskanym w różnych warunkach suszenia wynikają z różnic w sposobie suszenia i fizycznych właściwości nośnika. W zależności od temperatury, otrzymuje się cząstki, które mogą mieć właściwości elastyczne z nielicznymi wklęsłościami (niska i średnia temperatura suszenia), a także sztywne i porowate (wysoka temperatura suszenia), z dużym udziałem cząstek połamanych, z uszkodzoną strukturą powłoki (Oakley 1997). Wzrost prędkości obrotowej dysku powoduje otrzymywanie cząstek mniejszych (Soottitantawat i wsp., 2005a). Parametry fizyczne cząstek można także regulować poprzez zmianę strumienia zasilania roztworu. Im większy jest strumień podawania roztworu, przy tej samej prędkości dysku, tym większa średnica otrzymywanych mikrokapsułek (Gharsallaoui i in. 2007), zawartość wilgoci i gęstość pozorna oraz niższa temperatura powietrza wylotowego (Janiszewska i Witrowa-Rajchert 2007a). Kształt i wielkość cząstek determinują pozostałe parametry fizyczne cząstek proszku takie jak gęstość luźną i pozorną proszku oraz porowatość (Abadio i in. 2004, Kha i in. 2010).

Na parametry fizyczne cząstek proszków, oprócz parametrów procesu suszenia, ma wpływ stężenie i rodzaj zastosowanego nośnika oraz ilość zamykanej substancji. Najczęściej jako nośniki do mikrokapsułkowania aromatów stosowane są maltodekstryny, guma arabska, mieszanina tych substancji oraz białka serwatkowe. Doświadczalnie udowodniono, iż najkorzystniejsza ilość tych substancji w emulsji wynosi od 20 do 30% (Reineccius 1988, Adamiec i Kalemba 2005, Soottitantawat i in. 2005b). Wzrost zawartości nośnika w emulsji powoduje spadek zawartości wody w proszku dzięki czemu proszki suszone rozpyłowo mają dobre właściwości rekonstrykcyjne i nadają się do transportu i przechowywania (Kha i in. 2010, Grabowski i in. 2006). Wielkość dodatku aromatu do emulsji może różnie wpływać na właściwości fizyczne mikrokapsułek. Zależy to od rodzaju zamykanego aromatu oraz jego charakteru (baza olejowa lub alkoholowa) (Adamiec i Kalemba 2005). Nie ma jednak dokładnych analiz, uwzględniających wpływ ilości dodatku aromatu na właściwości fizyczne mikrokapsułek. Dlatego celem pracy było zbadanie wpływu dodatku aromatu cytrynowego na wybrane właściwości fizyczne mikrokapsułek otrzymanych w procesie suszenia rozpyłowego.

MATERIAŁY I METODY

Surowiec do mikrokapsułkowania stanowił aromat cytrynowy. Jako nośnika używano mieszaniny maltodekstryny niskoscukrzonęj o DE = 10 (MD) z 4% dodatkiem gumy arabskiej (GA). Do badań przygotowano roztwory o stężeniu 30%. Dodatek aromatu wynosił 2, 4, 6, 8 i 10% całkowitej masy roztworu. Roztwory homogenizowano przez 10 minut przy 24000 obrotów na minutę.

W otrzymanych emulsjach badano gęstość metodą piknometryczną oraz lepkość. Lepkość pozorną emulsji (η) badano w viskozymetrze Brookfielda typ RVDV-III. Badanie wykonano przy rosnącej prędkości ścinania od 20 do 100 obr·min⁻¹. Zastosowano głowicę ULA (Ultra Low Adapter, ilość próbki do badań wynosiła 16 cm³).

Gęstość roztworów do suszenia ρ_r (kg·m⁻³) oznaczano metodą piknometryczną i wyliczano na podstawie wzoru:

$$\rho_r = \frac{m_r}{m_w} \rho_w \quad (1)$$

gdzie: m_r – masa roztworu (kg), m_w – masa wody (kg), ρ_w – gęstość wody w danej temperaturze (kg·m⁻³).

