

EMILIA JANISZEWSKA, MONIKA ARCISZEWSKA,  
DOROTA WITROWA-RAJCHERT

## ZALEŻNOŚĆ MIĘDZY EFEKTYWNOŚCIĄ MIKROKAPSULKOWANIA AROMATU WANILINOWEGO I WŁAŚCIWOŚCIAMI FIZYCZNYMI UZYSKANYCH PROSZKÓW

### Streszczenie

W procesie mikrokapsułkowania aromatów istotnym etapem jest dobranie materiału osłonki, zapewniającego ochronę substancji zamykanej oraz ustalenie optymalnych parametrów procesu. Właściwości emulsji poddawanej suszeniu oraz zależne od nich właściwości uzyskanych proszków mają wpływ na efektywność zamykania. Dlatego celem pracy było określenie zależności pomiędzy udziałem poszczególnych nośników w emulsji aromatu wanilinowego i wybranymi właściwościami fizycznymi uzyskanych mikrokapsulek a efektywnością mikrokapsułkowania. Jako nośnik stosowano mieszaninę maltodekstryny o DE = 10 z gumą arabską. Do badań przygotowano roztwory o stężeniu 20 i 30 % (m/m). Dodatek aromatu wanilinowego wynosił 21,7 % (m/m) w stosunku do całkowitej zawartości suchej substancji w roztworze. Udział gumy arabskiej w roztworach wynosił 11 %, dodatkowo sporządzono roztwory o stężeniu 30 %, w których zawartość gumy arabskiej zmniejszono do 7 %. Roztwory homogenizowano dwustopniowo przy ciśnieniach 20 : 7,5 MPa. Suszenie emulsji prowadzono w suszarce rozpyłowej, przy częstotliwości obrotowej dysku rozpyłowego 650 obr./s i strumieniu surowca  $1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ , w temperaturze powietrza wlotowego 160 °C. Wraz ze zmniejszeniem zawartości suchej substancji z 30 do 20 % emulsje charakteryzowały się mniejszą lepkością (z 11 do 4 mPa·s) i mniejszą gęstością (z 1103 do 1060 kg/m<sup>3</sup>). Zmniejszenie udziału gumy arabskiej spowodowało obniżenie lepkości z 11 do 8 mPa·s, ale brak było statystycznie istotnych zmian gęstości emulsji. Zmiana stężenia nośników z 20 do 30 % spowodowała statystycznie istotne zmniejszenie: gęstości pozornej i luźnej, porowatości złoża proszku i współczynnika kształtu cząstek oraz wzrost zawartości wody i średnicy cząstek. W proszkach uzyskanych z roztworów o 30-procentowym dodatku nośników ze zmniejszoną zawartością gumy arabskiej (7 %) zaobserwowano statystycznie istotne zmniejszenie średnicy cząstek oraz wzrost gęstości luźnej i porowatości złoża proszku w porównaniu z proszkami z większą zawartością gumy arabskiej. Efektywność mikrokapsułkowania wynosiła od 55 do 75 %. Wykazano istnienie dodatniej korelacji pomiędzy efektywnością mikrokapsułkowania a gęstością pozorną i średnicą cząstek proszków.

**Słowa kluczowe:** aromat wanilinowy, gęstość, średnica zastępcza, efektywność mikrokapsułkowania

---

*Dr inż. E. Janiszewska, mgr inż. M. Arciszewska, prof. dr hab. D. Witrowa-Rajchert, Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji, Wydz. Nauk o Żywności, Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie, ul. Nowoursynowska 159 C, 02-776 Warszawa*

## Wprowadzenie

Jednym z aromatów powszechnie stosowanych w przetwórstwie żywności jest aromat wanilinowy, dodawany do różnych produktów spożywczych, m.in. kremów, koktajli mlecznych, koncentratów, masy serowej i naleśników, ciastek i ciast. W aromacie wanilinowym zidentyfikowano ponad sto lotnych związków, w tym: aromatyczne aldehydy, alkohole, kwasy, estry, fenole i etery fenolowe, alkohole alifatyczne, kwasy, estry i laktony [1, 11]. Głównym składnikiem aromatu wanilinowego, stanowiącym o jego niepowtarzalnym słodkim zapachu, jest wanilina. Pozostałe związki nie mają takiego wpływu na oryginalność tej kompozycji zapachowej [1, 15].

W celu zachowania unikatowej kompozycji i wszystkich składników aromatu stosuje się proces mikrokapsułkowania. Jest to skuteczny sposób zabezpieczania substancji aktywnej poprzez wytworzenie ścianki wokół stałego lub płynnego rdzenia za pomocą materiału nośnika [3, 14]. Mikrokapsułkowane aromaty są użyteczne w przetwarzaniu lub przechowywaniu produktów spożywczych oraz w kontrolowaniu uwalniania aromatu. Jako materiał otoczki stosowane są różne substancje, np. białka, węglowodany, lipidy, tłuszcze i woski [22, 24]. Doświadczalnie udowodniono, że najkorzystniejsza ilość substancji nośnika w emulsji zawiera się w przedziale od 20 do 30 % [18]. Do mikrokapsułkowania aromatów najczęściej używa się gumy arabskiej i maltodekstryn [12, 21]. Guma arabska jest stosowana ze względu na dobre właściwości emulgujące, wysoką rozpuszczalność i dość niską lepkość w roztworach wodnych, dzięki czemu ułatwia proces suszenia rozpyłowego [14]. Maltodekstryny z kolei mają niską cenę i właściwości zależne od stopnia hydrolizy skrobi. Ich wadą jest brak zdolności emulgowania oraz niewielka zdolność retencji składników lotnych [13]. Połączenie tych dwóch substancji umożliwia powstanie stabilnych emulsji o dobrych właściwościach emulgujących i odpowiedniej lepkości. Emulsje o znacznej lepkości utrudniają proces suszenia rozpyłowego i przyczyniają się do powstawania dużych kropli, które nie zostają wystarczająco wysuszone. Zbyt mała lepkość może natomiast wywoływać przemieszczanie się olejku aromatycznego w kropli w kierunku powierzchni suszonych cząstek, co może zmniejszać efektywność mikrokapsułkowania [17]. Uwzględniając rodzaj urządzenia rozpylającego i właściwości emulsji, należy tak dobrać lepkość emulsji, aby uzyskać optymalną efektywność kapsułkowania.

