

Utjecaj sušenja raspršivanjem na svojstva praha eteričnog ulja komorača

Balun, Marta

Undergraduate thesis / Završni rad

2022

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Food Technology and Biotechnology / Sveučilište u Zagrebu, Prehrambeno-biotehnološki fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:159:481693>

Rights / Prava: [Attribution-NoDerivatives 4.0 International/Imenovanje-Bez prerada 4.0 međunarodna](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-20**



Repository / Repozitorij:

[Repository of the Faculty of Food Technology and Biotechnology](#)



**Sveučilište u Zagrebu
Prehrambeno-biotehnološki fakultet
Preddiplomski studij Nutricionizam**

Marta Balun
0058215724

**UTJECAJ SUŠENJA RASPRŠIVANJEM NA
SVOJSTVA PRAHA ETERIČNOG ULJA KOMORAČA
ZAVRŠNI RAD**

Naziv znanstveno-istraživačkog projekta: "Izolacija i enkapsulacija bioaktivnih molekula samonikle i kultivirane koprive i komorača i učinci na fiziologiju organizma" (PlantBioPower, IP-01-2018-4924) financiranog sredstvima Hrvatske zaklade za znanost

Mentor: doc. dr. sc. Maja Repajić

Zagreb, 2022.



Ovo istraživanje provedeno je u sklopu znanstveno-istraživačkog projekta „Izolacija i enkapsulacija bioaktivnih molekula samonikle i kultivirane koprive i komorača i učinci na fiziologiju organizma“ financiranog sredstvima Hrvatske zaklade za znanost (HRZZ PlantBioPower, IP-01-2018-4924). Voditelj projekta: prof. dr. sc. Verica Dragović-Uzelac.

TEMELJNA DOKUMENTACIJSKA KARTICA

Završni rad

Sveučilište u Zagrebu
Prehrambeno biotehnološki fakultet
Preddiplomski sveučilišni studij Nutricionizam

Zavod za prehrambeno-tehnološko inženjerstvo
Laboratorij za procese konzerviranja i preradu voća i povrća

Znanstveno područje: Biotehničke znanosti
Znanstveno polje: Nutricionizam

Utjecaj sušenja raspršivanjem na svojstva praha eteričnog ulja komorača

Marta Balun, 0058215724

Sažetak: Komorač je ljekovita, aromatična biljka čije eterično ulje (ETU) pokazuje antimikrobna i antioksidativna svojstva. Kako bi se zaštitila i zadržala funkcionalna svojstva, ETU se može inkapsulirati metodom sušenja raspršivanjem. Stoga, cilj ovog rada bio je ispitati utjecaj uvjeta sušenja raspršivanjem na svojstva praha ETU komorača te odrediti optimalne uvjete provedbe procesa. U tu svrhu varirani su omjer kombinacije nosača maltodekstrina i arapske gume (1:1, 1:3 i 3:1) te temperatura sušenja (120, 160 i 200 °C). Ispitana su svojstva dobivenih prahova (udio suhe tvari, veličina čestica, topljivost i higroskopsnost) te iskorištenje, zadržavanje ETU i učinkovitost procesa. Rezultati su pokazali kako je prah s omjerom maltodekstrina i arapske gume 1:3 pokazao najmanju veličinu čestica te najveću topljivost, higroskopsnost i najveće zadržavanje ETU. Najveća učinkovitost procesa postignuta je pri omjerima 1:3 i 3:1. Prahovi osušeni pri 200 °C pokazuju najviši udio suhe tvari, najveću higroskopsnost i iskorištenje procesa te najmanju veličinu čestica. Najveće zadržavanje ETU i najveća učinkovitost postižu se pri 160 °C. Kao optimalni uvjeti određeni su omjer maltodekstrina i arapske gume 1:3 te temperatura sušenja 160 °C.

Ključne riječi: komorač, eterično ulje, sušenje raspršivanjem, inkapsulacija

Rad sadrži: 33 stranice, 13 slika, 4 tablice, 30 literaturnih navoda

Jezik izvornika: hrvatski

Rad je u tiskanom i elektroničkom obliku pohranjen u knjižnici Prehrambeno-biotehnološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu, Kačićeva 23, 10 000 Zagreb

Mentor: doc. dr. sc. Maja Repajić

Pomoć pri izradi: Ena Cegledi, mag. ing. techn. aliment.

Datum obrane: 8. srpnja 2022.

BASIC DOCUMENTATION CARD

Undergraduate thesis

University of Zagreb
Faculty of Food Technology and Biotechnology
University undergraduate study Food Technology or Biotechnology or Nutrition

Department of Food Engineering
Laboratory for Technology of Fruits and Vegetables Preservation and Processing

Scientific area: Biotechnical Sciences
Scientific field: Nutrition

The effect of spray drying on the properties of fennel essential oil powder

Marta Balun, 0058215724

Abstract: Fennel is a medicinal, aromatic plant whose essential oil (EO) shows antimicrobial and antioxidant properties. In order to protect and maintain functional properties, EO can be encapsulated by spray drying. Therefore, the aim of this study was to examine the influence of spray drying conditions on the characteristics of fennel EO powder and to determine the optimal conditions for the process implementation. Therefore, ratio of carriers combination of maltodextrin and gum arabic (1:1, 1:3 and 3:1) and drying temperature (120, 160 and 200 °C) were varied. The properties of obtained powders (dry matter content, particle size, solubility and hygroscopicity) as well as yield, EO retention and process efficiency were determined. Results showed that the powder with a ratio of maltodextrin and gum arabic 1:3 showed the smallest particle size and the highest solubility, hygroscopicity and oil retention. The highest process efficiency was achieved at 1:3 and 3:1 ratios. Powders dried at 200 °C showed the highest dry matter content, the highest hygroscopicity and process efficiency, while they had the smallest particle size. Highest oil retention and efficiency were achieved at 160 °C. Ratio of maltodextrin and arabic gum 1:3 and drying temperature of 160 °C were determined as optimal conditions.

Keywords: Fennel, essential oil, spray drying, encapsulation

Thesis contains: 33 pages, 13 figures, 4 tables, 30 references

Original in: Croatian

Thesis is deposited in printed and electronic form in the Library of the Faculty of Food Technology and Biotechnology, University of Zagreb, Kačićeva 23, 10 000 Zagreb

Mentor: Maja Repajić, PhD, Assistant Professor

Technical support and assistance: Ena Cegledi, MSc.

Thesis defended: July 8, 2022

Sadržaj

1. UVOD	1
2. TEORIJSKI DIO.....	2
2.1. Komorač	2
2.1.1. Kemijski sastav sjemenki komorača	3
2.1.2. Eterično ulje sjemenki komorača	5
2.1.3. Svojstva eteričnog ulja sjemenki komorača.....	6
2.2. Inkapsulacija eteričnog ulja sušenjem raspršivanjem	7
3. EKSPERIMENTALNI DIO	10
3.1. MATERIJALI.....	10
3.1.1. Eterično ulje komorača	10
3.1.2. Kemikalije	10
3.1.3. Aparatura i pribor	11
3.2. METODE	12
3.2.1. Priprema prahova eteričnog ulja komorača	12
3.2.2. Određivanje udjela suhe tvari	14
3.2.3. Određivanje veličine čestica	15
3.2.4. Određivanje topljivosti	15
3.2.5. Određivanje higroskopnosti	15
3.2.6. Određivanje iskorištenja postupka sušenja	16
3.2.7. Određivanje zadržavanja ulja	16
3.2.8. Određivanje učinkovitosti inkapsulacije.....	17
3.2.9. Statistička obrada	17
4. REZULTATI I RASPRAVA	18
4.1. Određivanje udjela suhe tvari, veličine čestica, topljivosti i higroskopnosti	18
4.2. Određivanje iskorištenja, zadržavanja ulja i učinkovitosti postupka sušenja raspršivanjem	24
5. ZAKLJUČAK.....	29
6. LITERATURA	30

1. UVOD

Komorač (*Foeniculum vulgare* Mill.) je višegodišnja, samonikla biljka koja potječe s područja centralne Europe i Sredozemlja, a proširila se diljem svijeta. Ljekovita je i aromatična biljka koja pripada obitelji štitarki (lat. *Apiaceae*). Kroz povijest pa sve do danas upotrebljava se u medicinske svrhe zbog svog antiupalnog, antimikrobnog, antikancerogenog i antioksidativnog djelovanja. Koristi se za liječenje gastritisa, bolova u trbuhu, kašlja, konjuktivitisa i ostalih bolesti. Lukovica, stabljika i listovi koriste se u kulinarstvu za pripremu jela, a sjemenke komorača koriste se kao začin ili za dobivanje eteričnog ulja.

Eterično ulje sjemenki komorača značajno je zbog svojih antimikrobnih i antioksidativnih svojstava. Pomaže u prevenciji upala, kardiovaskularnih bolesti i kašlja te djeluje inhibitorno na neke patogene koji se prenose hranom što ga čini potencijalnim prirodnim konzervansom za hranu. No problem je u visokoj razini nezasićenosti eteričnih ulja zbog čega su podložna oksidaciji i gubitku hlapljivih spojeva što uzrokuje promjenu senzorskih svojstava i stvaranju nepoželjnih slobodnih radikala. Također, zbog osjetljivosti na svjetlost i toplinu vrlo su nestabilna tijekom prerade i skladištenja što ograničava njihovu upotrebu u prehrambenoj industriji. Zbog navedenih razloga inkapsulacija predstavlja obećavajuću tehniku zaštite materijala te zadržavanje funkcionalnih svojstva ulja. Jedna od najraširenijih metoda inkapsulacije je metoda sušenja raspršivanjem kojom se dobivaju prahovi visoke kvalitete koji se lako pohranjuju i transportiraju.

Stoga cilj ovog rada bio je ispitati utjecaj omjera kombinacije nosača maltodekstrina i arapske gume (1:1, 1:3 i 3:1) i temperature (120, 160 i 200 °C) tijekom sušenja raspršivanjem na svojstva praha eteričnog ulja komorača (udio suhe tvari, veličina čestica, topljivost i higroskopnost) te iskorištenje, zadržavanje ulja i učinkovitost procesa, kao i odrediti optimalne uvjete za proizvodnju praha najboljih svojstava.

2. TEORIJSKI DIO

2.1. Komorač

Komorač (*Foeniculum vulgare* Mill.) je zeljasta, višegodišnja biljka koja spada u obitelj štitarki (lat. *Apiaceae*). Pripada aromatičnim i ljekovitim biljnim vrstama, a potječe s područja centralne Europe i Sredozemlja. Na našim prostorima poznata je još i kao koromač, anason, divlja mirodija, janež i morač. Komorač je samonikla biljka koja se kultivacijom proširila po čitavom svijetu, a za rast joj pogoduje topla klima te sušne i polusušne regije (Ahmad i sur., 2018.).

