

Linų sėmenų aliejus: reikalingo HLB skaičiaus nustatymas ir emulsijos a/v modeliavimas

Asta Marija Inkėnienė, Kristina Ramanauskienė, Dovilė Žebrauskaitė, Vaida Juškaitė

Lietuvos sveikatos mokslų universitetas

Linų sėmenų aliejus - tai riebalų rūgščių, ypač nesočiųjų riebalų rūgščių šaltinis. Linų sėmenų aliejuje yra apie 60 proc. α – linoleinės rūgšties, vitaminų, natūralių antioksidantų ir mineralinių medžiagų. Vitamino F šaltinis yra polinesočios riebalų rūgštys – linolo, linoleno, arachido ir kt., esančios linų sėmenų aliejuje. Aktualu naudoti šį vertingą aliejų dermatologinių emulsijų kūrime, būtina žinoti jo technologines charakteristikas, viena iš jų - reikalingas hidrofilinio lipofilinio balanso (rHLB) skaičius.

Tyrimo tikslas - nustatyti linų sėmenų aliejaus reikalingą HLB skaičių ir sumodeliuoti a/v emulsinę sistemą. Linų sėmenų aliejaus rHLB buvo nustatytas pagal eilės pagamintų emulsijų stabilumą. Tiriamųjų emulsijų sudėtyje yra 20 proc. linų sėmenų aliejaus, 80 proc. išgryninto vandens ir emulsiklių Tween 80/ Span 80 mišinio, kurių HLB skaičius emulsijų eilėje yra nuo 4,3 iki 15,0. Turbidimetriniu metodu ir lašelių dydžio bei pasiskirstymo vertinimu (Malvern 3000, UK) nustatytos stabiliausios emulsinės sistemos, kurių emulsiklių mišinio HLB yra 9,56 ir 13,93.

Ištirtos modeliuojamos emulsijos su 30 proc., 50 proc. ir 60 proc. linų sėmenų aliejumi, kurių dispersinė terpė vanduo ir chitozono 1 proc. tirpalas. Vertinant emulsijų stabilumą po 1 mėn., laikius natūraliose sąlygose ir 30°C temperatūroje, nustatyta, kad stabilios išliko emulsijos su 50 proc. ir 60 proc. linų sėmenų aliejumi ir 1 proc. chitozono tirpalu, kurių mikrostruktūra, klampa, pH reikšmė kito statistiškai nereikšmingai.

Linų sėmenų aliejus, HLB skaičius, emulsijos, turbidimetrija, lašelių dydis

Įvadas

Nuo seno visame pasaulyje linas (*lot. Linum usitatissimum*) auginamas ne tik kaip pluoštinis, bet ir kaip nemažai gydomųjų savybių turintis augalas. Ypač vertinamas produktas – iš natūraliai išaugintų linų sėklų gaminamas aliejus, kuris vis dažniau naudojamas kaip priemonė širdies ir kraujagyslių, sąnarių, virškinimo sistemos ir kitų ligų gydymui bei profilaktikai. Linų sėmenų aliejus gerina odos regeneraciją, pasižymi odos gijimą skatinančiomis savybėmis. Išoriškai naudojamas odos nudegimų gydymui (Basch ir kt., 2007; Gutierrez ir kt., 2010). Linų sėmenų aliejus yra skaidrus, geltonas ar rudai geltonas skystis, gaunamas iš sėjamojo lino subrendusių sėklų šalto spaudimo metu (Nykter ir kt., 2006). Išgaunant aliejų šalto spaudimo būdu, nėra naudojami organiniai tirpikliai, temperatūra, todėl aliejuje išlieka daugiau naudingųjų medžiagų. Aliejuje gausu polinesočiąjų riebalų rūgščių: virš 50 proc. omega-3 (α -linoleno), apie 20 proc. linolo (omega-6), apie 20 proc. omega-9 (oleino). Aliejaus sudėtis unikali tuo, kad omega-3 riebiųjų rūgščių yra daugiau negu bet kuriame kitame aliejuje. Taip pat jame randama fenolinių junginių, tokoferolių, fosfolipidų, vitaminų, mineralinių medžiagų (Herchi ir kt., 2011; Minna ir kt., 2006). Šalto spaudimo aliejuje randamas didesnis kiekis polifenolinių junginių. Jiems būdingas didesnis antioksidacinis aktyvumas lyginant su monofenoliniais junginiais (Siger ir kt., 2008).