Celem przeprowadzonych badań było określenie zależności pomiędzy udziałem nośników, właściwościami fizycznymi emulsji oraz uzyskanych metodą suszenia rozpyłowego proszków a efektywnością mikrokapsułkowania aromatu wanilinowego.

## Materialy i metody badań

Surowcem do badań był handlowy aromat wanilinowy, udostępniony przez firmę „Kerotex” Sp. z o. o. (Warszawa, Polska).

Jako nośnik do mikrokapsułkowania aromatu wanilinowego wykorzystano mieszaninę maltodekstryny (DE = 10) (MD) (Pepees S.A., Łomża, Polska) i gumy arabskiej (GA) (Hortimex Sp. z o.o., Warszawa, Polska). Do badań przygotowywano roztwory o 20- i 30-procentowym stężeniu nośników (m/m), dodatek aromatu wynosił 21,7 % (m/m) w stosunku do całkowitej zawartości suchej substancji w roztworze. Udział gumy arabskiej w roztworach wynosił 11 %. Przeprowadzono także doświadczenia, w których w 30-procentowym roztworze nośników zmniejszono zawartość gumy arabskiej do 7 %. Roztwory przygotowywano w temp. ok. 20 - 22 °C. Roztwory homogenizowano metodą ciśnieniową (GEA Niro Soavi – model Panda, Parma, Włochy) dwustopniową przy ciśnieniu 20 : 7,5 MPa.

W otrzymanych emulsjach oznaczano gęstość metodą piknometryczną oraz lepkość. Lepkość pozorną emulsji ( $\eta$ ) oznaczano za pomocą wiskozymetru Brookfielda, typ RVDV-III (Middleboro, USA). Badanie wykonywano przy rosnącej szybkości ścinania od 20 do 100 obr./min. Zastosowano głowicę ULA (Ultra Low Adapter, ilość próbki do badań wynosiła 16 cm<sup>3</sup>).

Suszenie otrzymanych emulsji prowadzono w suszarce rozpyłowej LAB S1 firmy Anhydro (Kopenhaga, Dania), przy częstotliwości obrotów dysku rozpyłowego 650 obr./s i strumieniu surowca 1·10<sup>-6</sup> m<sup>3</sup>/s. Roztwory podawano do dysku w temp ok. 22 - 25 °C. Suszenie odbywało się współprądowo, temp. powietrza wlotowego wynosiła 160 °C, a wylotowego: 93 ± 2 °C. W otrzymanych proszkach oznaczano zawartość suchej substancji, gęstość pozorną cząstek, gęstość luźną i porowatość złoża oraz określano strukturę i wielkość cząstek oraz efektywność mikrokapsułkowania. Doświadczenia wykonywano w trzech powtórzeniach.

Zawartość suchej substancji w proszkach oznaczano zgodnie z normą [16].

Oznaczanie gęstości pozornej proszku  $\rho_p$  wykonywano w piknometrze helowym Stereopycnometr firmy Quantachrome (Boyton Beach, USA). Gęstość nasypową luźną  $\rho_L$  oznaczano z wykorzystaniem objętościomierza wstrząsowego STAV 2003 Engelsmann AG (Ludwigshafen, Niemcy) [20].

Porowatość złoża obliczano na podstawie gęstości pozornej proszku i gęstości luźnej złoża [8].

Analizę struktury i wielkości cząstek proszku przeprowadzano na podstawie zdjęć wykonanych przy użyciu mikroskopu skaningowego G2 Pro firmy Phenom (Beaverton, USA), wykorzystując program MultiScan v. 18.13 (Warszawa, Polska). Każdorazowo zaznaczano na zdjęciach 300 szt. cząstek proszku. Określano średnicę osiągniętą przez 50 % cząstek proszków  $d_{50}$  [7] oraz grubość ich ściany. Dodatkowo, na podstawie uzyskanych powierzchni ( $A$ ) i obwodu cząstek proszku ( $L$ ), wyznaczano ich współczynnik kształtu ( $W$ ) z równania [2]:

$$W = 2 \frac{\sqrt{\pi A}}{L} \quad (1)$$

Oznaczanie zawartości aromatów wykonywano przy użyciu chromatografu gazowego sprzężonego ze spektrometrem mas GC-MS QP 2010 (Shimadzu, Kyoto, Japonia) według metodyki opisanej przez Janiszewską i Witrową-Rajchert [9]. Do próbek każdorazowo przed umieszczeniem włókna SPME dodawano 1  $\mu$ l 0,05-procentowego roztworu dichlorobenzenu jako wzorca.