Komorač je uspravna i razgranata biljka koja može narasti do 2 m u visinu. Iz dubokog i razgranatog korijena razvija se veći broj uspravnih, modrozelenih stabljika. Sa stabljike se granaju višestruki, glatki, igličasti listovi koji mogu biti dugi do 40 cm. Listovi su 3-4 puta perasto podijeljeni u linearne segmente (Slika 1a). Na kraju stabljike razvijaju se žuti cvjetovi skupljeni u cvjetnu glavicu koja ima oblik obrnutog kišobrana (Slika 1b). Cvatu u srpnju i kolovozu (Badgubar i sur., 2014). Plod je dugoljasti kalavac koji se sastoji od dvije ovalne sjemenke duljine 4-10 mm te sazrijeva u periodu od rujna do listopada.



a)



Slika 1. Komorač: a) stabljika s listovima (Badgugar i sur., 2014) i b) cvijet (Anka i sur., 2020)

Komorač je jedna od najstarijih aromatskih i ljekovitih biljaka koja se kroz povijest pa sve do danas upotrebljava u brojnim kulturama u medicinske i kulinarske svrhe. U drevnoj Grčkoj predstavljao je simbol uspjeha, a u 13. stoljeću u Engleskoj smatrao se kraljevskim začinom (Malhotra, 2012). U medicinske svrhe koristi se zbog svog antiupalnog, antikancerogenog, antimikrobnog, antioksidativnog te drugih zaštitnih djelovanja. Stabljika, lišće, plod, sjemenke te cijela biljka koriste se u liječenju simptoma i raznih oblika bolesti kao što su bolovi u trbuhu, kašalj, artritis, konjuktivitis, gastritis, povišena temperatura, iritabilno crijevo, itd. (Badgugar, 2014). Lukovica, stabljika i listovi koriste se u kulinarstvu za pripremu jela, a sjemenke komorača koriste se kao začin ili za ekstrakciju eteričnih ulja. Cvjetovi i listovi koriste se za dobivanje žute i smeđe boje (Malhotra, 2012).

Najpoznatije vrste su gorki komorač, slatki komorač i začinski komorač. Gorki komorač uzgaja se zbog plodova i eteričnog ulja, a začinski i slatki komorač uzgajaju se zbog jestivog lišća i plodova te eteričnog ulja (Malhotra, 2012).

2.1.1. Kemijski sastav sjemenki komorača

Sjemenke komorača su eliptične, lagano zakrivljene te zeleno-žute boje (Slika 2). Koriste se u brojnim poljima od kulinarstva do medicine te se iz njih dobiva eterično ulje. Suhe sjemenke su aromatičan začin, sličan anisu te su smeđe ili zelene boje dok su svježije, a starenjem poprimaju zagasito sivu boju (Rather i sur., 2012.).



Slika 2. Sjemenke komorača (Anka i sur., 2020)

Kemijski sastav može varirati ovisno o morfolipu, klimi te stadiju žetve. Malhotra (2012) navodi kako sjemenke komorača prosječno sadrže 36,6 % ugljikohidrata, 14,9 % masti, 15,8 % proteina, 15,7 % vlakana i 8,8 % vode. Navedene vrijednosti su u skladu s USDA vrijednostima osim ugljikohidrata za koje USDA navodi kako čine 52,3 % te vlakana koji čine 39,8 % sastava komorača. Energetska vrijednost 100 g sjemenki je 345 kcal (USDA, 2019). Od minerala najzastupljeniji su kalij ($1690 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$), kalcij ($1200 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$), fosfor ($487 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$), magnezij ($385 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$), a sjemenke sadrže još i natrij, željezo, mangan, cink i bakar. Od vitamina najzastupljeniji su vitamin A ($135 \text{ IU } 100 \text{ g}^{-1}$), vitamin C ($21 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$), niacin ($6,05 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$), vitamin B6 ($0,47 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$), tiamin ($0,408 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$) i riboflavin ($0,35 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$) (USDA, 2019). Sjemenke sadrže još i sluz, šećere, škrob i tanine (Malhotra, 2012). No karakteristične su po tome što imaju visoki udio eteričnog ulja.

Sjemenke komorača sadrže 0,79 % eteričnog ulja i 5,82 % nehlapljivog ulja te $1,17 \text{ mg } \text{g}^{-1}$ suhih sjemenki ukupnih fenolnih spojeva (El-Awadi i Hassan, 2010).

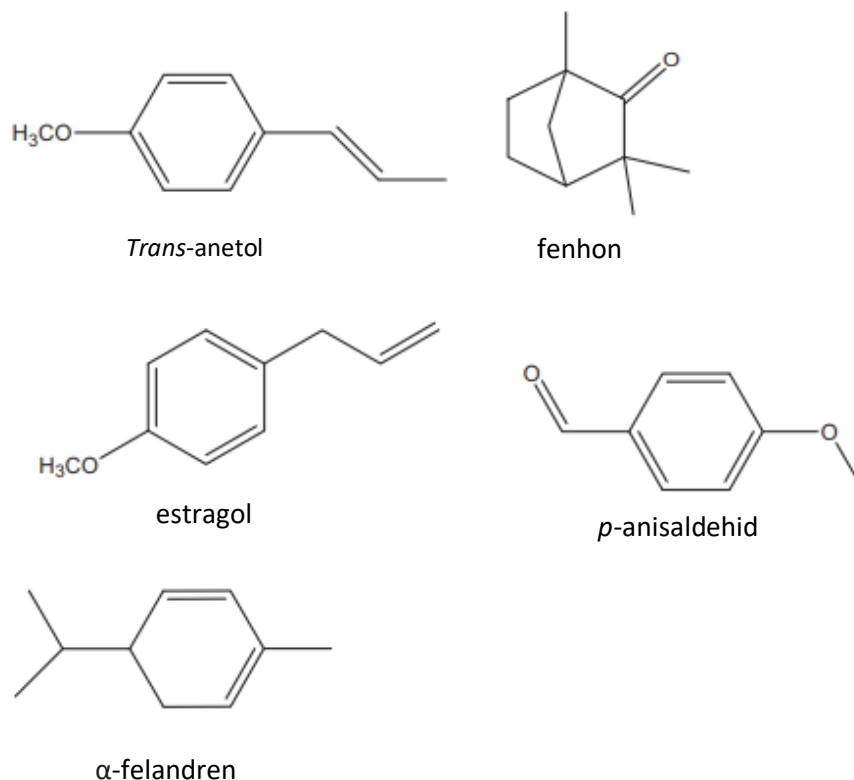
Ahmad i sur. (2018) navode kako su od masnih kiselina u ulju komorača najzastupljenije petroselininska (74,80 %) i linolna kiselina (12,74 %), a nalazimo još i oleinsku, palmitinsku, stearinsku i linolensku u nižim koncentracijama. Također njihovim istraživanjem odnos indeksa PUFA (polinezasićene masne kiseline) / SFA (zasićene masne kiseline) iznosio je više od 1 što pokazuje da ulje komorača može biti smatrano kao ulje sa visokom nutritivnom vrijednosti.

2.1.2. Eterično ulje sjemenki komorača

Eterična ili esencijalna ulja su hlapljive smjese tvari koje se dobivaju iz biljnih materijala te imaju karakterističan miris, okus i boju. Uljne su konzistencije te su teško topivi u vodi. Proizvode ih uglavnom sjemenjače, a to su najčešće obitelji Apiaceae, Pinaceae, Lauraceae, Myrtaceae, Piperaceae, Brassicacea, itd. (Kalođera i sur., 1998.). Nastaju u plazmi stanice, a u biljci su pohranjeni u cvjetovima, listovima, plodu, korijenu i kori. Nalaze se u posebnim stanicama (uljenicama), intracelularnim prostorima ili spremnicima između kutikule i stanične membrane. U sastav eteričnih ulja ulazi više od 500 kemijskih spojeva no prema strukturi ugljikovodika većinom se dijele u 3 velike skupine, a to su terpeni, fenilpropanski derivati i ostali spojevi (Kalođera i sur., 1998.).

Nakon sazrijevanja sjemenki komorača u njima se nalazi 95 % eteričnog ulja. Suhe sjemenke komorača sadrže 0,6-6 % hlapljivih ulja. Ahmad i sur. (2018) navode kako je iz eteričnog ulja sjemenki komorača izolirano 16 hlapljivih spojeva koji su činili 99,7 % ukupne količine ekstrahiranog eteričnog ulja. Glavne hlapljive aktivne komponente koje su pronađene su *trans*-anetol (70,7 %) i fenhon (5,72 %), a slijede ih anisketon (4,07 %) i *p*-anisaldehyd (3,79 %). Isti autori navode kako su sjemenke korištene u istraživanju umjereno bogate hlapljivim uljem u usporedbi sa ostalim istraživanjima gdje je sadržaj eteričnog ulja bio u rasponu od 0,69 do 4,6 %. Međutim, na udio eteričnog ulja mogu utjecati podrijetlo komorača, različiti uvjeti uzgoja kao što su klima i geografske razlike, ali također i genetičke razlike (Ahmad i sur., 2018; Rather i sur., 2012).

Gonzales-Rivera i sur. (2016) zabilježili su 17 hlapljivih komponenti u eteričnom ulju, od kojih je najviše spojeva (E)-anetol (79 %), fenhon (10,9 %), estragol (4,2 %) i limonen (3,2 %). Nešto više vrijednosti estragola (10,42 %) navode Diao i sur. (2014) u svojem istraživanju gdje je izolirano 28 spojeva od kojih je udio estragola na drugom mjestu, odmah iza *trans*-anetola (68,53 %). Slika 3 prikazuje molekulske strukture nekih od spojeva eteričnog ulja sjemenki komorača.



Slika 3. Molekulske strukture najzastupljenijih spojeva u eteričnom ulju sjemenki komorača (Rather i sur., 2012)

2.1.3. Svojstva eteričnog ulja sjemenki komorača

Značaj eteričnog ulja sjemenki komorača je u njegovim antimikrobnim i antioksidativnim svojstvima. Fenolni spojevi pronađeni u komoraču dovode se u vezu sa prevencijom bolesti induciranih oksidativnim stresom kao što su upale, kardiovaskularne bolesti i rak (Rather i sur., 2012). Diao i sur. (2014) proveli su istraživanje u kojem su pokazali kako eterično ulje sjemenki komorača ima snažno inhibitorno djelovanje na neke od patogena koji se prenose hranom, uključujući gram pozitivne i gram negativne bakterije. Rezultati su pokazali antibakterijsko djelovanje prema svim patogenima korištenim u istraživanju, a to su *Staphylococcus albus*, *Bacillus subtilis*, *Salmonella typhimurium*, *Shigella dysenteriae*, *Escherichia coli* i *S. dysenteriae* od kojih je najveću osjetljivost pokazala *S. dysenteriae* kod koje je zona inhibicije bila najveća. Za antioksidativna svojstva zaslužan je *trans*-anetol (Chang i sur., 2016). Uspoređujući antimikrobna i antioksidativna svojstva eteričnog ulja

sjemenki tri različita kultivara komorača, rezultati su pokazali podjednaku antimikrobnu aktivnost te znatno veću antioksidativnu vrijednost kod kultivara sa većim udjelom *trans*-anetola (61 i 46 %) nego kod kultivara sa udjelom od 5 % (Chang i sur., 2016). Pokazano je antibakterijsko djelovanje koje je bilo jače kod gram-pozitivne bakterije *Staphylococcus aureus*, nego kod gram-negativne *Escherichia coli*. Hrana kojoj je dodano eterično ulje sjemenki komorača duže se pohranjuje bez promjene senzorskih svojstava i mikrobnog rasta što je pokazatelj kako sjemenke komorača imaju potencijal kao prirodni konzervansi za hranu (Saber i Eshra, 2019). Osim toga, sjemenke komorača i njihovo eterično ulje pokazali su poželjno djelovanje na oporavak od grlobolje i kašlja (Saber i Eshra, 2019). Smatra se kako su za većinu farmakoloških utjecaja eteričnog ulja komorača zaslužni hlapljivi i fenolni spojevi (Badgular i sur., 2014).

