

NGHIÊN CỨU SẢN XUẤT BỘT VI BAO TINH DẦU TỪ LÁ Hẹ BẰNG KỸ THUẬT SẤY PHUN

Nguyễn Thị Vân Anh*, Phạm Xuân Phương

Trường Đại học Nông Lâm, Đại học Huế

*Tác giả liên hệ: ntvanh@hueuni.edu.vn

Nhận bài: 09/04/2025 Hoàn thành phản biện: 13/05/2025 Chấp nhận bài: 14/05/2025

TÓM TẮT

Nghiên cứu này khảo sát một số điều kiện vi bao tinh dầu lá hẹ (*Allium tuberosum* Rottl. Ex Spreng) bằng kỹ thuật sấy phun, bao gồm: (i) các chất bao là α -cyclodextrin (α -CD), γ -cyclodextrin (γ -CD), hỗn hợp α -CD và maltodextrin (MD) (tỉ lệ 2:1) và hỗn hợp γ -CD và MD (tỉ lệ 2:1); (ii) tỉ lệ tinh dầu lá hẹ bổ sung là 1, 2, 5 và 8%; (iii) nhiệt độ sấy phun là 150, 160, 170 và 180°C. Quá trình vi bao thực hiện bằng máy sấy phun với đầu phun li tâm (tốc độ bơm dịch 30 ml/phút, tốc độ đĩa quay 22.000 vòng/phút). Chất lượng của bột vi bao được đánh giá thông qua độ ẩm, độ hòa tan, hiệu quả vi bao, khả năng kháng oxy hóa. Kết quả cho thấy, hỗn hợp chất bao γ -CD:MD (tỉ lệ 2:1), tỉ lệ tinh dầu bổ sung là 5% và nhiệt độ sấy phun là 170°C cho hiệu quả vi bao cao nhất 91,84%. Ở điều kiện này, bột có độ ẩm 1,87%, độ hòa tan 91,84%, hạt bột có dạng hình cầu với bề mặt trơn hoặc lõm, kích thước (chụp bằng kính hiển vi điện tử quét) 5 – 70 μ m, có khả năng kháng oxy hóa (IC_{50} = 62,24 μ g/ml). Hợp chất sulfide trong bột được xác định là dimethyl trisulfide.

Từ khóa: Bột tinh dầu, Cyclodextrin, Lá hẹ, Maltodextrin, Vi bao

RESEARCH ON THE PRODUCTION OF ESSENTIAL OIL MICROENCAPSULATED POWDER FROM GARLIC CHIVES LEAVES USING SPRAY DRYING TECHNIQUE

Nguyen Thi Van Anh*, Pham Xuan Phuong

University of Agriculture and Forestry, Hue University

*Corresponding author: ntvanh@hueuni.edu.vn

Received: 09/04/2025

Revised: 13/05/2025

Accepted: 14/05/2025

ABSTRACT

This study investigates some conditions for encapsulating Asian chives (*Allium tuberosum* Rottl. Ex Spreng) essential oil using spray drying technique, including: (i) the carriers of α -cyclodextrin (α -CD), γ -cyclodextrin (γ -CD), α -CD and maltodextrin (MD) mixture (2:1 ratio) and γ -CD and MD mixture (2:1 ratio); (ii) the proportion of chive essential oil added is 1, 2, 5 and 8%; (iii) spray drying temperatures are 150, 160, 170 and 180°C. The microencapsulation process uses a spray dryer with a centrifugal nozzle (pumping speed 30 ml/min, rotating disc speed 22,000 rpm). The quality of the microencapsulated powder is evaluated based on its moisture content, solubility, encapsulation efficiency, and antioxidant properties. The results showed that the carrier mixture γ -CD: MD (ratio 2:1), additional essential oil ratio of 5% and spray drying temperature of 170°C gave the highest microencapsulation efficiency of 91.84%. Under this condition, the powder has a moisture content of 1.87%, a solubility of 91.84%, powder particles are spherical with a smooth or concave surface, size (photographed by scanning electron microscope) 5 – 70 μ m, and is resistant to oxidation (IC_{50} = 62.24 μ g/ml). The sulfide compound in the powder was identified as dimethyl trisulfide.

Keywords: Essential oil powder, Cyclodextrin, Chives, Maltodextrin, Microencapsulation

1. MỞ ĐẦU

Cây họ (*Allium tuberosum* Rottl. Ex Spreng) được sử dụng như một loại rau gia vị ở Việt Nam và một số khu vực khác trên thế giới như Châu Âu, Bắc Mỹ, Bắc Phi và Châu Á (Shinga và cs., 2024). Bên cạnh đó, họ cũng được sử dụng như một loại thảo dược trong y học cổ truyền của Việt Nam để chữa ho, hen suyễn, kiết lỵ, viêm mũi, viêm tai giữa, viêm tuyến tiền liệt (Nguyễn Tài Cẩn, 2004). Y học hiện đại cũng ghi nhận khả năng kháng oxi hóa, kháng khuẩn, kháng viêm, ức chế sự phát triển của tế bào ung thư (Nath và cs., 2022; Singha và cs., 2024). Nhiều nghiên cứu đã chứng minh họ chứa nhiều hoạt chất sinh học có giá trị như choline, vitamin K, folate, phenolic và đặc biệt là các hợp chất nhóm sulfide (Nath và cs., 2022). Các hợp chất nhóm sulfide này như diallyl disulfide, diallyl trisulfide, allyl methyl trisulfide và dimethyl trisulfide được tìm thấy trong tinh dầu lá họ và được cho là những thành phần chính chịu trách nhiệm cho khả năng kháng oxi hóa và kháng khuẩn của tinh dầu lá họ (Pino và cs., 2001; Mnayer và cs., 2014; Huỳnh Thị Ngọc Ni, 2019).