Suszenie otrzymanych emulsji prowadzono w suszarce rozpyłowej firmy Anhydro, przy prędkości dysku rozpyłowego 39000 obr·min⁻¹ i strumieniu surowca 1,42·10⁻⁶ m³·s⁻¹. Suszenie odbywało się współprądowo, a temperatura powietrza wlotowego wynosiła 160°C. W otrzymanych proszkach badano suchą substancję proszku, gęstość pozorną proszku, gęstość luźną złoża, porowatość złoża oraz określano kształt i wielkość cząstek.

Suchą substancję proszków oznaczano zgodnie z normą PN-A-79011-3. Oznaczenia gęstości pozornej proszku ρ_p i gęstości luźnej złoża ρ_L dokonano w piknometrze helowym Stereopycnometr firmy Quantachrome (Janiszewska i Witrowa-Rajchert 2007b).

Porowatość złoża proszku obliczano ze wzoru:

$$\varepsilon_L = 1 - \frac{\rho_L}{\rho_p} \quad (2)$$

Analizę struktury przeprowadzono na podstawie uzyskanych zdjęć. Zdjęcia wykonano przy użyciu elektronowego mikroskopu skaningowego FEI QUANTA 200 z mikroanalizatorem typu EDS i cyfrowym zapisem obrazu. Zdjęcia wykonywano przy napięciu panującym w generatorze równym 30 kV, odległości głowicy od próbki 10 mm i ciśnieniu 1 Tr. Użyto detektora LFD (Large Field Detector). Zdjęcia wykonano w Centrum Analitycznym SGGW. Analizę zdjęć prowa-

dzono wykorzystując program MultiScan v 13.11. Określano średnicę zastępczą cząstek proszków.

Analizę statystyczną uzyskanych wyników przeprowadzono przy wykorzystaniu pakietu statystycznego Statgraphics Plus 5.1. Wyniki badań poddano analizie statystycznej przy użyciu jednoczynnikowej analizy wariancji w układzie losowym oraz wieloczynnikowej analizie regresji. Wnioskowanie statystyczne prowadzono przy poziomie istotności $\alpha = 0,05$.

WYNIKI I DYSKUSJA

Wykorzystywane roztwory były płynami niutonowskimi w całym zakresie badania. Wartości lepkości roztworów mieszaniny gumy arabskiej i maltodekstryny wzrastały ze zwiększeniem ilości dodatku aromatu cytrynowego. Wpływ wzrost ilości dodatku aromatu z 2 do 4% był statystycznie nieistotny, natomiast każdy kolejny wpływał istotnie na wzrost lepkości emulsji (tab. 1).

Tabela 1. Lepkość i gęstość emulsji o różnej zawartości aromatu cytrynowego
Table 1. Viscosity and density of emulsion with different content of lemon aroma

Dodatek aromatu Aroma content (%)	Lepkość Viscosity (mPa·s)	Gęstość emulsji Emulsion density (kg·m ⁻³)
2	30,67±0,27 ^a	1123,5±0,6 ^d
4	30,68±0,17 ^a	1121,0±0,4 ^{cd}
6	32,13±0,44 ^b	1119,2±0,2 ^{bc}
8	37,40±0,26 ^c	1117,7±1,0 ^b
10	40,90±0,59 ^d	1114,4±2,0 ^a

Średnie wartości w tej samej kolumnie oznaczone różnymi literami: a, b, c różnią się statystycznie przy $p = 0,05$ – Mean values in the same column denoted with different letters: a, b, c differ statistically at $p = 0.05$.

Lepkość ma istotny wpływ na wielkość otrzymywanych w trakcie rozpylania kropeł, co może decydować o wielkości cząsteczek proszku. Jinapong i in. (2008) udowodnili, iż wraz ze wzrostem stężenia białka sojowego jako nośnika (od 5,2 do 20,7%) rosła lepkość roztworów (odpowiednio od 2,2 do 22,4 mPa·s) oraz wielkość otrzymanych w wyniku suszenia cząstek (odpowiednio od 14,46 do 23,59 μm). W niniejszych badaniach otrzymano taką samą zależność.

W przypadku gęstości emulsji otrzymano odwrotną zależność – wzrost dodatku aromatu powodował spadek wartości gęstości (tab. 1), co mogło być spowodowane większym udziałem powietrza w kuleczkach emulsji o\w jaką tworzył układ aromat cytrynowy-roztwór nośnika.