2.2. Inkapsulacija eteričnog ulja sušenjem raspršivanjem

Inkapsulacija je tehnika kojom se male čestice ili kapljice aktivnih supstanci obavijaju nosačem kako bi se zaštitile od okolišnih čimbenika kao što su kisik, svjetlo, vlaga i interakcija sa drugim tvarima (Mohammed i sur., 2020). Zbog visoke razine nezasićenosti, biljna, morska i eterična ulja sklona su oksidaciji i gubitku hlapljivih spojeva što rezultira promjenom senzorskih svojstava ulja i stvaranju slobodnih radikala (Bakry i sur., 2015). Također zbog osjetljivosti na toplinu i svjetlost, vrlo su nestabilna tijekom prerade i skladištenja što ograničava njihovu upotrebu u prehrambenoj industriji. Zbog ovih obilježja, inkapsulacija predstavlja obećavajuću tehniku zaštite materijala od topline, svjetla i kisika te povećanje stabilnosti, bioraspoloživosti te zadržavanje funkcionalnih svojstava ulja (Mohammed i sur., 2020; Fang i Bhandari, 2010). Jedna od tehnika inkapsulacije je inkapsulacija metodom sušenja raspršivanjem koja se primjenjuje u proizvodnji funkcionalne hrane, farmaceutika i nutraceutika (Mohammed i sur., 2020).

Metoda sušenja raspršivanjem koristi se za pretvorbu tekućina u prah tijekom doticaja s vrućim zrakom, proizvodeći u jednom koraku aglomerirani ili fini prah bez prašine (Barot i sur., 2010). Nastaju prahovi dobre kvalitete sa niskim aktivitetom vode koji se lakše transportiraju i pohranjuju (Tonon i sur., 2008). Sušenje raspršivanjem je najraširenija tehnika mikroinkapsuliranja u prehrambenoj industriji najčešće korištena za pripremu suhih i stabilnih aditiva i aroma (Desai i Park, 2005). Glavne prednosti ovog postupka su visoko iskorištenje

te kratko vrijeme izlaganja materijala visokim temperaturama što je pogodno za sušenje tekućih produkata osjetljivih na toplinu (Costa i sur., 2015). Osim toga, velika prednost ovog postupka je njegova ekonomičnost i niže cijene proizvodnje nego kod većine drugih oblika inkapsulacije. Izvođenje procesa je jednostavno, fleksibilno i brzo te rezultira produktima visoke kvalitete (Desai i Park, 2005). Problem kod ove metode može predstavljati ograničen broj dostupnih nosača koji moraju biti topljivi ili djelomično topljivi u vodi. Kao nosači najčešće se koriste maltodekstrin, arapska guma, hidrofobno modificirani škrob i njihove smjese. Ostali polisaharidi (alginat, karboksimetilceluloza) ili proteini (sojini proteini, natrijev kazeinat) također se mogu koristiti kao nosači u procesu sušenja raspršivanjem, no njihova upotreba postaje skuplja i zahtjevnija zbog male topljivosti u vodi (Desai i Park, 2005). Sušenje raspršivanjem uključuje atomizaciju emulzija u komori za sušenje na relativno visokoj temperaturi što dovodi do brzog isparavanja vode i stvaranja omotača oko emulzije (Bakry i sur., 2015; Tonon i sur., 2008). Fizikalno-kemijska svojstva nastalih prahova ovise o obilježjima procesa kao što su karakteristike tekućine (viskoznost, veličina čestica i brzina protoka) te zraka za sušenje (temperatura i tlak), kao i vrsti raspršivača (Tonon i sur., 2008). Prema Bakry i sur. (2015) inkapsulacija sušenjem raspršivanjem uključuje pripremu stabilne emulzije, homogenizaciju disperzije, atomizaciju emulzije i dehidraciju atomiziranih čestica. Proces se odvija u više faza: pumpanje otopine ili suspenzije u raspršivač gdje se raspršuje u obliku maglovitih kapljica u komoru za sušenje u kojoj dolazi do isparavanja otapala. Sušenje se odvija pomoću vrućeg zraka, transformirajući tekuće kapljice u čvrste čestice koje se nakupljaju u ciklonskom filteru ili nekom drugom sustavu za sakupljanje praha (Costa i sur., 2015). Radi kvalitetnog provođenja procesa potrebno je osigurati optimalne uvjete kao što su temperatura dovoda, temperatura ulaznog i izlaznog zraka, vlaga, brzina protoka zraka i vrsta atomizacije (Mohammed i sur., 2020).

Fernandes i sur. (2008) proveli su inkapsulaciju eteričnog ulja *Lippia sidoides* metodom sušenja raspršivanjem. Kao nosač koristili su maltodekstrin i arapsku gumu u različitim omjerima (4:1, 3:2, 2:3 i 0:1, m/m). Sadržaj eteričnog ulja u odnosu na nosač iznosio je 20 i 25 % mase, a emulzije su atomizirane 30 do 60 % (m/m) od ukupne koncentracije suhe tvari. Proces sušenja raspršivanjem proveden je pri temperaturama sušenja 140-160 °C među kojima je kao optimalna temperatura s najboljom učinkovitošću određena temperatura sušenja od 160 °C. Kontrolirani parametri bili su temperatura dovoda (50 °C), tlak raspršivača (5 kgf cm^{-2}), brzina strujanja zraka u raspršivaču (17,5 L min^{-1}) i protok zraka za sušenja (60 $m^3 h^{-1}$). Najbolja učinkovitost provedbe procesa dobivena je pri uvjetima gdje je suhi sadržaj

inkapsulirajućeg sastava iznosio 50 %, udio maltodekstrina i arapske gume 0:1, a omjer nosača i eteričnog ulja 4:1.

3. EKSPERIMENTALNI DIO

U ovom istraživanju provedeno je ispitivanje utjecaja parametara sušenja raspršivanjem (omjer kombinacije nosačate temperatura sušenja) na fizikalna svojstva praha eteričnog ulja komorača i parametre učinkovitosti procesa. U tu svrhu proizvedeno je 9 prahova kojima je određen udio suhe tvari, veličina čestica, topljivost, higroskopnost, iskorištenje, zadržavanje ulja te učinkovitost inkapsulacije.

3.1. MATERIJALI

3.1.1. Eterično ulje komorača

U ovom istraživanju korišteno je komercijalno dostupno eterično ulje komorača (Ireks Aroma d.o.o., Hrvatska) (Slika 4). Eterično ulje je skladišteno pri +4 °C do provedbe eksperimenta.



Slika 4. Uzorak eteričnog ulja komorača (vlastita fotografija)

3.1.2. Kemikalije

- Maltodekstrin DE 4.0 – 7.0 (Biosynth, Bratislava, Slovačka)
- Arapska guma (Alfa Aesar, Kandel, Njemačka)
- Kvarcni pijesak, sitno zrnat (Gram-mol, Zagreb, Hrvatska)

- Bezvodni natrijev sulfat (Gram-mol, Zagreb, Hrvatska)
- Natrijev klorid (Lachner, Neratovice, Češka)
- Emulgator, Tween 20 za molekularnu biologiju (Applichem, Darmstadt, Njemačka)

3.1.3. Aparatura i pribor

Aparatura

- Uređaj za sušenje raspršivanjem (Büchi, Mini Spray Dryer B-290, Flawil Švicarska)
- Analitička vaga (Ohaus, Parsippany, SAD)
- Tehnička vaga (PS 4500 R2, Redwag Wagi Elektroniczne, Krakow, Poljska)
- Centrifuga (ROTOFIX 32, Hettich Zentrifugen, Tuttlingen, Njemačka)
- Vodena kupelj (Büchi Heating Bath B-490, Flawil, Švicarska)
- Vortex (MS2 Minishaker, IKA, Wilmington, SAD)
- Laboratorijski sušionik (Heratherm OMH 100, Thermo scientific, Langenselbold, Njemačka)
- Aparatura za izolaciju eteričnih ulja po Clevengeru
- Magnetska miješalica (HSC Ceramic Hot Top-Plate Stirrer, Velp, Usmate Velate, Italija)
- Ultra turrax (IKA T25 D, Staufen, Njemačka)
- Uređaj za mjerenje veličine čestica Mastersizer 2000 (Malvern Instruments, Worcestershire, Ujedinjeno Kraljevstvo)
- Eksikator

Pribor

- Aluminijski lončići
- Plastične Falcon epruvete (50 mL)
- Staklene čaše
- Stakleni štapići
- Tikvice s okruglim dnom (500 mL)
- Pipete Eppendorf (5 mL, 1000 µL)
- Menzura (100 mL)

- Metalne hvataljke
- Metalna spatula
- Metalna žličica
- Magnet za magnetsku miješalicu
- Stakleni lijevak

3.2. METODE

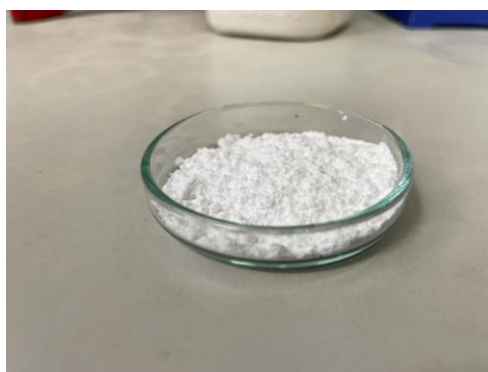
3.2.1. Priprema prahova eteričnog ulja komorača

Za pripremu prahova korištena je tehnika sušenja raspršivanjem. Prahovi su proizvedeni prema eksperimentalnom dizajnu prikazanom u Tablici 1, pri čemu su varirani uvjeti omjera maltodekstrina i arapske guma (1:1, 1:3 i 3:1) te temperatura sušenja (120, 160 i 180 °C). Na ovaj način pripremljeno je ukupno 9 prahova eteričnog ulja komorača (Slika 5).