Với những hoạt tính sinh học trên, lá họ và tinh dầu lá họ có tiềm năng ứng dụng trong các sản phẩm thực phẩm, thực phẩm chức năng cũng như dược phẩm. Tuy vậy, tinh dầu lá họ có mùi nồng, gây khó chịu dù ở nồng độ thấp. Ngoài ra, các hợp chất sulfide dễ bay hơi cũng như biến đổi dưới tác động của yếu tố môi trường (ánh sáng, nhiệt độ, sự oxi hóa) trong quá trình bảo quản và sử dụng (Yabuki và cs., 2010). Điều này dẫn việc ứng dụng tinh dầu họ trong công nghiệp chế biến là khá hạn chế. Do vậy, việc lựa chọn một phương pháp phù hợp để bảo vệ hoạt tính của tinh dầu lá họ nhằm tăng khả năng ứng dụng trong thực tế là cần thiết và cần được nghiên cứu.

Vi bao là kỹ thuật sử dụng một chất bao (vật liệu tường) để bao bọc những chất hoặc vật liệu khác (vật liệu lõi) nhằm cải thiện một số tính chất lý hóa và bảo vệ vật liệu lõi. Vật liệu tường thường được sử dụng là carbohydrate như maltodextrin (MD), cyclodextrin (CD), protein như whey protein, đạm đậu nành hay tế bào vi sinh vật như nấm men. Trong khi đó, vật liệu lõi thường là các chất nhạy cảm với một số điều kiện của môi trường bảo quản như ánh sáng, nhiệt độ, oxi, pH hoặc có một số tính chất vật lý không thuận lợi cho quá trình ứng dụng như dễ bay hơi, không tan trong nước, dễ thoái biến (Bakry và cs., 2016). Vi bao tinh dầu có thể thực hiện bằng kỹ thuật sấy phun, sấy thăng hoa, ... Trong số các phương pháp đó, sấy phun được cho là hiệu quả bởi chi phí thấp, khả năng ứng dụng trong công nghiệp cao và sản phẩm ở dạng bột dễ dàng cho việc vận chuyển và ứng dụng (Veiga và cs., 2019). Một số nghiên cứu đã cho thấy hiệu quả vi bao của phương pháp sấy phun đối với một số loại tinh dầu như tinh dầu kinh giới (Botrel và cs., 2012), tinh dầu sả (Nguyễn Phú Thương Nhân và cs., 2019). Tuy nhiên, các điều kiện vi bao tinh dầu lá họ bằng kỹ thuật sấy phun chưa được nghiên cứu.

Nghiên cứu này nhằm đánh giá ảnh hưởng của loại chất bao, tỉ lệ tinh dầu lá họ bổ sung và nhiệt độ sấy phun đến hiệu quả quá trình vi bao tinh dầu lá họ và một số tính chất của bột vi bao tinh dầu lá họ như độ hòa tan, độ ẩm. Bột vi bao tinh dầu lá họ sản xuất theo điều kiện được lựa chọn sẽ được đánh giá khả năng kháng oxi hóa và cấu trúc tinh dầu chính chứa trong bột vi bao.

2. NỘI DUNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Đối tượng và thiết bị nghiên cứu

Nguyên liệu là lá họ (*Allium tuberosum* Rottl. Ex Spreng) có chiều dài 18 - 20 cm, được thu mua tại xã Đức Chánh,

huyện Mộ Đức, tỉnh Quảng Ngãi sau thời điểm gieo trồng 5 tháng. Sau khi thu hái, nguyên liệu được vận chuyển về khoa Cơ khí và Công nghệ, trường Đại học Nông Lâm, Đại học Huế trong vòng 8 giờ và được làm sạch. Lá họ được xay nhỏ kết hợp với siêu âm (ở 35 - 36°C, trong 10 phút, tần số 40 kHz) trước khi được chưng cất bằng hệ thống chưng cất lôi cuốn hơi nước trong 3 giờ với tỉ lệ nguyên liệu: nước là 1: 3 để thu tinh dầu lá họ.

MD (Trung Quốc, DE = 10 – 12, độ ẩm 6 – 7%) và α - và γ -CD (Wacker Chemical Corp, USA, độ ẩm 3 – 5%), DPPH (97%, TCI, Nhật Bản) và một số hóa chất thông dụng khác được sử dụng trong nghiên cứu này.

Máy sấy phun sử dụng trong nghiên cứu này là kiểu đĩa li tâm được chế tạo tại khoa Cơ điện, Học viện Nông nghiệp Việt Nam với khoảng nhiệt độ sấy 110 – 250°C, số vòng quay đĩa phun 18.000 – 24.000 vòng/phút, lượng dịch cung cấp 1 – 5 l/giờ, kích thước máy (đường kính x chiều cao) = 900 mm x 1.700 mm, phần chớp đáy 600

mm, đường kính đĩa phun 50 mm với 24 rãnh, tốc độ bơm dịch 15-80 ml/phút. Ngoài ra, một số thiết bị khác được sử dụng như: máy khuấy (JJ-1A-300 W, Trung Quốc), máy đo quang phổ (SPECTRO 24RS, Labomed, Mỹ), máy li tâm (ROTOFIX 32A, Hettich, Đức), hệ thống sắc ký khí ghép khối phổ GC/MS (7890B/5977B GC/MSD, Agilent, Mỹ; cột DB-1 30m – 250 μ m – 0,25 μ m), kính hiển vi điện tử quét (FESEM S4800 Hitachi, Nhật Bản; Máy phủ Pt E1054 Hitachi, Nhật Bản; điện áp 10kV) và một số thiết bị thông dụng khác.

2.2. Phương pháp bố trí thí nghiệm

Quá trình vi bao tinh dầu được thực hiện theo quy trình như sau: Chuẩn bị dung dịch chất bao (chất bao hòa tan vào nước) → Bổ sung tinh dầu → Đồng hóa (1.200 vòng/phút, 5 phút) → Xác định Bx ($20^\circ \pm 1$) → Ủ (14 giờ) → Sấy phun (nhập liệu 30 ml/phút, đĩa li tâm quay 22.000 vòng/phút) → Thu bột tinh dầu → Đóng gói → Thành phẩm (Veiga và cs., 2019; Nguyễn Thị Vân Anh và cs., 2024) (*)

