

# 亚麻籽二酯油乳液制备工艺优化及其微胶囊理化性质分析

岳海鹏<sup>1</sup>, 王卫飞<sup>2</sup>, 杨博<sup>3</sup>, 万楚枫<sup>1</sup>, 王永华<sup>1</sup>

(1. 华南理工大学食品科学与工程学院, 广州 510000; 2. 广东省农业科学院蚕业与农产品研究所, 广州 510000; 3. 华南理工大学生物科学与工程学院, 广州 510000)

**摘要:**为提高亚麻籽二酯油的稳定性和利用率,以抗性糊精和酪蛋白酸钠为复合壁材,单硬脂酸甘油酯(MG)和柠檬酸脂肪酸甘油酯(CITREM)为复合乳化剂,制备亚麻籽二酯油乳液,并进一步采用喷雾干燥法制备亚麻籽二酯油微胶囊。通过单因素实验考察固形物含量、MG与CITREM质量比、乳化剂添加量(以芯材质量计)和载油量对亚麻籽二酯油乳液粒径大小以及稳定性的影响,采用Box-Behnken设计响应面实验优化亚麻籽二酯油乳液的制备工艺,并采用钨丝灯扫描电子显微镜、傅里叶变换红外光谱仪、热重分析仪和体外模拟消化模型等对亚麻籽二酯油微胶囊的性质进行了分析。结果表明:亚麻籽二酯油乳液最佳制备工艺条件为固形物含量50%、MG与CITREM质量比5:4、乳化剂添加量2.5%、载油量50%,在此条件下亚麻籽二酯油乳液粒径为267.40 nm,亚麻籽二酯油微胶囊包埋率为97.85%;亚麻籽二酯油微胶囊结构完整,整体呈球形,外部无明显损伤,且具有良好的热稳定性和溶解性;亚麻籽二酯油微胶囊在体外模拟胃肠道消化过程中芯材释放率达到84.59%。综上,微胶囊化有利于提高亚麻籽二酯油的稳定性,扩大其应用范围。

**关键词:**亚麻籽二酯油;乳液;微胶囊;理化性质;体外模拟消化

中图分类号:TS221;O592.6 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2023)05-0062-07

## Optimization of preparation process of linseed oil diglyceride emulsion and physicochemical properties of its microcapsules

YUE Haipeng<sup>1</sup>, WANG Weifei<sup>2</sup>, YANG Bo<sup>3</sup>, WAN Chufeng<sup>1</sup>, WANG Yonghua<sup>1</sup>

(1. School of Food Science and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510000, China; 2. Institute of Sericulture and Agricultural Products, Guangdong Academy of Agricultural Sciences, Guangzhou 510000, China; 3. School of Biology and Biological Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510000, China)

**Abstract:** To improve the stability and utilization of linseed oil diglyceride, using resistant dextrin and sodium caseinate as composite wall materials, glycerol monostearate (MG) and citric acid fatty acid glyceride (CITREM) as composite emulsifiers, linseed oil diglyceride emulsion was prepared, and linseed oil diglyceride microcapsules were prepared by spray drying method. The effects of solid content, mass ratio

of MG to CITREM, emulsifier dosage (based on core material mass) and oil load on the particle size and stability of linseed oil diglyceride emulsion were investigated by single factor experiment. Box-Behnken design response surface was used to optimize the preparation process of linseed oil diglyceride emulsion, the properties of linseed oil diglyceride microcapsules were analyzed by scanning electron microscope

收稿日期:2022-03-15;修回日期:2023-01-03

基金项目:国家杰出青年科学基金(31725022);国家自然科学基金(31930084);广东省科技计划项目(2019A050503002);中国农业研究系统(CARS-18-ZJ0503);佛山市科技创新项目(FS0AA-KJ919-4402-0013)

作者简介:岳海鹏(1997),男,硕士研究生,研究方向为油脂工程(E-mail)1782849647@qq.com。

通信作者:王永华,教授,博士生导师(E-mail)yonghw@scut.edu.cn。

with tungsten filament lamp, Fourier transform infrared spectrometer, thermogravimetric analyzer and simulated digestion model in vitro. The results showed that the optimal preparation conditions of linseed oil diglyceride emulsion were obtained as follows: solid content 50%, mass ratio of MG to CITREM 5:4, emulsifier dosage 2.5% and oil load 50%. Under these conditions, the particle size of linseed oil diglyceride emulsion was 267.40 nm, and the encapsulation rate of linseed oil diglyceride microcapsules was 97.85%. The linseed oil diglyceride microcapsules had complete structure, spherical shape, no obvious external damage, good thermal stability and solubility. The core material release rate of microcapsules in simulated gastrointestinal digestion in vitro reached 84.59%. In conclusion, microencapsulation is beneficial to improve the stability of linseed oil diglyceride and expand its application range.

