

天然 V_E 油微胶囊的储存稳定性研究

强军锋,梅自寒,郭欢,杨婷

(西安科技大学材料科学与工程学院,西安 710054)

摘要:以自制的天然 V_E 油微胶囊为研究对象,测定了其水分含量、流动性、粒径等指标,表征了其微观结构,研究了 V_E 油微胶囊的热稳定性、热水中的释放性以及光照、氧气、温度、相对湿度等环境条件对其储存稳定性的影响。结果表明:天然 V_E 油微胶囊的高温稳定性及在热水中的稳定性明显优于天然 V_E 油,其更适合在避光、密封隔氧、室温以下温度及干燥环境中储存。

关键词:天然 V_E 油;微胶囊;储存;稳定性

中图分类号:TQ645.9;TS202.3 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2018)03-0127-04

Storage stability of natural V_E oil microcapsule

QIANG Junfeng, MEI Zihan, GUO Huan, YANG Ting

(Department of Material Science and Engineering, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710054, China)

Abstract: The water content, fluidity and particle size of self-prepared natural V_E oil microcapsule were measured. The microstructure of the V_E oil microcapsule was observed, and the effects of thermal stability, release property in hot water and environmental conditions such as light, oxygen, temperature and relative humidity on the storage stability were analyzed. The results indicated that the high temperature stability and stability in hot water of natural V_E microcapsule were significantly better than those of natural V_E oil. The natural V_E oil microcapsule was more suitable for storing in dark, sealed oxygen partition, below room temperature and dry environment.

Key words: natural V_E oil; microcapsule; storage; stability

V_E 是维持生命机体处于健康状态所必需的活性物质,分为天然 V_E 和合成 V_E ,天然 V_E 活性是合成 V_E 的3倍^[1-4]。天然 V_E 能够有效清除人体内的自由基,具有美容养颜、延长人类寿命的作用,因而在食品、医疗和保健等方面应用十分广泛^[5-6]。但是, V_E 易被氧化破坏,且与水溶性物质接触,难以相互溶解,人体吸收差,在很大程度上限制了 V_E 的应用^[7-8]。将 V_E 微胶囊化是对其有效的改性方法,可以抑制 V_E 本身缺陷,并且使其原有性能得以优化^[9-10]。对于 V_E 微胶囊的研究,目前主要集中在制备工艺方面,而对于储存稳定性方面的研究报道很少^[11-13]。本研究以喷雾干燥法制备的 V_E 油微胶

囊为研究对象,对其水分含量、流动性、宏观形态、微观结构、热稳定性、水中释放性等指标进行了表征,并研究了 V_E 油微胶囊的储存稳定性,为生产工艺优化及产品的应用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 实验材料

天然 V_E 油,纯度 50.2%,购于西安蓝天生物科技有限公司;盐酸、溴化钠、氯化镁、氯化钠、海藻酸钠、无水乙醇、正己烷、明胶,均为分析纯。

LT500B 电子天平;HH-1 数显恒温水浴锅;PIP8.1 型颗粒图像处理仪、LS-POP(III)激光粒度仪,珠海欧美克科技有限公司;KQ-300V 型超声波清洗器;紫外分光光度仪;电热恒温鼓风干燥箱;TG/SDTA 分析仪;扫描电子显微镜。

1.2 实验方法

1.2.1 天然 V_E 油微胶囊的制备

将明胶与海藻酸钠按一定的比例配制成一定浓度溶液,即壁材溶液;将天然 V_E 油快速加热至 60~

收稿日期:2017-05-25;修回日期:2017-12-04

基金项目:陕西省社会发展科技攻关计划(2012K17-04-02);西安科技大学博士启动基金(2012QDJ024)

作者简介:强军锋(1974),男,副教授,博士,研究方向为天然功能材料的提取与制备(E-mail)qjfcamel@163.com。

70℃,加入乳化剂,搅拌均匀。然后将加入乳化剂的天然 V_E 油加入高速搅拌的壁材溶液中,并加入润滑剂,混合均匀,在压力25~30 MPa下均质3次,获得稳定 V_E 油乳状液。将 V_E 油乳状液喷雾干燥,工艺条件为进风口温度185~190℃,进料速度15 mL/min。获得形状规整的天然 V_E 油微胶囊。