Związki identyfikowano, porównując widma masowe z biblioteką widm (NIST). W przypadku każdego zidentyfikowanego związku obliczano iloraz powierzchni odpowiadającego mu pikowi chromatograficznemu i powierzchni pikowi wzorca (tzw. względna powierzchnia pików). Zawartość związków wyrażano jako średnie względne powierzchnie pików, tj. średnie arytmetyczne ze zrealizowanej liczby powtórzeń danego pomiaru.

Wszystkie pomiary właściwości fizycznych wykonywano w trzech powtórzeniach.

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. Wnioskowanie statystyczne prowadzono na poziomie istotności  $p = 0,05$ .

## Wyniki i dyskusja

Emulsje otrzymane w wyniku homogenizacji były płynami newtonowskimi w całym zakresie szybkości ścinania (tab. 1). Wraz ze wzrostem zawartości suchej substancji z 20 do 30 % emulsje zwiększały swoją lepkość i gęstość. Zmniejszenie procentowego udziału gumy arabskiej w emulsji spowodowało statystycznie istotne ( $p = 0,05$ ) zmniejszenie wartości lepkości, ale brak było zmian gęstości emulsji.

Zmiana stężenia nośnika z 20 do 30 % spowodowała istotne ( $p = 0,05$ ) zmniejszenie gęstości pozornej i współczynnika kształtu cząstek oraz porowatości złoża proszków, a zwiększenie zawartości wody i średnicy cząstek  $d_{50}$  (tab. 2). W proszkach otrzymanych z 30-procentowych roztworów z mniejszą zawartością gumy arabskiej (7 %) zaobserwowano statystycznie istotne ( $p = 0,05$ ) zmniejszenie wielkości średnicy  $d_{50}$  cząstek i zawartości wody oraz istotny wzrost gęstości luźnej oraz porowatości złoża w porównaniu z proszkami uzyskanymi z 30-procentowych roztworów zawierających większą ilość gumy arabskiej. Najwięcej wody usunięto z proszków otrzymanych z 30-procentowych emulsji ze zmniejszoną zawartością gumy arabskiej, co skutkowało uzyskaniem proszków o najmniejszej zawartości wody i najmniejszej średnicy cząstek (tab. 2). Zbliżoną zawartość wody otrzymały także Janiszewska i wsp. [8] w mikrokapsułkach aromatu cytrynowego, uzyskanego z 30-procentowej emulsji mie-

szaniny gumy arabskiej (udział 4 % w mieszaninie) z maltodekstryną. Fernandes i wsp. [4], Grabowski i wsp. [6] oraz Kha i wsp. [10] stwierdzili, że zawartość wody maleje wraz ze wzrostem udziału nośników w emulsji, a zmniejszenie udziału gumy arabskiej w mieszaninie z maltodekstryną powoduje zwiększenie zawartości wody, co nie zostało potwierdzone w niniejszych badaniach.

Tabela 1

Wybrane właściwości fizyczne emulsji.  
Selected physical properties of emulsions.

Zawartość nośnika w emulsji Content of carrier in emulsion [%]	Zawartość gumy arabskiej w nośniku Content of gum arabic in carrier [%]	Gęstość emulsji Emulsion density $\bar{x} \pm s / SD$ [kg/m <sup>3</sup> ]	Lepkość emulsji Emulsion viscosity $\bar{x} \pm s / SD$ [mPa·s]
20	11	1060,2 ± 0,3 <sup>a</sup>	3,7 ± 0,2 <sup>a</sup>
30	11	1103,4 ± 0,4 <sup>b</sup>	10,6 ± 0,3 <sup>c</sup>
30	7	1103,3 ± 0,4 <sup>b</sup>	8,2 ± 0,1 <sup>b</sup>

Objaśnienia: / Explanatory notes:

$\bar{x} \pm s / SD$  – wartość średnia ± odchylenie standardowe / mean value ± standard deviation; n = 3;

a, b, c – wartości średnie w kolumnach oznaczone różnymi literami różnią się statystycznie istotnie przy p = 0,05; / mean values in the columns and denoted with different letters differ statistically significantly at p = 0.05.

Tabela 2

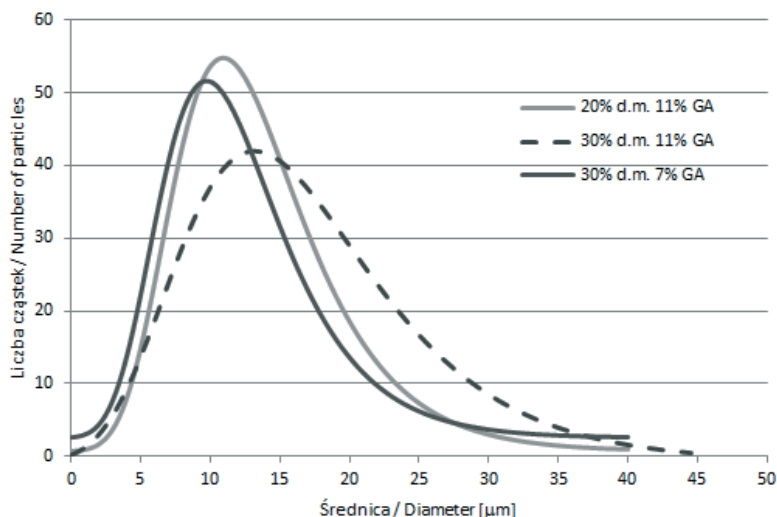
Wybrane właściwości fizyczne mikrokapsulek aromatu wanilinowego.  
Selected physical properties of vanillin aroma microcapsules.

