

APARATURA

BADAWCZA I DYDAKTYCZNA

Właściwości fizyczne aromatu pomarańczowego uzyskanego w warunkach przemysłowych

ALEKSANDRA JEDLIŃSKA, EMILIA JANISZEWSKA, MAGDALENA ŚLEDŹ,
DOROTA WITROWA-RAJCHERT

SZKOŁA GŁÓWNA GOSPODARSTWA WIEJSKIEGO W WARSZAWIE, WYDZIAŁ NAUK O ŻYWNOŚCI,
KATEDRA INŻYNIERII ŻYWNOŚCI I ORGANIZACJI PRODUKCJI

Słowa kluczowe: aromaty spożywcze, mikroapsułkowanie, właściwości fizyczne

STRESZCZENIE

Celem badań było określenie wpływu rodzaju obróbki wstępnej roztworu kierowanego do suszarki rozpyłowej (mieszanie lub homogenizacja poprzedzona mieszaniem), pracującej w warunkach przemysłowych, na właściwości fizyczne uzyskanych proszków. Dodatkowo, porównywano właściwości proszków pobranych z odbieralnika i komory suszarki rozpyłowej. Do suszenia podawano roztwory o 50% stężeniu suchej substancji (w tym 10% aromatu oraz 40% mieszaniny maltodekstryny i gumy arabskiej w stosunku 7:1). W otrzymanych proszkach oznaczono: zawartość wody, aktywność wody, gęstość pozorną, gęstość nasypową luźną, utręzioną i zbitą, sypkość na podstawie współczynników Hausnera i Carra oraz barwę. Stwierdzono, że obserwowane różnice właściwości fizycznych proszków pobranych z różnych miejsc suszarki rozpyłowej w większości nie były istotne statystycznie. Proszki otrzymane z roztworów po 17 MPa homogenizacji charakteryzowały się większym współczynnikiem jasności i lepszą sypkością od pozostałych – otrzymanych z roztworów po mieszaniu i homogenizacji 25 MPa.

The physical properties of industrial orange microencapsulated aroma

Keywords: food aromas, microencapsulation, physical properties

ABSTRACT

The aim of the study was to determine the effect of the way of obtaining solutions, which were led to the industrial spray dryer (mixing or homogenization preceded by mixing) on the physical properties of the obtained powders. The dry matter of drying solutions was 50%, aroma content 10% and addition of maltodextrin and arabic gum in ratio 1:7 was 40%. Obtained powders were examined in terms of water content, water activity, particle density, bulk, tapped and compacted density, flowability (Hausner and Carr ratios were calculated) and color. Differences between physicochemical properties of powders received from different parts of the dryer were observed, but most of them were not statistical significant. The powders obtained from the solutions after homogenization 17 MPa were characterized by higher brightness and greater flowability than the others – after mixing and homogenization 25 MPa.

1. WSTĘP

Najważniejszym składnikiem aromatów pomarańczowych, stanowiącym najczęściej 95% całej części aromatycznej, jest pochodzący głównie z Brazylii i USA „olejek słodkiej pomarańczy”. Roczna jego produkcja przekracza 50 tys. ton, czyli najwięcej ze wszystkich produkowanych olejków eterycznych. Wytłaczany jest on głównie ze skórki pomarańczowej, stanowiącej odpad przy produkcji soków, dlatego też jest stosunkowo tani. Prócz charakterystycznych dla olejków cytrusowych właściwości aseptycznych, ma on dodatkowo działanie uspokajające. Jednak podstawowe jego zastosowanie to przemysł aromatów spożywczych. Powszechnie dodawany jest do napojów bezalkoholowych, słodczy, ciast oraz deserów. Często stosowany jest w postaci bezterpenowej, o zwiększonej rozpuszczalności w wodzie. Z kolei olejek pomarańczy gorzkiej, uprawianej wyłącznie w celu przetwarzania na olejki, ma szerokie zastosowanie w napojach orzeźwiających, likierach oraz wyrobach cukierniczych. W zależności od pozostałych składników części aromatycznej, aromaty pomarańczowe mogą mieć nuty maślane, cukierkowe, cytrusowe, kwiatowe, owocowe, herbaciane czy waniliowe. Tak np. niewielki dodatek geraniolu nadaje nutę kwiatową czy różaną, miocenu – herbacianą, oktalanu czy dekanalu – cytrusowo-skórkową, a maltolu – cukierkową [1-3].