Bảng 1. Tóm tắt các thông số bố trí thí nghiệm

Thông số	Thí nghiệm 1	Thí nghiệm 2	Thí nghiệm 3
Chất bao	α -CD, α -CD:MD (2:1), γ -CD, γ -CD:MD (2:1)	Loại chất bao được lựa chọn từ thí nghiệm 1	Loại chất bao được lựa chọn từ thí nghiệm 1
Tinh dầu bổ sung (%)	1	1; 2; 5; 8	Tỉ lệ tinh dầu được lựa chọn từ thí nghiệm 2
Nhiệt độ sấy (°C)	160	160	160; 170; 180; 190

Thí nghiệm 1, 2 và 3. Ảnh hưởng của các thông số trong quá trình vi bao tinh dầu bao gồm loại chất bao (thí nghiệm 1), tỉ lệ tinh dầu bổ sung (thí nghiệm 2) và nhiệt độ sấy (thí nghiệm 3) đến chất lượng bột vi bao (Bảng 1) được đánh giá thông qua ba chỉ tiêu là độ ẩm, độ hòa tan và hiệu quả vi bao. Thí nghiệm được bố trí đơn yếu tố và kết quả lựa chọn ở thí nghiệm trước được sử dụng làm thông số cố định cho thí nghiệm sau.

Thí nghiệm 4. Hình thái của bột vi bao

Hạt bột vi bao tinh dầu lá họ (sản xuất dựa trên các thông số đã chọn ở thí nghiệm 1, 2 và 3) được xác định hình thái và kích thước bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM).

Thí nghiệm 5. Đánh giá chất lượng bột vi bao

Chất lượng bột vi bao tinh dầu họ được đánh giá dựa trên khả năng kháng oxi

hóa và phân tích hoạt chất chính của tinh dầu chứa trong bột vi bao.

2.3. Phương pháp phân tích các chỉ tiêu

2.3.1. Điều kiện phân tích GC-MS

Điều kiện GC-MS như sau: Thiết bị phân tích: GC/MS Agilent 7890B/5977B; Phần cài đặt GC: (1) Cột phân tích (Column): DB-1 (30 m – 250 μ m – 0,25 μ m), (2) Buồng tiêm mẫu (Inlet): nhiệt độ 250°C, thể tích tiêm mẫu 1 μ l, (3) Khí mang: He, dòng khí mang 1 ml/phút, chế độ tiêm: chia dòng (Split), tỉ lệ chia: 500:1, (4) Chương trình nhiệt độ lò cột (Oven): Nhiệt độ đầu 45°C, thời gian giữ 0 phút, tăng 5°C/phút, tăng đến 150°C, thời gian giữ 0

phút. Tiếp tục tăng 40°C/phút, tăng đến 290°C, thời gian giữ 5 phút; Điều kiện MS: (1) Chế độ: Scan, Mass từ 30 – 500, (2) Nhiệt độ MS Source: 230°C, MS Quad: 150°C.

2.3.2. Phương pháp xác định hiệu quả vi bao

Hiệu quả vi bao tinh dầu (MEE) là đại lượng thể hiện mức độ bảo vệ của chất bao đối với cấu tử được vi bao và được tính bằng tỉ lệ giữa hàm lượng tinh dầu không bị trích ly bởi dung môi và tổng lượng tinh dầu có trong bột (Nguyễn và Yoshii, 2017; Nguyễn Phú Thương Nhân và cs., 2019).

$$MEE = \frac{\text{Lượng tinh dầu tổng số} - \text{Lượng tinh dầu tự do}}{\text{Lượng tinh dầu tổng số}}$$

2.3.3. Phương pháp xác định độ ẩm

Độ ẩm được xác định bằng phương pháp sấy khô đến khối lượng không đổi theo TCVN 8949:2011.

2.3.4. Phương pháp xác định độ hòa tan

Độ tan của bột vi bao tinh dầu hệ được xác định theo Hermanto và cs. (2016) với một số hiệu chỉnh. Hòa tan 1 g bột vi bao tinh dầu trong 30 ml nước trong ống nghiệm ở điều kiện nhiệt độ phòng. Sau đó, đem ống nghiệm li tâm 6.000 vòng/phút trong 10 phút và lặp lại 3 lần. Loại bỏ phần dịch lỏng, chuyển phần rắn sang giấy lọc. Giấy lọc (chứa phần rắn) được sấy khô 105°C và cân. Độ hòa tan được xác định theo công thức:

$$S\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

Trong đó: S là độ hòa tan của mẫu (%), m_1 là trọng lượng mẫu ban đầu (đã trừ độ ẩm) (g) và m_2 : Trọng lượng cuối cùng sau khi sấy (g)

2.3.5. Phương pháp đánh giá khả năng kháng oxi hóa

Khả năng kháng oxi hóa được đánh giá dựa trên phương pháp khử gốc tự do 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) theo Brand-Williams và cs. (1995), với một số hiệu chỉnh như sau: cho 2g bột vi bao tinh

dầu vào ống li tâm, thêm 5 ml nước và 5 ml hexane. Ống được lắc đều để tinh dầu từ bột được giải phóng vào hexane. Sau đó, li tâm 6.000 vòng/phút trong 10 phút và thu lấy phần dịch hexane. Pha dịch hexane với ethanol theo tỉ lệ 1/100 (v/v). Dùng ống hút thủy tinh (pipet) lấy 1.000 μ l DPPH nồng độ 0,001 M cho vào các ống nghiệm chứa dịch tinh dầu có nồng độ khác nhau và ủ trong bóng tối 30 phút. Sau đó, hỗn hợp được đo mật độ quang (OD) tại bước sóng 517 nm. Phần trăm hoạt tính bắt gốc tự do DPPH được tính bằng tỉ lệ giữa độ chênh lệch OD của mẫu trắng và mẫu phân tích và OD của mẫu trắng. Từ phần trăm hoạt tính bắt gốc tự do DPPH, xây dựng phương trình tương quan tuyến tính, từ đó xác định giá trị IC₅₀ (nồng độ mẫu ức chế được 50% gốc tự do).

2.3.6. Điều kiện xác định hình thái, cấu trúc và kích thước hạt bột tinh dầu vi bao

Hình thái, cấu trúc và kích thước của hạt bột tinh dầu vi bao được xác định bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM FEI Quanta 450, USA). Khoảng cách từ đầu dò đến mẫu 13 mm, mức năng lượng 20000 kV, đầu dò ETD, độ phóng đại 150x – 2500x.