Tablica 1. Plan pokusa sušenja raspršivanjem eteričnog ulja komorača

BROJ UZORKA	OMJER MD:AG	TEMPERATURA (°C)
1	1:1	120
2		160
3		200
4	1:3	120
5		160
6		200
7	3:1	120
8		160
9		200

MD=maltodekstrin, AG=arapska guma



Slika 5. Prah eteričnog ulja komorača (vlastita fotografija)

U pripremi svih prahova udio eteričnog ulja komorača u uzorku iznosio je 5 %, a udio emulgatora u odnosu na eterično ulje 5 % te je korišten omjer eteričnog ulja i nosača 1:4. Na analitičkoj vagi odvagana je potrebna količina nosača prema planu pokusa (Tablica 1) u laboratorijsku čašu te je dodano 200 mL destilirane vode. Tako pripremljena otopina miješana je konstantno na magnetskoj miješalici 30 min uz brzinu okretaja 600 rpm. Zatim je u otopinu dodano eterično ulje (10 g) i emulgator (0,5 g) te je otopina homogenizirana pomoću homogenizatora pri brzini 10 000 rpm u trajanju 5 min. Otopina je zatim postavljena na uređaj za sušenje raspršivanjem (Slika 6). U tablici 2 prikazane su specifikacije uređaja za sušenje raspršivanjem.



Slika 6. Mini Spray Dryer B-290 (vlastita fotografija)

Tablica 2. Specifikacije uređaja Buchi Mini Spray Dryer B-290

Potrošnja energije	max. 2900 W
Napon	200-230 V \pm 10 %
Frekvencija	50/60 Hz
Kapacitet sušenja	1,0 L h ⁻¹ H ₂ O, veći za organska otapala
Pumpa	Peristaltička
Protok zraka	max. of 35 m ³ h ⁻¹
Max. Temperatura	220 °C

Kapacitet grijača	2300 W
Plin za sušenje	Komprimirani zrak ili dušik; 200 - 800 L h ⁻¹ ; 5 - 8 bar
Promjer mlaznice	0,7 mm
Raspon promjera čestica	1 - 25 μm
Dimenzije (W x H x D)	65 x 110 x 70 cm
Težina	46 kg

Tijekom provedbe procesa sušenja raspršivanjem konstantni parametri bili su 80 % kapaciteta aspiratora s maksimumom 35 m³ h⁻¹, 15 % kapaciteta pumpe te čišćenje mlaznice na stupnju 4.

3.2.2. Određivanje udjela suhe tvari

Udio suhe tvari (%) u prahovima određen je sušenjem pri 105 °C do konstantne mase (AOAC, 1984).

U osušenu i izvaganu aluminijsku posudicu s poklopcem stavi se oko 1 g kvarcnog pijeska i stakleni štapić te se suši u sušioniku pri 105 °C oko 2 h sa skinutim poklopcem. Nakon sušenja posudica se zatvori poklopcem te hladi u eksikatoru, a zatim se izvaže s točnošću ±0,0002 g. U ohlađenu i izvaganu posudicu s pijeskom stavi se oko 1 g pripremljenog uzorka i dobro izmiješa pomoću staklenog štapića. Sve zajedno se važe s točnošću od ±0,0002 g. Aluminijska posudica s pijeskom i ispitivanom količinom uzorka stavi se u laboratorijski sušionik, prethodno zagrijan na 105 °C ± 0,5 °C, te se zagrijava 1 h sa otklopljenim poklopcem. Nakon hlađenja i vaganja sušenje se nastavlja toliko dugo dok razlika između dva uzastopna sušenja, u razmaku od 30 min, ne bude manja od 0,001 g. Važe se ponovno s točnošću ± 0,0002 g.

Udio suhe tvari (%) izračuna se prema slijedećoj formuli [1]:

$$Udio\ suhe\ tvari\ (\%) = \left(\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \right) \cdot 100 \quad [1]$$

gdje je:

m_0 = masa posudice i pomoćnog materijala (pijesak, stakleni štapić, poklopac) (g)

m_1 = masa posudice s ispitivanim uzorkom prije sušenja (g)

m_2 = masa posudice s ostatkom nakon sušenja (g)

3.2.3. Određivanje veličine čestica

Veličina čestica prahova analizirana je laserskom difrakcijom na uređaju Malvern Panalytical Mastersizer 2000 (Malvern Panalytical, Malvern, UK), gdje se mjerenje veličine čestica temelji na metodi raspršivanja laserskog svjetla u području od 20 nm do 2 mm te obradom rezultata pomoću software-a Mastersizer 2000 (verzija 5.61). Mjerenje je provedeno pomoću suhe (Scirocco) disperzijske jedinice na način da se prije početka mjerenja metalnom žličicom uzme potrebna količina praha i stavi se u kadicu unutar mjerne ćelije. Nakon toga pokreće se programski paket i vrši mjerenje. Podaci o veličini čestica dobiveni su u digitalnom obliku na računaru, a za prikaz rezultata uzeta je vrijednost veličine 50 % čestica [$d(0,5) \mu\text{m}$].

3.2.4. Određivanje topljivosti

Topljivost prahova određena je prema metodi koju su opisali Anderson i sur. (1969) s nekim modifikacijama. Prah (1 g) se otopi u 10 mL destilirane vode miješanjem na vortex mješalici kroz 1 min, termostatira u vodenoj kupelji pri 37 °C 30 min te potom centrifugira 20 min pri 5500 o/min. Dobiveni supernatant se sakupi i suši u sušioniku pri 105 °C do konstantne mase.

Topljivost (%) se izračuna prema sljedećoj jednadžbi [2]:

$$\text{Topljivost (\%)} = \frac{m_s}{m_p} \cdot 100 \quad [2]$$

gdje je:

m_s = masa praha dobivenog sušenjem supernatanta do konstantne mase (g)

m_p = masa praha uzetog za analizu (g)

3.2.5. Određivanje higroskopnosti

Higroskopnost prahova određena je po metodi koju su opisali Tonon i sur. (2008). Masa od 1 g praha stavi se u otvorenu posudicu u eksikator sa zasićenom otopinom NaCl tijekom 7 dana pri 25 °C i vlažnosti zraka 75,29 %. Nakon 7 dana uzorak se izvaže te se higroskopnost izrazi kao g adsorbirane vlage na 100 g praha prema sljedećoj jednadžbi [3]:

$$\text{Higroskopnost (g/100 g)} = \left(\frac{m_7 - m_0}{m_0} \right) \cdot 100 \quad [3]$$

gdje je:

m_7 = masa izvaganog praha nakon 7 dana (g)

m_0 = početna masa praha (g)

3.2.6. Određivanje iskorištenja postupka sušenja

Iskorištenje postupka sušenja raspršivanjem izračunato je prema sljedećoj jednadžbi [4]:

$$\text{Iskorištenje (\%)} = \frac{P}{U+E+N} \cdot 100 \quad [4]$$

gdje je:

P = masa praha proizvedenog postupkom sušenja raspršivanjem (g)

U = masa eteričnog ulja (g)

E = masa emulgatora (g)

N = masa nosača (g)

3.2.7. Određivanje zadržavanja ulja

Zadržavanje ulja određeno je prema metodi Marques i sur. (2021) s određenim modifikacijama. Ukratko, odvaže se 10 g praha i prenese u tikvicu s okruglim dnom volumena 500 mL. Zatim se doda 200 mL destilirane vode te se tikvica spoji na aparaturu za izolaciju

eteričnih ulja po Clevengeru. Sadržaj tikvice se kontinuirano zagrijava, a destilacija traje 2 h od trenutka kada se prva kap destilata kondenzira na vodenom hladilu. Nakon destilacije, izolirano eterično ulje se ispusti u vialu te se doda bezvodni natrijev sulfat kako bi se uklonili eventualni ostaci vode.

Zadržavanje ulja se promatra kao odnos između mase eteričnog ulja prisutne u prahu i početne mase ulja koja je uzeta za postupak sušenja, a izračunava se prema sljedećoj jednadžbi [5]:

$$\text{Zadržavanje ulja (\%)} = \frac{\text{masa ulja nakon destilacije (g)}}{\text{početna masa ulja (g)}} \cdot 100 \quad [5]$$

3.2.8. Određivanje učinkovitosti inkapsulacije

Učinkovitost inkapsulacije (%) promatra se kao omjer zadržavanja ulja (%) i iskorištenja postupka sušenja (%) te se računa prema sljedećoj formuli [6]:

$$\text{Učinkovitost (\%)} = \frac{\text{zadržavanje ulja (\%)}}{\text{iskorištenje (\%)}} \cdot 100 \quad [6]$$

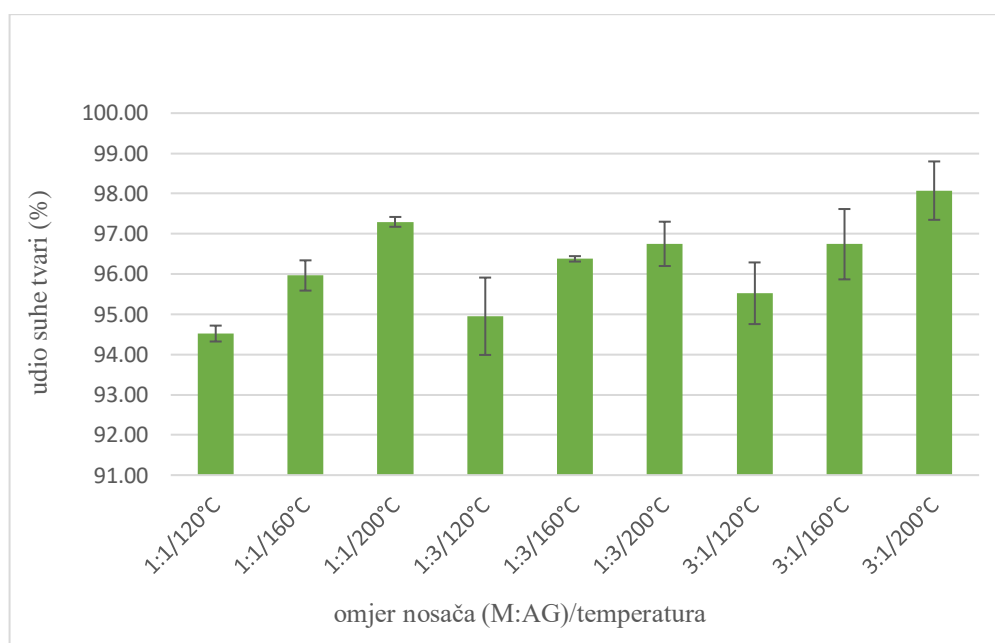
3.2.9. Statistička obrada

Za eksperimentalni dizajn pokusa i statističku obradu podataka korišten je programski sustav Statistica 12.0 (StatSoft, Inc., Tulsa, SAD). Eksperiment je dizajniran kao puni faktorijski dizajn na tri razine, a sva mjerenja su provedena u paraleli. U svrhu ispitivanja utjecaja omjera kombinacije nosača te temperature sušenja na fizikalna svojstva praha eteričnog ulja komorača i pramatere učinkovitosti procesa provedena je multifaktorska analiza varijance, a svi marginalni prosjeci uspoređeni su s Tukey HSD testom. Statistički značajna razlika razmatrana je na razini $p \leq 0,05$ (95 %-tni interval pouzdanosti).