Zawartość nośnika Content of carrier [%]	Zawartość gumy arabskiej w emulsji Content of Gum arabic in the carrier [%]	Zawartość wody w proszku Water content $\bar{x} \pm s / SD$ [%]	Gęstość pozorna proszku Apparent density of powder $\bar{x} \pm s / SD$ [kg/m <sup>3</sup> ]	Gęstość luźna proszku Loose bulk density of powder $\bar{x} \pm s / SD$ [kg/m <sup>3</sup> ]	Porowatość Porosity $\bar{x} \pm s / SD$ [%]	Średnia średnica cząstek Average diameter of articles d <sub>50</sub> $\bar{x} \pm s / SD$ [μm]	Współczynnik kształtu Shape factor W $\bar{x} \pm s / SD$ [-]
20	11	2,53 ± 0,22 <sup>b</sup>	1261 ± 3 <sup>b</sup>	276 ± 6 <sup>a</sup>	78 ± 1 <sup>b</sup>	11,8 ± 0,5 <sup>b</sup>	0,86 ± 0,00 <sup>b</sup>
30	11	4,28 ± 0,13 <sup>c</sup>	1185 ± 8 <sup>a</sup>	268 ± 9 <sup>a</sup>	71 ± 1 <sup>a</sup>	14,6 ± 0,8 <sup>c</sup>	0,85 ± 0,00 <sup>a</sup>
30	7	1,84 ± 0,31 <sup>a</sup>	1191 ± 3 <sup>a</sup>	346 ± 4 <sup>b</sup>	78 ± 0 <sup>b</sup>	10,9 ± 0,4 <sup>a</sup>	0,86 ± 0,00 <sup>b</sup>

Objaśnienia jak pod tab. 1. / Explanatory notes as in Tab. 1.

Gęstość pozorna proszków zależała istotnie ( $p = 0,05$ ) od stężenia nośnika (tab. 2). Najniższą gęstość pozorną cząstek proszków, a więc najwięcej przestrzeni powietrznych wewnątrz cząstek, uzyskano w przypadku zastosowania 30-procentowej emulsji z większą zawartością gumy arabskiej, co mogło być spowodowane uzyskaną większą średnicą cząstek proszku. Natomiast niska porowatość tego złoża w porównaniu z pozostałymi proszkami świadczy o dobrym upakowaniu cząstek. Gęstość luźna proszków zależała zarówno od stężenia nośnika, jak i od zawartości gumy arabskiej w emulsji. Obliczony współczynnik kształtu wskazuje, że badane cząstki były kształtem zbliżone do kuli (wartość bliska 1), co widoczne jest także na zdjęciach (fot. 1).

Analizując wyniki badań uzyskanych proszków, można stwierdzić istotny ( $p = 0,05$ ) wpływ zarówno zastosowanego stężenia, jak i ilości dodatku gumy arabskiej na większość parametrów fizycznych otrzymanych mikrokapsulek aromatu wanilinowego.



Rys. 1. Krzywa rozkładu wielkości cząstek aromatu wanilinowego.

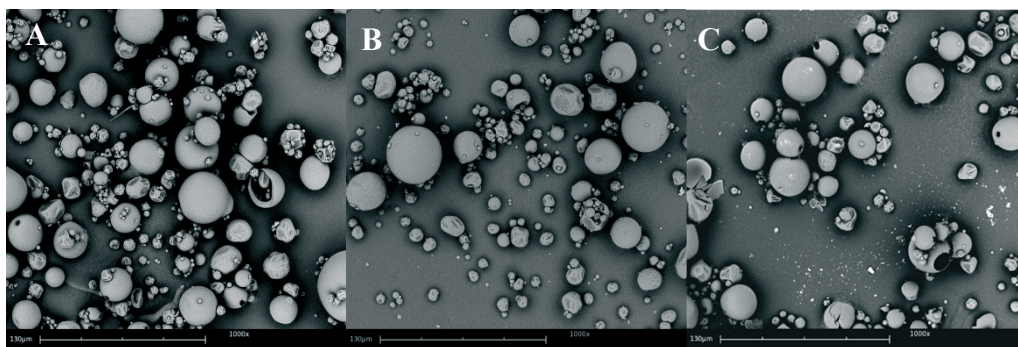
Fig. 1. Distribution curve of vanillin aroma particle sizes.

Na rys. 1. przedstawiono rozkład wielkości cząstek w proszkach. W przypadku 20-procentowej zawartości nośnika najwięcej cząstek osiągnęło średnicę  $10,5 \mu\text{m}$ . Wzrost zawartości nośnika spowodował zwiększenie tej wielkości do wartości  $13,6 \mu\text{m}$ . Najczęściej występująca średnica cząstek w proszkach otrzymanych z roztworów zawierających 30 % nośnika, przy mniejszym udziale gumy arabskiej, wynosiła  $9,7 \mu\text{m}$ .

Proszki o największych cząstkach otrzymano przy zastosowaniu emulsji o 30-procentowej zawartości nośnika zawierającego 11 % gumy arabskiej (tab. 2). Wielkość

cząstek proszku otrzymanych w suszarce rozpyłowej zwiększała się wraz ze wzrostem lepkości i gęstości suszonej emulsji. Im wyższa jest lepkość emulsji, tym większe są krople powstające podczas rozpylania [23], co może prowadzić do uzyskania większych cząstek proszków. Na wielkość cząstek wpływają także właściwości substancji nośnikowej. Maltodekstryna jest materiałem typu „skin-forming” [23], a więc podczas suszenia rozpyłowego, bezpośrednio po rozpyleniu, na powierzchni suszonej kropli szybko tworzy się półprzepuszczalna warstwa, co prowadzi do uzyskania cząstek proszku o mniejszej gęstości pozornej. Uzyskane wyniki potwierdziły, że im większy był udział maltodekstryny w emulsji, tym mniejsza była gęstość pozorna cząstek proszków.