Analizując zawartość wody w proszkach oraz gęstość luźną złoża, nie można stwierdzić jednoznacznego wpływu ilości aromatu w emulsji na te właściwości (tab. 2). Można jedynie zauważyć, że zdecydowanie najwyższe wartości uzyskano przy najmniejszym dodatku aromatu. Wzrost dodatku aromatu powodował natomiast istotne statystycznie zmniejszenie gęstości pozornej cząstek proszku. Może to sugerować, że zwiększenie zawartości aromatu sprzyja szybszemu tworzeniu „skorupki” na powierzchni, która przeciwdziała skurczom cząstek w czasie suszenia. W takiej sytuacji otrzymane z emulsji o wyższej zawartości aromatu cząstki proszku, powinny być większe, co potwierdzono analizując zdjęcia mikroskopowe. Taką samą zależność, zmniejszenia gęstości pozornej ze wzrostem dodatku aromatu, otrzymali Adamiec i Kalemba (2005) dla mikrokapsułek aromatu miętowego, ale w przypadku aromatu elemi nie została ona potwierdzona. Można więc wysnuć wniosek, iż właściwości fizyczne mogą zależeć w głównej mierze od rodzaju zamykanego aromatu.

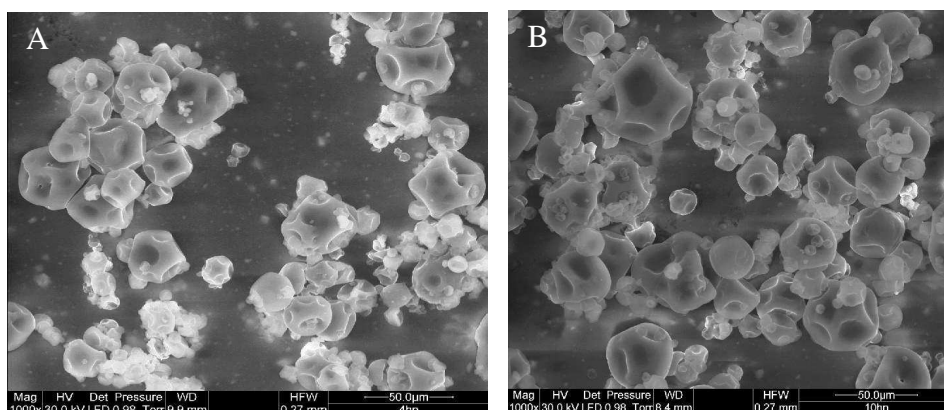
Tabela 2. Wybrane właściwości fizyczne proszków po suszeniu rozpyłowym
Table 2. Selected physical properties of powders after spray drying

Dodatek aromatu Aroma content (%)	Zawartość wody Water content (%)	Gęstość pozorna proszku Apparent particle density (kg·m ⁻³)	Gęstość luźna złoża Bulk density of bed (kg·m ⁻³)	Porowatość Porosity (-)
2	3,66±0,66 ^c	1437,1±7,1 ^e	480±0 ^c	0,666±0,002 ^b
4	1,92±0,34 ^b	1357,5±5,9 ^d	440±10 ^a	0,676±0,009 ^c
6	1,58±0,32 ^a	1286,4±8,3 ^c	437±6 ^{ab}	0,661±0,003 ^b
8	1,57±0,46 ^a	1252,7±9,4 ^b	453±6 ^b	0,638±0,005 ^a
10	1,87±0,20 ^b	1220,3±9,6 ^a	440±10 ^a	0,639±0,006 ^a

Średnie wartości w tej samej kolumnie oznaczone różnymi literami: a, b, c różnią się statystycznie przy p = 0,05 – Mean values in the same column denoted with different letters: a, b, c differ statistically at p = 0.05.