Niestety, ze względu na duży udział opisanych wyżej olejków, wytrącających się z mieszaniny wody i nośników, otrzymanie dobrej jakości cytrusowych aromatów proszkowych napotyka wiele trudności. W celu efektywnego mikrokapsułkowania aromatu niezbędne jest podawanie do suszenia stabilnej emulsji, o czym decyduje jej skład oraz obróbka wstępna (np. mieszanie czy homogenizacja). Ponadto, wiele polskich firm posiada stare suszarki rozpyłowe, które nie są zaopatrzone w systemy zapobiegające lokalnym depozytom proszku w komorze (np. młotki, szczotki powietrzne). W takich suszarkach, w celu zmniejszenia strat, proszki z komory i odbieralnika są ze sobą mieszane [4].

Przedstawione wyniki stanowią część badań prowadzonych dla firmy „Pollena-Aroma”, która postanowiła poprawić wydajność produkcyjną i jakość otrzymywanych proszków poprzez inwestycje w nowe linie technologiczne. Celem pierwszego etapu badań było sprawdzenie czy zastąpienie

w starej linii produkcyjnej stosowanego tradycyjnie mieszania roztworu kierowanego do suszarki homogenizacją jednostopniową wpłynie na właściwości fizyczne otrzymanych proszków. W artykule przedstawiono wyniki badań właściwości fizycznych pomarańczowych aromatów proszkowych otrzymanych z roztworów poddanych mieszaniu, homogenizacji ciśnieniowej jednostopniowej przy ciśnieniu 17 MPa lub homogenizacji ciśnieniowej jednostopniowej przy ciśnieniu 25 MPa. Ponadto, badano właściwości fizyczne proszków pobranych z różnych miejsc suszarki rozpyłowej, tzn. z komory lub odbieralnika.

2. MATERIAŁ BADAWCZY I METODYKA

Materiał do badań stanowiły naturalne, pomarańczowe aromaty proszkowe, wytworzone w warunkach przemysłowych przez firmę „Pollena-Aroma”. Roztwory o stężeniu suchej substancji 50% (w tym 10% aromatu i 40% mieszaniny gumy arabskiej i maltodekstryny w stosunku 1:7) były mieszane przy prędkości 5000 obr/min. Część roztworów po mieszanii była dodatkowo homogenizowana ciśnieniowo (ALM2 – typ HS, Francja), jednostopniowo przy 17 lub 25 MPa.

Proszki pochodziły z dwóch różnych partii produkcyjnych. Podczas suszenia rozpyłowego w suszarce przemysłowej (Suszarka z dyszą – NIRO A/S, Niemcy) na stałym poziomie utrzymywano temperaturę powietrza wlotowego (180°C), temperaturę powietrza wylotowego (80°C), strumień podawania surowca (25 obr/min). Po suszeniu niezależnie zbierano proszek z komory i odbieralnika suszarki rozpyłowej.

W otrzymanych proszkach oznaczano zawartość wody (metodą suszarkową), aktywność wody (ROTRONIC HYGROSKOP DT, Szwajcaria), gęstość nasypową luźną, utręśioną oraz zbitą, uzyskaną poprzez postukiwanie złoża proszku odpowiednio 0, 100, 1250 razy w objętościomierzu wstrząsowym STAV 2003 (Engelsmann AG, Niemcy), gęstość pozorną w piknometrze helowym Stereopycnometer (Quantachrome Instruments, USA), barwę (Konica Minolta CM-5, Japonia). Oznaczenia analityczne wykonano w co najmniej dwóch powtórzeniach.

Obliczono współczynniki Hausnera (I_H) i Carra (I_C):

$$I_H = \frac{\rho_T}{\rho_L} \quad (1)$$

ρ_T – gęstość nasypowa utręśiona, $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$,
 ρ_L – gęstość nasypowa luźna, $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