Wszystkie otrzymane proszki, niezależnie od składu emulsji poddanej suszeniu, miały kształt zbliżony do kulistego (fot. 1, tab. 2). Analizując cząstki na zdjęciach, można wyróżnić dwa rodzaje proszków: proszki popękane, ale o gładkiej strukturze lub pofałdowane, bez pęknięć.



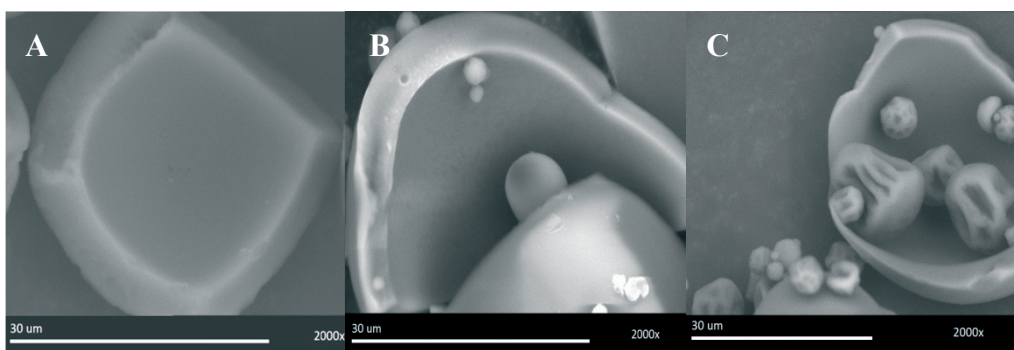
Fot. 1. Morfologia cząstek proszków (powiększenie 1000x): A) 20 % s.s., 11 % GA, B) 30 % s.s., 11 % GA, C) 30 % s.s., 7 % GA.

Fot. 1. Morphology of powder particles (magnification at 1000x): A) 20 % d.m., 11 % GA; B) 30% d.m., 11 % GA; C) 30 % d.m., 7 % GA.

Struktura wewnętrzna cząstek nie była zróżnicowana. Wewnątrz kapsulek znajdowała się duża pusta przestrzeń (fot. 2). Proszki o podobnej strukturze wewnętrznej mikrokapsulek otrzymali także Soottitantawat i wsp. [18, 19] po zamknięciu d-limonenu i l-mentolu.

Grubość ścianki otrzymanych cząstek proszków różniła się statystycznie istotnie ( $p = 0,05$ ), zależnie od zawartości gumy arabskiej oraz zawartości nośników. Najcieńszą ściankę, wynoszącą  $1,7 \pm 0,6 \mu\text{m}$ , miały cząstki uzyskane z 20-procentowego roztworu nośników. Grubość ścian mikrokapsulek aromatu wanilinowego 30-procentowych roztworów była większa i wynosiła  $3,1 \pm 1,1 \mu\text{m}$  w przypadku roztworów z większą zawartością gumy arabskiej oraz  $2,3 \pm 0,9 \mu\text{m}$  przy zmniejszonej

zawartości gumy arabskiej. Większa grubość ścianki była powiązana z większą średnicą cząstek proszków aromatu waniliowego. Większa zawartość nośnika w emulsji sprzyjała powstawaniu grubszej ścianki, co mogło być także związane z wyższą lepkością roztworów poddawanych rozpyleniu, która może spowalniać dyfuzję nośnika i olejku aromatycznego w kierunku powierzchni suszonych cząstek i zestalanie się nośnika w formie ścianki [17]. Wytworzenie grubszej ścianki cząstek proszków, przy większej ich średnicy skutkowało także większą zawartością wody w proszkach uzyskanych z 30-procentowych roztworów.



Fot. 2. Wewnętrzna struktura cząstek proszków (powiększenie 2000x): A) 20 % s.s., 11% GA, B) 30 % s.s., 11 % GA, C) 30 % s.s., 7% GA.

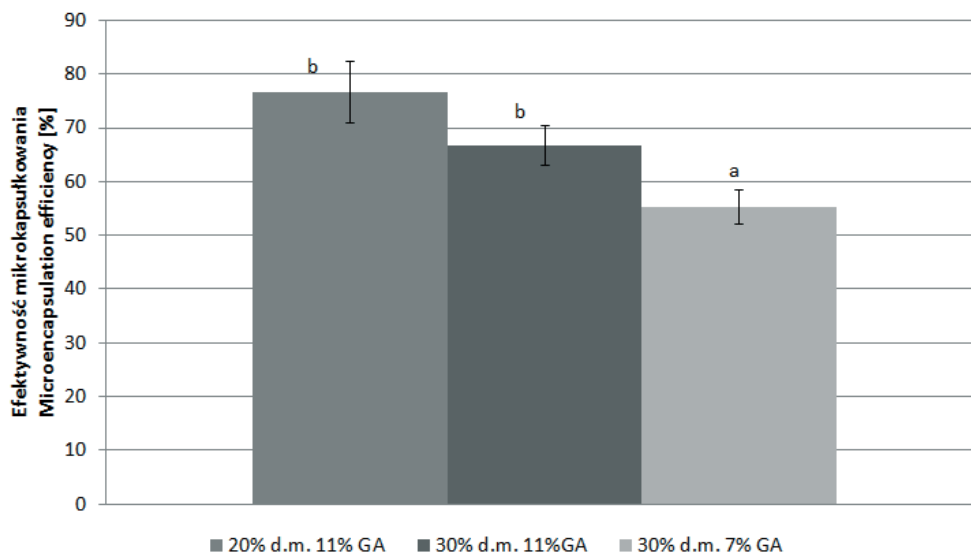
Fot. 2. Inner structure of powder particles (magnification at 2000x): A) 20 % d.m., 11 % GA; B) 30 % d.m., 11% GA; C) 30 % d.m., 7 % GA.