2.3.7. Phương pháp xử lý số liệu

Số liệu và đồ thị được xử lý bằng phần mềm Microsoft Excel 365. Kết quả thí nghiệm được phân tích ANOVA một yếu tố

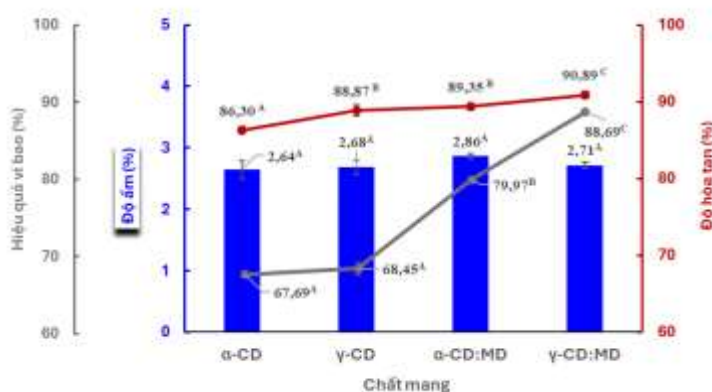
và kiểm định Duncan (5%) để so sánh sự khác biệt giữa các giá trị trung bình. Các phân tích thống kê được xử lý trên phần mềm IBM SPSS Statistic 20.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Ảnh hưởng của loại chất bao bổ sung đến tính chất bột vi bao

Hình 1 cho thấy rằng, độ ẩm của cả bốn mẫu bột sử dụng các chất bao khác nhau α -CD, γ -CD, α -CD:MD và γ -CD:MD có giá trị nhỏ hơn 3% và không có sự sai khác về mặt thống kê ở mức ý nghĩa 5%. Độ

ẩm và hoạt độ nước trong các thực phẩm có mối liên hệ sự phát triển của vi sinh vật trong sản phẩm thực phẩm (Hamad, 2012). Sun và cs. (2019) cho rằng, độ ẩm của bột vi bao hoạt chất carvacrol cần duy trì dưới 5% để đảm bảo kéo dài thời gian bảo quản và giảm sự phát triển của vi khuẩn. Nghiên cứu vi bao tinh dầu cây kinh giới cho thấy độ ẩm bột vi bao dao động từ 1,30% đến 3,65% (Botrel và cs., 2012). Như vậy, độ ẩm bột vi bao tinh dầu lá hẹ là khá phù hợp cho các sản phẩm bột.



Hình 1. Ảnh hưởng của chất bao đến độ hòa tan, độ ẩm và hiệu quả vi bao tinh dầu lá hẹ

Hình 1 cũng cho thấy hỗn hợp chất bao γ -CD:MD có độ hòa tan và hiệu quả vi bao cao nhất lần lượt là 90,89% và 88,69%. Như vậy, việc sử dụng chất bao ở dạng hỗn hợp có bổ sung MD có hiệu quả cao hơn chất bao dạng đơn lẻ chỉ sử dụng α -CD và γ -CD. Điều này có thể giải thích dựa trên bản chất của MD cấu tạo từ các đơn vị D-glucose chứa nhóm -OH nên có khả năng tan tốt trong nước. MD thường được dùng làm chất bao trong kỹ thuật vi bao bởi độ hòa tan cao, độ nhớt thấp ở nồng độ chất rắn cao, chi phí tương đối thấp, hương vị và mùi thơm trung tính (Xiao và cs., 2022). Trong khi đó, CD với cấu trúc hình nón cụt rỗng, bên ngoài ưa nước còn bên trong ưa béo nên CD còn được sử dụng làm chất nhũ hoá trong kỹ thuật vi bao các hoạt chất không ưa nước (Hu và cs., 2013). Nhờ cấu trúc đặc biệt này, các phân tử tinh dầu sẽ được giữ lại trong khoang rỗng và dẫn đến hiệu quả

vi bao cao hơn. Thể tích khoang trống của γ -CD lớn hơn α -CD tạo ra sự phù hợp về mặt không gian để các phân tử tinh dầu có thể di chuyển vào và được vi bao. Các phân tử nhỏ được vi bao trong α -CD, trong khi các phân tử lớn hơn được vi bao trong γ -CD (Hoyos-Leyva và cs., 2018). Kết quả này phù hợp với nghiên cứu của Yu và cs. (2019), trong đó nhóm tác giả đã chứng minh rằng hiệu suất vi bao tinh dầu tỏi của hỗn hợp γ -CD với các thành phần chức năng khác vượt trội hơn so với α -CD và β -CD.

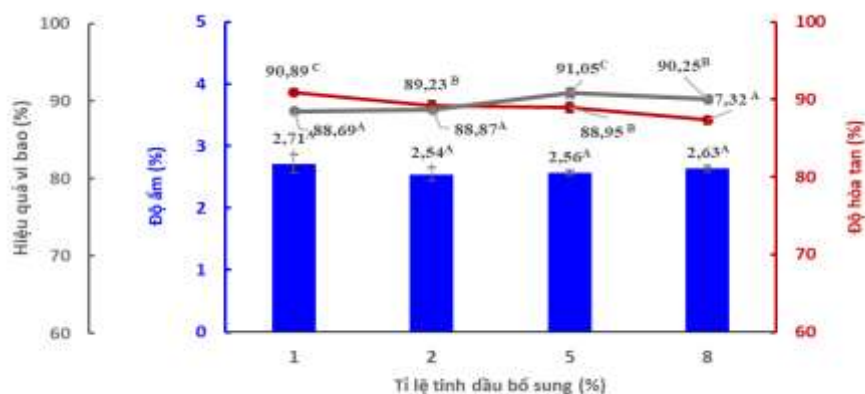
3.2. Ảnh hưởng của tỉ lệ tinh dầu bổ sung đến tính chất bột vi bao tinh dầu lá hẹ

Tỉ lệ tinh dầu bổ sung là thông số khá quan trọng trong quá trình vi bao tinh dầu bằng sấy phun. Tỉ lệ tinh dầu thích hợp góp phần tối ưu hóa hiệu quả vi bao và bảo vệ tinh dầu khỏi sự oxy hóa, đồng thời duy trì tính ổn định và khả năng giải phóng có kiểm soát các hoạt chất được vi bao và tỉ lệ tinh

dầu bổ sung dao động từ 1 - 30% (De Barros Fernandes và cs., 2014; Veiga và cs., 2019, De Oliveira Alencar và cs., 2022).