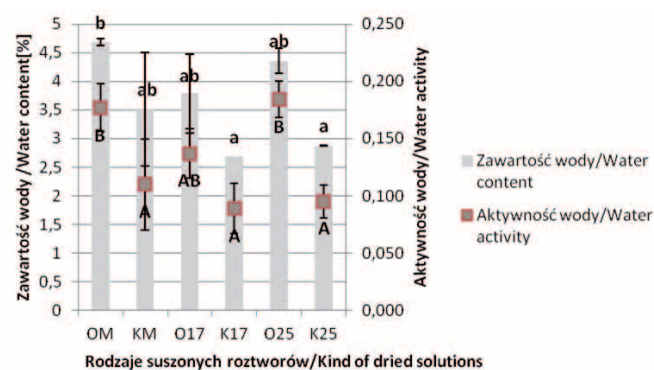
Wyniki opracowano statystycznie za pomocą programu Statistica, wykonując jednoczynnikową analizę wariancji oraz test Tukeya HSD przy poziomie istotności $\alpha=0,05$. W przypadku niespełnienia założeń analizy wariancji, związanej z niejednorodnością pomiędzy porównywanymi grupami, użyto testu t-Studenta (w przypadku wykluczenia jednej grupy) lub testu Kruskala-Wallisa (gdy istniała konieczność wykluczenia więcej niż jednej grupy).

3. WYNIKI I Dyskusja

3.1 Zawartość i aktywność wody

Zawartość wody w proszkach pobranych z odbieralnika i komory suszarki wynosiła odpowiednio od $3,79\pm 0,67$ do $4,68\pm 0,06$ i od $2,68\pm 0,00$ do $3,51\pm 0,99\%$ (Rys. 1). Większą, w porównaniu z proszkami z komory suszarki, zawartością wody charakteryzowały się proszki pobrane z odbieralnika, ale różnice nie były istotne statystycznie. We wcześniejszych badaniach wykonanych na skalę laboratoryjną (proszki otrzymane na suszarce Büchi Mini Spray Dryer, przeznaczonej do wytwarzania małych próbek dla klientów) stwierdzono, że proszki z odbieralnika charakteryzowały się istotnie statystycznie większą zawartością wody w porównaniu z tymi pobranymi z komory. Proszek zalegający w komorze miał mniejszą zawartość wody prawdopodobnie ze względu na długotrwałe działanie wysokiej temperatury panującej w komorze. Porównując między sobą proszki z roztworów otrzymanych w różny sposób stwierdzono, że największą zawartością wody, zarówno wśród proszków z odbieralnika, jak i z komory, charakteryzowały się te otrzymane z roztworów poddanych mieszaniu. Podobną zależność otrzymali Jafari i in. (2007), uzyskując spadek zawartości wody przy zmianie sposobu przygotowania roztworu z mieszania na homogenizację wysokociśnieniową [5]. Z kolei Janiszewska i in. (2011), mikrokapsułkując aromat cytrynowy z dodatkiem gumy arabskiej (o stężeniu roztworu 30% i 6% dodatku aromatu), nie zauważyli istotnych statystycznie różnic pomiędzy zawartością wody proszków otrzymanych z roztworów po mieszaniu szybkoobrotowym (24000 obr/min) i homogenizacji ciśnieniowej jednostopniowej (30 MPa), natomiast statystycznie istotny wzrost zawartości wody stwierdzono przy zastosowaniu homogenizacji ciśnieniowej dwustopniowej (30:10 MPa) [6].

Aktywność wody proszków pobranych z odbieralnika i komory suszarki rozpyłowej wynosiła odpowiednio w przedziałach od $0,137\pm 0,021$ do $0,184\pm 0,016$ i od $0,089\pm 0,022$ do $0,110\pm 0,040$ (Rys. 1). W przypadku proszków otrzymanych z roztworów po mieszaniu i po homogenizacji jednostopniowej ciśnieniowej 25 MPa, większą aktywnością wody charakteryzowały się produkty pobrane z odbieralnika. Podobną zależność, ale nieistotną statystycznie, zauważono w przypadku proszków otrzymanych z roztworów poddanych homogenizacji jednostopniowej ciśnieniowej 17 MPa. Zaobserwowano korelację pomiędzy zawartością i aktywnością wody proszków.



