

Ảnh hưởng của chất hoạt động bề mặt và điều kiện đông tụ tới tính chất hình học của hạt vi nang chitosan - dầu gấc

Trần Hải Đăng^{1*}, Đào Thị Kim Thoa², Tạ Thị Minh Ngọc²

¹Viện Công nghệ sinh học và Môi trường, Trường Đại học Nha Trang

²Khoa Công nghệ thực phẩm, Trường Đại học Nha Trang

Ngày nhận bài 2/2/2016, ngày chuyển phản biện 22/2/2016, ngày nhận phản biện 4/4/2016, ngày chấp nhận đăng 20/4/2016

Vi nang dầu gấc được tạo thành bằng cách nhỏ giọt nhũ tương chitosan - dầu gấc trong dung dịch kiềm NaOH hoặc KOH. Hỗn hợp dung dịch chitosan - dầu gấc được đồng hóa ở áp suất 4 bars bằng thiết bị đồng hóa (hiệu IKA T18 Basic, Ultra_Turrax) tạo thành nhũ tương dầu trong nước (o/w). Các yếu tố được khảo sát bao gồm loại kiềm, nồng độ kiềm và chất nhũ hóa. Tính chất hình học của hạt được đánh giá thông qua kích thước và độ tròn của hạt. Kết quả nghiên cứu cho thấy, quá trình tạo hạt cũng như tính chất hạt tạo thành không chịu ảnh hưởng bởi các yếu tố khảo sát. Vi nang tạo thành có độ rời rạc cao, độ tròn trung bình.

Từ khóa: chitosan, dầu gấc, ImageJ, vi nang.

Chỉ số phân loại 2.10

Effects of surfactants and coagulation conditions on the morphology of Gac oil - chitosan microcapsules

Summary

Gac oil was encapsulated by dripping Gac oil - chitosan emulsion into alkaline solution. Gac oil - chitosan emulsion was homogenized at 4 bars using homogeniser IKA Ultra_Turrax T18 Basic and formed an oil emulsion in water. Investigated factors included alkaline types, alkaline concentration, and surfactants. Encapsulation process was evaluated through the microcapsule's size and roundness using image analysis (ImageJ). Results showed that the alkaline solution and surfactants had no influence on the microcapsule morphology. The formed microcapsule was highly separated and had a medium roundness.

Keywords: chitosan, Gac oil, ImageJ, microcapsule.

Classification number 2.10

Mở đầu

Công nghệ vi nang là quá trình mà trong đó các hạt (dạng rắn) hay các giọt (dạng lỏng) của vật liệu có hoạt tính sinh học (lõi, nhân) được bao lại trong một mạng lưới tạo bởi các vật liệu sinh học (vỏ, màng bao) để tạo ra các phần tử có kích thước micromet (từ 1 đến 1.000 μm). Vật liệu làm lõi có thể là hương liệu, dầu, chất béo, vitamin, chất tạo màu, enzyme, probiotique. Vật liệu làm vỏ có thể là tinh bột, protein, gôm và một số vật liệu khác như cyclodextrin, liposome, vi sinh vật... [1, 2]. Đây là một công cụ mạnh giúp biến đổi và bảo vệ hoạt tính của nhân, đồng thời nâng cao giá trị sử dụng của chúng [3]. Dầu gấc được tách từ phần màng đỏ bao quanh hạt gấc. Dầu gấc có mức không bão hòa cao, có chứa hai loại axit béo chính là axit oleic (35,22%), axit linoleic (31,44%) và đặc biệt rất giàu các hợp chất carotenoids như beta-carotene và lycopene [4]. Beta-carotene có khả năng chống oxy hóa mạnh, có thể trung hòa 20 loại gốc tự do, làm chậm quá trình lão hóa, ngăn chặn tế bào ung thư... Do đó, dầu gấc rất nhạy cảm với các tác nhân môi trường (oxy, ánh sáng, nhiệt độ...). Các kết quả nghiên cứu trước đó cho thấy, dầu gấc bảo quản trực tiếp ở nhiệt độ thường sau 3 tháng có hàm lượng beta-carotene giảm tới trên 60% [5]. Tuy nhiên, dầu gấc dưới dạng vi nang tạo thành theo phương pháp đông tụ sử dụng vỏ bao chitosan có thể giữ độ ổn định hàm lượng beta-carotene tới 50% sau 24 tháng ở cùng điều kiện nhiệt độ bảo quản [6].