Hình 2 cho thấy ứng với các tỉ lệ tinh dầu bổ sung 1, 2, 5 và 8%, độ ẩm của bột vi

bao lần lượt là 2,71%, 2,54%, 2,56% và 2,63% và không có sự sai khác có ý nghĩa thống kê ($P > 0,05$). Nguyễn Phú Thương Nhân và cs. (2019) báo cáo rằng khi vi bao tinh dầu sả với tỉ lệ tinh dầu từ 0,5 - 2%, độ ẩm bột thu nhận dao động từ 3,46 - 4,42%.



Hình 2. Ảnh hưởng của tinh dầu bổ sung đến độ ẩm, độ hòa tan và hiệu quả vi bao

Độ hòa tan có xu hướng giảm dần, từ 90,89 ở tỉ lệ 1% đến 87,32% ở tỉ lệ 8%. Hai mẫu 2% và 5% không có sự sai khác về mặt thống kê với độ hòa tan lần lượt là 89,23% và 88,95% ở mức ý nghĩa $\alpha=0,05\%$ (Hình 2). Khi nồng độ tinh dầu bổ sung quá nhiều lượng tinh dầu bề mặt cũng tăng lên (de Barros Fernandes và cs., 2014). Điều này dẫn đến các nhóm kỵ nước của tinh dầu sẽ chiếm tỉ lệ lớn trên bề mặt hạt bột làm giảm khả năng thấm ướt bột và giảm độ hòa tan của các hạt bột vi bao tinh dầu.

Hiệu quả vi bao có xu hướng tăng từ 88,69%, 88,87% đến 91,05% khi tỉ lệ tinh dầu bổ sung từ 1%, 2% đến 5% sau đó, sau đó giảm (90,25%) khi tỉ lệ tinh dầu bổ sung tăng lên 8% (Hình 2). De Oliveira Alencar và cs. (2022) khi nghiên cứu vi bao tinh dầu sả bằng phương pháp sấy phun đã báo cáo rằng khi nồng độ tinh dầu tăng lên từ 2% đến 10% thì hiệu suất vi bao giảm từ khoảng 80% xuống 70%. Tỉ lệ tinh dầu trong dung dịch quá cao có thể gây khó khăn trong việc tạo ra các hạt vi bao ổn định và đồng đều. Điều này có thể dẫn đến việc các giọt tinh dầu không được bao phủ hoàn toàn, gây thất thoát trong quá trình sấy, dẫn đến giảm hiệu quả của quá trình vi bao và làm giảm chất

lượng của sản phẩm cuối (Veiga và cs., 2019).

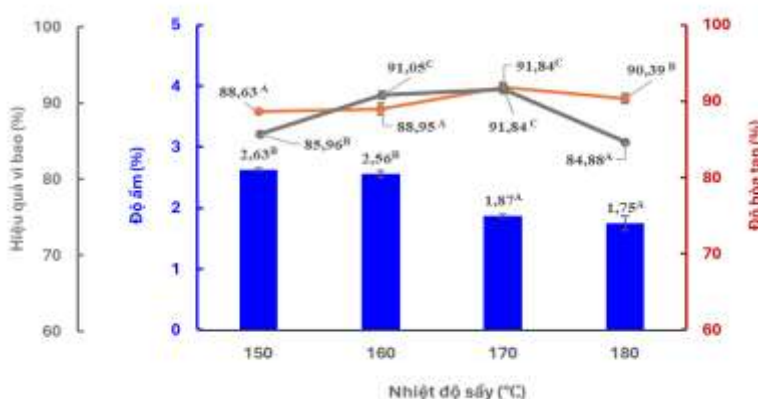
Như vậy, hiệu quả vi bao cao nhất ở tỉ lệ tinh dầu 5% nên chúng tôi chọn tỉ lệ tinh dầu bổ sung là 5% để tiến hành thí nghiệm tiếp theo.

3.3. Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy đến tính chất bột vi bao tinh dầu lá hẹ

Nhiệt độ sấy có tác động trực tiếp đến các đặc tính của bột vi bao như kích thước, cấu trúc hạt, khả năng bảo vệ, giải phóng tinh dầu (Botrel và cs., 2012; Nguyen và Yoshii, 2017; Veiga và cs., 2019). Hình 3 cho thấy nhiệt độ sấy tăng từ 150°C đến 180°C thì độ ẩm của bột vi bao sẽ giảm từ 2,63% đến 1,75%. Khi nhiệt độ sấy thấp hơn 170°C, sản phẩm vẫn đạt độ ẩm an toàn, nhưng các hạt không tơi mịn mà có xu hướng kết lại với nhau trong khi đó ở 180°C, mặc dù độ ẩm của sản phẩm thấp hơn, bột vi bao tơi mịn hơn, nhưng hạt bột biến đổi màu sắc từ trắng ngà sang màu sẫm hơn. Hơn nữa, nhiệt độ cao còn làm giảm đi mùi hương đặc trưng do sự phân hủy các hợp chất hương dễ bay hơi và nhạy cảm nhiệt, đồng thời làm tăng mức tiêu thụ năng lượng trong quá trình sấy. Theo Bruschi và

cs. (2003), khi lưu lượng không khí sấy được tăng lên, dịch sấy sẽ được sấy khô nhanh hơn nhờ vào sự bay hơi nhanh của

nước và sự hình thành các hạt bột khô trong thời gian ngắn. Kết quả là, sản phẩm cuối cùng sẽ có độ ẩm thấp hơn.



Hình 3. Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy đến độ ẩm, độ hòa tan và hiệu quả vi bao

Độ hòa tan có xu hướng tăng dần từ 88,63% đến 91,84% ứng với nhiệt độ sấy từ 150°C đến 170°C, sau đó giảm xuống 90,39% ở 180°C (Hình 3). Khi độ ẩm thấp, các hạt vi bao sẽ có cấu trúc ổn định hơn, các hạt to mịn hơn, không kết dính lại với nhau nên dễ dàng phân tán vào dung môi và hòa tan hiệu quả hơn (Bruschi và cs., 2003).