**Key words:** linseed oil diglyceride; emulsion; microcapsule; physicochemical property; simulated digestion in vitro

亚麻籽油富含多不饱和脂肪酸、角鲨烯、生育酚和植物甾醇等多种生理活性物质,其中不饱和脂肪酸含量高达85%~90%, $\alpha$ -亚麻酸含量可以到达50%以上<sup>[1]</sup>。作为人体必需脂肪酸, $\alpha$ -亚麻酸具有多种生理活性功能,如抑制血脂和血压升高,预防肿瘤、血栓和阿尔茨海默病,为大脑细胞提供营养等,近年来受到国内外专家越来越多的关注<sup>[2-4]</sup>。

亚麻籽二酯油除了富含 $\alpha$ -亚麻酸以外,其在人体中的消化机制也有别于传统的食用油,在小肠消化阶段,甘油二酯会被分解为脂肪酸和甘油,但是因为人体中酰基辅酶A的底物特异性差,因此分解后的产物仅有少量被合成为甘油三酯,其余则被身体代谢利用,转换成了能量,同时也减少了人体中油脂的积累,保护了人体的健康<sup>[5-7]</sup>。但是亚麻籽二酯油极易氧化变质,因此如何提高其稳定性和利用率成为了当下研究的关键。

微胶囊技术是指利用高分子材料对小微粒、小液滴或气体进行包封,形成一种可以保护内部芯材且性质稳定的小颗粒的技术<sup>[1,8]</sup>。喷雾干燥法由于成本低、效率高和操作简单等优点被广泛应用于油脂包埋行业<sup>[9]</sup>。但是在喷雾干燥之前,油脂必须要经过乳化制备成乳液。因此,乳液的性质也决定了喷雾干燥后微胶囊的品质。

本实验通过对亚麻籽二酯油乳液制备工艺进行优化,保证喷雾干燥后微胶囊产品的品质,并对微胶囊产品结构与消化特性等理化性质分析,旨在为亚麻籽二酯油的加工提供科学依据,扩展其在食品行业中的应用范围。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验材料

亚麻籽二酯油(ALA-DAG),广东粤膳特医营

养科技有限公司;FB06S-抗性糊精,罗盖特营养食品有限公司;酪蛋白酸钠(NaCas),日本理研食品株式会社;单硬脂酸甘油酯、柠檬酸脂肪酸甘油酯,河南奥尼斯特食品有限公司;正己烷(分析纯),天津瑞明威化工有限公司;猪胆盐、 $\alpha$ -淀粉酶、胃蛋白酶,上海源叶生物有限公司;胰脂肪酶、胰蛋白酶,上海阿拉丁生化科技股份有限公司;纯水,实验室自制。

电子秤;FA-25D数显高剪切分散乳化机;JJ-1大功率电动搅拌器;HH-4B恒温搅拌水浴锅;AH-MF1ATS超高压微射流均质机;SD-08喷雾干燥机;DHG-9070A电热恒温鼓风干燥箱;HORIBA SZ-100Z纳米粒度分析仪,日本HORIBA公司;S-3700N钨丝灯扫描电子显微镜;TG209F1热重分析仪,德国耐驰仪器公司;Nicolet IS50-Nicolet Continuum傅里叶红外光谱仪,Thermo Fisher科技公司。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 亚麻籽二酯油乳液的制备

按质量比1:9称取抗性糊精(RD)和酪蛋白酸钠溶于65℃的蒸馏水中,制备成为水相,置于65℃恒温水浴锅中搅拌30min;称取一定质量的亚麻籽二酯油,将一定质量的单硬脂酸甘油酯(MG)和柠檬酸脂肪酸甘油酯(CITREM)加入亚麻籽二酯油中,制备成为油相,置于65℃恒温水浴锅中搅拌30min,搅拌结束后进行高速剪切。在高速剪切的过程中,将水相缓慢加入到油相中,剪切2min,得到粗乳液。将粗乳液用超高压微射流均质机在40MPa下均质2~3次,得到亚麻籽二酯油乳液。

#### 1.2.2 亚麻籽二酯油微胶囊的制备

取亚麻籽二酯油乳液,在进风温度160℃、出风

温度 80 °C、进料速度 80 mL/min 的条件下进行喷雾干燥,得到亚麻籽二酯油微胶囊。

### 1.2.3 亚麻籽二酯油乳液粒径与稳定性测定

用纳米粒度分析仪测定亚麻籽二酯油乳液的平均粒径。将 1 mL 乳液样品用去离子水梯度稀释 100 倍,取 2.5 mL 稀释液,置于比色皿中测试,在激光强度为(85 ± 1)%,折光率为 8% ~ 15%,折射率为 1.33 条件下,监测颗粒大小分布,直到获得恒定读数。记录 3 次粒径测定的平均值。