Žinant įvairių sintetinių medžiagų, konservantų, parabenų toksiškumą žmogui vis dažniau kalbama apie natūralių medžiagų panaudojimą gaminant dermatologinius preparatus, kurie būtų naudojami tiek gydymui, tiek kosmetikai (Benson ir kt., 2012; The United States Pharmacopeial Convention, 2009). Aktualu naudoti tokį vertingą aliejų dermatologinių emulsijų kūrime, būtina žinoti jo technologines charakteristikas – viena iš jų yra linų sėmenų aliejui emulguoti reikalingas hidrofilinio – lipofilinio balanso (HLB) skaičius, kuris lemia teisingą emulsiklių parinkimą (Fernandes ir kt., 2013; Orafidiya ir kt., 2002).

Tyrimo objektas: a/v emulsinė sistema su linų sėmenų aliejumi.

Tyrimo tikslas: nustatyti linų sėmenų aliejaus reikalingą HLB skaičių (rHLB) ir sumodeliuoti a/v emulsinę sistemą.

Tyrimo uždaviniai:

1. Nustatyti linų sėmenų aliejui reikalingą HLB skaičių, turbidimetriniu metodu, lašelių pasiskirstymo ir dydžio tyrimo metodu.

2. Sumodeliuoti a/v emulsinę sistemą, kurios aliejinė fazė – linų sėmenų aliejus ir ištirti fizikocheminius rodiklius; nustatyti modeliuojamos emulsinės sistemos stabilumą po 1 mėnesio pagal įvertintus fizikocheminius rodiklius.

Tyrimų metodika

Medžiagos: linų sėmenų aliejus (Roth, Vokietija), Span 80 (Sigma – Aldrich, Vokietija), Tween 80 (AppliChem GmbH, Vokietija), chitozanas (Sigma – Aldrich, Vokietija), pieno rūgštis (Fluka, Ispanija).

Emulsinių sistemų gamyba. Emulsinės sistemos gamintos su 20 proc. nuo aliejinės fazės emulsiklių mišinio Tween 80 ir Span 80. Emulsiklių mišinys sumaišomas su emulsijos dispersine faze, maišant palaiptai pilama terpė. Aliejinė fazė - linų sėmenų aliejus 20, 30, 50, 60 proc., vandeninė fazė - išgrynintas vanduo arba 1 proc. chitozono vandeninis tirpalas. Homogenizuojama homogenizatoriumi Ultra Turrax (Janke & Kunkel, Vokietija) 10 min 8-10 000 aps/min.

Chitozono 1 proc. tirpalo paruošimas. Chitozono milteliai paskleidžiami ant 1 proc. pieno rūgšties tirpalo paviršiaus ir maišoma magnetine maišykle (Yellowline TC 3, Vokietija), kaitinant iki 80°C temperatūros.

Turbidimetrinė analizė. Pagaminta emulsija yra praskiedžiama išgrynintu vandeniu 500 kartų, UV spektrofotometru (Agilent 8453 UV – Vis) matuojamas šviesos pralaidumas (%T), esant 600 nm bangos ilgiui. Turbidiškumas skaičiuotas remiantis formule 1 (Shahin ir kt., 2011):

$$\text{Turbidiškumas} = 100 - \%T \quad (1).$$

Dalelių dydžio ir pasiskirstymo nustatymas. Aliejinės fazės dalelių dydis matuojamas ($n=3$) dalelių dydžio matuokliu Mastersizer 3000 (Malvern Instruments, UK). Preparatas paruošiamas po nedidelį kiekį emulsijos perkeliant į aparato priedą – maišyklę Hydro 3000S (Malvern), į kurią kiekvieno matavimo metu pripilamas vienodas kiekis (400 ml) išgryninto vandens. Preparatas tinkamai praskiestas, kai lazerio šviesos spindulių pralaidumas yra apie 10 proc. Dalelės matuojamos pagal šviesos išbarstymą. Matavimai atliekami laikant, kad refrakcinis indeksas 1,48, absorbcijos indeksas 1,000. Nustatant dalelių dydį, kiekviena emulsija vienodai suplakama ir matavimai atliekami 1 valandos laikotarpyje (Instruments M, 2012; Bendjaballah ir kt., 2010).