*Tác giả liên hệ: Email: tran.hdang@gmail.com

Việc tạo vi nang với chitosan đã được chứng minh mang lại hiệu quả bảo vệ tích cực đối với dầu gấc [7]. Bản chất của quá trình tạo hạt chitosan trong môi trường kiềm là quá trình trao đổi proton giữa gốc amine NH_4^+ của phân tử chitosan với gốc OH^- trong môi trường. Khả năng phân ly cũng như nồng độ OH^- có trong môi trường ảnh hưởng tới tốc độ trao đổi ion, dẫn đến ảnh hưởng tới tính chất của hạt vi nang tạo thành. Độ nhớt của dung dịch nhũ tương là một trong những yếu tố ảnh hưởng tới khả năng chảy và tạo giọt (giọt hình tròn, giọt hình giọt sương, giọt hình cầu...) trong quá trình tạo hạt. Một trong những yếu tố ảnh hưởng tới độ nhớt của nhũ tương là chất hoạt động bề mặt. Trong nghiên cứu này, chúng tôi khảo sát ảnh hưởng của môi trường kiềm và chất hoạt động bề mặt tới tính chất hình học của hạt vi nang dầu gấc tạo thành thông qua phân tích hình ảnh trên phần mềm ImageJ.

Nội dung và phương pháp nghiên cứu

Quy trình tạo vi nang

Dung dịch chitosan 3,5% được chuẩn bị trong axit acetic 1%. Nhũ tương chitosan - dầu gấc được tạo thành bằng cách đồng hóa hỗn hợp (chitosan, dầu gấc 3%, chất nhũ hóa 5%) tại tốc độ 19.000 v/ph trong 10 phút. Nhũ tương sau đó được nhỏ giọt vào dung dịch kiềm NaOH hoặc KOH với các nồng độ khác nhau (0,5; 1; 1,5 và 2M). Hạt được ngâm trong dung dịch kiềm 60 phút, rửa bằng nước cất 3 lần và để khô tự nhiên.

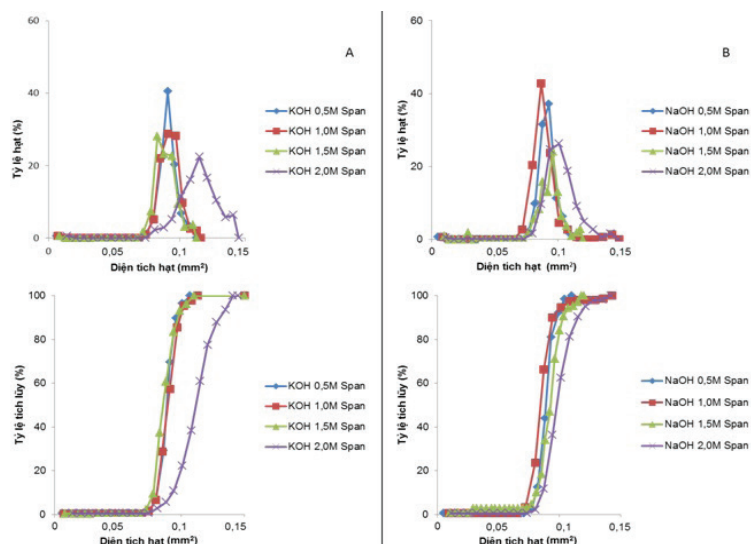
Phân tích tính chất vật lý của hạt vi nang

Hạt vi nang được chụp ảnh trong buồng tối, đảm bảo cường độ sáng và phương chiếu sáng ổn định. Hình ảnh thu được sau đó được xử lý trên phần mềm ImageJ 14.6. Các tính chất phân tích bao gồm: kích thước hạt, phân bố kích thước, phân bố tích lũy, độ tròn và tính rời rạc của hạt.

Kết quả và thảo luận

Ảnh hưởng của điều kiện đồng tụ tới kích thước hạt vi nang

Chúng tôi sử dụng phần mềm ImageJ 14.6 để phân tích phân bố kích thước hạt cũng như hình dạng của hạt dựa trên 3 thông số: diện tích, độ tròn, tính bề mặt. Phân bố kích thước của hạt được xác định thông qua phân bố diện tích hạt. Kết quả được thể hiện trong hình 1.