取一定量的亚麻籽二酯油乳液置于透明玻璃试管中,放入 60 °C 烘箱中 4 h 后取出测量乳液乳化层的高度( $H_s$ )和乳液总高度( $H_l$ )。乳液稳定性( $S$ )按下式计算。

$$S = H_s / H_l \times 100\% \quad (1)$$

### 1.2.4 亚麻籽二酯油微胶囊的性质测定

#### 1.2.4.1 包埋率测定

参照 GB 5009.6—2016 中的碱水解法测定亚麻籽二酯油微胶囊的总油含量( $M$ ),参照 QB/T 4791—2015 测定亚麻籽二酯油微胶囊的表面油含量( $m$ )。包埋率( $W$ )按下式计算。

$$W = (M - m) / M \times 100\% \quad (2)$$

#### 1.2.4.2 水分含量测定

参照 GB 5009.3—2016 测定亚麻籽二酯油微胶囊的水分含量。

#### 1.2.4.3 溶解性测定

将亚麻籽二酯油微胶囊溶解性分为优良、中等、较差三档,优良是指微胶囊在 40 °C 温水倒入时能充分溶解或者轻微摇晃烧杯、玻璃棒轻微搅拌就能使微胶囊充分溶解的情况,中等是指轻微搅拌或摇晃后杯底有部分不溶颗粒沉淀,但无明显类似于豆奶粉冲水时的结块现象,较差是指玻璃棒轻微搅拌或摇晃烧杯后颗粒基本不溶并有结块现象出现。

#### 1.2.4.4 钨丝灯扫描电子显微镜观测

设置加速电压为 15 kV,使用钨丝灯扫描电子显微镜在放大倍数分别为 1 000 倍和 2 000 倍条件下对亚麻籽二酯油微胶囊形态进行观察。

#### 1.2.4.5 傅里叶变换红外光谱仪分析

将固体物料用液氮冷冻后放入研钵进行研磨,与干燥溴化钾(KBr)按照质量比 1:80 在研钵中混合均匀,然后进行压片处理,液体物料使用液体样品池法制样,样品均在 400 ~ 4 000  $\text{cm}^{-1}$  波长范围内重复扫描 50 次,取平均值后得到样品的红外光谱图。

#### 1.2.4.6 热重(TG)分析

分析条件:氮气流速 20 mL/min,扫描温度范围 40 ~ 500 °C,升温速率 10 °C/min。记录升温过程中

样品质量随温度的变化曲线。

### 1.2.4.7 消化特性分析

体外模拟消化液配制参照 André 等<sup>[10]</sup>的方法并稍作修改。模拟口腔液(SSF)配制:将 2.812 g KCl、1.258 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ 、1.258 g  $\text{NaHCO}_3$ 、0.019 g  $\text{MgCl}_2$ 、0.035 g  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 、0.1 g HCl、0.314 g  $\text{CaCl}_2$ 和 0.2 g  $\alpha$ -淀粉酶混合,加纯水定容至 1 000 mL。模拟胃液(SGF)配制:将 1.285 g KCl、0.306 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ 、5.25 g  $\text{NaHCO}_3$ 、6.938 g NaCl、0.015 g  $\text{MgCl}_2$ 、0.115 g  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 、0.673 g HCl、0.032 g  $\text{CaCl}_2$ 和 3.2 g 胃蛋白酶混合并用 30% 盐酸溶液调节 pH 至 2,加纯水定容至 1 000 mL。模拟肠液(SIF)配制:将 1.267 g KCl、0.272 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ 、17.85 g  $\text{NaHCO}_3$ 、5.616 g NaCl、0.041 g  $\text{MgCl}_2$ 、0.767 g HCl、0.126 g  $\text{CaCl}_2$ 、0.5 g 胆盐、0.36 g 胰脂肪酶和 10 g 胰蛋白酶混合均匀,加纯水定容至 1 000 mL。上述消化液均现用现配。

体外模拟消化:称取 1 g 亚麻籽二酯油微胶囊于 10 mL SSF 中,于(37 ± 0.5)°C 水浴下以 100 r/min 搅拌 8 min。将模拟口腔阶段结束后的消化产物与 SGF 混合(体积比 1:1),并用 0.2 mol/L 的 NaOH 溶液调节 pH 至 2.5。然后,将混合物在 37 °C、100 r/min 下孵育 2 h。将来自模拟胃阶段的消化产物(20 mL)加入到干净的烧杯中,用 0.3 mol/L NaOH 调节 pH 至 7.0,加入相同体积的 SIF,将混合物在 37 °C、100 r/min 下孵育 2 h,期间使用 0.01 mol/L NaOH 溶液保持 pH 为 7.0。

