

南极磷虾油微囊粉的制备及其性能分析

胥亚夫, 俞存兵, 郭忠, 余奕珂, 郝兰, 邢军

(辽渔集团有限公司, 辽宁大连116033)

摘要:为了拓展南极磷虾油的应用范围,采用喷雾干燥法制备南极磷虾油微囊粉。通过对比微囊化效果确定最佳壁材、乳化剂及工艺条件,并对最终产品各项性能指标进行测定。结果表明,制备南极磷虾油微囊粉的最佳条件为:最佳壁材组合为麦芽糊精(75%)与酪蛋白酸钠(2%),最佳乳化剂为单甘酯,单甘酯添加量2.0%,均质压力40 MPa,喷雾干燥进风温度180℃、出风温度90℃。在最佳条件下制得的南极磷虾油微囊粉表面含油率为0.68%,包埋率达到95%以上,载油量约为20%。南极磷虾油微囊粉为淡红色,具有一定的虾油味道,流动性良好,没有出现结块现象,并且复水后能够快速溶解,没有分层或漂油现象。

关键词:南极磷虾油;微囊粉;壁材;包埋率;表面油

中图分类号:TS225.2;TS205 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2022)02-0070-04

Preparation and properties of Antarctic krill oil microcapsulated powder

XU Yafu, YU Cunbing, GUO Zhong, YU Yike, HAO Lan, XING Jun

(Liaoyu Group Co., Ltd., Dalian 116033, Liaoning, China)

Abstract: In order to expand the application of Antarctic krill oil, Antarctic krill oil microencapsulated powder was prepared by spray drying method. The best wall materials, emulsifier and process conditions were determined by comparing the microencapsulation effect. In addition, the performance indexes of the final product were measured. The results showed that the optimal preparation conditions of Antarctic krill oil microencapsulated powder were obtained as follows: maltodextrin (75%) and sodium caseinate (2%) used as the best wall materials combination, monoglyceride used as the best emulsifier, dosage of emulsifier 2.0%, homogenization pressure 40 MPa, inlet air temperature of spray drier 180℃, and outlet air temperature 90℃. Under the optimal conditions, the surface oil content of the Antarctic krill oil microencapsulated powder obtained was 0.68%, the embedding rate was over 95% and the oil loading capacity was about 20%. The microencapsulated powder was light red, with a certain smell of krill oil, good flowability, no agglomeration, and could be dissolved quickly after rehydration, without any delamination or oil bleaching phenomenon.

Key words: Antarctic krill oil; microcapsulated powder; wall material; embedding rate; surface oil

南极磷虾油富含磷脂,而且含有较多的 $\omega-3$ 多不饱和脂肪酸EPA和DHA,是良好的保健食品原料,具有较好的开发利用前景^[1-2]。研究证明,富含磷脂的南极磷虾油具有提高记忆力,降低血糖和血

脂,预防老年痴呆症,预防心脑血管疾病和防止动脉粥样硬化等作用^[3]。但南极磷虾油在光、氧、热、金属元素等作用下容易氧化变质,且其不溶于水,因此在食品、保健品、医药等领域中的应用受到限制^[4]。

当前,主要是通过微囊化技术^[5-6]将南极磷虾油包裹到特定的水溶性壁材中,使其从液体油成为水溶性的固态颗粒状粉末,降低南极磷虾油的腥味,使其功效成分免受周围环境的影响,从而增强其稳定性与水溶性,同时便于保存和运输,大大拓展南极磷虾油的应用范围。目前,对富含磷脂的南极磷虾

收稿日期:2021-05-28;修回日期:2021-08-17

基金项目:国家重点研发计划(2018YFC1406805)