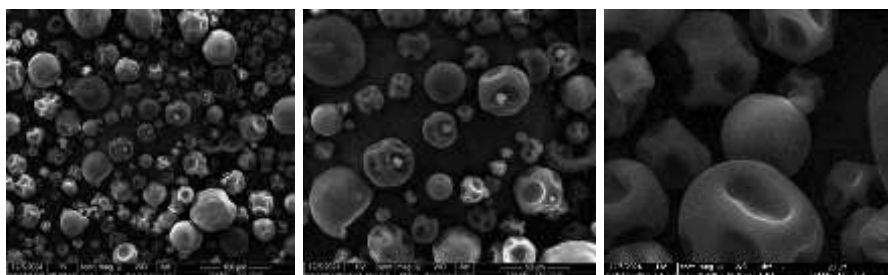
Khi nhiệt độ tăng từ 150°C đến 170°C hiệu quả vi bao tăng từ 85,96% đến 91,84%. Hiệu quả vi bao cao nhất ở 170°C và giảm xuống 84,88% ở nhiệt độ 180°C (Hình 3). Tinh dầu nhạy cảm với nhiệt nên khi sấy ở nhiệt độ cao sẽ bị tổn thất dẫn đến hiệu quả vi bao giảm. Khi nhiệt độ sấy tăng, không chỉ nước mà các hợp chất dễ bay hơi có trong tinh dầu cũng bị bay hơi. Điều này làm giảm lượng tinh dầu còn lại trong sản

phẩm vi bao sau quá trình sấy. Tình trạng mất mát các hợp chất dễ bay hơi này dẫn đến hiệu suất vi bao có thể giảm (Balasubramani và cs., 2015). Như vậy, ở nhiệt độ 170°C, bột vi bao sẽ có độ ẩm thấp, độ hòa tan và hiệu suất vi bao cao.

Tóm lại, bột vi bao được sản xuất với chất bao là hỗn hợp γ -CD:MD (tỉ lệ 1:2), tỉ lệ tinh dầu bổ sung 5% và nhiệt độ sấy phun 170°C có hiệu quả vi bao tốt nhất, độ ẩm thấp và độ hòa tan cao nhất trong khoảng thông số khảo sát.

3.4. Hình thái của bột vi bao

Hình thái và cấu trúc hạt bột vi bao có thể được xác định thông qua kính hiển vi điện tử quét (SEM) nhờ khả năng quan sát chi tiết bề mặt, hình dáng của các hạt ở mức độ vi mô.



Hình 4. Hình chụp SEM bột vi bao tinh dầu hẹ

Hình 4 cho thấy các hạt bột vi bao tinh dầu hẹ có dạng hình cầu, bề mặt nhẵn hoặc có vết lõm, kích thước không đồng

đều, đường kính dao động từ 5 μ m đến 70 μ m. Kích thước hạt của vi bao phụ thuộc vào các phương pháp sấy khác nhau, cũng

nư chất bao đượ sử dụng. Theo Choudhury và cs. (2021), kích thước hạt vi bao bằng phương pháp sấy phun thường dao động từ 1 μm đến 100 μm . Thành phần chất bao và quá trình nhũ hóa quyết định sự đồng đều của dung dịch trước khi sấy, trong khi quá trình làm khô ảnh hưởng đến sự co rút của hạt, gây ra các biến dạng trên bề mặt và thay đổi kích thước hạt (Xie và cs., 2010). Khi sử dụng MD làm chất bao, các hạt bột vi bao mịn và đồng đều, nhưng nếu sử dụng quá nhiều, hạt có thể trở nên dễ vỡ (Ramakrishnan và cs., 2014). Trong khi đó, chất bao CD cung cấp sự ổn định và bảo vệ tốt hơn cho các thành phần hoạt tính, nhưng có thể tạo ra hạt lớn hơn và gặp phải một số

vấn đề như co rút làm bề mặt hạt bột nhăn (Samborska và cs., 2022).

3.5. Đánh giá chất lượng bột vi bao

Khả năng kháng oxi hóa của bột vi bao thành phẩm

Khả năng kháng oxi hóa là một trong những tiêu chí quan trọng mà bột vi bao hướng đến, nhằm tăng cường tính ổn định và giá trị dinh dưỡng cho các sản phẩm. Khả năng kháng oxi hóa được thể hiện thông qua IC_{50} (nồng độ cần thiết để ức chế 50% hoạt tính của gốc tự do DPPH). IC_{50} càng thấp, khả năng quét và ức chế các gốc tự do càng mạnh.

Bảng 2. Hoạt tính kháng oxi hóa của bột vi bao tinh dầu họ

Tên mẫu	Phương trình hồi quy	IC_{50} ($\mu\text{g/ml}$)
Bột vi bao tinh dầu lá họ	$y = 0,4013x + 25,025$ ($R^2 = 0,9889$)	62,238
Vitamin C	$y = 0,4126x + 40,961$ ($R^2 = 0,9986$)	21,907