芯材释放率测定:在模拟口腔消化结束后开始取样,0.5 h 及以后每隔 0.5 h 进行取样,将样品高温灭酶活后置于分液漏斗中,加入 30 mL 正己烷进行萃取,重复 3 次,混合萃取物并使用水浴锅加热去除有机溶剂,得到模拟消化过程中油脂释放量( $X$ )。芯材释放率( $Y$ )按下式计算。

$$Y = X / M \times 100\% \quad (3)$$

### 1.2.5 数据分析

上述实验数据均重复测定 3 次,取平均值。实验数据运用 Design - Expert 10 软件进行分析处理,使用 Origin 8.5 绘制图表。

## 2 结果与分析

### 2.1 亚麻籽二酯油乳液制备的单因素实验

#### 2.1.1 固形物含量对乳液粒径和稳定性的影响

在 MG 与 CITREM 质量比 1:1、乳化剂添加量(以芯材质量计,下同)2%、载油量(乳液中除水分外油脂所占比例)50% 的条件下,探究固形物含量(乳液中除水分外其余物质占乳液质量比例)对乳

液粒径和稳定性的影响,结果见图1。

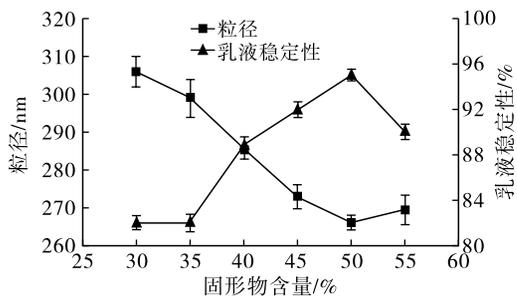


图1 固形物含量对乳液粒径和稳定性的影响

由图1可知,随着固形物含量的增加,乳液稳定性逐步上升,粒径随之下降,但是当固形物含量超过50%后,乳液稳定性开始下降并且粒径随之增大,这可能是由于乳液的水分含量过低,导致乳液过于黏稠而无法混合均匀所致<sup>[11]</sup>。

### 2.1.2 MG与CITREM质量比对乳液粒径和稳定性的影响

在乳化剂添加量2%、固形物含量50%、载油量50%的条件下,探究MG与CITREM质量比对乳液粒径和稳定性的影响,结果见图2。

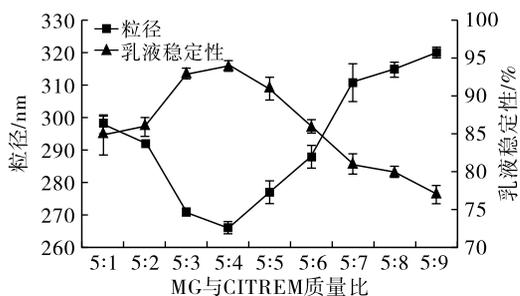


图2 MG与CITREM质量比对乳液粒径和稳定性的影响

由图2可知,随着MG与CITREM质量比的减小,乳液稳定性先上升后降低,而粒径的变化趋势则与稳定性相反。当MG与CITREM质量比超过5:4后,乳液稳定性开始下降并且粒径随之增大,这与Hong等<sup>[12]</sup>使用司盘和吐温配制出不同HLB值的乳液的粒径变化趋势相似,这可能是由于CITREM用量过多使整体乳化剂的HLB值较小,不符合水包油型乳液的最适HLB值所导致的。

### 2.1.3 乳化剂添加量对乳液粒径和稳定性的影响

在MG与CITREM质量比5:4、固形物含量50%、载油量50%的条件下,探究乳化剂添加量对乳液粒径和稳定性的影响,结果见图3。

由图3可知,随着乳化剂添加量的增加,乳液稳定性先上升后降低,而粒径的变化趋势则与稳定性相反。当乳化剂添加量超过2.5%后,乳液的稳定性开始下降并且粒径随之增大,这与张丽红等<sup>[13]</sup>研