Mikroskopinis emulsijų tyrimas. Mikrostruktūra tirta Motic (Motic instruments, Inc., Kinija) mikroskopu. Naudotas $\times 100$ didinimas, imersinis aliejus (Immersion oil RAL, REACTIFS RAL S.A., Prancūzija). Duomenys apdoroti kompiuterine programa Motic Images Plus 2.0 ML, panaudota Moticam 1000 1,3 M Pixel USB 2.0 kamera. Išmatuoti mikroskopavimo lauke aptikti mažiausi ir didžiausi lašeliai.

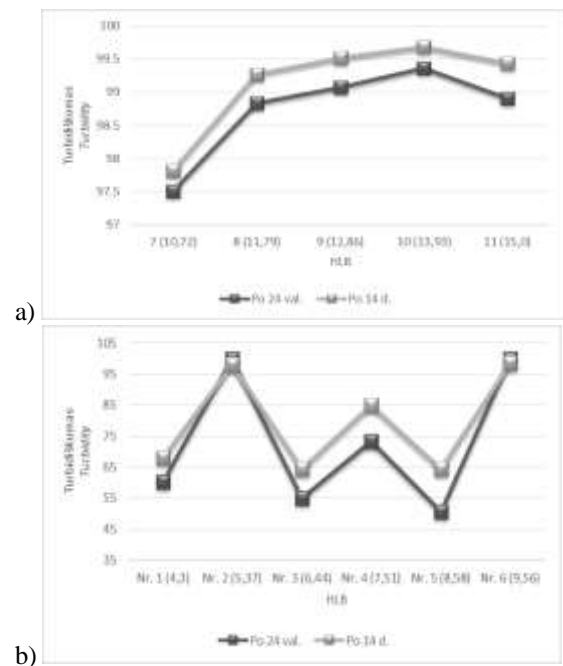
Linų sėmenų aliejaus reikalingo HLB skaičiaus a/v ir v/a emulsijoms nustatymas. Tirtos 11 emulsijų, sudarytos iš 20 proc. aliejinės fazės, 80 proc. išgryninto vandens ir emulsiklių Span 80 (HLB 4,3) ir Tween 80 (HLB 15) mišinių, kurių HLB skaičius yra nuo 4,3 iki 15. Emulsinėms sistemoms suformuoti naudoti emulsiklių mišiniai 20, 10 ir 5 proc. nuo aliejinės fazės. Tiriama aliejaus rHLB yra emulsiklio mišinio, su kuriuo emulsija išliko stabili (Herrera, 2012; Nikovska, 2012). Emulsijų stabilumas vertintas pagal turbidiskumą ir lašelių dydį po 24 val., 7 ir 14 parų.

Rezultatai ir aptarimas

Siekiant pagaminti stabilią emulsinę sistemą yra svarbu žinoti reikalingą aliejaus HLB skaičių (Poyato ir kt., 2013; Khan ir kt., 2011) Nerasta jokių paskelbtų mokslinių tyrimų apie linų sėmenų aliejaus rHLB. rHLB yra svarbi aliejaus charakteristika jį emulsuojant. Todėl, siekiant nustatyti linų sėmenų aliejaus rHLB skaičių v/a ir a/v emulsijoms, buvo gaminama emulsinių sistemų eilė 6 v/a emulsijas (HLB 5,37 – 9,65) ir 5 a/v emulsijas (HLB 10,72 – 15) su linų sėmenų aliejumi ir vertinamas jų stabilumas po 24 val ir 14 parų pagal turbidimetrinę analizę ir lašelių dydžio bei jų pasiskirstymo tyrimo duomenis.

Turbidimetrinės analizės rezultatai. Emulsijos, kurių turbidiskumas yra didžiausias, laikomos stabiliausiomis. Tyrimo duomenys parodė, kad didžiausiomis turbidiskumo reikšmėmis a/v emulsijų (HLB 10,72 – 15,0) grupėje pasižymi emulsija nr. 9 ir emulsija nr. 10 (1 pav. a).

