CHEMICAL, TECHNOLOGICAL AND BIOLOGICAL STUDIES ON MICROENCAPSULATION OF ORANGE PEELS OIL

By

AMAL EBRAHIM ABDEL KADER SHAABAN

B.Sc. (Food Science and Technology), Fac.Agric., Zagazig Univ., Egypt, 1983

M.Sc. (Food Science and Technology), Fac.Agric.,Cairo Univ., Egypt, 1995

THESIS

Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of

DOCTOR OF PHILOSOPHY

In

Agricultural Sciences

(Food Science and Technology)

Department of Food Technology

Faculty of Agriculture

Cairo University

EGYPT

2010

APPROVAL SHEET

CHEMICAL, TECHNOLOGICAL AND BIOLOGICAL STUDIES ON MICROENCAPSULATION OF ORANGE PEELS OIL

Ph.D. Thesis

In

Agric. Sci. (Food Science and Technology)

By

AMAL EBRAHIM ABDEL KADER SHAABAN

B.Sc. (Food Science and Technology),Fac.Agric., Zagazig Univ.,Egypt, 1983

M.Sc. (Food Science and Technology), Fac.Agric., Cairo Univ., Egypt, 1995

APPROVAL COMMITTEE

Dr. HASSAN HASSAN MOHAMED ABDELDAYEM .....

Professor of Food Science and Technology, Fac. Agric.,Alazhar University

Dr. SAAD AHMED SAAD HALLABO.....

Professor of Food Science and Technology, Fac. Agric.,Cairo University

Dr. ADEL ZAKI MOHAMED AHMED BADEE.....

Professor of Food Science and Technology, Fac. Agric.,Cairo University

Dr. SOHAIR ALY EL NAWAWY.....

Prof.Researcher of Chemical Engineering, National Research, Centre. Egypt.

Date: / / 2010

SUPERVISION SHEET

CHEMICAL, TECHNOLOGICAL AND BIOLOGICAL STUDIES ON MICROENCAPSULATION OF ORANGE PEELS OIL

Ph.D. Thesis

In
Agric. Sci. (Food Science and Technology)

By

AMAL EBRAHIM ABDEL KADER SHAABAN

B.Sc. (Food Science and Technology), Fac.Agric., Zagazig Univ., Egypt, 1983
M.Sc. (Food Science and Technology), Fac.Agric., Cairo Univ., Egypt, 1995

SUPERVISION COMMITTEE

Dr. ADEL ZAKI MOHAMED AHMED BADEE
Professor of Food Science and Technology, Fac. Agric., Cairo University

Dr. YOSEF MOSTAFA REYAD
Lecturer of Food Science and Technology, Fac. Agric., Cairo University

Dr. SOHAIR ALY ELNAWAWY
Prof. Researcher of Chemical Engineering, National Research Centre, Cairo

ACKNOWEDGMENT

First I am deeply thankful to Allah to grace of which the present work was realized.

The writer wishes to express her sincere thanks, deepest gratitude and appreciation to ***Dr. ADEL ZAKI MOHAMED AHMED BADEE*** *Professor of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, Cairo University, for his guidance during the conduct of these studies, his advice and counsel through the period of graduate study and giving every possible advice throughout the investigation and during writing of the manuscript.*

I am greatly indebted to ***Dr. SOHAIR ALY ELNAWAWY*** *Professors of Chemical Engineering Department, National Research Center, Cairo for her planning and capable supervision of this work and for offering every possible help and guidance through the whole investigation,*

Also I wish to express my sincere thanks to ***Dr .YOSEF MOSTAFA Reyad*** *Lecturer of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, Cairo University, for his supervision, interest and encouragement.*

I wish also to express my sincere thanks to ***Dr. MOHAMED ABD ELALL*** *quality manger & Technical advisor of Kato Aromatic Industry .Cairo, Egypt For his help in laboratory work.*

I wish also to express my deepest thanks to ***Dr. HANAN MOHAMED Aly*** *Researcher of Cytogenetics Cell Biology Department, National Research Center, Cairo for her sincere help through the Biological investigations.*

Last but not least, I thank ***all members*** *of the Chemical Engineering and Pilot Plant Laboratory, National Research Center for their cooperation and* ***all members*** *of the Food Science and Technology Department, National Research Center, Cairo for their cooperation*