作者简介:胥亚夫(1985),女,工程师,硕士,研究方向为水产品加工(E-mail) fayalisa@163.com。

通信作者:俞存兵,工程师(E-mail) chaoren502@qq.com。

油微囊化技术的报道较少,由于磷脂比较黏稠,容易造成微囊粉的流动性和溶解度差,所以较大程度上提升了南极磷虾油微囊粉的开发技术难度。

目前,国内制备微胶囊的方法主要有复合凝聚法^[7-9]、锐孔法^[10-11]、喷雾干燥法^[12]等,其中:复合凝聚法需要加入一定的化学交联剂,对芯材品质有影响;锐孔法操作过程比较复杂^[13]。本研究选择喷雾干燥法制备南极磷虾油微囊粉,通过选择合适的壁材、乳化剂及微囊化工艺条件得到高质量的微囊粉,以期南极磷虾油微囊粉新产品新技术的产业化生产奠定基础。

1 材料与方法

1.1 实验材料

南极磷虾油(中性脂含量约为50%,磷脂含量约为42%,其中溶血磷脂含量约为2%),辽渔集团有限公司;食品级麦芽糊精,山东天绿原生物有限公司;食品级辛烯基琥珀酸淀粉钠,山东巨荣生物工程有限公司;食品级乳清分离蛋白、酪蛋白酸钠,丹麦阿拉乳品公司;食品级阿拉伯胶,郑州康源化工产品有限公司;食品级单甘酯,杭州油脂化工有限公司;食品级吐温80、吐温20,浙江绿洲生物技术有限公司;水溶性大豆多糖,日本不二制油公司;石油醚(分析纯,沸程30~60℃)。

MDRP-5 实验型喷雾干燥机;SRH150-90 高压均质机;T50 高剪切乳化分散机,IKA 集团广州仪科实验室技术有限公司(德国);JRA-4 数显恒温磁力搅拌水箱;BS110S 电子分析天平,德国赛多利斯公司。

1.2 实验方法

1.2.1 南极磷虾油微囊粉的制备

将壁材和乳化剂按照一定比例加入到一定量水中(壁芯材与水的比例为1:1.5),并在50~70℃水浴中充分溶解得到水相,将南极磷虾油同时加热到50~70℃后再加入到水相中,搅拌30 min后高压均质(40 MPa,3次),制得乳状液,将乳状液进行喷雾干燥(进风温度180℃,出风温度90℃),即得南极磷虾油微囊粉。

1.2.2 南极磷虾油微囊粉表面含油率的测定

参照SC/T 3505—2006测定表面含油率。准确称取2 g样品,将50 mL石油醚分3次加入提取表面油,每次均振荡2 min,过滤,合并滤液。将滤液于65℃水浴加热蒸发溶剂,再于105℃烘箱中烘干至恒重。按下式计算表面含油率。

$$Y_1 = m_1/m_0 \times 100\% \quad (1)$$

式中: Y_1 为表面含油率; m_1 为表面油的质量,g; m_0 为样品的质量,g。

1.2.3 总油脂(载油量)的测定

载油量指微囊粉中芯材成分南极磷虾油占微囊粉的比例,参照GB 5009.6—2016采用酸水解法测定。

1.2.4 包埋率的计算

按下式计算包埋率。

$$E = (1 - Y_1/Y_0) \times 100\% \quad (2)$$

式中: E 为包埋率; Y_0 为载油量。

1.2.5 感官评价

参考文献[14],对微囊粉的气味、色泽、流动性等进行感官评价。

1.2.6 溶解性和稳定性考察

称取1 g样品于三角瓶中,加入100 mL水,摇匀后静置30 min,观察其溶解性和稳定性情况(以分层或漂油表征稳定性)。若样品很快溶解将溶解性评为优,强力搅拌仍不溶解评为差,搅拌后溶解评为一般。