Rysunek 1 Zawartość i aktywność wody w zależności od sposobu przygotowania roztworu do suszenia oraz miejsca odbioru proszku. Oznaczenia: M – mieszanie, 17 – homogenizacja 17 MPa, 25 – homogenizacja 25 MPa; O – odbieralnik, K – komora; a, b, c – grupy statystyczne, poszczególne litery oznaczają grupy homologiczne średnich wydzielonych procedurą Tukeya

Figure 1 Water content and water activity of the powders depending on the way of prepare of solution to drying and type of the reception. Symbols: M – mixing, 17 – homogenization 17 MPa, 25 – homogenization 25 MPa; O – receiver, K – chamber; a, b, c – statistic groups, different letters indicate homogenous groups distinguished using Tukey's procedure

3.2 Gęstość nasypowa i pozorna

Gęstość nasypowa luźna proszków pobranych z odbieralnika i komory suszarki rozpyłowej wyniosła odpowiednio od $0,387\pm 0,013$ do $0,393\pm 0,023$ i od $0,402\pm 0,007$ do $0,420\pm 0,008$ g/cm³. Dla porównania, gęstości nasypowe otrzymane przez Flores-Martines (2004) i in., którzy suszyli rozpyłowo olejek pomarańczowy przy różnym dodatku gumy arabskiej (15, 20, 25%) i dodatku olejku 5%, wyniosły 0,19-0,22 g/cm³ [7]. Większą gęstością nasypową luźną charakteryzowały się proszki pobrane z komory, przy czym istotne statystycznie różnice zaobserwowano w przypadku prosz-

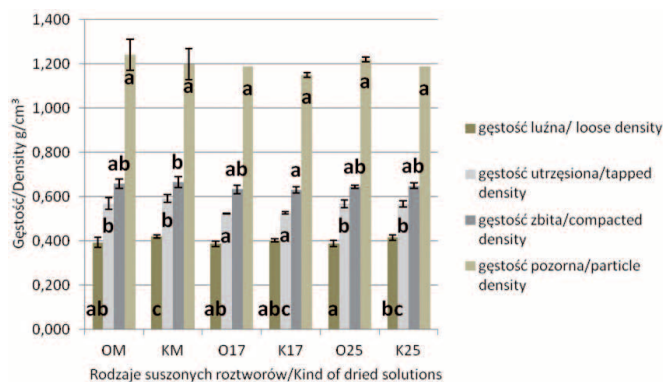
ków otrzymanych z roztworów po mieszaniu oraz homogenizacji jednostopniowej ciśnieniowej 25 MPa. Nie wykazano istotnego statystycznie wpływu sposobu przygotowania roztworu na gęstość nasypową luźną proszków.

Gęstość nasypowa utrząsiona proszków osiągała wartości w przedziale od $0,523 \pm 0,002$ do $0,591 \pm 0,019$ g/cm³. Istotnie statystycznie mniejszą gęstością nasypową utrząsioną charakteryzowały się proszki otrzymane z roztworów poddanych jednostopniowej homogenizacji 17 MPa. Nie stwierdzono istotnego statystycznie wpływu miejsca odbioru proszku na wartość gęstości nasypowej utrząsionej. Gęstość nasypowa zbita proszków przyjmowała wartości od $0,630 \pm 0,013$ do $0,665 \pm 0,024$ g/cm³. Nie wykazano istotnego statystycznie wpływu miejsca odbioru proszku oraz rodzaju obróbki wstępnej roztworu na gęstość nasypową zbitą.

Gęstość pozorną proszków wynosiła od $1,15 \pm 0,01$ do $1,24 \pm 0,07$ g/cm³. Podobne wartości gęstości pozornej, w przedziale od $1,22 \pm 0,01$ do $1,44 \pm 0,01$ g/cm³, uzyskali Janiszewska i in. (2010), susząc rozpyłowo roztwory aromatu cytrynowego o 30% stężeniu nośników (26% maltodekstryny i 4% gumy) oraz różnym dodatku aromatu – 2, 4, 6, 8 lub 10% [8]. Miejsce odbioru oraz rodzaj obróbki wstępnej nie miały istotnego statystycznie wpływu na gęstość pozorną proszków. W skali laboratoryjnej stwierdzono istotny statystycznie wpływ miejsca odbioru proszku na wartość gęstości pozornej, przy czym większą gęstością pozorną charakteryzowały się proszki z odbieralnika. Z kolei Janiszewska i in. (2011) zauważyli statystycznie istotne różnice pomiędzy gęstością pozorną proszków otrzymanych z roztworów poddanych różnej homogenizacji: najmniejszą gęstością pozorną charakteryzowały się proszki po mieszaniu, a największą po homogenizacji ciśnieniowej dwustopniowej [6].