Hình 1: phân bố hạt theo diện tích ở các điều kiện đồng tụ khác nhau: (A): KOH; (B): NaOH

Bảng 1: giá trị Mode của phân bố diện tích hạt theo nồng độ kiềm (mm²)

Dung dịch kiềm	Nồng độ kiềm (M)			
	0,5	1,0	1,5	2,0
KOH	0,091	0,091	0,083	0,115
NaOH	0,093	0,087	0,096	0,101

Bảng 2: giá trị Median của phân bố diện tích hạt theo nồng độ kiềm (mm²)

Dung dịch kiềm	Nồng độ kiềm (M)			
	0,5	1,0	1,5	2,0
KOH	0,089	0,090	0,086	0,112
NaOH	0,084	0,089	0,092	0,112

Phổ phân bố kích thước hạt đồng tụ trong NaOH và KOH là đồng dạng với nhau và với các nồng độ khảo sát. Phổ phân bố kích thước hạt tạo thành theo phương pháp này rất tập trung (giá trị $\text{CV}\% < 10$). Đối với nồng độ 0,5M, mức độ tập trung của hạt cao hơn so với 3 nồng độ còn lại ($\text{CV}\% \sim 5\text{-}6\%$).

Giá trị Mode và Median của các mẫu khảo sát tương đối tập trung và nằm trong khoảng 0,083-0,115 (mm²) (bảng 1, 2), tương ứng với đường kính hạt 325-383 μm . Nếu chỉ xem xét giá trị Mode, sự ảnh hưởng của nồng độ kiềm tới kích thước hạt không được thể hiện rõ rệt. Tuy nhiên, khi quan sát đồ thị tỷ lệ tích lũy trong hình 1, chúng tôi nhận thấy có sự thay đổi về giá trị Median giữa các nồng độ kiềm khác nhau. Đối với mẫu NaOH, giá trị Median tăng dần theo nồng độ NaOH sử dụng. Đối với mẫu KOH, giá trị Median tại 3 nồng độ (0,5, 1,0 và 1,5M) không có sự khác biệt rõ rệt, trong khi tại nồng độ 2,0M giá trị này tăng vọt. Ta có thể dễ dàng quan sát thấy điều này trên đồ thị hình 1, đường thể hiện tỷ lệ tích lũy của mẫu KOH 2,0M nằm tách hẳn so với đồ thị thể hiện tỷ lệ tích lũy của 3 nồng độ còn lại.

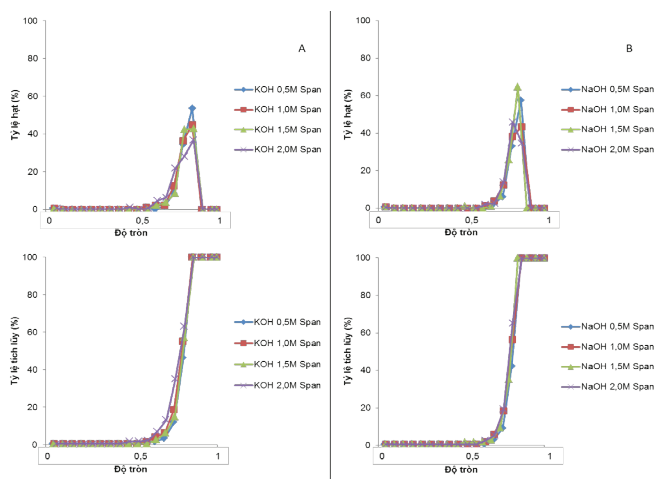
Điều này có thể giải thích dựa trên tốc độ khuếch tán và tốc độ đông tụ khác nhau giữa các nồng độ kiềm và loại kiềm. Ở nồng độ kiềm thấp, sự khuếch tán diễn ra chậm đồng thời với sự mất nước của hạt tăng lên, dẫn tới hạt co lại, giảm kích thước. Ở nồng độ kiềm cao, sự đông tụ diễn ra tức khắc trên bề mặt hạt tạo thành lớp vỏ cứng ngăn cản sự khuếch tán ion OH^- vào bên trong hạt cũng như sự mất nước của hạt, dẫn đến kích thước hạt không giảm đi.

Ảnh hưởng của điều kiện đông tụ tới hình dạng hạt

Hình dạng của hạt được xác định thông qua các thông số như độ tròn (circularity) và tính chất bề mặt (solidity).