1.2.7 水分含量的测定

精确称量一定质量的微囊粉,平铺于烘干至恒重并称重后的表面皿中,于105℃下烘3 h并称重,计算微囊粉的水分含量。

$$Y_2 = [1 - (m_3 - m_2)/m_4] \times 100\% \quad (3)$$

式中: Y_2 为样品水分含量; m_4 为试样的质量,g; m_2 为烘干的表面皿的质量,g; m_3 为烘干水分后表面皿与微囊粉的总质量,g。

2 结果与分析

由于磷虾油中富含的磷脂既是一种乳化剂,同时也是一种比较黏稠的成分,所以南极磷虾油微囊粉的载油量达不到富含甘油三酯型油脂的载油量(一般可以达到50%以上),选择合适的壁材和乳化剂开发具备稳定体系的南极磷虾油微囊粉是需要攻克的重要难题之一。经前期研究实验,南极磷虾油微囊粉载油量最大可以达到20%,故以载油量20%为基础对南极磷虾油微囊粉的制备条件进行优化。

2.1 微囊粉壁材的选择

选取4种不同的壁材分别与酪蛋白酸钠按一定的比例进行组合,不加乳化剂的条件下,按1.2.1方法制备南极磷虾油微囊粉,考察壁材对微囊粉包埋率和溶解性的影响,结果如表1所示。由表1可见,以辛烯基琥珀酸淀粉钠(75%) + 酪蛋白酸钠(2%)、麦芽糊精(75%) + 酪蛋白酸钠(2%)为复合壁材时,包埋率均达到80%以上,而辛烯基琥珀酸淀粉钠作为壁材包埋的微囊粉较麦芽糊精作为壁

材包埋的微囊粉溶解性差一些,并且成本高。因此,选择麦芽糊精(75%) + 酪蛋白酸钠(2%)作为南极磷虾油微囊粉的壁材。

表1 壁材对微囊粉包埋率和溶解性的影响

壁材	包埋率/%	溶解性
麦芽糊精(75%) + 酪蛋白酸钠(2%)	82.42	优
辛烯基琥珀酸淀粉钠(75%) + 酪蛋白酸钠(2%)	86.56	一般
乳清分离蛋白(75%) + 酪蛋白酸钠(2%)	61.78	优
阿拉伯胶(75%) + 酪蛋白酸钠(2%)	57.22	优

注:括号中为壁材/酪蛋白酸钠占微囊粉配方中干物质的比例。下同

2.2 乳化剂的选择

在麦芽糊精(75%)和酪蛋白酸钠(2%)为壁材,乳化剂添加量2.0%(以配方中干物质质量为准)的条件下,按1.2.1方法制得乳状液,一部分乳状液在2000 r/min下离心5 min,观察乳状液稳定性,一部分乳状液进行喷雾干燥,制得南极磷虾油微囊粉,测定其表面含油率,结果如表2所示。

表2 乳化剂对乳状液稳定性和微囊粉表面含油率的影响

乳化剂	离心观察	表面含油率/%
吐温80	漂油明显	3.22
吐温20	漂油明显	3.86
单甘酯	看不到漂油	0.68
水溶性大豆多糖	漂油严重	4.56

由表2可见,4种乳化剂中,以单甘酯的效果最好,微囊粉表面含油率最低,故选择单甘酯为制备南极磷虾油微囊粉的乳化剂。在工业生产中,一般复配乳化剂的乳化稳定效果要优于单一的乳化剂,但是由于磷虾油与其他油脂不同,本身含有磷脂乳化剂,导致使用的乳化剂种类也有所不同。

2.3 南极磷虾油微囊化工艺条件的确定

2.3.1 最佳壁材比例的选择

在单甘酯为乳化剂,乳化剂添加量为2.0%的条件下,改变壁材麦芽糊精和酪蛋白酸钠的比例按1.2.1方法制备南极磷虾油微囊粉,考察壁材比例对微囊粉表面含油率的影响,结果如表3所示。由表3可见,当麦芽糊精的比例为75%时,酪蛋白酸钠比例为2%时,产品表面含油率相对较低,继续加大酪蛋白酸钠比例至3%时,表面含油率降低不明显。因此,确定最佳壁材比例为麦芽糊精75%、酪蛋白酸钠2%。