究木姜子精油乳液时发生的现象类似,这是因为当乳化剂用量超出一定范围后,其界面层的致密性会有所下降,从而对乳液稳定性产生不利的影响。

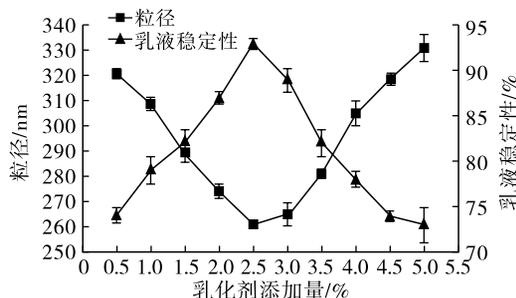


图3 乳化剂添加量对乳液粒径和稳定性的影响

### 2.1.4 载油量对乳液粒径和稳定性的影响

在MG与CITREM质量比5:4、乳化剂添加量2.5%、固形物含量50%的条件下,探究载油量对乳液粒径和稳定性的影响,结果见图4。

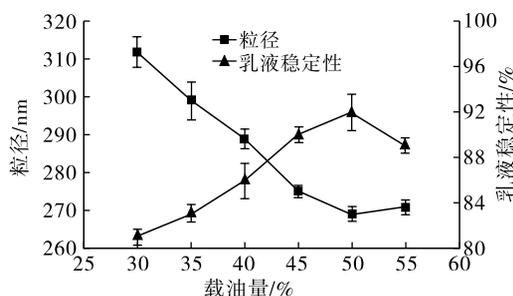


图4 载油量对乳液粒径和稳定性的影响

由图4可知,随着载油量的增加,乳液稳定性逐步上升,粒径随之下降。当载油量超过50%后,乳液稳定性开始下降并且粒径随之增大,这与王悦<sup>[14]</sup>的研究结果相一致,这可能是由于在乳化剂用量一定的情况下,油脂含量增加导致乳化效果降低<sup>[15]</sup>。

## 2.2 亚麻籽二酯油乳液制备的响应面实验

### 2.2.1 模型建立及显著性分析

在单因素实验的基础上,通过Box-Behnken Design (BBD)设计方法优化制备亚麻籽二酯油乳液的工艺参数,固定MG与CITREM质量比5:4,选择载油量、固形物含量和乳化剂添加量为考察因素,以亚麻籽二酯油乳液粒径(Y)为响应值,使用Design-Expert 10软件进行三因素三水平响应面实验。响应面实验因素水平见表1,响应面实验设计及结果见表2。

表1 响应面实验因素水平

水平	A 载油量/%	B 固形物含量/%	C 乳化剂添加量/%
-1	45	40	2.0
0	50	50	2.5
1	55	60	3.0

表2 响应面实验设计及结果

实验号	A	B	C	Y/nm
1	-1	0	0	287.56
2	-1	1	-1	309.45
3	0	0	-1	274.67
4	-1	1	1	281.43
5	1	1	0	266.34
6	-1	-1	1	292.78
7	0	0	0	259.97
8	0	0	0	268.62
9	0	0	0	260.35
10	0	1	0	277.47
11	0	0	0	264.18
12	1	-1	1	334.56
13	-1	-1	-1	287.05
14	1	-1	-1	347.80
15	1	1	-1	329.78
16	1	1	1	319.04
17	0	0	0	258.37
18	1	0	0	311.43
19	0	0	1	270.49
20	0	-1	0	272.85

根据表2中的实验数据进行数学模型拟合,得到二次多项回归方程: $Y = 264.22 + 18.43A - 1.79B - 5.05C - 5.57AB - 0.21AC - 3.91BC + 33.41A^2 + 9.08B^2 + 6.5C^2$ 。

对回归模型进行方差分析,结果见表3。从表3可以看出,回归方程模型 $p < 0.01$ ,极显著,且失拟项 $p$ 值为0.063 0,不显著。 $A$ 与 $A^2$ 对粒径影响极显著, $C$ 、 $AB$ 、 $B^2$ 影响显著,其余项无显著性影响。3个因素对亚麻籽二酯油乳液粒径的影响大小依次为载油量>乳化剂添加量>固形物含量,且模型的相关系数( $R^2$ )为0.968 5,说明亚麻籽二酯油乳液粒径的变化有96.85%来源于所选变量,模型拟合度高,

表4 亚麻籽二酯油微胶囊基本理化指标

表面油含量/%	总油含量/%	包埋率/%	水分含量/%	溶解性
1.06 ± 0.01	49.38 ± 0.76	97.85 ± 1.14	2.60 ± 0.04	优良

由表4可知,亚麻籽二酯油微胶囊的水分含量为2.60%,满足微胶囊产品水分含量在2%~5%之间<sup>[16]</sup>的要求,并且包埋率达到97.85%,几乎所有的芯材都被包埋,证明了上述乳液和微胶囊制备工艺的可靠性,同时亚麻籽二酯油微胶囊也具备优良的溶解性,在40℃温水中进行自由沉降时出现拉丝和扩散的现象,并在10 s内全部溶解。

可靠性强,可用于亚麻籽二酯油乳液制备工艺参数的优化。

表3 回归模型方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	p
模型	13 736.65	9	1 526.29	34.12	<0.000 1 **
A	3 398.12	1	3 398.12	75.96	<0.000 1 **
B	31.93	1	31.93	0.71	0.417 9
C	254.52	1	254.52	5.69	0.038 3 *
AB	248.53	1	248.53	5.56	0.040 2 *
AC	0.36	1	0.36	0.01	0.930 6
BC	122.07	1	122.07	2.73	0.129 6
A <sup>2</sup>	3 070.04	1	3 070.04	68.63	<0.000 1 **
B <sup>2</sup>	226.59	1	226.59	5.07	0.048 1 *
C <sup>2</sup>	116.09	1	116.09	2.60	0.138 3
残差	447.35	10	44.74		
失拟项	365.58	5	73.12	4.47	0.063 0
纯误差	81.77	5	16.35		
总误差	14 184	19			