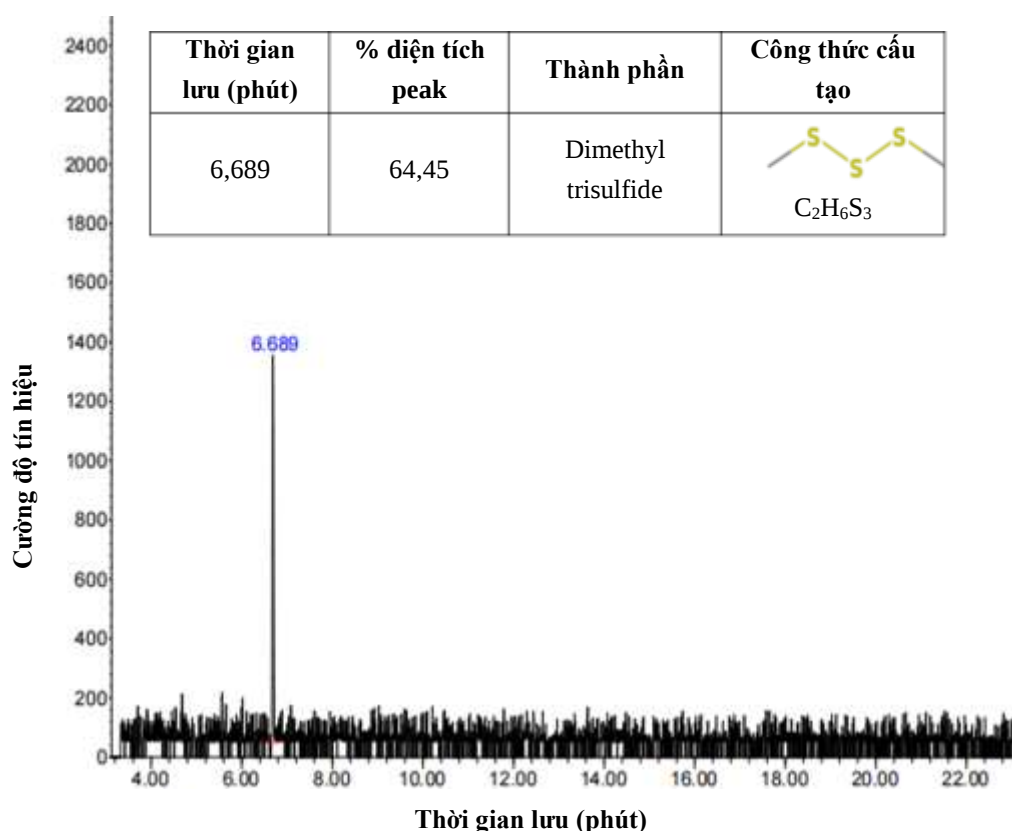
Bảng 2 cho thấy, vitamin C có khả năng kháng oxi hóa mạnh mẽ hơn so với bột vi bao tinh dầu họ, với giá trị IC_{50} lần lượt là 21,91 $\mu\text{g/ml}$ và 62,24 $\mu\text{g/ml}$. Nguyễn Thị Vân Anh và cs. (2024) đã báo cáo khả năng kháng oxi hóa của bột vi bao tinh dầu củ hành tím với IC_{50} là 59,65 $\mu\text{g/ml}$. Như vậy, có thể thấy khả năng kháng oxi hóa của bột vi bao tinh dầu lá họ xấp xỉ bột vi bao tinh dầu củ hành tím.

Hợp chất có hoạt tính sinh học trong bột vi bao tinh dầu họ

Hình 5 cho thấy hoạt chất chính được giữ lại trong bột sau quá trình vi bao là

dimethyl trisulfide với thời gian lưu là 6,689 phút. Theo Petropoulos và cs. (2020), dimethyl trisulfide có khả năng chống oxi hóa do có thể tương tác với các gốc tự do và chuyển hóa chúng thành các hợp chất không hoạt động, làm giảm sự phá hủy tế bào, bảo vệ tế bào khỏi stress oxi hóa.

Từ kết quả sắc ký tinh dầu và nghiên cứu về khả năng oxi hóa cho thấy bột vi bao họ hoàn toàn có tiềm năng ứng dụng vào các sản phẩm thực phẩm trong tương lai.



Hình 5. Sắc ký đồ thành phần chính của tinh dầu lá hẹ trong bột vi bao

4. KẾT LUẬN

Kỹ thuật sấy phun cho hiệu quả vi bao tinh dầu lá hẹ cao nhất 91,84% khi sử dụng vật liệu bao gói là γ -CD:MD (tỉ lệ 2:1), tinh dầu bổ sung tỉ lệ 5% và nhiệt độ sấy phun là 170°C. Bột vi bao có hình tròn, kích thước 5-70 μ m, độ ẩm thấp, kháng oxy hóa. Thành phần chính của tinh dầu trong bột là dimethyl trisulfide. Kết quả này cho thấy tiềm năng ứng dụng của bột tinh dầu lá hẹ trong bảo quản và chế biến nông sản, thực phẩm.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này đã được Bộ Giáo dục và Đào tạo tài trợ kinh phí thông qua đề tài Khoa học và Công nghệ cấp Bộ năm 2024 có mã số B2024-ĐHH-08. Ngoài ra, nhóm tác giả cảm ơn Phòng thí nghiệm Máy thực phẩm, khoa Cơ điện, Học viện Nông nghiệp Việt Nam đã hỗ trợ nghiên cứu.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Tài liệu tiếng Việt

- Nguyễn Thị Vân Anh, Trần Việt Tài Đức, Nguyễn Thị Hoàng Vy, Võ Thị Thu Hằng, Phạm Xuân Phương, Nguyễn Đức Chung và Nguyễn Văn Toàn. (2024). Vi bao tinh dầu từ củ hành tím bằng kỹ thuật sấy phun. *Tạp chí Nông nghiệp và Phát triển nông thôn*, 5-12.
- Nguyễn Tài Cẩn. (2004). Cây cỏ Việt Nam – Tên gọi và ứng dụng. Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật.
- Huỳnh Thị Ngọc Ni. (2019). Nghiên cứu thành phần hóa học và khả năng kháng oxy hóa của tinh dầu lá hẹ ở Phú Yên. *Tạp chí Khoa học trường Đại học Phú Yên*, 21, 21-29.
- Nguyễn Phú Thương Nhân, Mai Huỳnh Cang, Võ Tấn Thành, Trần Thị Yến Nhi, Nguyễn Dương Vũ, Lê Thị Hồng Nhan, Nguyễn Văn Gia Pháp và Bạch Long Giang. (2019). 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. *Tạp chí Khoa học và Công nghệ*, 2(3), 1-8.