Mikrokapsułki otrzymane metodą suszenia rozpyłowego zazwyczaj są kuliste. Jest to jednak w dużej mierze uzależnione od zastosowanego rodzaju nośnika (Corrigan 1995). Walton i Mumford (1999) uważają, że materiały typu „skin-

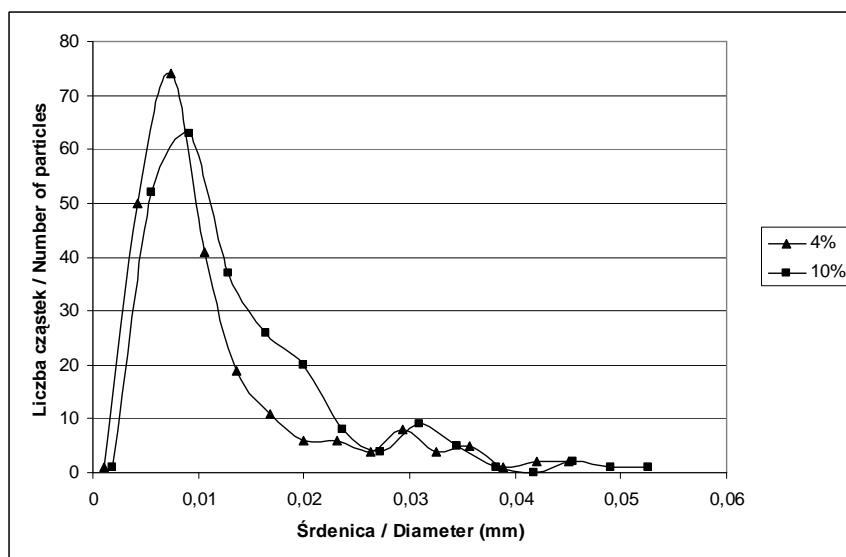
forming” (m.in. maltodekstryna) charakteryzują się dużym zróżnicowaniem morfologicznym. Obserwuje się zarówno cząstki kuliste, pomarszczone, pozapadane wewnątrz, wypełnione powietrzem, z pęknięciami, szczelinami, bądź pełne w środku. Sun i Zhang (2002) podają natomiast, że kapsułki posiadające ściankę z gumy arabskiej są bardziej wytrzymałe na deformację oraz nie pękają poddane działaniu ciśnienia. Może być to spowodowane wysoką przepuszczalnością gumy arabskiej, jako substancji materiału ścianki. Podobne obserwacje poczyniły Janiszewska i Witrowa-Rajchert (2009), analizując mikrokapsułkowanie aromatu rozmarynowego w mieszaninie gumy arabskiej z maltodekstryną (1:3). Obserwacja przykładowych obrazów na fotografii 1 pokazuje, że w analizowanych doświadczeniach powstają zarówno cząstki kuliste, jak i pozapadane wewnątrz, w sposób przypominający regularne „kratery”. Nie zauważono cząstek popękanych bądź porzywanych. Uzyskane cząstki były natomiast mocno „pozlepiane” niezależnie od ilości aromatu w emulsji.



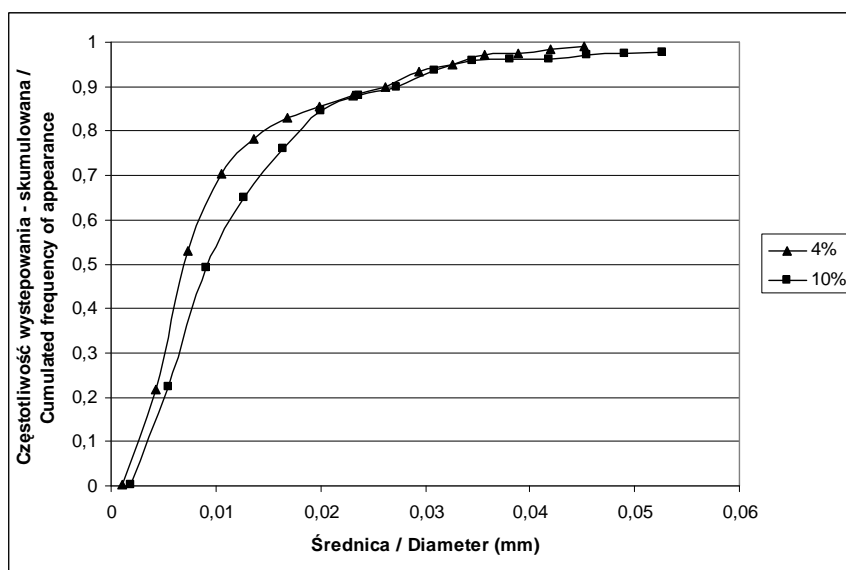
Fot. 1. Struktura mikrokapsulek aromatu cytrynowego, A) 4% dodatku aromatu cytrynowego, B) 10% dodatku aromatu cytrynowego

