

沙棘籽油微胶囊品质评价及应用研究

常明, 郭怡雯, 向殷丰, 刘睿杰, 金青哲, 王兴国

(江南大学食品学院, 食品安全与营养协同创新中心, 食品科学与技术国家重点实验室, 江苏无锡214122)

摘要:利用喷雾干燥技术, 采用前期优化的工艺条件制备了沙棘籽油微胶囊。对沙棘籽油微胶囊的基础指标、粒径分布、微观形态、脂质伴随物含量以及加速储藏条件下脂肪酸组成的变化进行研究, 综合评价沙棘籽油微胶囊的品质。另外, 将沙棘籽油微胶囊应用到咀嚼片产品中, 并对咀嚼片产品进行了质量评价。结果表明: 沙棘籽油微胶囊水分含量为3.43%, 溶解度为92.22%, 休止角为36.34°, 表面油含量为1.32%, 包埋率为97.32%。沙棘籽油微胶囊粒径分布均匀, 结构完整, 无破裂或孔洞现象。沙棘籽油微胶囊化后脂质伴随物得到了较好的保留, 加速储藏30 d沙棘籽油微胶囊脂肪酸组成变化较小。制得的沙棘籽油微胶囊咀嚼片的色泽、组织状态、质地等良好, 口感适中。

关键词:沙棘籽油; 微胶囊; 脂质伴随物; 品质评价; 应用

中图分类号: TS225.1; TS205

文献标识码: A

文章编号: 1003-7969(2020)11-0133-05

Quality evaluation and application of sea buckthorn seed oil microcapsules

CHANG Ming, GUO Yiwen, XIANG Yinfeng, LIU Ruijie,

JIN Qingzhe, WANG Xingguo

(State Key Laboratory of Food Science and Technology, Synergetic Innovation Center of Food Safety and Nutrition, School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, Jiangsu, China)

Abstract: Sea buckthorn seed oil microcapsules were prepared by spray drying technology under the pre-optimized conditions. The properties of sea buckthorn seed oil microcapsules, such as basic indexes, particle size distribution, microscopic morphology, the content of lipid accompanying substances, and fatty acid composition under accelerated storage conditions were studied so as to comprehensively evaluate the quality of sea buckthorn seed oil microcapsules. In addition, sea buckthorn seed oil microcapsules were applied to prepare chewable tablets, and the quality of chewable tablets were determined. The results showed that the water content of sea buckthorn seed oil microcapsules was 3.43%, the solubility was 92.22%, the angle of repose was 36.34°, the surface oil content was 1.32%, and the embedding rate was 97.32%. The particle size distribution was uniform, and the structure was complete and no cracking or hole phenomenon. After microencapsulation, the lipid accompanying substances were well remained. The fatty acid composition changed slightly under accelerated storage for 30 d. The color, tissue state and texture of the chewable tablets produced with sea buckthorn seed oil microcapsules were good and the taste was moderate.

Key words: sea buckthorn seed oil; microcapsule; lipid accompanying substance; quality evaluation; application

沙棘(*Hippophae rhamnoides*)又名刺柳、酸刺柳、黑棘, 主要分布于我国的西北、华北地区。沙棘的果

肉、籽为主要的含油组织, 其中沙棘籽含油10%~16%^[1]。沙棘籽油含有油酸、 α -亚麻酸等丰富的不饱和脂肪酸, 以及维生素E、类胡萝卜素、黄酮、多酚等脂质伴随物, 具有杀菌、抗氧化^[2]、抗肿瘤^[3-4]、增强免疫力^[5]等多种营养功能, 被称为“绿色黄金”。

沙棘籽油的营养功能优势使其在食品及医药保健品领域具有广泛的应用前景^[6], 但沙棘籽油富含

收稿日期: 2020-02-26; 修回日期: 2020-06-11

作者简介: 常明(1979), 男, 副教授, 博士, 研究方向为脂质加工与营养(E-mail) mingchang@aliyun.com。

通信作者: 刘睿杰, 副教授(E-mail) liuruijie163@163.com。

有机酸和生物碱,导致口感酸涩,限制了沙棘籽油及其相关产品的开发。本文基于前期研究,在沙棘籽油微胶囊的最佳壁材组合及比例条件下,采用喷雾干燥技术制得沙棘籽油微胶囊,并对沙棘籽油微胶囊的基础指标、粒径分布、微观结构、脂质伴随物含量,以及加速储藏条件下的脂肪酸组成等进行研究,综合评价沙棘籽油微胶囊的品质。此外,将微胶囊产品应用于咀嚼片中,对其质量指标与感官品质进行了评价,以改善沙棘籽油口感,丰富其产品形式。