Wzrost zawartości nośnika nie wpłynął statystycznie istotnie ( $p = 0,05$ ) na efektywność procesu mikrokapsułkowania aromatu wanilinowego (rys. 2), której wartość wahała się w granicach 68 - 75 %. Podobną zależność wykazały Janiszewska i Witrowa-Rajchert [9] w przypadku aromatu rozmarynowego zamykanego w 25 i 30 % roztworach maltodekstryny. Natomiast Fernandes i wsp. [4], po zamknięciu aromatu pomarańczowego w roztworach mieszaniny GA i MD o stężeniu od 30 do 50 %, zaobserwowali zwiększenie ilości tego aromatu ze wzrostem zawartości nośnika w roztworze, co tłumaczyli wzrostem lepkości emulsji z 16 do 50 mPa·s. Jak wynika z doświadczeń, w większości przypadków wzrost lepkości powoduje wzrost ilości zamkniętego aromatu, ale tylko do pewnego optymalnego poziomu lepkości dla danego nośnika [5]. W przypadku wzrostu lepkości z 4 do 11 mPa·s (tab. 1) nie zaobserwowano zależności efektywności mikrokapsułkowania od lepkości roztworów.

Zmniejszenie udziału gumy arabskiej w nośniku spowodowało statystycznie istotne ( $p = 0,05$ ) zmniejszenie ilości zamkniętego wewnątrz aromatu wanilinowego z 68 do 55 %. Podobne zależności uzyskali Fernandes i wsp. [4]. Przy zmniejszeniu



udziału gumy arabskiej ze 100 do 20 % cytowani autorzy wykazali zmniejszenie efektywności zamykania olejku eterycznego z lipy: z 63 do 43 %.



Objaśnienia: / Explanatory notes:

a, b – Wartości średnie oznaczone różnymi literami różnią się statystycznie istotnie przy  $p = 0,05$ ;  $n = 3$  / mean values denoted with different letters differ statistically significantly at  $p = 0.05$ ;  $n = 3$ .

Rys. 2. Efektywność mikrokapsułkowania aromatu wanilinowego.

Fig. 2. Micro-encapsulation efficiency of vanillin aroma.

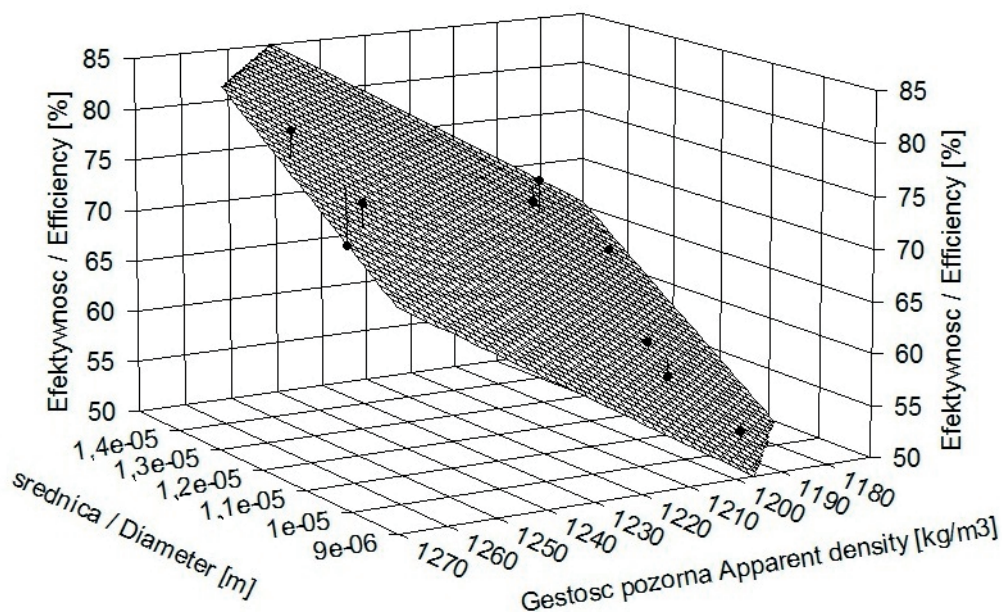
Po przeanalizowaniu wpływu badanych parametrów fizycznych emulsji i proszków na efektywność mikrokapsułkowania aromatu wanilinowego wykazano, że najwyższa korelacja występuje pomiędzy gęstością pozorną proszków a średnicą cząstek proszków  $d_{50}$  (rys. 3). Analiza regresji pozwoliła na opisanie tej korelacji następującym równaniem liniowym:

$$E = -314,66 + 3,77 \cdot 10^6 \cdot d_{50} + 0,28\rho_A$$

gdzie:  $E$  - efektywność mikrokapsułkowania [%],  $\rho_A$  - gęstość pozorną [ $\text{kg}/\text{m}^3$ ],  $d_{50}$  - średnica [ $\mu\text{m}$ ].