Emulsijos nr.10 nustatytas didesnis turbidiskumas, tačiau statistškai reikšmingo skirtumo nėra. Todėl, siekiant nustatyti stabiliausią emulsiją, tyrimas buvo pakartotas su emulsija nr. 9 ir emulsija nr. 10, sumažinus emulsiklių mišinio koncentraciją iki 5 proc. emulsiklių mišinio nuo aliejinės fazės. Gauti rezultatai parodė, jog didesniu turbidiskumu pasižymėjo emulsija nr. 10. Tai patvirtino ankstesnių tyrimų rezultatus, todėl atlikus turbidimetrinę analizę, stabiliausia a/v emulsija išrinkta 10, kurios HLB 13,93.

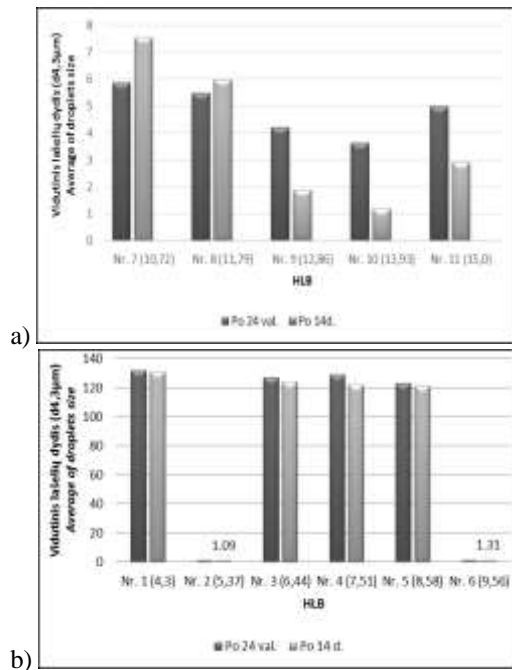


1 pav. Emulsijų a/v (a) ir v/a (b) turbidiskumo tyrimo rezultatai
Fig. 1. Results of o/w (a) and w/o (b) emulsions turbidity analysis

V/a emulsijų grupėje (HLB 5,37 – 9,65) nustatyta, jog didžiausiu panašiu turbidiskumu pasižymi emulsija nr.2 ir emulsija nr. 6 (1 pav. b). Todėl tyrimas buvo pakartotas su mažesne emulsiklio mišinio koncentracija - 5 proc. emulsiklių mišinio nuo aliejinės fazės. Tyrimas parodė, jog reikšmingai didesniu turbidiskumu pasižymi emulsija nr. 6, todėl ji laikoma stabiliausia v/a emulsija.

Dalelių dydžio nustatymo rezultatai. Lašelių dydis sąlygoja emulsinės sistemos stabilumą: kuo mažesni lašeliai, tuo stabilesnė yra emulsija. Išmatavus a/v emulsijų grupės lašelių dydžius buvo nustatyta, jog mažiausi lašeliai susidarė emulsijoje nr. 9, nr. 10 ir nr. 11, tačiau praėjus 14 dienų, emulsija nr. 9, kaip ir nr. 7 bei nr. 8, užfiksuotas emulsinių lašelių padidėjimas. Emulsijos nr. 10 ir nr. 11 laikant natūraliose sąlygose 14 d. stabilizavosi, lašelių dydis statistiškai reikšmingai sumažėjo. Apibendrinus rezultatus, nuspręsta, kad mažiausio dydžio lašelius turinti emulsija nr.10 (HLB 13,93) yra stabiliausia (2 pav. a).

Išmatavus v/a emulsijų (HLB 5,37 – 9,65) grupės lašelių dydžius buvo nustatyta, jog mažiausi lašeliai susidarė emulsijoje nr. 2 ir nr. 6 (2 pav. b). Tyrimas pakartotas su šiomis emulsijomis, sumažinus emulsiklių mišinio koncentraciją iki 5 proc. nuo aliejinės fazės. Lašelių dydis buvo matuojamas praėjus 24 val. po pagaminimo. Gauti rezultatai rodo, kad emulsijos nr. 6 vidutinis lašelių dydis buvo apie 50 kartų mažesnis (2,57 μm), negu emulsijos nr. 2 (136 μm). Įvertinti atlikto tyrimo rezultatai įrodė, jog stabiliausia v/a emulsija, vertinant vidutinį lašelių dydį ($d_{4,3}$) pagal tūrį, yra nr.6, kurios emulsiklių mišinio HLB skaičius yra 9,56.