4. REZULTATI I RASPRAVA

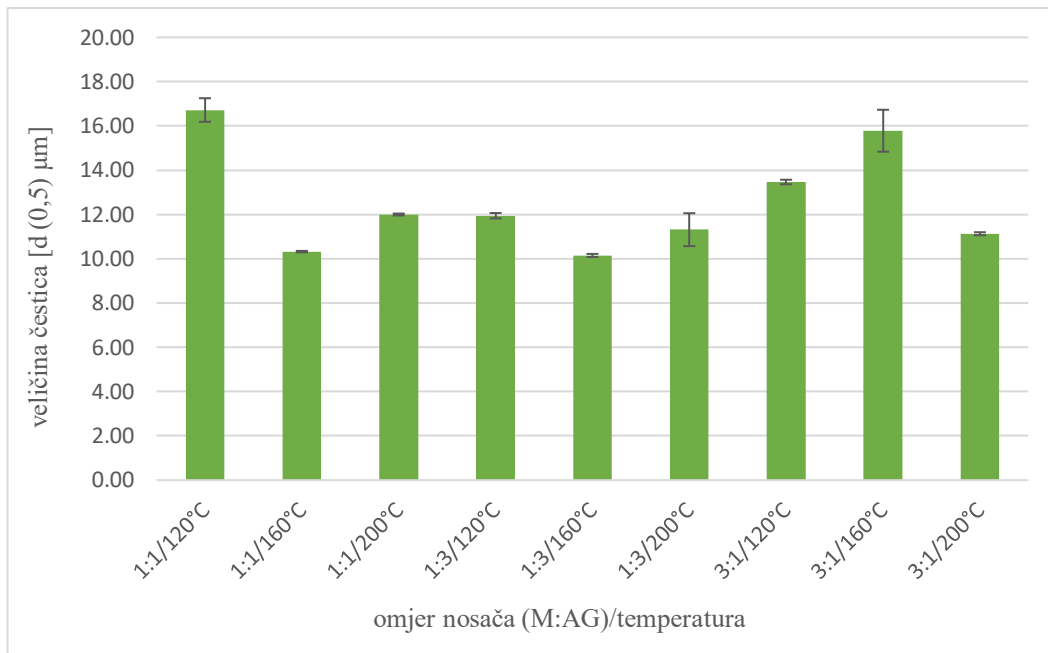
Procesom sušenja raspršivanjem proizvedeno je 9 prahova eteričnog ulja komorača. Prahovi su proizvedeni pri različitim temperaturama sušenja te upotrebom različitih omjera nosača maltodekstrina i arapske gume. Rezultati određivanja udjela suhe tvari, veličine čestica, topljivosti, higroskopnosti, iskorištenja, zadržavanja ulja i učinkovitosti inkapsulacije prahova dobivenih sušenjem raspršivanjem prikazani su na Slikama 7-13.

4.1. Određivanje udjela suhe tvari, veličine čestica, topljivosti i higroskopnosti



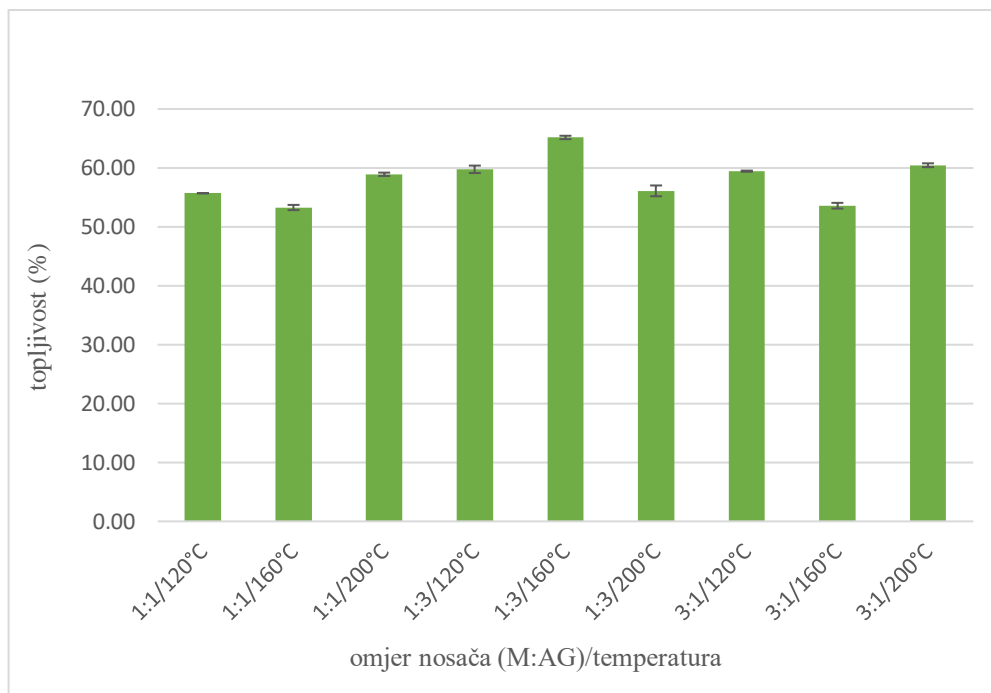
Slika 7. Udio suhe tvari (%) u uzorcima prahova eteričnog ulja komorača dobivenih sušenjem raspršivanjem

Na Slici 7 prikazani su rezultati udjela suhe tvari u prahovima eteričnog ulja komorača dobivenim metodom sušenja raspršivanjem. Dobivene vrijednosti kretale su se u rasponu od 94,52 do 98,07 %. Najviši udio suhe tvari određen je u uzorku dobivenom pri 200 °C gdje je omjer nosača maltodekstrina i arapske gume 3:1, a najniži udio suhe tvari pokazuje prah dobiven pri 120 °C te omjeru nosača 1:1.



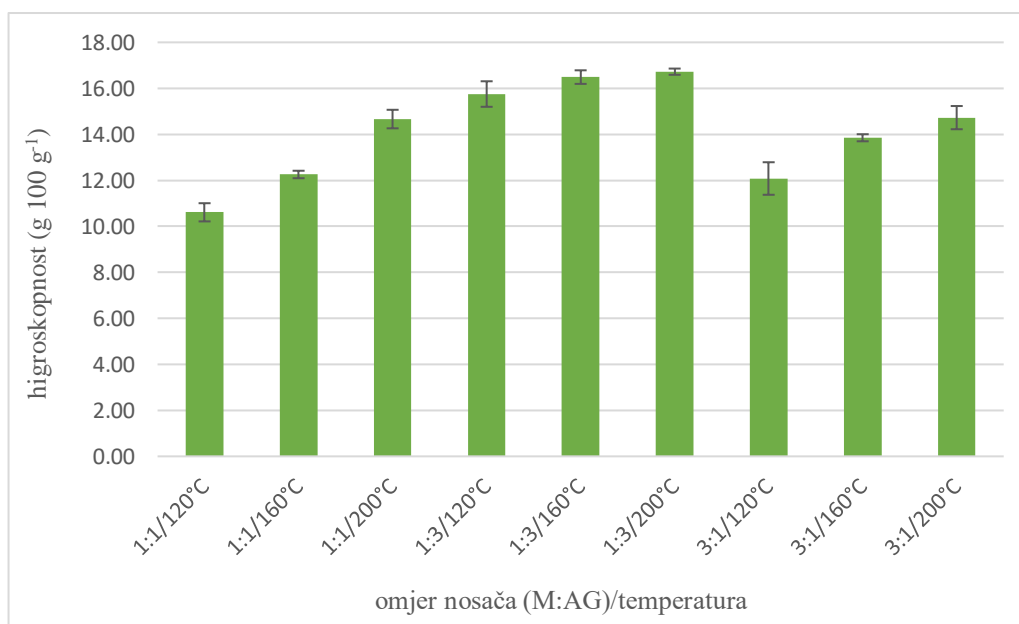
Slika 8. Veličina čestica [d (0,5) μm] u uzorcima prahova eteričnog ulja komorača dobivenih sušenjem raspršivanjem

Na Slici 8 prikazani su rezultati veličine čestica prahova eteričnog ulja komorača dobiveni sušenjem raspršivanjem. Veličina čestica prikazana je kao srednji promjer čestica d (0,5), a izražena je u μm. Veličina čestica prahova varira od 10,15 do 16,72 μm. Najveći promjer čestica pokazuje prah dobiven pri 120 °C te s omjerom nosača maltodekstrina i arapske gume 1:1, a najmanji promjer čestica zabilježen je u prahu proizvedenom pri 160 °C te omjeru nosača maltodekstrina i arapske gume 1:3.



Slika 9. Toplјivost (%) uzoraka prahova eteriĉnog ulja komoraĉa dobivenih sušenjem raspršivanjem

Slika 9 prikazuje rezultate toplјivosti prahova eteriĉnog ulja komoraĉa dobivenih sušenjem raspršivanjem te su se vrijednosti kretale od 53,27 do 65,16 %. Najnižu vrijednost toplјivosti pokazao je prah osušen pri 160 °C i omjeru nosaĉa maltodekstrina i arapske gume 1:1. Najviša toplјivost zabilježena je u prahu proizvedenom pri 160 °C i omjeru nosaĉa maltodekstrina i arapske gume 1:3.



Slika 10. Higroskopsnost (g 100 g⁻¹) uzoraka prahova eteričnog ulja komorača dobivenih sušenjem raspršivanjem

Na Slici 10 prikazani su rezultati određivanja higroskopsnosti prahova eteričnog ulja komorača dobivenih metodom sušenja raspršivanjem. Najvišu vrijednost higroskopsnosti od 16,72 g 100 g⁻¹ pokazuje prah dobiven pri 200 °C te omjeru nosača maltodekstrina i arapske gume 1:3. Najniža vrijednost higroskopsnosti (10,61 g 100 g⁻¹) ima prah dobiven pri 120 °C te omjeru nosača 1:1.