Độ tròn của hạt: độ tròn của hạt là giá trị thể hiện hình dạng một hạt gần với hình tròn nhất. Trong tính toán, độ tròn được tính thông qua tỷ lệ giữa diện tích của hạt và chu vi của hạt theo công thức:

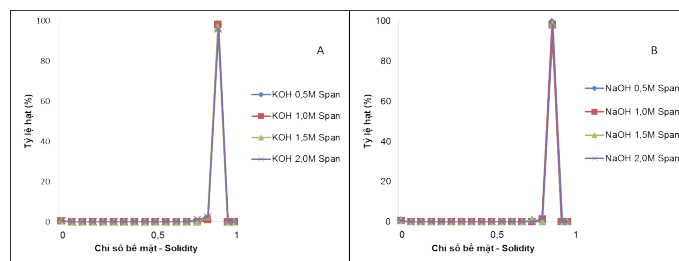
$$\text{Độ tròn} = \frac{2(\pi \cdot \text{Diện tích})^{1/2}}{\text{Chu vi}}$$



Hình 2: tính chất hình học của hạt chitosan tạo thành trong dung dịch KOH (A) và trong dung dịch NaOH (B)

Kết quả ở hình 2 cho thấy, trong các điều kiện tạo hạt khác nhau, độ tròn của hạt là tương đồng, không phụ thuộc vào loại dung dịch kiềm cũng như nồng độ dung dịch kiềm sử dụng. Theo phương pháp phân tích này, hạt có hình dạng méo với giá trị độ tròn thấp (giá trị độ tròn lớn nhất đạt 0,84-0,86) và giá trị Median đạt 0,80.

Tính chất bề mặt của hạt: tính chất bề mặt của hạt có thể được thể hiện thông qua chỉ số bề mặt solidity (tỷ lệ giữa chu vi thực và chu vi ngoại tiếp nhỏ nhất). Giá trị này càng gần với 1 thì bề mặt hạt càng nhẵn và ngược lại.



Hình 3: chỉ số bề mặt của hạt xác định theo phần mềm ImageJ: (A) KOH; (B) NaOH

Khi phân tích theo phương pháp sử dụng chỉ số bề mặt solidity, chúng tôi nhận thấy các mẫu vi nang đều có bề mặt có tính trơn cao với giá trị solidity đạt 0,91-0,98 (hình 3). Điều này được quan sát ở tất cả các mẫu kiềm và các nồng độ kiềm khảo sát.

Kết luận

Trong khoảng khảo sát của đề tài, quá trình tạo hạt cũng như tính chất hạt tạo thành không chịu ảnh hưởng bởi các yếu tố khảo sát. Vi nang tạo thành có độ rời rạc cao, có độ tròn trung bình và bề mặt tương đối liên tục.

Lời cảm ơn

Kết quả nghiên cứu này là một phần của đề tài “Nghiên cứu ứng dụng công nghệ sản xuất vi nang chứa các hợp chất thiên nhiên có hoạt tính sinh học sử dụng trong sản xuất thực phẩm” thuộc Chương trình khoa học và công nghệ trọng điểm cấp nhà nước “Nghiên cứu ứng dụng và phát triển công nghệ sau thu hoạch” (KC07/11-15). Các tác giả xin cảm ơn Bộ Khoa học và Công nghệ đã tài trợ kinh phí để thực hiện đề tài này.

Tài liệu tham khảo

- [1] N.J. Zuidam, E. Shimoni (2010), “Overview of Microencapsulates for Use in Food Products or Processes and Methods to Make Them, in Encapsulation Technologies for ActiveFood Ingredients and Food Processing”, *N.J. Zuidam and V.A.*, pp.3-31.
- [2] K.G.H. Desai, H. Jin Park (2005), “Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients”, *Drying Technology*, **23**(7), pp.1361-1394.
- [3] C.P. Champagne, P. Fustier (2007), “Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods”, *Curr Opin Biotechnol*, **18**(2), pp.184-190.
- [4] H. Aoki, et al (2002), “Carotenoid pigments in GAC fruit (Momordica cochinchinensis SPRENG)”, *Biosci Biotechnol Biochem*, **66**(11), pp.2479-2482.
- [5] Nguyễn Tường Vi, Trần Từ An (2010), “Độ ổn định của một số chất có hoạt tính sinh học trong dầu gấc Việt Nam”, *Tạp chí Dược học*, **1**, tr.15-21.
- [6] H.D. Tran, et al (2013), “Microencapsulation of Gac oil in chitosan microcapsules”, *XXI International Conference on Bioencapsulation*, Bioencapsulation Research Group.
- [7] H.D. Tran, et al (2013), “Microencapsulation of Gac oil in chitosan bead”, *XXI International conference on Bioencapsulation*, Bioencapsulation Research Group.