Name of Candidate: Amal Ebrahim Abd El-Kader Shaaban **Degree:** Ph.D.
Title of Thesis: Chemical. technological and biological studies on micro encapsulation of orange peels oil
Supervisors: Dr. Adel Zaki Mohamed Badee
Dr. Yosef Mostafa Reyad
Dr. Sohair Aly El Nawawy
Department: Food Technology
Branch : Food Technology **Approval:** / /

ABSTRACT

Microencapsulation is one of the quality preservation techniques of sensitive substances and a method for production of materials with new valuable properties, e.g .in food and pharmaceutical industries. Orange peel oil was encapsulated with Arabic gum (GA), maltodextrin (MD), and modified starch (MS) by spray drying using inlet and exit air temperature 200^0C and100 ^{0}C respectively. The encapsulation process developed the quality of orange oil which was clear from the increments of total oxygenated components of orange oil to reach 6.3%, 18.74% and 3.92% for oil carried on GA, MS or MD carriers, respectively compared 0.80% fresh orange oil. The results showed that MS had the higher volatile retention (91%) over GA (89%) or MD (57%) alone

Different ratio of GA and MD were used as wall materials for orange peel oil encapsulation by spray drying 100:0, 30:70, 40:60, 50:50, 60:40, 70:30 and 0, 100. Encapsulation in 70:30 GA: MD gave the best retention of orange peel oil (92%).

It is obvious that the retention of volatiles was decreased with the increase of the MD ratio. The MS alone gave flavor retention that inferior to 70:30 blends of GA and MD. The blend consisted of 70:30 of GA to MD yield flavor stability almost equivalent that of pure GA as the carrier. The use of MD decreases the cost of the carrier and allows spray drying at higher infeed solids because of the lower viscosity of the emulsion.

Biological experiment was conducted to check the safety of encapsulated orange oil for use in human diet The data showed that feeding of mouse in diet containing encapsulated orange oil did not significantly affected liver function, since no significant changes were detected in AST and ALT before and after feeding on encapsulated orange oil diet .In addition, glucose and cholesterol followed the same above mentioned trend, as the changes in both after feeding orange oil were not significant. On the other hand, creatinine content (mg/dl) was significantly increased from 0.8 (in control) to 1.06 mg/dl after feeding on encapsulated orange oil for 30 day. These results prove the safety of using encapsulated orange oil in diet, or in human foods.

Key word: Volatile oil, orange peel oil , emulsion ,carrier, spray drying **,** encapsulation, retention

دراسات كيماوية وتكنولوجية وحيوية على كبسلة زيت قشور البرتقال

رسالة دكتوراه الفلسفة
فيالعلوم الزراعية
(صناعات غذائية)

مقدمة من

أمال ابراهيم عبد القادرشعبان

بكالوريوس في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعة - جامعة الزقازيق، ١٩٨٣
ماجستير في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعـــة - جامعة القاهرة، ١٩٩٥

لجنة الإشراف

الدكتور/ عادل زكى محمد أحمد بديع
أستاذ الصناعات الغذائية- كلية الزراعة - جامعة القاهرة

الدكتور/ يوسف مصطفى ريا ض
مدرس صناعات غذائية – كلية الزراعة - جامعة القاهرة

الدكتور/ سهير على فهمى النواوى
أستاذ باحث- الهندسة الكيميائية– المركزالقومى للبحوث – القاهرة

دراسات كيماوية وتكنولوجية وحيوية على كبسلة زيت قشور البرتقال

رسالة دكتوراه الفلسفة
فيالعلوم الزراعية
(صناعات غذائية)

مقدمة من

أمال ابراهيم عبد القادرشعبان

بكالوريوس في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعة - جامعة الزقازيق، ١٩٨٣
ماجستير في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعـــة - جامعة القاهرة، ١٩٩٥

لجنة الحكم

د.حسن حسن محمد عبد الدايم .....
أستاذ الصناعات الغذائية – كلية الزراعة – جامعة الأزهر

د. سعد أحمد سعد حلابو .....
أستاذ الصناعات الغذائية – كلية الزراعة – جامعة القاهرة

د.. عادل زكى محمد أحمد بديع .....
أستاذ الصناعات الغذائية – كلية الزراعة – جامعة القاهرة

د.سهير على فهمى النواوى.....
أستاذ باحث الهندسة الكيميائية – المركز القومى للبحوث – الدقى - مصر