2 pav. Vidutinio a/v (a) ir v/a (b) emulsijų lašelių dydžio kitimas laikymo metu

Fig. 2. Changes of size o/w (a) and w/o (b) emulsion droplets during storage

Sudėties modeliavimas ir mikrostruktūros tyrimo rezultatai. Siekiant parinkti a/v emulsijų su linų sėmenų aliejumi sudėtį, pagamintos ir tirtos emulsijos su skirtingu aliejaus koncentracija 30 proc., 50 proc. ir 60 proc. ir skirtinga vandenine terpe – išgrynintu vandeniu arba 1 proc. chitozано tirpalu. Emulsiklių mišinys parinktas pagal nustatytą reikalingą a/v emulsijai suformuoti linų sėmenų aliejaus HLB skaičių 9,56. Chitozanas - hidrofilinis polimeras (Pereda ir kt., 2011) didina vandeninės terpės klampą, taip pat turi ir paviršinio aktyvumo savybių.

Atlikus mikrostruktūros tyrimą nustatyta, kad didėjant aliejaus koncentracijai, emulsijų lašelių dydis mažėja ir lašeliai tolygiau pasiskirsto. Emulsijos pagamintos su 30 proc. linų sėmenų aliejumi mikrostruktūra nėra vientisa, aliejaus lašelių dydis varijuoja (4,6 - 11,0 µm). Emulsijos su 50 proc. linų sėmenų aliejumi mikrostruktūra yra tolygi, aliejaus lašeliai yra arti vienas kito, aptiktas mažiausias lašelis matymo lauke – 2,5 µm ir didžiausias – 8,6 µm. Pagamintos su 60 proc. sėmenų aliejumi, mikrostruktūra yra vientisa, aliejaus lašeliai yra visi panašaus dydžio, mažiausias lašelis – 2,5 µm, didžiausias – 6,5 µm. Chitozanas stabilizuoja aliejaus lašelius, emulsijų struktūra tolygi ir tanki.

Galima daryti išvadą, kad didėjant aliejaus koncentracijai suformuojamos emulsijos su mažesniu aliejaus lašelių dydžiu. Šių emulsijų aliejaus lašelių pasiskirstymas yra tolygus, lašeliai yra panašaus dydžio. Chitozanas, padidindamas terpės klampą, stabilizuoja aliejaus lašelius, sumažėja jų judėjimas ir tai turi didelės įtakos emulsijų stabilumui (Klinkesorn, 2013).

Modeliuojamoje emulsijoje įtaką klampai gali daryti emulsiklių koncentracija, linų sėmenų aliejaus ir chitozanas. Siekiant nustatyti sudėties įtaką emulsijų klampai, buvo tirtos emulsijos su dispersine faze: 30 proc., 50 proc. ir 60 proc. linų sėmenų aliejumi, vandenine terpe: išgrynintu vandeniu, 1 proc. chitozано tirpalu.

Emulsijų, kurių terpė – vanduo, klampa didėja, didėjant linų sėmenų aliejaus koncentracijai, 30 proc. linų sėmenų aliejaus klampa buvo 6,64 Pa·s, o 60 proc. linų sėmenų aliejaus – 500 Pa·s. Emulsijos, pagamintos su 1 proc. chitozано tirpalu terpe, turi didžiausią klampą 259 Pa·s (30 proc. aliejaus), 341 Pa·s (50 proc. aliejaus) ir 654 Pa·s (60 proc. aliejaus). Taigi, chitozано vandeninė terpė statistiškai reikšmingai ($p < 0,05$) didina emulsijų klampą.