Tablica 3. Rezultati statističke analize utjecaja udjela nosača i temperature na fizikalna svojstva praha eteričnog ulja sjemenki komorača

Izvor varijacije	Udio suhe tvari (%)	Veličina čestica d (0,5) μm	Topljivost (%)	Higroskopsnost (g 100 g ⁻¹)
Udio nosača (M:AG)	p = 0,07	p < 0,01*	p < 0,01*	p < 0,01*
1:1	95,93 ± 0,25 ^a	13,01 ± 0,18 ^b	55,96 ± 0,19 ^a	12,51 ± 0,17 ^a
1:3	96,03 ± 0,25 ^a	11,13 ± 0,18 ^a	60,34 ± 0,19 ^c	16,32 ± 0,17 ^c
3:1	96,78 ± 0,25 ^a	13,46 ± 0,18 ^b	57,82 ± 0,19 ^b	13,55 ± 0,17 ^b
Temperatura	p < 0,01*	p < 0,01*	p < 0,01*	p < 0,01*
120 °C	95,00 ± 0,25 ^a	14,04 ± 0,18 ^b	58,29 ± 0,19 ^b	12,81 ± 0,17 ^a
160 °C	96,36 ± 0,25 ^b	12,08 ± 0,18 ^a	57,34 ± 0,19 ^a	14,20 ± 0,17 ^b
200 °C	97,37 ± 0,25 ^c	11,48 ± 0,18 ^a	58,49 ± 0,19 ^b	15,37 ± 0,17 ^c

M:AG = maltodekstrin:arapska guma

Rezultati su prikazani kao srednja vrijednost ± standardna pogreška.

*Statistički značajna varijacija kod $p \leq 0,05$. Srednje vrijednosti unutar kolone označene različitim slovima međusobno se statistički razlikuju na $p \leq 0,05$.

Kako bi se utvrdila signifikantnost utjecaja omjera nosača i temperature na udio suhe tvari, veličinu čestica, topljivost i higroskopnost korištena je multifaktorska analiza varijance. Dobiveni rezultati statističke analize prikazani su u Tablici 3.

Rezultati su pokazali da udio nosača nema signifikantan utjecaj na udio suhe tvari prahova. U istraživanju Fernandes i sur. (2013) pokazano je kako povećanje udjela nosača arapske gume ima signifikantan utjecaj na sadržaj vlage tj. da se povećavanjem udjela arapske gume povećava i sadržaj vlage prahova. Razlike u rezultatima moguće su zbog toga što su Fernandes i sur. (2013) kao nosač koristili samo arapsku gumu, a ne kombinaciju arapske gume i maltodekstrina. Nadalje, rezultati su pokazali kako temperatura sušenja ima signifikantan utjecaj na udio suhe tvari prahova eteričnog ulja sjemenki komorača na način da se povećanjem temperature sušenja povećava i udio suhe tvari prahova, gdje se najviši udio suhe tvari postiže pri najvišoj temperaturi sušenja (200 °C) Rezultati su u skladu s istraživanjem Fernandes i sur. (2013) koji su ispitivali utjecaj promjene uvjeta metode sušenja raspršivanjem na inkapsulaciju eteričnog ulja ružmarina te potvrdili kako se povećanjem temperature sušenja i smanjenjem protoka, smanjio sadržaj vlage u prahu.

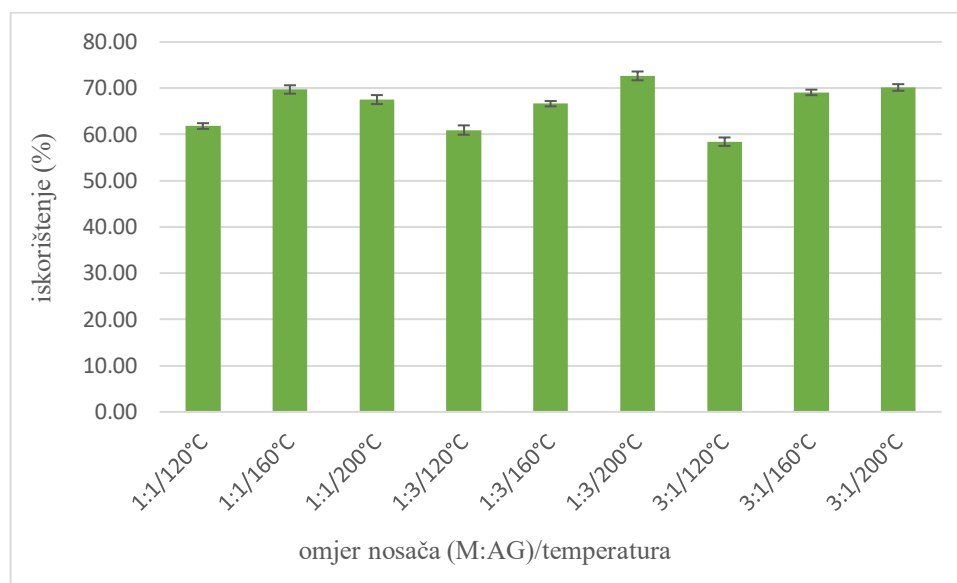
Udio nosača pokazao je signifikantan utjecaj na veličinu čestica pri čemu omjeri nosača maltodekstrina i arapske gume 1:1 te 3:1 ne pokazuju signifikantnu razliku u veličini čestica, dok primjena njihovog omjera 1:3 daje prah sa signifikantno najmanjom veličinom čestica. Carvalho i sur. (2019) pokazali su kako je veličina čestica u prahu ulja limunske trave dobivenog sušenjem raspršivanjem, u kojem se kao nosač koristila kombinacija maltodekstrina i arapske gume u omjeru 1:1, bila veća nego u prahu u kojem je kao nosač korištena samo arapska guma. Njihovi rezultati u skladu su s rezultatima dobivenim u ovom istraživanju koji pokazuju kako najmanju veličinu čestica ima prah s najvećim udjelom arapske gume kao nosača. Temperatura sušenja također ima signifikantan utjecaj na veličinu čestica praha pri čemu je najniža temperatura rezultirala najvećom veličinom čestica praha. Razlika u primjeni temperature od 160 i 200 °C nije značajna. Rezultati su u skladu s istraživanjem Rodklontan i Chitprasert (2017) koji su proveli inkapsulaciju eteričnog ulja bosiljka zajedno s probiotikom *Lactobacillus reuteri* KUB-AC5 metodom sušenja raspršivanjem. Njihovi rezultati su pokazali signifikantno manju veličinu čestica kod prahova gdje je primijenjena viša temperatura sušenja (140 i 150 °C) nego kod prahova sušenih pri nižoj temperaturi (130 °C). Vjerojatno je kako pri višim temperaturama dolazi do visokog tlaka pare te strukturnog raspada nestabilne kore čestica što rezultira stvaranjem manje čestice.

Udio nosača, maltodekstrina i arapske gume, također je pokazao signifikantan utjecaj na topljivost prahova. Najveću topljivost pokazao je prah dobiven s najvećim udjelom arapske gume, a najmanju topljivost prah koji je imao omjer nosača 1:1. Cano-Higuaita i sur. (2015) u provedbi inkapsulacije oleoresina iz kurkume pomoću nosača maltodekstrina, arapske gume i modificiranog škroba dobili su rezultate u kojima podjednaku topljivost pokazuju prahovi s omjerom maltodekstrina i arapske gume 1:1 te 1:3, dok prah s udjelom 3:1 pokazuje najmanju topljivost. Njihovi rezultati su djelomično u skladu s rezultatima ovog istraživanja pokazujući visoku topljivost prahova koji sadrže udio od 75 % arapske gume, no razlike su moguće zbog toga što su Cano-Higuaita i sur. (2015) proces provodili samo pod jednom temperaturom sušenja (170 °C), što može utjecati na topljivost. Rezultati su također pokazali kako temperatura ima signifikantan utjecaj i na topljivost prahova. Pri temperaturi sušenja od 160 °C prah eteričnog ulja sjemenki komorača pokazao je signifikantno manju topljivost nego prahovi proizvedeni pri temperaturama 120 i 200 °C pri čemu sušenje pri 120 i 200 °C nije pokazalo značajnu razliku u topljivosti prahova. Fernandes i sur. (2013) u istraživanju utjecaja metode sušenja raspršivanjem na svojstva inkapsuliranog eteričnog ulja ružmarina s nosačem arapskom gumom, dobili su vrijednosti topljivosti od 55,75-67,75 % koje su u skladu s rezultatima dobivenim u ovom istraživanju, no navode kako temperatura nije imala signifikantan utjecaj na topljivost prahova. Moguće je da se rezultati razlikuju jer je u istraživanju Fernandes i sur. (2013) kao nosač korištena samo arapska guma, a nisu se ispitivali različiti tipovi nosača koji utječu na topljivost.

Iz rezultata je vidljivo kako omjer nosača maltodekstrina i arapske gume ima signifikantan utjecaj na higroskopnost prahova pri čemu najveću higroskopnost pokazuje prah s najvećim udjelom arapske gume. Dobiveni rezultati su u skladu sa Carvalho i sur. (2019) čiji su rezultati pokazali kako prah ulja limunske trave u kojem je kao nosač korištena samo arapska guma ima veću higroskopnost od prahova gdje je korištena kombinacija arapske gume i maltodekstrina. Također su Carmona i sur. (2018) pokazali kako se povećanjem udjela arapske gume kao nosača povećava i higroskopnost dobivenih prahova što je moguće zbog higroskopske prirode arapske gume te povećane viskoznosti emulzija sa visokim udjelom krutog nosača što rezultira higroskopnijim prahovima s nižim sadržajem vlage. Nadalje, rezultati su pokazali signifikantan utjecaj temperature na higroskopnost prahova pri čemu se povećanjem temperature povećava i higroskopnost prahova. Dobiveni rezultati su u skladu s istraživanjem Carmona i sur. (2018) koji su ispitivali utjecaj uvjeta sušenja raspršivanjem na inkapsulaciju karotenoida iz prešanog palminog ulja. Rezultati koje su dobili pokazali su kako

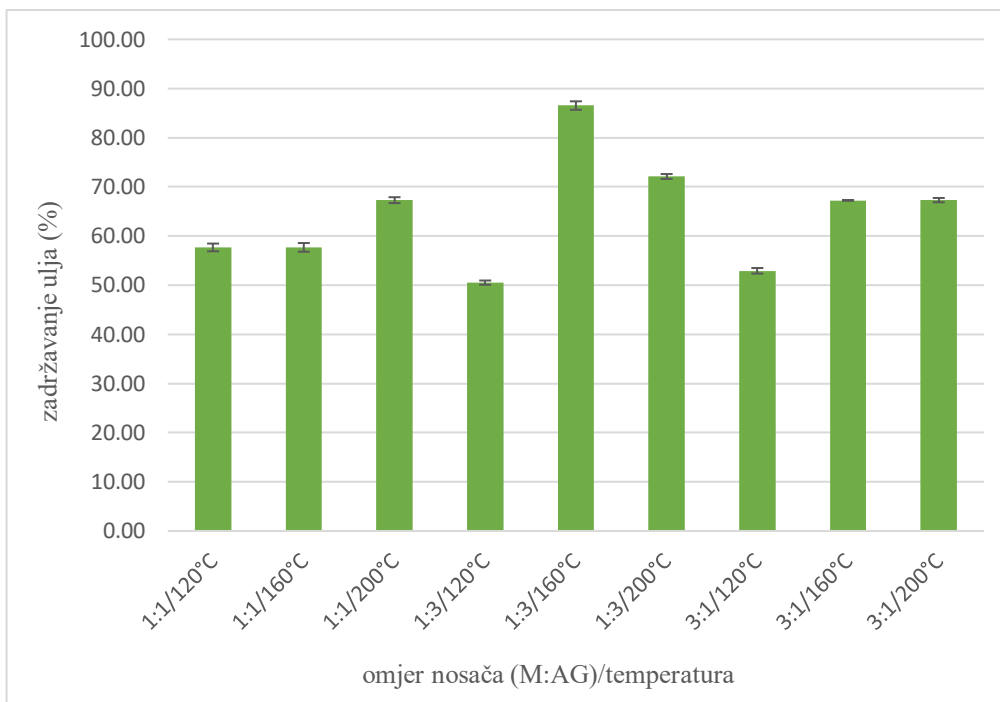
se povećanjem temperature sušenja i smanjenjem brzine protoka povećava higroskopnost dobivenih prahova.