Photo 1. Micrographs of lemon aroma particles, A) 4% of lemon aroma, B) 10% of lemon aroma

W przypadku proszku, w którym dodatek aromatu wynosił 4% najczęściej występowała średnica równa $6,3 \mu\text{m}$. Wzrost dodatku aromatu do 10% spowodował zwiększenie średnicy najczęściej występującej do wartości $9,1 \mu\text{m}$ (rys. 1). Z krzywej skumulowanej (rys. 2) wynika, że połowa analizowanych cząstek proszku, otrzymanych z emulsji zawierającej dodatek aromatu na poziomie 4%, miała średnicę większą lub równą $6,6 \mu\text{m}$, natomiast w przypadku 10% dodatku aromatu wartość ta wyniosła $9,3 \mu\text{m}$.



Rys. 1. Rozkład średnic cząstek w zależności od wielkości dodatku aromatu cytrynowego
Fig. 1. Particle diameter distribution of powders produced at different lemon aroma content



Rys 2. Krzywa skumulowana rozkładu średnic cząstek w zależności od wielkości dodatku aromatu cytrynowego
Fig. 2. Cumulated curves of particle diameter distribution of powders produced at different lemon aroma content

Crosby i Marshall (1958) analizowali morfologię cząstek kawy, należącej do grupy materiałów „skin-forming”. Stwierdzili, że mniejsze cząstki mają grubszą skorupkę niż duże cząstki, zatem mniejsze cząstki charakteryzują się większą gęstością pozorną. Wyniki zawarte w tej pracy potwierdzają to spostrzeżenie. Proszki na bazie mieszaniny maltodekstryny i gumy arabskiej z 4% dodatkiem aromatu miały mniejsze cząstki, a jednocześnie ich gęstość pozorną była zdecydowanie większa ($1357 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$) od gęstości pozornej cząstek proszków, w których dodatek aromatu wynosił 10% ($1220 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$) (tab. 2).

WNIOSKI

1. Wzrost zawartości aromatu cytrynowego w emulsji różnicował parametry fizyczne roztworów poddanych analizie. Lepkość rosła ze wzrostem ilości aromatu, gęstość zaś malała.
2. Wzrost zawartości aromatu spowodował spadek gęstości pozornej otrzymanych proszków. Nie wykazano jednoznacznego wpływu dodatku aromatu na zawartość wody, gęstość luźną oraz porowatość złoża.
3. Wzrost zawartości aromatu powodował zwiększenie średnicy zastępczej otrzymanych mikrokapsulek.

PIŚMIENNICTWO

- Abadio F.D.B., Domingues A.M., Borges S.V., Oliveira V.M., 2004. Physical properties of powdered pineapple (*Ananas comosus*) juice: dextrin concentration and atomization speed. *Journal of Food Engineering*, 64 (3), 285-287.
- Adamiec J., Kalembe D., 2005. Ocena zdolności mikroenkapsulacji olejków eterycznych podczas suszenia rozpryskowego. *Mat. XI Polskiego Sympozjum Suszarnictwa.*, Poznań 13-16 IX, 1-10, dostępne na CD.
- Corrigan O.I., 1995. Thermal analysis of spray dried products. *Thermochimica Acta*, 284, 245-258
- Crosby E. J., Marshall W. R., 1958. Effects of drying conditions on the properties of spray-dried particles. *Chemical Engineering Progress*, 7(54), 56-63
- Domian E., Bialik E., 2006. Wybrane właściwości fizyczne soku jabłkowego w proszku. *Acta Agrophysica*, 8(4), 803-814.
- Gharsallaoui A., Roudaut G., Chambin O., Voilley A., Saurel R., 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40, 1107-1121
- Grabowski, J.A., Truong, V.-D., Daubert, C.R., 2006. Spray-drying of amylase hydrolyzed sweet potato puree and physicochemical properties of powder. *Journal of Food Science*, 71(5), E209-E217.
- Janiszewska E., Witrowa-Rajchert D. 2007a. Effect of spray drying parameters on rosemary aroma microencapsulation. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 57 (3), 41-43
- Janiszewska E., Witrowa-Rajchert D. 2007b. Mikrokapsulacja aromatu rozmarynowego podczas suszenia rozpyłowego. *Postępy Techniki Przetwórstwa Spożywczego*, 17(2), 33-36.
- Janiszewska E., Witrowa-Rajchert D., 2009. The influence of morphology of powders on the effect of microencapsulation of rosemary aroma during spray-drying. *International Journal of Food Science & Technology*, 44, 2438-2444