Pagal tyrimų duomenis emulsinių sistemų klamos rodiklį statistiškai reikšmingai ($p < 0,05$) įtakoja linų sėmenų aliejaus koncentracija ir vandeninės terpės sudėtis ir klampa.

pH reikšmės turi įtaką emulsijų stabilumui (Lambers ir kt., 2006), todėl buvo atliktas tyrimas, nustatyti emulsinių sistemų pH reikšmes ir sudėties įtaką šiam rodikliui. Emulsijos, kurių dispersinė terpė – vanduo, išmatuota pH reikšmė 5,7 - 5,9. Su chitozanu pagamintų emulsijų pH reikšmė yra 3,9. Taigi, vandeninės terpės sudėtis lemia modeliuojamos emulsijos pH reikšmę: chitozanas emulsijos terpeje nulemia emulsinės sistemos mažesnę pH reikšmę.

Modeliuojamos emulsijos stabilumas buvo įvertintas, atlikus mikrostruktūros, klamos ir pH reikšmės tyrimai po emulsijų pagaminimo ir po 1 mėnesio laikymo natūraliomis sąlygomis ir 30°C temperatūroje.

Visų emulsijų nustatytas klamos sumažėjimas po 1 mėn. laikymo natūraliomis sąlygomis ir 30°C temperatūroje. Emulsijų su vandenine terpe ir 30 proc. aliejaus klampa sumažėjo labiau (statistiškai reikšmingai $p < 0,05$) laikytų 30°C temperatūroje, nei natūraliomis sąlygomis. Statistiškai nereikšmingi klamos svyravimai nustatyti emulsijų, pagamintų su 50 ir 60 proc. aliejaus bei chitozanu. Galima teigti, kad chitozanas stabilizavo klampą.

Emulsijų pagamintų su vandenine terpe po 1 mėn. matyti ryškūs statistiškai reikšmingi pH reikšmių pokyčiai. Emulsijų, laikytų natūraliose sąlygose ir 30°C temperatūroje, pH reikšmės statistiškai reikšmingai padidėja lyginant su tik pagaminomomis emulsijomis. Emulsijų su chitozanu, pH reikšmių pokyčiai yra statistiškai nereikšmingi. Galima teigti, kad chitozanas stabilizavo tirtų emulsijų pH reikšmę.

Išvados

1. Linų sėmenų aliejaus rHLB skaičius a/v emulsijai suformuoti yra 9,56 ir rHLB v/a emulsijai - 13,93.

2. Emulsinės sistemos a/v, kurių aliejinė fazė 50 proc. ir 60 proc. linų sėmenų aliejaus ir vandeninė terpė 1 proc. chitozано tirpalas, pagal tirtus rodiklius: mikrostruktūrą, klampą, pH reikšmę, išliko stabilios 1 mėnesį, laikytos natūraliose sąlygose ir 30°C temperatūroje.

3. Linų sėmenų aliejaus koncentracijos didinimas tiesiogiai proporcingai didina emulsijos klampą, gaunamos stabilios emulsijos su mažesniu aliejaus lašelių dydžiu, o chitozanas didina vandeninės terpės ir tuo pačiu emulsijos klampą bei stabilizuoja pH reikšmę.

Literatūra

- BASCH, E., BENT, S., COLLINS, J. et al. Flax and Flaxseed Oil (Linum usitatissimum): A Review by the Natural Standard Research Collaboration. *Journal of the Society for Integrative Oncology*, 2007, Vol. 5, Iss. 3, p. 92-105.
- BENDJABALLAH, M., CANSELIER, JP., OUMEDDOUR, R. Optimization of Oil-in-Water Emulsion Stability: Experimental Design, Multiple Light Scattering, and Acoustic Attenuation