1 材料与方法

1.1 实验材料

1.1.1 原料与试剂

沙棘籽油,北京宝得瑞食品有限公司;酪蛋白酸钠(CAS),食品级,麦克林生化科技有限公司;麦芽糊精(MD),食品级,泰州聚丰源生物科技有限公司;单硬脂酸甘油酯(简称单甘酯,HLB值为3),南京泰成生物科技有限公司;蔗糖脂肪酸酯(简称蔗糖酯,HLB值为15),浙江物美生物科技有限公司。

正己烷、甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

1.1.2 仪器与设备

EL 204 电子天平,上海梅特勒-托利多仪器有限公司;高速台式离心机,Thermo 公司;扫描电子显微镜,日本日立株式会社;Agilent 7820A 气相色谱仪,安捷伦科技有限公司;Trace TR-FAME 色谱柱(60 m×0.25 mm×0.25 μm),Thermo Fisher Scientific;氢火焰离子化检测器;单冲压片机,上海天凡药机制造厂;IKAC-MAG 加热磁力搅拌器,Ultra-Turrax T25 高速分散机,德国 IKA 仪器设备有限公司;GEA Niro 高压均质机,意大利 GEA Niro Soavi 公司;尼鲁喷雾干燥机,北京霍尔生物技术有限公司;多角度粒度与高灵敏度 Zeta 电位分析仪,美国布鲁克海文仪器公司。

1.2 实验方法

1.2.1 沙棘籽油微胶囊的制备

参照本实验室前期确定的沙棘籽油壁材原料和最佳比例,以 CAS 与 MD(质量比 1:1)为复合壁材,以蔗糖酯和单甘酯(质量比 2:1)为乳化剂。将复合壁材和蔗糖酯溶于 50~60℃ 热水中,搅拌溶解 30 min 后,在 750 r/min 条件下磁力搅拌 4 h 至壁材完全溶解,制得水相。将单甘酯缓慢加入沙棘籽油中溶解,制得油相。在壁芯比 2:1、乳化剂添加量为固形物质量的 3%、固形物质量浓度 20 g/100 mL 的条件下,将油相与水相混合,在 19 000 r/min 下高速剪切 5 min,再在 30 MPa 条件下高压均质 2 次,然后在

进风温度 180℃、进样量 12 mL/min、出风温度 85℃ 的条件下喷雾干燥,制得沙棘籽油微胶囊。

1.2.2 沙棘籽油微胶囊基础指标的测定

1.2.2.1 水分含量的测定

精确称取 2.000 0 g 的沙棘籽油微胶囊于干燥至恒重的样品瓶(样品瓶质量为 m_0)中(样品与瓶的质量为 m_1),置于 105℃ 烘箱干燥 3~5 h,称重。再次将样品放置于烘箱中 1 h,称重,直至两次质量差小于 1 mg,记录此时样品与瓶总重(质量为 m_2)。按下式计算水分含量(x)。

$$x = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad (1)$$

1.2.2.2 溶解度的测定

称取 5 g 沙棘籽油微胶囊于 50 mL 烧杯中,加入 38 mL 25~30℃ 的蒸馏水,少量多次溶解后,转移到 50 mL 离心管,在 4 000 r/min 下离心 10 min,弃去上清液后再次加入 38 mL 25~30℃ 蒸馏水溶解沉淀,再次离心后弃去上清液,将沉淀以蒸馏水洗出至称量皿中,蒸干水分后恒重。按下式计算溶解度(Y)^[7]。

$$Y = \left[1 - \frac{m_2 - m_1}{(1 - B) \times m} \right] \times 100\% \quad (2)$$