1.2.2 天然 V_E 油微胶囊的相关指标测定

采用差量法测定天然 V_E 油微胶囊水分含量,静态法测定天然 V_E 油微胶囊的流动性,扫描电子显微镜(SEM)观察天然 V_E 油微胶囊的微观结构,激光粒度分析仪测定微胶囊产品的粒径大小及分布。

1.2.3 微胶囊中 V_E 含量的测定

称取1 g V_E 油微胶囊,加入20 mL 3 mol/L的盐酸溶液,超声波清洗器中助溶破壁30 min,然后加入25 mL正己烷搅拌均匀,静置分层,取出上清液备用,继续加入5 mL正己烷并搅拌,再次取出上清液,合并两次取出的上清液,置于烘箱中,除去正己烷,然后加入5 mL无水乙醇溶解,使用紫外分光光度仪在波长为285 nm处对其 V_E 含量进行测定^[14]。

1.2.4 微胶囊包埋率及有效载量的测定

微胶囊包埋率是微胶囊中 V_E 油的含量与制备初始加入的 V_E 油含量之比。微胶囊的有效载量是指被包埋在微胶囊中的芯材质量与微胶囊产品质量之比,可以直接反映微胶囊产品的质量。

1.2.5 天然 V_E 油微胶囊高温稳定性及水中释放性的表征

1.2.5.1 高温稳定性的表征

准确称取相同质量的天然 V_E 油和喷雾干燥法制得的天然 V_E 油微胶囊,分别置于相同规格的蒸发皿中,同时放置于已恒温150℃的烘箱中,储存时间1 h,期间每隔10 min取出一定量,通过对 V_E 保留率^[15]的测定,比较天然 V_E 油与其微胶囊的高温稳定性。

1.2.5.2 水中释放性的表征

用80℃的水在6个烧杯中配制300 mL 2%微胶囊悬浮液,搅拌均匀,然后同时放入80℃水浴中,开始计时,每10 min取出1个烧杯进行过滤,并将过滤后的微胶囊产品集中,用蒸馏水洗涤,测定并计算 V_E 保留率或释放率(1-保留率)。同样的方法测定天然 V_E 油的释放率,并进行比较。

1.2.6 天然 V_E 油微胶囊的储存稳定性表征

1.2.6.1 光照对天然 V_E 油微胶囊储存稳定性的影响

避光储存:分6组各称取同等质量的 V_E 油微胶囊,分别置于棕色广口瓶中,加盖密封,于室温环境

中避光保存30 d,期间每隔5 d取出1组测定 V_E 含量,计算其保留率。

光照储存:分6组各称取同等质量 V_E 油微胶囊,分别置于透明广口瓶中,加盖密封,使其处于自然光下室温中保存30 d,期间每隔5 d取出1组测定 V_E 含量,计算其保留率。

1.2.6.2 氧气对天然 V_E 油微胶囊储存稳定性的影响

有氧储存:分6组各称取同等质量 V_E 油微胶囊,分别置于棕色广口瓶,在有氧环境中,于室温下保存30 d,期间每隔5 d取出1组测定 V_E 含量,计算其保留率。

无氧储存:分6组各称取同等质量 V_E 油微胶囊,分别置于棕色广口瓶,加盖密封,于室温下保存30 d,期间每隔5 d取出1组测定 V_E 含量,计算其保留率。

1.2.6.3 温度对天然 V_E 油微胶囊储存稳定性的影响

分3组各称取同等质量 V_E 油微胶囊,分别置于棕色广口瓶中,并将其置于10℃、室温和45℃环境中,于避光处保存30 d,期间每隔5 d从3组中分别取出一定量测定 V_E 含量,计算其保留率。

1.2.6.4 相对湿度对天然 V_E 油微胶囊储存稳定性的影响

分3组各称取同等质量 V_E 油微胶囊,分别置于棕色广口瓶中,将其置于不同相对湿度(33%、58%、75%)的环境中,于室温下避光保存30 d,期间每隔5 d从3组中分别取出一定量测定 V_E 含量,计算其保留率。其中,饱和氯化镁溶液可形成相对湿度为33%的环境;饱和溴化钠溶液可形成相对湿度为58%的环境;饱和氯化钠溶液可形成相对湿度为75%的环境。