Współczynnik korelacji tego równania był istotny ( $p = 0,05$ ) i wynosił  $R = 0,96$ . Wzrost gęstości pozornej proszków oraz średnicy cząstek proszków  $d_{50}$  wykazały powiązanie z większą efektywnością kapsułkowania aromatu wanilinowego. W wyniku estymacji wyznaczono wartości średnicy oraz gęstości pozornej, przy których uzyskano by najwyższą efektywność (97 %), a mianowicie odpowiednio 15  $\mu\text{m}$  oraz

1270 kg/m<sup>3</sup>. Stwierdzono także, że przy spadku średnicy proszki powinny mieć wyższą gęstość pozorną, aby uzyskać bardzo wysoką efektywność.



Rys. 3. Korelacja efektywności mikrokapsułkowania z gęstością pozorną oraz średnicą cząstek.

Fig. 3. Correlation of micro-encapsulation efficiency, apparent density, and diameter of particles.

## Wnioski

1. Mniejsza zawartość gumy arabskiej w 30-procentowych emulsjach spowodowała obniżenie lepkości, ale nie wpłynęła na gęstość emulsji.
2. Najwięcej wody zostało usunięte w przypadku proszków otrzymanych z 30-procentowej emulsji ze zmniejszoną zawartością gumy arabskiej, co skutkowało uzyskaniem najmniejszej zawartości wody w proszku, a jednocześnie uzyskaniem proszków o najmniejszej średnicy.
3. Gęstość pozorną proszków oraz porowatość złoża istotnie zależały od stężenia nośnika. Proszki otrzymane z 30-procentowej emulsji z 11-procentowym dodatkiem gumy arabskiej charakteryzowały się najniższą porowatością i gęstością pozorną oraz największą zawartością wody i średnicą zastępczą cząstek proszku.
4. Większa zawartość nośnika w emulsji sprzyjała powstawaniu grubszej ścianki, co było także połączone z wyższą lepkością oraz większą zawartością wody.
5. Mniejszy dodatek gumy arabskiej w roztworach 30-procentowych spowodował istotne statystycznie zmniejszenie efektywności procesu mikrokapsułkowania.

Wzrost stężenia nośnika z 20 do 30 % nie spowodował zmian efektywności zamknięcia składników aromatu wanilinowego.

6. Wykazano istnienie dodatniej liniowej korelacji pomiędzy efektywnością mikroenkapsulowania a gęstością pozorną proszków i średnią średnicą cząstek.

*Autorzy dziękują firmie „Karotex” Sp. z o.o. za udostępnienie materiału do badań oraz prof. dr hab. M. Obiedzińskiemu za pomoc przy analizie chromatograficznej.*

### Literatura

- [1] Adedeji J., Hartman T.G., Ho C.: Flavor characterization of different varieties of vanilla beans. *Perfumer and Flavors*, 1993, **18**, 115-133.
- [2] Dajnowiec F., Kubiak A., Zander L. Banaszczyk P.: Struktura mikrokapsulek estrów etylowych oleju roślinnego. *Acta Agrophysica*, 2011, **17 (1)**, 33-41.
- [3] de Roos, K.B.: Effect of texture and microstructure on flavour retention and release. *Inter. Dairy J.*, 2003, **13**, 593-605.
- [4] Fernandes L.P., Turatti I.C.C., Lopes N.P., Ferreira J.C, Candido R.C., Oliveira W.P.: Volatile retention and antifungal properties of spray-dried microparticles of *Lippia sidoides* essential oil. *Drying Technol.*, 2008, **26**, 1534-1542.
- [5] Flores-Martinez H., Osorio-Revilla G., Gallardo-Velazquez T.: Optimal spray-drier encapsulation process of orange oil. *Proc. 14th Int. Drying Symp., Sao-Paulo Brazil, vol. A, 2004*, pp. 621-627.
- [6] Grabowski J.A., Truong V.-D., Daubert C.R.: Spray-drying of amylase hydrolyzed sweet potato puree and physicochemical properties of powder. *J. Food Sci.*, 2006, **71 (5)**, E209-E217.
- [7] Janiszewska E., Krupa K., Witrowa-Rajchert D.: Wpływ sposobu homogenizacji na wybrane właściwości fizyczne otrzymanych metodą suszenia rozpyłowego mikrokapsulek aromatu cytrynowego. *Acta Agrophysica*, 2011, **18 (2)**, 287-296.
- [8] Janiszewska E., Śliwińska D., Witrowa-Rajchert D.: Wpływ zawartości aromatu cytrynowego na wybrane właściwości fizyczne mikrokapsulek. *Acta Agrophysica*, 2010, **16 (1)**, 59-68.
- [9] Janiszewska E., Witrowa-Rajchert D.: The influence of morphology of powders on the effect of microencapsulation of rosemary aroma during spray-drying. *International J. Food Sci. Technol.*, 2009, **44**, 2438-2444.
- [10] Kha T.C., Nguyen M.H., Roach P.D.: Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. *J. Food Eng.*, 2010, **98**, 385-392.
- [11] Klimeš I., Lamparsky D.: Vanilla volatiles – a comprehensive analysis. *Int. Flavours and Food Additives*, 1976, **7**, 272-291.
- [12] Krishnan S., Kshirsagar A.C., Singhal R.S.: The use of gum Arabic and modified starch in the microencapsulation of a food flavoring agent. *Carbohydr. Polym.*, 2005, **62 (4)**, 309-315.
- [13] Lewandowicz G., Prochaska K., Grajek W., Krzyżaniak W., Majchrzak A., Ciapa T.: Właściwości użytkowe maltodekstryn w układach emulsyjnych. *Żywność. Nauka. Technologia. Jakość*, 2005, **1 (42)**, 35-47.
- [14] Madene A., Jacquot M., Scher J., Desobry S.: Aroma encapsulation and controlled release - A review. *Int. J. Food Sci. Technol.*, 2006, **41**, 1-21.
- [15] Pérez-Silva A., Odoux E., Brat P., Ribeyre F., Rodriguez-Jimenes G., Robles-Olvera V., García-Alvarado M.A., Günata Z.: GC-MS and GC-olfactometry analysis of aroma compounds in a representative organic aroma extract from cured vanilla (*Vanilla planifolia* G. Jackson) beans. *Food Chem.*, 2006, **99**, 728-735.