2. Tài liệu tiếng nước ngoài

- Balasubramani, P., Palaniswamy, P. T., Visvanathan, R., Thirupathi, V., Subbarayan, A., & Maran, J. P. (2015). Microencapsulation of garlic oleoresin using maltodextrin as wall material by spray drying technology. *International Journal of Biological Macromolecules*, 72, 210-217.
- Hamad, S. H. (2012). Factors affecting the growth of microorganisms in food. *Progress in Food Preservation*, 405-427.
- Bakry, A. M., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M. Y., Mousa, A., & Liang, L. (2016). Microencapsulation of oils: A comprehensive review of benefits, techniques, and applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 15(1), 143-182.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. L. W. T. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food Science and Technology*, 28(1), 25-30.
- Bruschi, M. L., Cardoso, M. L. C., Lucchesi, M. B., & Gremião, M. P. D. (2003). Gelatin microparticles containing propolis obtained by spray-drying technique: preparation and characterization. *International Journal of Pharmaceutics*, 264(1-2), 45-55.
- Choudhury, N., Meghwal, M., & Das, K. (2021). Microencapsulation: An overview on concepts, methods, properties and applications in foods. *Food Frontiers*, 2(4), 426-442.
- De Oliveira Alencar, D. D., de Souza, E. L., da Cruz Almeida, E. T., da Silva, A. L., Oliveira, H. M. L., & Cavalcanti, M. T. (2022). Microencapsulation of *Cymbopogon citratus* DC Stapf essential oil with spray drying: Development, characterization, and antioxidant and antibacterial activities. *Foods*, 11(8), 1111.
- De Barros Fernandes, R. V., Marques, G. R., Borges, S. V., & Botrel, D. A. (2014). Effect of solids content and oil load on the microencapsulation process of rosemary essential oil. *Industrial Crops and Products*, 58, 173-181.
- Alvarenga Botrel, D., Vilela Borges, S., Victória de Barros Fernandes, R., Dantas Viana, A., Maria Gomes da Costa, J., & Reginaldo Marques, G. (2012). Evaluation of spray drying conditions on properties of microencapsulated oregano essential oil. *International Journal of Food Science and Technology*, 47(11), 2289-2296.
- Hermanto, R. F., Khasanah, L. U., Atmaka, W., Manuhara, G. J., & Utami, R. (2016). Physical characteristics of cinnamon oil microcapsule. In *IOP Conference series: Materials Science and Engineering*, 107(1), 012064. IOP Publishing.
- Hu, G., Sheng, C., Mao, R., Ma, Z., Lu, Y., & Wei, D. (2013). Essential oil composition of *Allium tuberosum* seed from China. *Chemistry of Natural Compounds*, 48, 1091-1093.
- Hoyos-Leyva, J. D., Bello-Pérez, L. A., Alvarez-Ramirez, J., & Garcia, H. S. (2018). Microencapsulation using starch as wall material: A review. *Food reviews International*, 34(2), 148-161.
- Nath, R., Singha, S., Nath, D., Das, G., Patra, J. K., & Talukdar, A. D. (2022). Phytochemicals from *Allium tuberosum* Rottler ex Spreng show potent inhibitory activity against B-Raf, EGFR, K-Ras, and PI3K of non-small cell lung cancer targets. *Applied Sciences*, 12(22), 11749.
- Nguyen, T.V. A., & Yoshii, H. (2017). Encapsulation of allyl sulfide with middle-chain triglyceride oil and cyclodextrin by spray drying. *Japan Journal of Food Engineering*, 18(1), 35-42.
- Petropoulos, S. A., Di Gioia, F., Polyzos, N., & Tzortzakis, N. (2020). Natural antioxidants, health effects and bioactive properties of wild *Allium* species. *Current Pharmaceutical Design*, 26(16), 1816-1837.
- Pino, J. A., Fuentes, V., & Correa, M. T. (2001). Volatile constituents of Chinese chive (*Allium tuberosum* Rottl. ex Sprengel) and rakkyo (*Allium chinense* G. Don). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49(3), 1328-1330.
- Ramakrishnan, S., Ferrando, M., Aceña-Muñoz, L., Mestres, M., De Lamo-Castellví, S., & Güell, C. (2014). Influence of emulsification technique and wall composition on physicochemical properties and oxidative

- stability of fish oil microcapsules produced by spray drying. *Food and Bioprocess Technology*, 7, 1959-1972.
- Samborska, K., Poozesh, S., Barańska, A., Sobulska, M., Jedlińska, A., Arpagaus, C., Malekjani, N. and Jafari, S.M. (2022). Innovations in spray drying process for food and pharma industries. *Journal of Food Engineering*, 321, 110960.
- Singha, S., Nath, R., Nath, D., & Talukdar, A. D. (2024). Therapeutic role of garlic chives (*Allium tuberosum*) in human diseases with reference to phytochemistry, pharmacology, and future directions. In: *Medicinal Spices and Herbs from India* (pp. 175-189). Apple Academic Press.
- Sun, X., Cameron, R. G., & Bai, J. (2019). Microencapsulation and antimicrobial activity of carvacrol in a pectin-alginate matrix. *Food Hydrocolloids*, 92, 69-73.
- Veiga, R. D. S. D., Aparecida Da Silva-Buzanello, R., Corso, M. P., & Canan, C. (2019). Essential oils microencapsulated obtained by spray drying: a review. *Journal of Essential Oil Research*, 31(6), 457-473.
- Yabuki, Y., Mukaida, Y., Saito, Y., Oshima, K., Takahashi, T., Muroi, E., Hashimoto, K., & Uda, Y. (2010). Characterisation of volatile sulphur-containing compounds generated in crushed leaves of Chinese chive (*Allium tuberosum* Rottler). *Food Chemistry*, 120(2), 343-348.
- Yu, J., Castada, H. Z., Huang, X., & Barringer, S. A. (2019). Comparison of encapsulation of garlic oil with α -, β , and γ -cyclodextrin using Selected Ion Flow Tube-Mass Spectrometry (SIFT MS). *Journal of Food Processing and Preservation*, 43(2), e13865.
- Xie, Y., Wang, A., Lu, Q., & Hui, M. (2010). The effects of rheological properties of wall materials on morphology and particle size distribution of microcapsule. *Czech Journal of Food Sciences*, 28(5), 433-439.
- Xiao, Z., Xia, J., Zhao, Q., Niu, Y., & Zhao, D. (2022). Maltodextrin as wall material for microcapsules: A review. *Carbohydrate Polymers*, 298, 120113.