表3 壁材比例对微囊粉表面含油率的影响 %

麦芽糊精	酪蛋白酸钠	表面含油率
60	1	3.62
60	2	3.15
60	3	2.66
65	1	3.45
65	2	2.85
65	3	2.44
70	1	1.96
70	2	1.42
70	3	1.25
75	1	1.16
75	2	0.68
75	3	0.65

2.3.2 最佳乳化剂添加量的选择

在麦芽糊精(75%)和酪蛋白酸钠(2%)作为壁材的条件下,改变乳化剂单甘酯添加量,按1.2.1方法制备南极磷虾油微囊粉,考察乳化剂添加量对微囊粉表面含油率的影响,结果如表4所示。

表4 乳化剂添加量对微囊粉表面含油率的影响 %

单甘酯添加量	表面含油率
3.0	0.65
2.5	0.65
2.0	0.68
1.5	1.94
1.0	2.25

从表4可以看出:单甘酯添加量小于2.0%时,随着其添加量的减少,微囊粉表面含油率逐渐增高;单甘酯添加量大于2.0%时,表面含油率降低不大。因此,选择单甘酯添加量2.0%为宜。

2.3.3 高压均质压力的确定

高压均质压力的高低会对乳状液的稳定性造成一定的影响。在麦芽糊精(75%)和酪蛋白酸钠(2%)为壁材,单甘酯添加量为2.0%条件下,改变高压均质压力,按1.2.1方法制备乳状液,然后将乳状液在2000 r/min下离心5 min,考察均质压力对乳状液稳定性的影响,结果如表5所示。

表5 均质压力对乳状液稳定性的影响

均质压力/MPa	离心观察
30	分层明显
35	分层明显
40	分层不明显
45	分层不明显
50	分层不明显

由表5可见,当均质压力为30、35 MPa时,离心后可观察到乳状液有明显分层现象,当均质压力达

到 40 MPa 以后,乳状液分层现象不明显。因此,选择均质压力为 40 MPa。

2.3.4 喷雾干燥条件的选择

喷雾干燥进风温度影响微囊干燥的速度和干燥能力,同时也影响微囊产品的颗粒结构、吸湿性和热稳定性。温度太高,由于水分迅速蒸发易导致微囊表面产生裂缝和凹痕,影响微囊表面的成膜性;温度太低,会使微囊干燥缓慢,蒸发能力相对减弱,液滴表面膜结构形成所需时间较长,最终使产品水分含量较高,流动性较差等。在麦芽糊精(75%)和酪蛋白酸钠(2%)作为壁材,乳化剂单甘酯添加量为 2.0% 的条件下,改变喷雾干燥的进风温度,按 1.2.1 方法制备南极磷虾油微囊粉,考察进风温度对微囊粉水分含量及表面含油率的影响,结果见表 6。

表 6 喷雾干燥进风温度对微囊粉水分含量及表面含油率的影响

进风温度/℃	水分含量/%	表面含油率/%
160	2.0	1.55
170	1.8	0.96
180	0.8	0.68
190	0.6	0.86
200	0.5	2.44

从表 6 可以看出,随着喷雾干燥进风温度的升高,微囊粉表面含油率呈先下降后上升趋势。这是因为提高进风温度,雾化后液滴等速干燥阶段的时间缩短,使得水包油液滴表面水分迅速蒸发,形成完整致密的微囊膜结构;但当进风温度过高时,微囊失水过快,影响微囊的成膜性。当进风温度为 170、180、190℃ 时,微囊粉的表面含油率均在 1% 以内,但是 170℃ 时水分含量稍大,因此最终选择进风温度为 180℃。进风温度为 180℃、出风温度为 90℃ 时,最终产品能够达到要求,因此没有对出风温度进行进一步优化。