التاريخ / / ٢٠١٠

دراسات كيماوية وتكنولوجية وحيوية على كبسلة زيت قشور البرتقال

رسالة مقدمة من

أمال ابراهيم عبد القادرشعبان

بكالوريوس في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعة - جامعة الزقازيق، ١٩٨٣
ماجستير في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعـــة - جامعة القاهرة، ١٩٩٥

للحصول على

درجة دكتوراه الفلسفة

في

العلوم الزراعية
(صناعات غذائية)

قســـــم الصناعات الغذائية
كليـــــة الزراعـــة
جـامعــة القــاهرة
مصـــــــر

٢٠١٠

دراسات كيماوية وتكنولوجية وحيوية على كبسلة زيت قشور البرتقال

رسالة دكتوراه الفلسفة
فيالعلوم الزراعية
(صناعات غذائية)

مقدمة من

أمال ابراهيم عبد القادرشعبان

بكالوريوس في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعة - جامعة الزقازيق، ١٩٨٣
ماجستير في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعــة - جامعة القاهرة، ١٩٩٥

لجنة الإشراف

الدكتور/ عادل زكى محمد أحمد بديع
أستاذ الصناعات الغذائية- كلية الزراعة - جامعة القاهرة

الدكتور/ يوسف مصطفى ريا ض
مدرس صناعات غذائية – كلية الزراعة - جامعة القاهرة

الدكتور/ سهير على فهمى النواوى
أستاذ باحث الهندسة الكيميائية– المركزالقومى للبحوث – الدقى - مصر

دراسات كيماوية وتكنولوجية وحيوية على كبسلة زيت قشور البرتقال

رسالة دكتوراه الفلسفة
فيالعلوم الزراعية
(صناعات غذائية)

مقدمة من

أمال ابراهيم عبد القادرشعبان

بكالوريوس في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعة - جامعة الزقازيق، ١٩٨٣
ماجستير في العلوم الزراعية (صناعات غذائية)- كلية الزراعـــة - جامعة القاهرة، ١٩٩٥

لجنة الحكم

د.حسن حسن محمد عبد الدايم .....
أستاذ الصناعات الغذائية – كلية الزراعة – جامعة الأزهر

د. سعد أحمد سعد حلابو .....
أستاذ الصناعات الغذائية – كلية الزراعة – جامعة القاهرة

د.. عادل زكى محمد أحمد بديع .....
أستاذ الصناعات الغذائية – كلية الزراعة – جامعة القاهرة

د.سهير على فهمى النواوى.....
أستاذ باحث الهندسة الكيميائية – المركز القومى للبحوث – الدقى - مصر

اسم الطالب: أمال ابراهيم عبد القادرشعبان **الدرجة:** دكتورالفلسفة

عنوان الرسالة: دراسات كيماوية وتكنولوجية وحيوية على كبسلة زيت قشور البرتقال

المشرفون : دكتور : عادل زكى محمد أحمد بديع

دكتور: يوسف مصطفى رياض

دكتور : سهير على فهمى النواوى

قسم: الصناعات الغذائية **فرع:** الصناعات الغذائية **تاريخ منح الدرجة:** / /

المستخلص العربي

تعد الميكروكبسلة واحدة من تقنيات الحفظ للمواد الحساسة وهى طريقة لانتاج مواد ذات خصائص قيمة فى مجال الصناعات الغذائية والدوائية. وفى هذة الدراسة تم كبسلة زيت قشرالبرتقال بالصمغ العربى والمالتودكسترين والنشا المعدل باستخدام المجفف الرذاذى على درجة حرارة الهواء الداخل ٢٠٠°م والهواء الخارج ١٠٠ °م . ولقد وجد أن عملية الكبسلة أدت الى تحسن جودة الزيت وهذا كان واضحا من مجموع المركبات الأكسجينية لزيت قشر البرتقال المكبسل لتصل النسبة الى ٣و٦% ، ٧٤و١٨% ، ٩٢و٣% بعد التحميل على مواد التغليف وهى الصمغ العربى والنشا المعدل والمالتودكسترين على الترتيب مقارنة بـ ٨ و%فى زيت قشر البرتقال الطازج . وأوضحت النتائج أن النشا المعدل كان لة القدرة على الاسترجاع تعادل نسبة ٩١% والتى كانت أعلى من الصمغ العربى الذى لة القدرة على الاسترجاع بنسبة ٨٩% والمالتودكسترين الذى لة القدرة على الاسترجاع بنسبة ٥٧%.ولقد تم استحدام معدلات مختلفة من الصمغ العربى والمالتودكسترين لكبسلة زيت قشر البرتقال عن طر يق المجفف الرزازى بنسب ١٠٠:صفر ، ٧٠:٣٠ ، ٦٠:٤٠ ، ٥٠:٥٠ ، ٤٠:٦٠ ، ٣٠:٧٠ ، صفر : ١٠٠ .حيث وجد أن الخليط بنسبة ٣٠:٧٠ صمغ عربى : مالتودكسترين أعطى أفضل نسبة استرجاع لزيت قشر البرتقال بنسبة ٩٢%