- Spectroscopy. *Journal Disperse Science Technology*, 2010, Iss. 31, p. 1260–1272.
3. BENSON, AE. H, WATKINSON, AC., editors. Topical and transdermal drug delivery: principles and practice. Skin structure, function, and permeation. New York: John Wiley & Sons, Inc; 2012, p. 3 – 18.
 4. FERNANDES, CP., MASCARENHAS, MP., ZIBETTI, FM., LIMA, BG., OLIVEIRA, RP., ROCHA, L. HLB value, an important parameter for the development of essential oil phytopharmaceuticals. *Brazilian Journal Pharmacognosy*, 2013, Vol. 2, Iss. 1, p. 108-114.
 5. GUTIERREZ, C., RUBILAR, M., JARA, C., VERDUGO, M., SINEIRO, J., SHENE, C. Flaxseed and Flaxseed Cake as a Source of Compounds for Food Industry. *Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, 2010, Vol. 10, Iss. 4, p. 454-463.
 6. HERCHI, W., SAKOUHI, F., ARRAEZ-ROMAN, D., SEGURA-CARRETERO, A., BOUKHCHINA, S., KALLEL, H., FERNANDEZ-GUTIERREZ, A. Changes in the Content of Phenolic Compounds in Flaxseed Oil During Development. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 2011, 88, p. 1135–1142.
 7. HERRERA, AL. Analytical techniques for studying the physical properties of lipid emulsions. New York: Springer; 2012, p.7 – 17.
 8. *Instruments M. A Basic Guide to Particle Characterization*. Inform white paper, 2012.
 9. KHAN, BA., AKHTAR, N., KHAN, HMS., WASEEM, K., MAHMOOD, T., RASUL, A., et al. Basics of pharmaceutical emulsions: A review. *African Journal Pharmacy*, 2011, Vol. 5, Iss. 25, p. 2715-2725.
 10. KLINKESORN, U. The Role of Chitosan in Emulsion Formation and Stabilization, *Food Reviews International*, 2013, Vol. 29, Iss. 4 p. 371-393.
 11. LAMBERS, H., PIESSENS, S., BLOEM, A., PRONK, H., FINKEL P. Natural skin surface pH is on average below 5, which is beneficial for its resident flora. *International Journal of Cosmetic Sciences*, 2006, Vol.28, Iss. 5, 359-370.
 12. MINNA, N., HANNA-RIITTA, K., FRED, G., ANNA-MAIJA, S. Quality characteristics of edible linseed oil. *Agriculture Food Science*, 2006, Iss. 15, p. 402.
 13. NIKOVSKA, K. Study of olive oil-in-water emulsions with protein emulsifiers. *Emirates Journal Food Agriculture*, 2012, Vol. 24, Iss. 1, p. 17-24.
 14. NYKTER, M., KYMALAINEN, HR. Quality characteristics of edible linseed oil. *Agriculture Food Sciences*, 2006, Vol. 15, Iss. 1, p. 402- 413.
 15. ORAFIDIYA LO., OLADIMEJI FA. Determination of the required HLB values of some essential oils. *Internal Journal Pharmacy*. 2002, Vol. 237, Iss. 1-2, p. 241–249.
 16. PEREDA, M., AMICA, G., MARCOVICH, NE. Development and characterization of edible chitosan/olive oil emulsion films. *Carbohydrate Polymers*, 2011, Vol. 87, Iss. 2, p. 1318-1325.
 17. PICHOT R. Stability and characterisation of emulsions in the presence of colloidal particles and surfactants. University of Birmingham, 2010.
 18. POYATO, C., NAVARRO-BLASCO, I., CALVO, MI., CAVERO, R Y., ASTIASARAN, I., ANSORENA, D. Oxidative stability of o/w and w/o/w emulsions: effect of lipid composition and antioxidant polarity. *Food Research International*, 2013, Vol. 51, Iss. 1, p.132-140.
 19. SHAHIN, M., HADY, SA., HAMMAD, M., MORTADA N. Development of Stable O / W Emulsions of Three. *International Journal Pharm Stud Research*, 2011, Vol. II, Iss. II.
 20. SIGER, A., NOGALA-KALUCKA, M., LAMPART-SZCZAPA, E. The Content and Antioxidant Activity of Phenolic Compounds in Cold-pressed Plant Oils. *Journal of Food Lipids*, 2008, Iss. 15, p. 137-149.
 21. Topical and Transdermal Drug Products. The United States Pharmacopeial Convention, Inc. Pharmacopeial Forum, 2009.