4.2. Određivanje iskorištenja, zadržavanja ulja i učinkovitosti postupka sušenja raspršivanjem



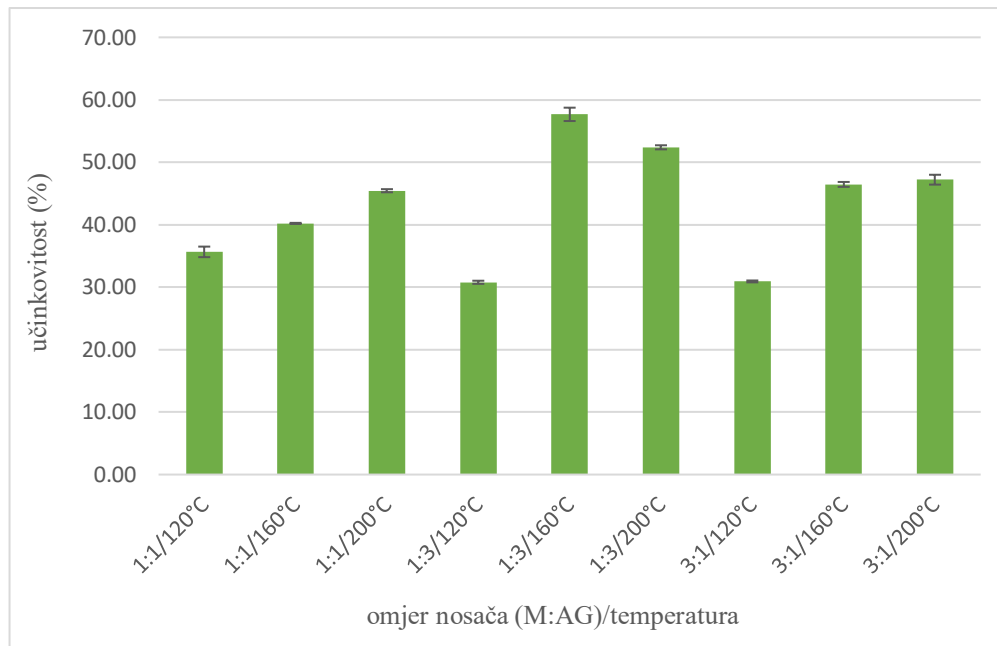
Slika 11. Iskorištenje (%) postupka sušenja raspršivanjem eteričnog ulja komorača u dobivenim prahovima

Rezultati iskorištenja postupka sušenja raspršivanjem prikazani su na Slici 11. Vrijednosti iskorištenja iznose 58,43-72,66 %. Najveće iskorištenje pokazuje prah proizveden pri 200 °C s omjerom nosača maltodekstrina i arapske gume 1:3, a najmanje iskorištenje prah proizveden pri 120 °C te s omjerom nosača 3:1.



Slika 12. Zadržavanje ulja (%) u uzorcima prahova eteričnog ulja komorača dobivenih sušenjem raspršivanjem

Slika 12 prikazuje rezultate zadržavanja ulja u prahovima eteričnog ulja komorača proizvedenim postupkom sušenja raspršivanjem. Najveće zadržavanje ulja pokazuje prah proizveden pri 160 °C i omjerom nosača maltodekstrina i arapske gume 1:3 te iznosi 86,53 %. Najnižu vrijednost zadržavanja ulja (50,51 %) pokazuje prah dobiven pri 120 °C te omjeru nosača 1:3.



Slika 13. Učinkovitost inkapsulacije (%) uzoraka prahova eteričnog ulja komorača dobivenih sušenjem raspršivanjem

Na Slici 13 prikazani su rezultati učinkovitosti inkapsulacije uzoraka prahova eteričnog ulja sjemenki komorača dobivenih metodom sušenja raspršivanjem. Učinkovitost se kretala u rasponu od 30,78-57,67 %. Najveću učinkovitost pokazuje prah dobiven pri 160 °C te s omjerom nosača maltodekstrina i arapske gume 1:3, dok najmanju učinkovitost pokazuje prah dobiven pri 120 °C također s omjerom nosača 1:3.

Tablica 4. Rezultati statističke analize utjecaja udjela nosača i temperature na iskorištenje, zadržavanje ulja i učinkovitost inkapsulacije eteričnog ulja sjemenki komorača sušenjem raspršivanjem

Izvor varijacije	Iskorištenje (%)	Zadržavanje ulja (%)	Učinkovitost (%)
Udio nosača (M:AG)	p = 0,24	p < 0,01*	p < 0,01*
1:1	66,35 ± 0,34 ^a	60,88 ± 0,25 ^a	32,45 ± 0,23 ^a
1:3	66,75 ± 0,34 ^a	69,72 ± 0,25 ^c	48,11 ± 0,23 ^b
3:1	65,89 ± 0,34 ^a	62,49 ± 0,25 ^b	48,35 ± 0,23 ^b
Temperatura	p < 0,01*	p < 0,01*	p < 0,01*
120 °C	60,40 ± 0,34 ^a	53,70 ± 0,25 ^a	40,43 ± 0,23 ^a
160 °C	68,48 ± 0,34 ^b	70,49 ± 0,25 ^c	46,95 ± 0,23 ^c
200 °C	70,11 ± 0,34 ^c	68,90 ± 0,25 ^b	41,53 ± 0,23 ^b

M:AG = maltodekstrin:arapska guma

Rezultati su prikazani kao srednja vrijednost ± standardna pogreška.

**Statistički značajna varijacija kod $p \leq 0,05$. Srednje vrijednosti unutar kolone označene različitim slovima međusobno se statistički razlikuju na $p \leq 0,05$.*

Kako bi se utvrdila signifikantnost utjecaja temperature i omjera nosača na parametre iskorištenja, zadržavanja ulja i učinkovitosti korištena je multifaktorska analiza varijance, a dobiveni rezultati prikazani su u Tablici 4.

Iz rezultata je vidljivo da omjer nosača nije imao statistički signifikantan utjecaj na iskorištenje procesa, dok statistički signifikantan utjecaj na iskorištenje procesa ima temperatura sušenja pri čemu se povećanjem temperature povećava iskorištenje. Ren i sur. (2020) u istraživanju utjecaja temperature sušenja na fizikalno-kemijska svojstva mikrokapsula ulja citrusa došli su do zaključka kako su pri niskim temperaturama vrijednosti iskorištenja niske jer je visok sadržaj vlage te porastom temperature iskorištenje se povećava, a sadržaj vlage smanjuje. No, Ren i sur. (2020) su također primijetili pad vrijednosti iskorištenja pri temperaturi sušenja od 190 °C. Razlika u rezultatima moguća je zbog toga što Ren i sur. (2020) nisu koristili arapsku gumu kao nosač već samo maltodekstrin koji se pri visokim temperaturama sušenja počeo topiti stvarajući ljepljivu površinu mikrokapsula praha koje su se zadržavale na stijenkama komore za sušenje.

Na zadržavanje ulja statistički signifikantan utjecaj ima udio nosača pri čemu najveće zadržavanje ulja pokazuje prah proizveden s najvećim udjelom arapske gume, dok najmanje zadržavanje ulja pokazuje prah s jednakim omjerom maltodekstrina i arapske gume.

Fernandes i sur. (2008) uspoređivali su svojstva čestica eteričnog ulja *L. sidoides* dobivenih sušenjem raspršivanjem u kojem su koristili različite omjere nosača maltodekstrina i arapske gume te su vrijednosti zadržavanja ulja rasle kako se povećavao udio arapske gume u odnosu na maltodekstrin. Takvi rezultati su dobiveni zbog boljih stabilizacijskih svojstava arapske gume i mogućnosti za stvaranje filma. Temperatura je također signifikantno utjecala i na zadržavanje ulja u prahu eteričnog ulja sjemenki komorača. Najveće zadržavanje ulja pokazuje prah proizveden sušenjem pri 160 °C, a najmanja vrijednost zabilježena je u prahu dobivenom pri 120 °C. Frascareli i sur. (2012) u istraživanju utjecaja uvjeta sušenja raspršivanjem na inkapsulaciju ulja kave navode kako su pri nižim temperaturama sušenja vrijednosti zadržavanja ulja veće nego pri višim temperaturama sušenja. Njihovi rezultati su u skladu s rezultatima ovog istraživanja, budući da su Frascareli i sur. (2012) koristili temperature sušenja 150-190 °C, a veće vrijednosti zadržavanja ulja pokazali su prahovi sušeni pri 160 °C od prahova sušenih pri 200 °C. Vjerojatno je kako je utjecaj temperature povezan s većim isparavanjem hlapljivih tvari koje se događa na višim temperaturama.

Nadalje, rezultati su pokazali kako udio nosača također ima statistički signifikantan utjecaj na učinkovitost postupka. Sušenje pri jednakom omjeru maltodekstrina i arapske gume ima nižu učinkovitost nego sušenje u kojem se koriste omjeri nosača 3:1 te 1:3 među kojima ne postoji značajna razlika u učinkovitosti. Fernandes i sur. (2014) ispitivali su učinak arapske gume, maltodekstrina, inulina i modificiranog škroba kao nosača u inkapsulaciji eteričnog ulja ružmarina te iako nije bilo signifikantnog utjecaja na učinkovitost, prahovi proizvedeni kombinacijom nosača arapske gume i maltodekstrina pokazali su manju učinkovitost od prahova koji su sadržavali samo arapsku gumu ili maltodekstrin što je u skladu s rezultatima u ovom istraživanju. Poyrazoglu i sur. (2017) ispitivali su utjecaj različitih uvjeta postupka sušenja raspršivanjem na učinkovitost inkapsuliranog ulja *Pistacia terebinthus* te pokazali kako korištenje arapske gume kao nosača ima veću učinkovitost (41,63-43,08 %) od maltodekstrina (15,58-32,12 %). Rezultati statističke analize pokazuju i signifikantan utjecaj temperature na učinkovitost procesa pri čemu se najveća učinkovitost postiže sušenjem pri 160 °C, a najmanja učinkovitost pri 120 °C. Rezultati su u skladu s istraživanjem Mohammed i sur. (2017) koji su ispitivali uvjete procesa sušenja raspršivanjem na inkapsulaciju ulja *Nigella sativa* te odredili da je optimalna temperatura sušenja 160 °C. Navode kako je pri višim temperaturama učinkovitost procesa niska jer dolazi do bržeg sušenja nosača u odnosu na unutarnji materijal te se stvaraju pukotine i pore na površini čestica što uzrokuje ispuštanje ulja.