2 结果与讨论

2.1 天然 V_E 油微胶囊的微观结构及相关指标

图1是以明胶和海藻酸钠作为复合型壁材,采用喷雾干燥法制备的天然 V_E 油微胶囊的扫描电镜图。

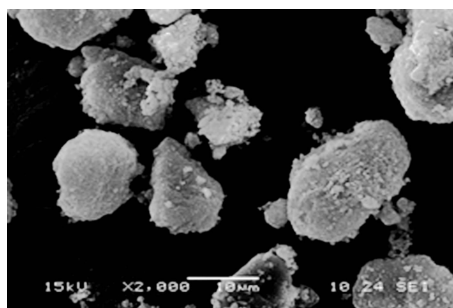


图1 天然 V_E 油微胶囊微观结构

由图1可知,制备的微胶囊表面结构没有出现孔洞、裂缝和破裂现象,但是表面存在凹陷以及典型的褶皱。经测定天然 V_E 油微胶囊表面 V_E 含量为1.25%,包埋率为97.5%, V_E 油的有效载量为67.22%;微胶囊中 V_E 含量为32.9%,水分含量为1.92%;微胶囊平均粒径为17.43 μm ;微胶囊的休止角为39.3°,流动性较好。

2.2 天然 V_E 油微胶囊的高温稳定性及水中释放性

2.2.1 天然 V_E 油与其微胶囊的高温稳定性

天然 V_E 油很容易被氧化,尤其是在受热的情况下氧化极为迅速。图2为在150℃条件下天然 V_E 油和其微胶囊的保留率曲线。

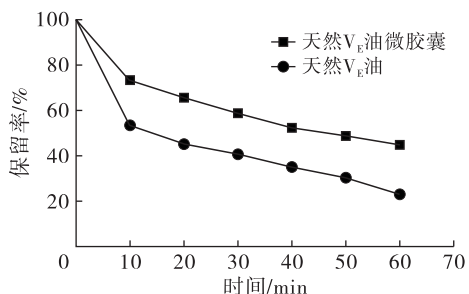


图2 150℃时天然 V_E 油及其微胶囊的保留率曲线

由图2可知,天然 V_E 油在150℃、10 min时,其保留率为53.3%,60 min时其保留率为23.2%。天然 V_E 油微胶囊在150℃、10 min时,其保留率为73.1%,60 min时,其保留率为44.5%。天然 V_E 油制成微胶囊后在高温条件下保留率明显提高,从而表明其耐高温性能得到大幅度改善。

2.2.2 天然 V_E 油与其微胶囊在水中释放性

图3为天然 V_E 油及其微胶囊在80℃水中的释放率曲线。

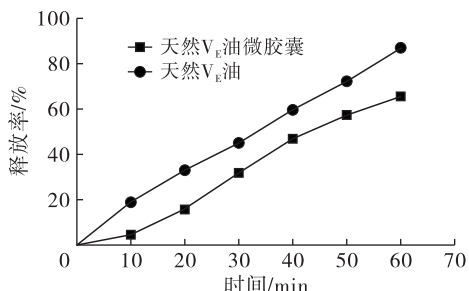


图3 天然 V_E 油及其微胶囊在80℃水中的释放率曲线

由图3可知, V_E 油微胶囊历经10 min,释放率为4.5%,此后,随着时间的延长释放速率加快,40 min后释放率的增加趋势放缓,60 min时释放率达到65.6%。天然 V_E 油10 min时释放率为18.4%,而后其随释放率线性增大,60 min时,其释放率达到

87.2%。这表明喷雾干燥法制备的天然 V_E 油微胶囊具有较好的水中稳定性和缓释性能,使其在食品加工、化妆品以及医药工业的加工和应用更加地便捷。

2.3 天然 V_E 油微胶囊的储存稳定性

2.3.1 光照对天然 V_E 油微胶囊储存稳定性的影响 (见图4)