注: \* 表示 $p < 0.05$ 显著; \*\* 表示 $p < 0.01$ 极显著

### 2.2.2 验证实验

通过 Design - Expert 10 软件对工艺条件的分析,得到制备亚麻籽二酯油乳液的最佳工艺条件为固形物含量48.32%、乳化剂添加量2.5%、载油量49.36%,在此条件下亚麻籽二酯油乳液粒径的预测值为262.74 nm。考虑实际情况,将工艺条件修正为固形物含量50%、乳化剂添加量2.5%、载油量50%,在该工艺条件下进行3组重复实验,得到亚麻籽二酯油乳液粒径的平均值为267.40 nm,接近预测值,说明响应面优化得到的最佳工艺条件合理可靠。

### 2.3 亚麻籽二酯油微胶囊的性质

#### 2.3.1 基本理化指标分析(见表4)

#### 2.3.2 钨丝灯扫描电子显微镜分析(见图5)

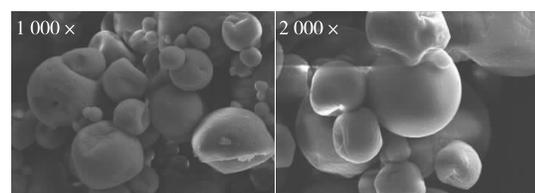


图5 亚麻籽二酯油微胶囊钨丝灯扫描电子显微镜图

由图5可知,亚麻籽二酯油微胶囊结构完整,整体呈球形,外部无明显损伤,部分微胶囊外表面出现干瘪褶皱,这可能是壁材间相互作用引起的,也可能是喷雾干燥过程中温度过高,在冷却过程中引起外表皮收缩造成的<sup>[17]</sup>。

### 2.3.3 傅里叶变换红外光谱分析(见图6)

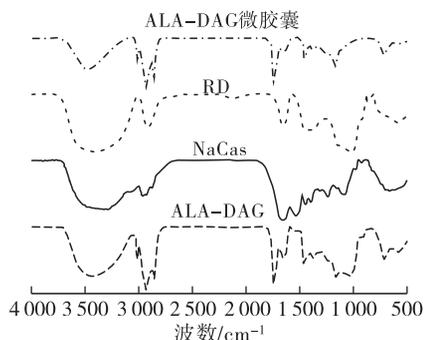


图6 亚麻籽二酯油微胶囊傅里叶变换红外光谱图

由图6可知,在 $3\ 300 \sim 3\ 600\ \text{cm}^{-1}$ 之间抗性糊精、酪蛋白酸钠和亚麻籽二酯油均表现出剧烈的伸缩振动,因为此波数对应的是一OH的伸缩振动,三者均含有独立的一OH,而在亚麻籽二酯油微胶囊中,这一特征峰的伸缩振动比其他3种物质要弱,但也十分明显。亚麻籽二酯油和亚麻籽二酯油微胶囊在 $1\ 745\ \text{cm}^{-1}$ 附近均形成了强烈的吸收峰,这是由C=O的伸缩振动引起的,说明亚麻籽二酯油与壁材分子之间的结合非常紧密<sup>[18]</sup>。同时,亚麻籽二酯油的特征峰在 $3\ 006\ \text{cm}^{-1}$ 处也有显示<sup>[19]</sup>,这是亚麻籽二酯油中的=C—H的伸缩振动引起的,对比亚麻籽二酯油和亚麻籽二酯油微胶囊的光谱吸收带可以发现,二者的红外光谱图的出峰规律基本一致,只是亚麻籽二酯油微胶囊的峰值被削弱了,这可能是由于油脂被壁材包埋的缘故,但是可以确定油脂已经被包埋在微胶囊中,并且形成了统一的结构。

### 2.3.4 热重(TG)分析(见图7)

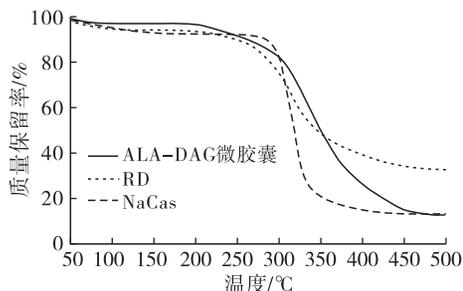


图7 亚麻籽二酯油微胶囊热重图

由图7可知:亚麻籽二酯油微胶囊及两种壁材在 $200\ ^\circ\text{C}$ 之前质量下降并不明显;在 $200 \sim 315\ ^\circ\text{C}$ 之间出现了小阶段的质量下降,这应该是高温引起微胶囊中水分的散失;在 $315 \sim 455\ ^\circ\text{C}$ 之间亚麻籽二酯