أوضحت الدراسة أيضا ان نسبة الاسترجاع قلت مع زيادة نسبة المالتودكسترين.كذلك وضح أن النشا المعدل منفردا أعطى نسبة استرجاع أدنى من الخليط ٣٠:٧٠ صمغ عربى : مالتودكسترين .كما أن الخليط ٣٠:٧٠ صمغ عربى : مالتودكسترين قد أعطى درجة ثبات للنكهة للمنتج تساوى تقريبا تلك الخاصة بالصمغ العربى كحامل منفردا. ويلاحظ أن استخدام المالتودكسترين يقلل من تكلفة مادة التغليف ويسمح بزيادة تركيز مادة التغذية للمجفف بسبب تقليل اللزوجة.

أجريت تجربة بيولوجية للتأكد من أمان كبسولات زيت البرتقال فى تغذية الانسان وأوضحت النتائج أن تغذية الفئران بوجبات محتوية على كبسولات زيت البرتقال لاتؤثر تأثيرا معنويا على وظائف الكبد حيث لاتوجد تغيرات واضحة فى انزيمات الكبد قبل وبعد التغذية و بالاضافة الى ذلك فان مستوى الجلوكوز والكوليسترول لم يتأثر أيضا بهذة التغذية . ومن ناحية أخرى فان مستوى الكريتانين زاد زيادة معنوية من ٠.٨ - ١,٠٦ مليجرام / ديسيلتر بعد التغذية بكبسولات زيت البرتقال لمدة ٣٠ يوم . و هذة النتائج تثبت صلاحية استخدام كبسولات زيت البرتقال فى تغذية الانسان

الكلمات الدالة : الزيوت الطيارة ؛ زيت قشر البرتقال ، المستحلب ، المواد الحاملة ، المجفف الرزازى ، الكبسلة ، الاحتفاظ.

CONTENTS

	Page
INTRODUCTION.....	**1**
REVIEW OF LITERATURE.....	**6**
1. Citrus oils	**6**
2. Methods for extraction and analysis of volatile oil.....	**17**
3. Microencapsulation	**21**
4. Encapsulation techniques.....	**34**
5. Controlled flavor release.....	**53**
MATERIALS AND METHODS.....	**59**
RESULTS AND DISCUSSION.....	**75**
1. Sensory and physicochemical characteristics of orange peel oil.....	**75**
2. Chemical composition of cold pressed of orange oil	**76**
3. The relation ship between of three carriers and their viscosity.....	**79**
4. Emulsion characterization of different carbohydrate carriers	**82**
5. The relation ship between carrier concentration and the retention efficient of different carriers after spray drying.....	**84**
6. Effect of carrier –oil ratio	**87**
7. The properties of encapsulated orange oil powder....	**88**
8. Influence of the blending ratio of gum arabic and maltodextrin emulsion on viscosity.....	**90**
9. Blends of maltodextrin with gum Arabic powder.....	**91**
10. Emulsion stability of different carrier.....	**93**
11. Influence of dryer inlet air temperature on retention percentage.....	**95**
12. Influence of dryer outlet air temperatures on retention percentage.....	**97**
13. Sensory evaluation	**98**
14. The relationship between three protein carriers and their viscosity.....	**100**

15. Emulsion quality characterization of different protein carriers..... **101**
16. The relationship between carrier concentration and the retention efficient of different carriers after spray drying..... **102**
17. The properties of encapsulated orange oil powder **104**
18. Comparison between the volatile retention percent of different carriers..... **104**
19. Microcapsules external morphology **105**
20. The biological effect of encapsulated orange peel oil **110**

SUMMARY **113**
REFERENCES **121**
ARABIC SUMMARY **149**