- [16] PN-A-79011/3:1998. Koncentraty żywnościowe. Metody badawcze. Zawartość wody.
- [17] Rosenberg M., Kopelman I.J., Talmon Y.: Factors affecting retention in spray drying microencapsulation of volatile materials. *J. Agric. Food. Chem.*, 1990, **38** (5), 1288-1294.
- [18] Soottitantawat A., Biegeard F., Yoshii H., Furuta T., Ohkawara M., Linko P.: Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated D-limonene by spray drying. *Innovative Food Sci. Emerg. Technol.*, 2005, **6**, 107-114.
- [19] Soottitantawat A., Takayam K., Okamura K., Muranaka D., Yoshii H., Furuta T., Ohkawara M., Linko P.: Microencapsulation of l-menthol by spray drying and its release characteristics. *Innovative Food Sci. Emerg. Technol.*, 2005, **6**, 163-170.
- [20] Sułek A., Domian E.: Wpływ ciśnienia homogenizacji na zawartość tłuszczu powierzchniowego w suszonych rozpyłowo emulsjach stabilizowanych białkami mleka. *Żywność. Nauka. Technologia. Jakość*, 2010, **6** (73), 168-176.
- [21] Tonon R.V., Grosso C.R.F., Hubinger M.D.: Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying, *Food Res. Int.* 2011, **44**, 282-289.
- [22] Tonon R., Brabet C., Hubinger M.D.: Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced by spray drying. *J. Food Eng.*, 2008, **88**, 411-418.
- [23] Walton D.E., Mumford C.J.: The Morphology of spray-dried particles a quantitative view. *Drying Technol.*, 2000, **18** (9), 1945-1986.
- [24] Zbiciński I., Kwapińska M.: Physical properties – formed during spray drying – of materials with the properties of an agglomerate. *Acta Agrophysica*, 2003, **2** (2), 443-455.

## **CORRELATION BETWEEN EFFICIENCY OF VANILLIN AROMA MICRO-ENCAPSULATION AND PHYSICAL PROPERTIES OF POWDERS OBTAINED**

### S u m m a r y

During the aroma micro-encapsulation process, a significant phase is to choose a suitable carrier material that provides protection for the substance being encapsulated and to determine the optimal process parameters. The properties of spray dried emulsion as well as the emulsion properties-dependent attributes of powders obtained impact the efficiency of the micro-encapsulation process. Therefore, the objective of this study was to determine the correlation between the per cent content of individual carriers in the emulsion of vanillin aroma and some selected physical properties of microcapsules obtained, and the efficiency of micro-encapsulation. A mixture of maltodextrin DE = 10 and gum arabic was used as a carrier for the vanillin aroma micro-encapsulation. The solutions prepared for the experiment had levels of concentration of 20 and 30 % (m/m) of the above named substances. The flavour addition was 21.7 % (m/m) in proportion to the total dry matter content in the solution. The content of gum arabic in the solutions was 11 %; additionally, the solutions of 30 % concentration level were made with a reduced content of gum arabic of 7 %. The solutions were homogenized using a two-stage homogenization at pressure values of 20 : 7.5 MPa. The emulsion was dried in a spray dryer with a rotational speed of the disc being 650 RPS and a feed rate of raw material being  $1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ , at an inlet air temperature of 160 °C. The reduction from 30 to 20 % of dry matter content in the emulsions resulted in the decrease in their viscosity (from 11 to 4 mPa·s) and density (from 1103 to 1060 kg/m<sup>3</sup>). The reduction of the per cent content of gum arabic caused the viscosity to decrease from 11 to 8 mPa·s; however, there were no statistically significant changes in the density of emulsions. Changing the concentration of the carriers from 20 to 30 % caused a statistically

significant decrease in the apparent and loose bulk density, porosity of the powder bed, and in the shape factor of the particles as well as an increase in the content of water and diameter of particles. As for the powders produced from solutions having 30 % of the added carriers with a lower content of gum arabic (7 %) and compared to the powders with a higher amount of gum arabic, a statistically significant decrease in the particle diameters was found as was an increase in the loose bed density and bed porosity. The efficiency of micro-encapsulation was between 55 and 75 %. A positive correlation was confirmed to exist between the encapsulation efficiency and apparent density, and the average particle diameter of powders.

**Key words:** vanillin aroma, density, equivalent diameter, micro-encapsulation efficiency ☒