3.3 Współczynnik Hausnera i Carra

Analizowane proszki wykazywały wartości współczynnika Hausnera i Carra odpowiednio od $1,31 \pm 0,01$ do $1,47 \pm 0,03$ i od $30,8 \pm 1,0$ do $46,5 \pm 0,2$. Wartości współczynnika Hausnera informują o spójności proszku, związanej z działaniem sił kohezji. Proszki o współczynniku większym od 1,4 wykazują dużą kohezję i tworzą spójną strukturę. Dobrą sypkością, a tym samym małą kohezją charakteryzują się proszki o współczynniku Hausnera mniejszym od 1,2 [9, 10].



Rysunek 2 Gęstość proszków w zależności od sposobu przygotowania roztworu do suszenia oraz miejsca odbioru proszku. Oznaczenia jak na Rysunku 1

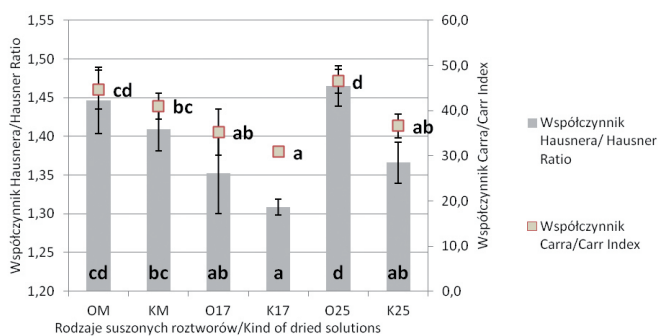
Figure 2 Powder density depending on the way of prepare of solution to drying and type of the reception. Indications as in Figure 1

Otrzymane wartości współczynnika Hausnera świadczą o dużej kohezji proszków oraz spójnej strukturze. Jednocześnie proszki pobrane z odbieralnika wykazywały większą kohezję od tych z komory. Kohezję proszków była skorelowana z ich zawartością wody. W badaniach na skalę laboratoryjną również proszki pobrane z odbieralnika wykazywały istotnie statystycznie większą kohezję w porównaniu z tymi z komory.

Wartości współczynnika Carra informują o sypkości proszków. Te o bardzo dobrej sypkości mają współczynnik Carra <15, o dobrej w przedziale 15-20, o średniej 20-30, o złej 35-45, a o bardzo złej sypkości >45 [9, 11]. Otrzymane wartości współczynnika Carra świadczą o złej oraz bardzo złej sypkości proszków. Jednocześnie proszki pobrane z odbieralnika wykazywały lepszą sypkość od proszków z komory (jednak istotnie statystyczną zależność otrzymano jedynie w przypadku proszków wytworzonych z roztworów poddanych homogenizacji 25 MPa). Sypkość proszków była skorelowana z ich kohezją. Proszki wytworzone z roztworów poddanych homogenizacji 17 MPa charakteryzowały się istotnie statystycznie mniejszą kohezją, a tym samym lepszą sypkością w porównaniu z proszkami otrzymanymi z roztworów poddanych innej obróbce.

3.4 Barwa

Proszki z odbieralnika wykazywały jaśniejszą barwę (charakteryzowały się większą wartością parametru L*) w porównaniu z otrzymanymi z komory (Tab. 1). Prawdopodobnie w przypadku proszków



Rysunek 3 Współczynnik Hausnera i Carra w zależności od sposobu przygotowania roztworu podawanego do suszenia oraz miejsca odbioru proszku. Oznaczenia jak na Rysunku 1

Figure 3 Hausner and Carr ratio depending on way of prepare of solution to drying and type of the reception. Indications as in Figure 1

z komory, długotrwałe działanie wysokiej temperatury zintensyfikowało zajście reakcji nieenzymatycznego brunatnienia. Jednak istotne statystycznie różnice w jasności proszków pobranych z różnych miejsc suszarki rozpyłowej zaobserwowano jedynie w przypadku obróbki 17 MPa. Porównując proszki pobrane z odbieralnika, również istotnie statystycznie od pozostałych różnił się aromat otrzymany z roztworu poddanego homogenizacji 17 MPa i tym samym charakteryzował się największą jasnością.

Proszki z komory wykazywały istotnie statystycznie większy udział barwy żółtej (wyższą wartość współrzędnej b*) w porównaniu z pobranymi z odbieralnika. Udział barwy żółtej skorelowany był z jasnością proszków. Nie stwierdzono istotnego statystycznie wpływu rodzaju obróbki wstępnej roztworów na udział barwy żółtej.