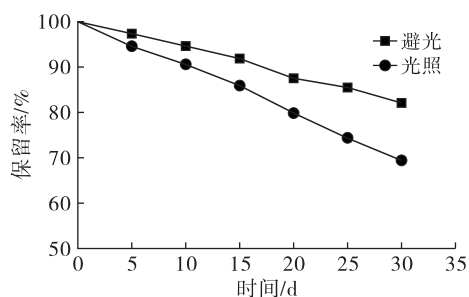


图4 光照对天然 V_E 油微胶囊保留率的影响

由于天然 V_E 油是一种光敏性物质,对于光照和紫外线十分敏感。由图4可知,在避光条件下,天然 V_E 油微胶囊储存30 d时,其保留率为82.1%;而当其处于光照条件下时,储存30 d时保留率为69.3%。由此可知,光照对 V_E 油微胶囊的储存产生了显著的影响。因而, V_E 油微胶囊更适于避光条件下保存,延长其生命周期,使得 V_E 的质量处于较好的状态。

2.3.2 氧气对天然 V_E 油微胶囊储存稳定性的影响 (见图5)

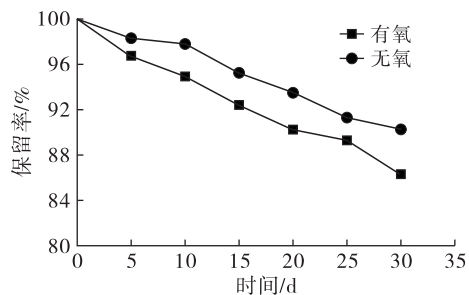


图5 氧气对天然 V_E 油微胶囊保留率的影响

由图5可知,在有氧条件下,30 d时天然 V_E 油微胶囊的保留率为86.2%,但当其处于无氧环境时,其保留率为90.2%,两者的保留率相差不大。由此可知,对于已经微胶囊化的天然 V_E 油而言,尽管氧气可以通过囊壁上的半透膜或微孔以扩散的方式进入,从而接触到芯材,但对其保留率的影响不大,说明微胶囊的壁材可以有效保护 V_E 不受外界因素的影响。但天然 V_E 油微胶囊更适合于无氧储存。

2.3.3 温度对天然 V_E 油微胶囊储存稳定性的影响(见图 6)

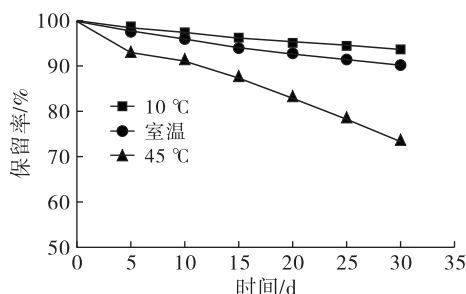


图 6 温度对天然 V_E 油微胶囊保留率的影响

由图 6 可知,微胶囊中的天然 V_E 油的保留率随着温度的升高而呈现下降的趋势。当其处于 10℃ 和室温条件时,储存 30 d 后, V_E 保留率分别为 93.8% 和 90.3%。但当其处于 45℃ 时, V_E 的保留率下降速率较快,储存 30 d 后,其保留率为 73.2%。由此可见,温度是影响其储存稳定性的关键因素,在较高温度时,热敏性物质的生物活性会受到影响,不利于其储存。

2.3.4 相对湿度对天然 V_E 油微胶囊储存稳定性的影响(见图 7)