Asta Marija Inkėnienė, Kristina Ramanauskienė, Dovilė Žebrauskaitė, Vaida Juškaitė

Linseed oil: Determination of required HLB and modeling of the o/w emulsion

Summary

Linseed oil is a source of fatty acids, especially polyunsaturated. This oil contains about 60 % of alpha - linolenic, also linoleic and arachidonic acids. Linseed oil is also rich of vitamins, particularly vitamin F, natural antioxidants and minerals. In order to prepare a stable formulation of flaxseed oil dermatological emulsion, it is necessary to determine required HLB value (rHLB).

The aim of this study is to determine linseed oil required HLB value and design o/w emulsion system. The required HLB value of linseed oil was determined by studying stability of formulated emulsions. The formulation of o/w emulsion contained 20% linseed oil, 80% purified water and surfactants Span 80 and Twin 80 which were blended using different weight percentages to produce mixtures of varying HLB ranging from 4.3 to 15.0. The required HLB values of linseed oil were determined using droplet size analysis (Malvern 3000, UK) and turbidimetric method. Using these methods two stable emulsions with required HLB values 9.56 and 13.93 were determined.

The o/w emulsions were prepared with oil phase 30%, 50% and 60% of linseed oil which aqueous phase was purified water and 1% chitosan solution. The most stable emulsions after 1 month storage at ambient and 30°C temperature were formulated with 50% and 60% linseed oil, purified water, 1% chitosan solution. Stability studies showed that there were no statistically significant changes in microstructure, viscosity and pH value of prepared linseed oil emulsions.

Linseed oil, HLB value, emulsions, turbidity, droplet size

Gauta 2016 m. kovo mėn., atiduota spaudai 2016 m. balandžio mėn.

Asta Marija INKĖNIENĖ. Lietuvos sveikatos mokslų universiteto Farmacijos fakulteto Klinikinės farmacijos docentė, biomedicinos mokslų daktarė.

Adresas: Sukilėlių g. 13, LT-50009 Kaunas. Tel. (8 37) 32 72 90, el. paštas: asta.inkeniene@ismuni.lt

Asta Marija INKĖNIENĖ. Lithuanian University of Health Sciences Faculty of Pharmacy Department of Clinical Pharmacy assoc. prof., doctor of biomedicine science. Address: Sukilėlių g. 13, LT-50009 Kaunas. Tel (+370 37) 32 72 90, e-mail: asta.inkeniene@ismuni.lt

Kristina RAMANAUSKIENĖ. Lietuvos sveikatos mokslų universiteto Farmacijos fakulteto Klinikinės farmacijos profesorė, biomedicinos mokslų daktarė.

Adresas: Sukilėlių g. 13, LT-50009 Kaunas. Tel. (8 37) 32 72 90, el. paštas: kristina.ramanauskiene@ismuni.lt

Kristina RAMANAUSKIENĖ. Lithuanian University of Health Sciences Faculty of Pharmacy Department of Clinical Pharmacy prof., doctor of biomedicine science. Address: Sukilėlių g. 13, LT-50009 Kaunas. Tel (+370 37) 32 72 90, e-mail: kristina.ramanauskiene@ismuni.lt

Dovilė ŽEBRAUSKAITĖ. Lietuvos sveikatos mokslų universiteto Farmacijos fakulteto studentė. Adresas: Sukilėlių g. 13, LT-50009 Kaunas. Tel. (8 37) 32 72 90, el. paštas: dovile.zebrauskaite@ismuni.lt

Dovilė ŽEBRAUSKAITĖ. Lithuanian University of Health Sciences Faculty of Pharmacy student. Address: Sukilėlių g. 13, LT-50009 Kaunas. Tel (+370 37) 32 72 90, e-mail: dovile.zebrauskaite@ismuni.lt

Vaida JUŠKAITĖ. Lietuvos sveikatos mokslų universiteto Farmacijos fakulteto Klinikinės farmacijos doktorantė. Adresas: Sukilėlių g. 13, LT-50009 Kaunas. Tel. (8 37) 32 72 90, el. paštas: vaida.juskaite@ismuni.lt

Vaida JUŠKAITĖ. Lithuanian University of Health Sciences Faculty of Pharmacy Department of Clinical Pharmacy PhD student. Address: Sukilėlių g. 13, LT-50009 Kaunas. Tel (+370 37) 32 72 90, e-mail: vaida.juskaite@ismuni.lt