Proszki pobrane z komory charakteryzowały się statystycznie istotnie większym udziałem barwy zielonej (niższą wartością współrzędnej a*) niż proszki z odbieralnika. Spośród proszków z odbieralnika statystycznie istotny większy udział barwy zielonej wykazywały aromaty otrzymane z roztworów po mieszaniu. W przypadku proszków pobra-

Tabela 1 Wartości parametru jasności oraz współczynników chromatycznych a* i b* w zależności od rodzaju obróbki roztworu podawanego do suszenia oraz miejsca odbioru proszku. Oznaczenia jak na Rysunku 1

Table 1 Brightness parameter and chromatic coefficients a* and b* values depending on the solution type treatment and type of the reception. Indications as in Figure 1

Rodzaj proszku Type of powder	L*	a*	b*
OM	95,5±0,5 ab	-3,0±0,2 b	14,9±0,9 a
KM	95,1±0,5 a	-3,4±0,0 a	17,5±1,4 b
O17	96,3±0,6 c	-2,8±0,0 c	13,4±1,3 a
K17	95,6±0,7 ab	-3,4±0,1a	16,8±3,0 b
O25	95,7±0,2 b	-2,8±0,0 c	14,3±0,9 a
K25	95,4±0,5 ab	-3,4±0,1 a	17,1±2,9 b

nych z komory nie wykazano istotnego statystycznie wpływu rodzaju obróbki wstępnej roztworu na udział barwy zielonej.

4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

1. Stwierdzono różnice w zawartości wody, jasności i sypkości proszków pobranych z odbieralnika i suszarki rozpyłowej, ale w większości nie były one istotne statystycznie. Nie stwierdzono istotnych statystycznie różnic w gęstości nasypowej i pozornej proszków pobranych z różnych miejsc suszarki rozpyłowej.

2. Nie stwierdzono jednoznacznego wpływu rodzaju sposobu przygotowania roztworu na właściwości fizyczne otrzymanych proszków. Jednak proszki otrzymane z roztworów po homogenizacji ciśnieniowej prowadzonej przy ciśnieniu 17 MPa charakteryzowały się większym współczynnikiem jasności i lepszą sypkością od pozostałych.

Podziękowania

Serdecznie dziękuję firmie „Pollena-Aroma” za pomoc przy uzyskaniu prezentowanych w artykule wyników.

LITERATURA

- [1] Brud W. S., Konopacka-Brud I. K., *Podstawy perfumerii*, Oficyna Wydawnicza MA, Łódź 2009, 142-143.
- [2] Dorland W. E., Rogers J. A., *The fragrance and flavor industry*. Wayne E. Dorland Company, 1977, 112-114, 279-289.
- [3] Wright J., *Flavor Creation*. Allured Publishing Corporation, 2004, 162-163.
- [4] Samborska K., *Suszenie rozpyłowe w przemyśle spożywczym*. *Postępy Techniki Przetwórstwa Spożywczego*, 18/32 (1), 2008, 63-69.
- [5] Jafari S. M., He Y., Bhandari B., *Production of sub-micron emulsions by ultrasound and microfluidization techniques*. *J. Food Eng.*, 82 (4), 2007, 478-488.
- [6] Janiszewska E., Krupa K., Witrowa-Rajchert D., *Wpływ sposobu homogenizacji na wybrane właściwości fizyczne otrzymanych metodą suszenia rozpyłowego mikrokapsułek aromatu cytrynowego*. *Acta Agrophysica*, 18(2), 2011, 287-296.
- [7] Flores-Martinez H., Osorio-Revilla G., Gallardo-Velazquez T., *Optimal spray-drier encapsulation process of orange oil*, *Proceedings of the 14th International Drying Symposium*, Sao-Paulo Brazil, vol. A, 2004, 621-627.
- [8] Janiszewska E., Śliwińska D., Witrowa-Rajchert D., *Wpływ zawartości aromatu cytrynowego na wybrane właściwości fizyczne mikrokapsułek*. *Acta Agrophysica*, 16(1), 2010, 59-68.
- [9] Jinapong N., Suphantharika M., Jamnong P., *Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration*. *J. Food Eng.*, 84, 2008, 194-205.
- [10] Hausner H. H., *Friction conditions in mass of metal powder*. *Int. J. Powder Metall.*, 3, 1967, 7-13.
- [11] Carr R. L., *Evaluating flow properties of solids*. *Chem. Eng.*, 72, 1965, 163-168.