2.4 微囊粉的感官评价结果与溶解稳定性

按照上述优化的条件制得南极磷虾油微囊粉,其外观为淡红色,具有一定的虾油味道,流动性良好,没有出现结块现象。经测定,南极磷虾油微囊粉表面含油率为 0.68%,载油量为 19.86%,包埋率达 95% 以上。将南极磷虾油微囊粉复水后能够快速溶解,溶液体系稳定均一,没有分层或漂油现象。复水后的乳液静置一周仍保持稳定,没有明显的分层或漂油现象。

3 结论

本文采用喷雾干燥法制备南极磷虾油微囊粉,

通过研究壁材的种类及配比、乳化剂的种类及添加量、均质压力和喷雾干燥进风温度的影响,确定制备南极磷虾油微囊粉的最佳条件为:最佳壁材组合为麦芽糊精(75%)与酪蛋白酸钠(2%),最佳乳化剂为单甘酯,单甘酯添加量为 2.0%,高压均质压力 40 MPa,喷雾干燥进风温度 180℃、出风温度 90℃。在最佳条件下制得的南极磷虾油微囊粉的表面含油率为 0.68%,载油量约为 20%,包埋率达到 95% 以上,微囊粉为淡红色,具有一定的虾油味道,流动性良好,并且将微囊粉复水后能够得到均一的乳状液,没有分层或漂油现象,同时将复水后的乳液静置一周仍保持稳定,没有明显的分层或漂油现象。

参考文献:

- [1] 孙雷,周德庆,盛晓风. 南极磷虾营养评价与安全性研究[J]. 渔业科学进展,2008, 29(2):57-64.
- [2] 李励年,王茜. 南极磷虾产业发展最新动向[J]. 现代渔业信息,2011, 26(12):6-9.
- [3] 王亚恩. 南极磷虾油降血脂、抗氧化力及其改善记忆力功能实验研究[D]. 山东 青岛:中国海洋大学,2011.
- [4] 刘丽,刘承初,赵勇,等. 南极磷虾的营养保健功效以及食用安全性评价[J]. 食品科学,2010, 31(17):443-447.
- [5] 许时婴,张小鸣,夏书芹,等. 微胶囊技术原理与应用[M]. 北京:化学工业出版社,2006.
- [6] WARISNOICHAROEN W, LANSLEY A B, LAWRENCE M J. Nonionic oil-in-water microemulsions: the effect of oil type on phase behavior[J]. Int J Pharm, 2000, 198(1):7-27.
- [7] 盖旭,李荣,姜子涛. 大豆分离蛋白-海藻酸钠复凝聚法制备芥末油微胶囊[J]. 中国调味品,2012,37(2):51-54.
- [8] 路宏波,张冲,冯岩,等. 复合凝聚法制备鱼油微胶囊技术的研究[J]. 食品工业科技,2008(6):120-123.
- [9] 谢艳丽,蒋敏,陈鸿雁. 复凝聚法制备明胶/阿拉伯胶含油微胶囊工艺过程的研究[J]. 化学世界,2015,51(1):33-37.
- [10] MATSUMOTO S, KOBAYASHI H, TAKASHIMA Y. Production of monodispersed capsules [J]. J Microencapsul,2008,3(1):25-31.
- [11] KOCH S, SCHWINGER C, KRESSLER J, et al. Alginate encapsulation of genetically engineered mammalian cells: comparison of production devices, methods and microcapsule characteristics [J]. J Microencapsul, 2003,20(3):303-316.
- [12] 马云标,周惠明,朱科学. V_E 微胶囊的制备及性质研究[J]. 食品科学,2010, 31(2):1-5.
- [13] 赵鑫鹏,陈京美,王松,等. 南极磷虾油微胶囊的制备[J]. 食品研究与开发,2016,37(21):84-88.
- [14] 李翔宇,左摇,肖敏,等. DHA 微胶囊产品感官评价方法的建立及初步应用[J]. 中国食品工业,2015(10):69-73.