油微胶囊的质量损失极速增大,微胶囊结构被破坏,结合水和一些易挥发物质散失<sup>[20]</sup>,质量损失率达到 $84.56\%$ ,而抗性糊精和酪蛋白酸钠的质量损失率分别为 $37.86\%$ 和 $80.33\%$ ,且热重分析曲线斜率缓缓接近于0,表明壁材的热分解反应基本完成; $455\ ^\circ\text{C}$ 之后,随着温度的继续上升,微胶囊本身的质量变化不大,质量变化趋势趋于稳定。上述分析结果说明两种壁材复配后制备的亚麻籽二酯油微胶囊在 $200\ ^\circ\text{C}$ 之前的热稳定性良好,可以应用在众多的食品加工中。

### 2.3.5 体外模拟消化分析(见图8)

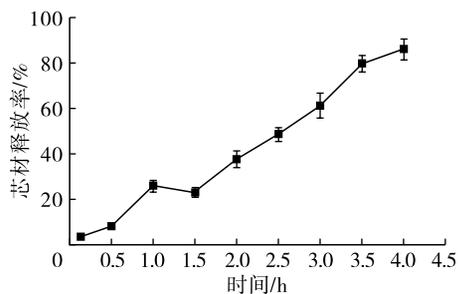


图8 亚麻籽二酯油微胶囊体外模拟消化芯材释放率

由图8可知,在口腔及胃消化阶段,芯材释放率仅有 $37.68\%$ ,而在肠消化阶段结束时,芯材释放率达到 $84.59\%$ ,可以看出肠消化阶段更有利于亚麻籽二酯油微胶囊芯材的释放,这有可能是在肠消化液环境下,胰脂肪酶和胰蛋白酶的合力作用将经历过酸性胃消化液的微胶囊壁材进一步分解的结果,这与欧阳佰玲<sup>[21]</sup>的研究结果相一致。

## 3 结论

通过单因素实验及响应面优化实验得到亚麻籽二酯油乳液的最佳制备工艺条件为固形物含量 $50\%$ 、MG与CITREM质量比 $5:4$ 、乳化剂添加量 $2.5\%$ 、载油量 $50\%$ 。在最佳条件下,亚麻籽二酯油乳液粒径为 $267.40\ \text{nm}$ ,亚麻籽二酯油微胶囊的包埋率为 $97.85\%$ 。亚麻籽二酯油微胶囊结构完整,整体呈球形,外部无明显损伤,且具有良好的热稳定性和溶解性;亚麻籽二酯油微胶囊在体外模拟胃肠道消化过程中芯材释放率达到 $84.59\%$ 。

### 参考文献:

- [1] 赵利,党占海,李毅,等. 亚麻籽的保健功能和开发利用[J]. 中国油脂,2006,31(3):71-74.
- [2] 吴俏瑾,杜冰,蔡允林,等.  $\alpha$ -亚麻酸的生理功能及开发研究进展[J]. 食品工业科技,2016,37(10):386-390.
- [3] ÖZKAL S G. Response surface analysis and modeling of flaxseed oil yield in supercritical carbon dioxide[J]. J Am Oil Chem Soc, 2009, 86(11):1129-1135.
- [4] WIGGINS A K, MASON J K, THOMPSON L U. Cancer