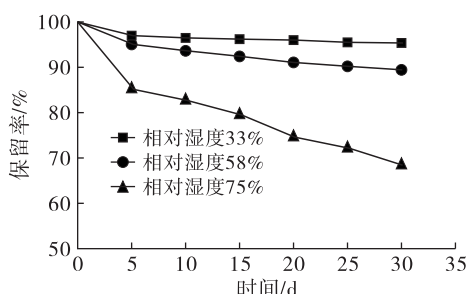


图 7 相对湿度对天然 V_E 油微胶囊保留率的影响

由图 7 可知,随着相对湿度的增加,微胶囊中天然 V_E 油的保留率明显降低。当其处于相对湿度为 33% 和 58% 时,储存 30 d 时, V_E 保留率分别为 95.2% 和 90.3%,保留率差别不大。当相对湿度为 75% 时, V_E 的保留率明显降低,储存 30 d 时,其保留率为 68.3%。这是因为在湿度很大的情况下,壁材物质的溶胀度、渗透性和机械强度等性能都会发生变化,从而导致芯材物质的流出或者与其他外界物质发生反应,并且很大程度上增加微胶囊颗粒的水分含量和微胶囊的破坏程度。因此,在相对湿度较低的环境中,天然 V_E 油微胶囊储存稳定性较好。

3 结论

本实验研究了天然 V_E 油微胶囊的高温稳定性和水中释放性,并研究了光照、氧气、温度、相对湿度对天然 V_E 油微胶囊储存稳定性的影响。结果表明:天然 V_E 油微胶囊的高温稳定性明显优于天然 V_E

油,在 150℃ 条件下,微胶囊储存 10 min 和 60 min 时其 V_E 保留率为 73.1% 和 44.5%,高于天然 V_E 油的 53.3% 和 23.2%;在 80℃ 水中天然 V_E 油微胶囊的稳定性亦优于天然 V_E 油。在避光、密封隔氧、室温以下温度及干燥环境中储存,可以大大延长天然 V_E 油微胶囊的储存期限。

参考文献:

- [1] 王延琴,杨伟华,周大云,等. 棉籽油天然维生素 E 的提取工艺研究[J]. 中国农学通报, 2014,30(27):288 - 292.
- [2] MEHMOOD T. Optimization of the canola oil based vitamin E nanoemulsions stabilized by food grade mixed surfactants using response surface methodology[J]. Food Chem, 2015, 183(15):1 - 7.
- [3] 武文华,曹玉平,刘凯,等. 天然维生素 E 提取工艺研究现状[J]. 中国油脂,2016,41(8):88 - 91.
- [4] 张兰,王磊. 植物中维生素 E 的生物学功能研究进展[J]. 生物技术进展,2016,6(6):389 - 395.
- [5] 王晓敏,李昌蝶,王继鑫,等. 保健食品天然维生素 E 胶囊质量考察研究[J]. 云南师范大学学报(自然科学版), 2015,35(3):70 - 74.
- [6] 李海燕,隋美楠,聂腾坤,等. 大豆维生素 E 五个相关基因表达模式分析[J]. 东北农业大学学报,2016,47(5):15 - 22.
- [7] 刘文玉,刘德灿,魏长庆,等. 番茄籽油脱臭馏出物中天然维生素 E 提取工艺的研究[J]. 粮食与油脂, 2016, 29(9):52 - 55.
- [8] 蔡茜彤,段小明,冯叙桥,等. 微胶囊技术及其在食品添加剂中的应用与展望[J]. 食品与机械, 2014, 30(4):247 - 251
- [9] 龚银华,葛亮,朱家璧. 天然维生素 E 微乳制剂的流变性研究[J]. 广东化工, 2014, 41(5):23 - 24.
- [10] 王登武,王芳,赵晓鹏. 复合凝聚法制备双相核材料纳米胶囊[J]. 精细化工, 2012,27(7):632 - 636.
- [11] 马云标,周惠明,朱科学. VE 微胶囊的制备及性质研究[J]. 食品科学,2010,31(2):1 - 5.
- [12] 赵桂兴. 高维生素 E 含量大豆胚芽油的制备及其微胶囊化研究[J]. 农业工程,2012,2(4):34 - 41.
- [13] 温青,刘晓锋,杨卓鸿. 壳聚糖季铵盐/维生素 E 微胶囊的制备工艺研究[J]. 广东化工,2013,40(4):158 - 160.
- [14] 温运启,刘玉兰,王璐阳,等. 不同食用植物油中维生素 E 组分及含量研究[J]. 中国油脂,2017,42(3):35 - 39.
- [15] 龙吉云,郑为完,廖和菁,等. 包埋高含量天然 VE 油微胶囊粉的性质表征[J]. 食品科学,2010,31(17):129 - 132.