5. ZAKLJUČAK

Na temelju provedenog istraživanja, dobivenih rezultata i provedene statističke obrade može se zaključiti:

1. Primjena postupka sušenja raspršivanjem eteričnog ulja sjemenki komorača pokazala se kao učinkovita metoda u proizvodnji prahova poželjnih fizikalnih svojstava.
2. Ovisno o primijenjenim uvjetima sušenja raspršivanjem, vrijednosti udjela suhe tvari proizvedenih prahova kretale su se u rasponu od 94,52 do 98,07 %, veličine čestica $d(0,5)$ od 10,15 do 16,72 μm , topljivosti od 53,27 do 65,16 % i higroskopnosti od 10,61 do 16,72 g 100 g⁻¹.
3. Vrijednosti iskorištenja postupka sušenja raspršivanjem kretale su se od 58,43 do 72,66 %, zadržavanja ulja od 50,51 do 86,53 %, dok se učinkovitost postupka kretala od 30,78 do 57,67 %.
4. Udio nosača maltodekstrina i arapske gume imao je signifikantan utjecaj na veličinu čestica, topljivost i higroskopnost, dok na udio suhe tvari nije imao signifikantan utjecaj. Prah s omjerom maltodekstrina i arapske gume 1:3 pokazao je najmanju veličinu čestica te najveću topljivost i higroskopnost pokazujući kako povećanje udjela arapske gume pozitivno utječe na svojstva dobivenih prahova.
5. Temperatura sušenja je signifikantno utjecala na udio suhe tvari, veličinu čestica, topljivost i higroskopnost dobivenih prahova. Najviše vrijednosti udjela suhe tvari i higroskopnosti postižu se pri 200 °C, dok je pri istoj temperaturi zabilježena najniža vrijednost veličine čestica prahova. Topljivost prahova je najmanja u prahu proizvedenom pri 160 °C.
6. Udio nosača maltodekstrina i arapske gume je signifikantno utjecao na zadržavanje ulja i učinkovitost postupka dok na iskorištenje nije imao signifikantan utjecaj. Najveća vrijednost zadržavanja ulja postiže se primjenom omjera maltodekstrina i arapske gume 1:3, a najveća učinkovitost postupka pri omjerima 1:3 i 3:1.
7. Temperatura sušenja je signifikantno utjecala na iskorištenje, zadržavanje ulja i učinkovitost postupka. Povećanjem temperature povećava se iskorištenje postupka, čija najveća vrijednost se postiže pri 200 °C. Najviše zadržavanje ulja i najveća učinkovitost postupka postiže se primjenom temperature sušenja od 160 °C.
8. Optimalni uvjeti za proizvodnju praha eteričnog ulja sjemenki komorača su temperatura sušenja 160 °C te omjer maltodekstrina i arapske gume 1:3.

6. LITERATURA

Ahmad BS, Talou T, Saad Z, Hijazi A, Cerny M, Kanaan H i sur. (2018). Fennel oil and by-products seed characterization and their potential applications. *Ind Crops Prod* **111**, 92-98.

<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.10.008>

Anka ZM, Gimba S, Nanda A, Salisu L (2020) Phytochemistry and pharmacological activities of *Foeniculum vulgare*. *IOSR J Pharm* **10**, 1-10.

Badgajar SB, Patel VV, Bandivdekar, AH (2014) *Foeniculum vulgare* Mill: a review of its botany, phytochemistry, pharmacology, contemporary application, and toxicology. *Biomed Res Int* **2014**, 1-33. <https://doi.org/10.1155/2014/842674>

Bakry AM, Abbas S, Ali B, Majeed H, Abouelwafa MY, Mousa A i sur. (2016) Microencapsulation of oils: A comprehensive review of benefits, techniques, and applications. *Compr Rev Food Sci Food Saf* **15(1)**, 143-182. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12179>

Barot BS, Parejiya PB, Patel TM, Parikh RK, Gohel MC (2010) Development of directly compressible metformin hydrochloride by spray drying technique. *Acta Pharm* **60(2)**, 165-175. <https://doi.org/10.2478/v10007-010-0016-9>

Cano-Higueta DM, Vélez HAV, Telis VRN (2015) Microencapsulation of turmeric oleoresin in binary and ternary blends of gum Arabic, maltodextrin and modified starch. *Ciênc Agrotecnologia* **39**, 173-182. <https://doi.org/10.1590/S1413-70542015000200009>

Carmona PAO, Garcia LC, Ribeiro JADA, Valadares LF, Marçal ADF, de França LF i sur. (2018) Effect of solids content and spray-drying operating conditions on the carotenoids microencapsulation from pressed palm fiber oil extracted with supercritical CO₂. *Food Bioproc Tech* **11(9)**, 1703-1718. <https://doi.org/10.1007/s11947-018-2132-3>

Carvalho GR, Fernandes RVDB, de Castro e Silva P, Dessimoni ALDA, Oliveira CR, Borges SV i sur. (2019) Influence of modified starches as wall materials on the properties of spray-dried lemongrass oil. *J Food Sci Technol* **56(11)**, 4972-4981. <https://doi.org/10.1007/s13197-019-03969-2>

Chang S, Mohammadi Nafchi A, Karim AA (2016) Chemical composition, antioxidant activity and antimicrobial properties of three selected varieties of Iranian fennel seeds. *J Essent Oil Res*, **28(4)**, 357-363. <https://doi.org/10.1080/10412905.2016.1146169>

- Costa SS, Machado BAS, Martin AR, Bagnara F, Ragadalli SA, Alves ARC (2015) Drying by spray drying in the food industry: Micro-encapsulation, process parameters and main carriers used. *Afr J Food Sci* **9(9)**, 462-470. <https://doi.org/10.5897/AJFS2015.1279>
- Desai KGH, Jin Park H (2005) Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Dry Technol* **23(7)**, 1361-1394. <https://doi.org/10.1081/DRT-200063478>
- Diao WR, Hu QP, Zhang H, Xu JG (2014) Chemical composition, antibacterial activity and mechanism of action of essential oil from seeds of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.). *Food control* **35(1)**, 109-116. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2013.06.056>
- El-Awadi, ME, Hassan EA (2010) Physiological Responses of Fennel (*Foeniculum vulgare* Mill) Plants to Some Growth Substances: The Effect of Certain Amino Acids and a Pyrimidine Derivative. *J Am Sci* **6(7)**, 120-125.
- Fang Z, Bhandari B (2010) Encapsulation of polyphenols—a review. *Trends Food Sci Technol* **21(10)**, 510-523. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2010.08.003>
- Fernandes LP, Turatti IC, Lopes NP, Ferreira JC, Candido RC, Oliveira WP (2008) Volatile retention and antifungal properties of spray-dried microparticles of *Lippia sidoides* essential oil. *Dry Technol* **26(12)**, 1534-1542. <https://doi.org/10.1080/07373930802464034>
- Fernandes RV DB, Borges SV, Botrel DA (2013) Influence of spray drying operating conditions on microencapsulated rosemary essential oil properties. *Food Sci Technol* **33**, 171-178. <https://doi.org/10.1590/S0101-20612013000500025>
- Fernandes RV DB, Borges SV, Botrel DA (2014) Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. *Carbohydr Polym* **101**, 524-532. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.09.083>
- Frascareli EC, Silva VM, Tonon RV, Hubinger MD (2012) Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. *Food Bioprod Process* **90(3)**, 413-424. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2011.12.002>
- González-Rivera J, Duce C, Falconieri D, Ferrari C, Ghezzi L, Piras A i sur. (2016) Coaxial microwave assisted hydrodistillation of essential oils from five different herbs (lavender, rosemary, sage, fennel seeds and clove buds): Chemical composition and thermal analysis. *Innov Food Sci Emerg Technol* **33**, 308-318. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2015.12.011>

- Kalođera Z, Blažević N, Salopek N i Jurišić R (1998) Eterična ulja (aetherolea). *Farmaceutski glasnik* **54(6)**, 195-210. <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:163:821146>
- Malhotra, SK (2012) Fennel and fennel seed. U: Peter KV (ured.) Handbook of herbs and spices, 2. izd., Woodhead Publishing Limited, Cambridge, str. 275-302. <https://doi.org/10.1533/9780857095688.275>
- Mohammed NK, Tan CP, Abd Manap Y, Alhelli AM, Hussin ASM (2017) Process conditions of spray drying microencapsulation of *Nigella sativa* oil. *Powder Technol* **315**, 1-14. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.03.045>
- Mohammed NK, Tan CP, Manap YA, Muhialdin BJ, Hussin ASM (2020) Spray drying for the encapsulation of oils—A review. *Molecules* **25(17)**, 3873. <https://doi.org/10.3390/molecules25173873>
- Poyrazoglu ES, Ozat ET, Coksari G, Ozat E, Konar N (2017) Effect of various process conditions on efficiency and colour properties of *Pistacia terebinthus* oil encapsulated by spray drying. *Int J Food Eng* **3**, 132-135. doi: 10.18178/ijfe.3.2.132-135
- Rather, MA, Dar BA, Sofi SN, Bhat BA, Qurishi MA (2012) *Foeniculum vulgare*: A comprehensive review of its traditional use, phytochemistry, pharmacology, and safety. *Arab J Chem* **9**, S1574-S1583. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2012.04.011>
- Ren W, Tian G, Zhao S, Yang Y, Gao W, Zhao C i sur. (2020) Effects of spray-drying temperature on the physicochemical properties and polymethoxyflavone loading efficiency of citrus oil microcapsules. *LWT-Food Sci Technol* **133**, 109954. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109954>
- Rodklongtan A, Chitprasert P (2017) Combined effects of holy basil essential oil and inlet temperature on lipid peroxidation and survival of *Lactobacillus reuteri* KUB-AC5 during spray drying. *Food Res Int* **100**, 276-283. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.07.016>
- Saber JI, Eshra DH (2019) Using Fennel Seeds and their Oil as a Preservative and Functional Food to Produce Some Food and Drink Products to Alleviate Cough Symptoms. *Alex Sci Exch J* **40**, 406-414. <https://dx.doi.org/10.21608/asejaiqjsae.2019.44629>
- Tonon RV, Brabet C, Hubinger MD (2008) Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *J Food Eng* **88(3)**, 411-418. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.02.029>

USDA (2019) Spices, fennel seed. USDA – U.S. Department of Agriculture.
<https://fdc.nal.usda.gov/fdc-app.html#/food-details/171323/nutrients> Pristupljeno 5. ožujka
2022.

Izjava o izvornosti

Ja Marta Balun izjavljujem da je ovaj završni rad izvorni rezultat mojeg rada te da se u njegovoj izradi nisam koristio/la drugim izvorima, osim onih koji su u njemu navedeni.

Marta Balun

Vlastoručni potpis