- chemoprevention and treatment by diet therapy [ M ]. Berlin; Springer Netherlands, 2013.
- [5] RYDÉN M, JOCKEN J, VAN H V, et al. Comparative studies of the role of hormone – sensitive lipase and adipose triglyceride lipase in human fat cell lipolysis [ J ]. *Am J Physiol Endoc M*, 2007, 292(6) : E1847 – E1855.
- [6] 孟祥河. 功能性甘油二酯的酶促酯化合成及其减肥功能的研究[ D ]. 江苏 无锡: 江南大学, 2004.
- [7] 董攀. 脂肪酶水解法制备 1,3 – 甘油二酯及脂肪酶的固定化研究[ D ]. 南昌: 南昌大学, 2013.
- [8] 张玉, 罗婧文, 马燕卿, 等. 不同干燥技术对牡丹籽油微胶囊品质的影响[ J ]. *食品与发酵工业*, 2020, 46(15) : 128 – 133.
- [9] KATARZYNA S, POOZESH S, BARAŃSKA A, et al. Innovations in spray drying process for food and pharma industries[ J/OL ]. *J Food Eng*, 2022, 321 : 110960 [ 2022 – 03 – 15 ]. <https://doi.org/10.1016/j.foodeng.2022.110960>.
- [10] ANDRÉ B, LOTTI E, MARIE A, et al. INFOGEST static in vitro simulation of gastrointestinal food digestion [ J ]. *Nat Protoc*, 2019, 14(4) : 991 – 1014.
- [11] 鲁丁丁. 甜橙油纳米乳的构建及其稳定性研究[ D ]. 杭州: 浙江工商大学, 2015.
- [12] HONG I K, KIM S I, LEE S B. Effects of HLB value on oil – in – water emulsions: droplet size, rheological behavior, Zeta – potential, and creaming index [ J ]. *J Ind Eng Chem*, 2018, 67 : 123 – 131.
- [13] 张丽红, 黄梦, 王桂瑛, 等. 木姜子精油微胶囊制备工艺优化及其品质分析 [ J ]. *食品工业科技*, 2022, 43(2) : 157 – 165.
- [14] 王悦. 海藻油微胶囊的制备及其性质研究 [ D ]. 江苏 无锡: 江南大学, 2020.
- [15] GARCIA L C, TONON R V, HUBINGER M D. Effect of homogenization pressure and oil load on the emulsion properties and the oil retention of microencapsulated basil essential oil ( *Ocimum basilicum* L. ) [ J ]. *Dry Technol*, 2012, 30(13) : 1413 – 1421.
- [16] 黄芳丽, 唐婷范, 朱家庆, 等. 蒜头果油微胶囊制备工艺优化及性质分析 [ J ]. *中国油脂*, 2021, 46(12) : 88 – 94.
- [17] MEENA S, PRASAD W, KHAMRUI K, et al. Preparation of spray – dried curcumin microcapsules using a blend of whey protein with maltodextrin and gum arabica and its in – vitro digestibility evaluation [ J/OL ]. *Food Biosci*, 2021, 41 : 100990 [ 2022 – 03 – 15 ]. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.100990>.
- [18] ZHANG B, HUANG Q, LUO F X, et al. Effects of octenylsuccinylation on the structure and properties of high – amylose maize starch [ J ]. *Carbohydr Polym*, 2011, 84(4) : 1276 – 1281.
- [19] 刘斯博. 亚麻籽油微胶囊的制备及其释放性能研究 [ D ]. 郑州: 河南工业大学, 2016.
- [20] XUN Y, NA G, HU L D, et al. Development and evaluation of novel microcapsules containing poppy – seed oil using complex coacervation [ J ]. *J Food Eng*, 2015, 161 : 87 – 93.
- [21] 欧阳佰玲. 琉璃苣油微胶囊的制备及体外模拟释放研究 [ D ]. 南昌: 南昌大学, 2019.
- (上接第 61 页)
- [9] 张欢, 姜洋. 制取高不饱和度亚麻籽油的方法研究 [ J ]. *中国油脂*, 2017, 42(4) : 24 – 27.
- [10] 邢田, 韩玲, 余群力, 等. 牛油的干法分提工艺优化及其对脂肪酸组成的影响 [ J ]. *食品与发酵科技*, 2020, 56(6) : 1 – 6.
- [11] 薛元强, 刘思敏, 韩立娟, 等. 甘二酯对油脂中抗氧化剂活性的影响 [ J ]. *中国油脂*, 2020, 45(10) : 57 – 61.
- [12] ZOU X, HUANG J, JIN Q, et al. Preparation of human milk fat substitutes from lard by lipase – catalyzed interesterification based on triacylglycerol profiles [ J ]. *J Am Oil Chem Soc*, 2014, 91(12) : 1987 – 1998.
- [13] ZOU X, JIN Q, GUO Z, et al. Preparation and characterization of human milk fat substitutes based on triacylglycerol profiles [ J ]. *J Am Oil Chem Soc*, 2016, 93(6) : 781 – 792.
- [14] ÁLVAREZ C, AKOH C. Enzymatic synthesis of infant formula fat analog enriched with capric acid [ J ]. *J Am Oil Chem Soc*, 2015, 92(7) : 1003 – 1014.
- [15] ZOU X, JIN Q, GUO Z, et al. Preparation of 1,3 – dioleoyl – 2 – palmitoylglycerol – rich structured lipids from basa catfish oil: combination of fractionation and enzymatic acidolysis [ J ]. *Eur J Lipid Sci Technol*, 2016, 118(5) : 708 – 715.
- [16] ZOU X, HUANG J, JIN Q, et al. Preparation of human milk fat substitutes from palm stearin with arachidonic and docosahexaenoic acid: combination of enzymatic and physical methods [ J ]. *J Agric Food Chem*, 2012, 60 : 9415 – 9423.