- 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, 194-205.
- Kha T.C., Nguyen M.H., Roach P.D., 2010. Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. *Journal of Food Engineering*, 98, 385-392
- Oakley D.E., 1997. Produce uniform particles by spray drying. *Chemical Engineering Progress*, 10, 48-54.
- Rattes, A.L.R., Oliveira, W.P., 2007. Spray drying conditions and encapsulating composition effects on formation and properties of sodium diclofenac microparticles. *Powder Technology*, 171 (1), 7-14.
- Reineccius G.A., 1988. Spray drying of food flavors. ACS Symposium series 370: flavor encapsulation (eds. S.J. Risch, G.A. Reineccius), Washington DC, American Chem. Society, 55-66
- Sootitawat A., Biegeard F., Yoshii H., Furuta T., Ohkawara M., Linko P., 2005a. Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated D-limonene by spray drying. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6, 107-114
- Sootitawat A., Takayam K., Okamura K., Muranaka D., Yoshii H., Furuta T., Ohkawara M., Linko P., 2005b. Microencapsulation of l-menthol by spray drying and its release characteristics. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6, 163-170
- Sun G, Zhang Z., 2002. Mechanical strength of microcapsules made of different wall materials. *Int. Journal of Pharmaceutical*, 242, 307-311
- Tonon R., Brabet C., Hubinger M.D., 2008. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering* 88, 411-418
- Walton D.E., Mumford C.J., 1999. Spray-dried products – characterization of particle morphology. *Trans IChemE*, 77, part A, January, 21-37
- Yoshii H., Sootitawat A., Xiang-Dong Liu, Atarashi T., Furuta T., Aishima S., Ohgawara M., Linko P., 2001. Flavor release from spray-dried maltodextrin-gum arabic or soy matrices as a function of storage relative humidity. *Innovative Food Science Emerging Technology*, 2, 55-61
- Zbiciński I., Kwapińska M., 2003. Physical properties – formed during spray drying – of materials with the properties of an agglomerate. *Acta Agrophysica*, 2(2), 443-455.

EFFECT OF LEMON AROMA CONTENT ON SELECTED PHYSICAL PROPERTIES OF MICROCAPSULES

Emilia Janiszewska, Daniela Śliwińska, Dorota Witrowa-Rajchert

Department of Food Engineering and Process Management, Faculty of Food Sciences,
Warsaw University of Life Sciences (WULS-SGGW)
ul. Nowoursynowska 159C, 02-776 Warszawa
e-mail: emilia_janiszewska@sggw.pl

Abstract. The physical properties of powders have a significant impact on the efficiency of aroma retention in the process of microencapsulation of aroma. The aim of this study was to investigate the relationship between the content of lemon aroma in emulsion on micro-encapsulation by the spray drying method and on selected physical properties of powders. The emulsion was prepared at a concentration of 30% (26% maltodextrin and 4% Arabic gum), aroma additive was 2, 4, 6, 8 and 10% of the total weight of the solution. Emulsion viscosity measurements showed that apparent viscosity of the emulsion increased from 30 to 41 mPa after exceeding the value of 4% aroma. By

contrast, the density of the emulsion decreased linearly with increasing aroma content. The aroma content increase resulted in a decrease of powders apparent density from 1437 to 1220 kg m⁻³. No direct impact the aroma content on water content, density and porosity of powder bed was demonstrated. Particle size of powder particles increased with rising amount of added aroma. The cumulative curve showed that half of analysed particles had a diameter smaller than or equal to 6.3 µm in powders with 4% aroma, and 9.1 µm when the content of aroma was 10%.

Key words: apparent density, bulk density, equivalent diameter, spray drying, lemon flavour