式中: m_2 为称量皿与沉淀总质量,g; m_1 为称量皿质量,g; B 为样品水分含量; m 为样品质量,g。

1.2.2.3 流动性的测定

取 10 g 沙棘籽油微胶囊于漏斗中,让样品自由通过漏斗至下方圆板中自然堆积,测定粉堆高度(h)与覆盖的半径(r),按下式计算休止角(θ)。

$$\theta = \arctan(h/r) \quad (3)$$

1.2.2.4 表面油含量的测定

精确称取 1.000 0 g(精确至 0.000 1 g)沙棘籽油微胶囊样品(质量为 m_0)于锥形瓶中,加入 10 mL 石油醚振荡 30 s,重复 3 次。过滤至干燥至恒重的圆底烧瓶(质量为 m_1)中,于 50℃ 下旋转蒸发蒸干溶剂,在真空干燥箱中干燥至恒重(质量为 m_2)。按下式计算微胶囊表面油含量(x_1)。

$$x_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100\% \quad (4)$$

1.2.2.5 包埋率的测定

参考李晓龙^[8]方法,以超声破碎法提取沙棘籽油微胶囊中的总油(质量为 m)及表面油(质量为 m_3)。按下式计算包埋率(y)。

$$y = \left(1 - \frac{m_3}{m} \right) \times 100\% \quad (5)$$

1.2.3 沙棘籽油微胶囊粒径分布的测定

取 0.5 g 沙棘籽油微胶囊分散于 200 mL 蒸馏

水中,溶解完全后,测定复水溶液的粒径,绘制粒径分布图。

1.2.4 沙棘籽油微胶囊微观形态观测

采用 SEM 在加速电压 30 kV 下观察微胶囊的表面形态,并选择分布较均匀的视野进行拍照。

1.2.5 沙棘籽油微胶囊脂质伴随物的测定

按照 1.2.2.5 提取沙棘籽油微胶囊中的沙棘籽油,测定其中脂质伴随物含量。维生素 E,采用刘慧敏^[9]的方法测定;类胡萝卜素,采用 Nemtanu 等^[10]的方法测定;甾醇,采用毛家辉^[11]的方法测定;多酚,采用李志晓^[12]的方法测定。

1.2.6 沙棘籽油微胶囊加速储藏过程中脂肪酸组成变化分析

将沙棘籽油微胶囊样品置于 60℃ 的烘箱中储藏,每隔 10 d 取样测定样品的脂肪酸组成。首先按照 1.2.2.5 提取样品中的油脂,然后参照 GB 5009.168—2016 采用快速甲酯化-气相色谱法进行脂肪酸组成的测定。

气相色谱条件:Trace TR-FAME 色谱柱(60 m×0.25 mm×0.25 μm);氢火焰离子化检测器;检测器和进样口温度均为 250℃;升温程序为初始柱温 100℃,保留 1 min,随后以 5℃/min 的速率升温到 220℃,保留 15 min。通过对比混合脂肪酸甲酯标准品的保留时间对脂肪酸进行定性,采用面积归一化法进行定量。

1.2.7 沙棘籽油微胶囊在咀嚼片中的应用

1.2.7.1 沙棘籽油微胶囊咀嚼片的制备

将原料按照表 1 的配比混合均匀,喷洒润湿剂(70%乙醇),边喷洒边搅拌,制得软材,用 20 目筛制粒得颗粒,将颗粒于 50℃ 干燥至水分含量为 5%~8%,用 30 目筛筛整粒,用单冲压片机压片制得沙棘籽油微胶囊咀嚼片。

表 1 沙棘籽油微胶囊咀嚼片配方

原料	配比/%
沙棘籽油微胶囊	40.0
麦芽糊精	16.2
草莓粉	15.0
微晶纤维素	12.0
山梨糖醇	10.0
蔗糖	5.0
乳糖	1.0
硬脂酸镁	0.8

1.2.7.2 沙棘籽油微胶囊咀嚼片质量评价指标的测定

片重差异测定:随机选择 20 片沙棘籽油微胶囊

咀嚼片,精确测量每片片重(m_1),并测定总质量,计算平均片重(m_2),按下式计算片重差异(y_1)。

$$y_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \times 100\% \quad (6)$$

干燥失重测定:参照 SB/T 10347—2017。

感官评价:邀请 10 名经过专业培训的感官评价人员组成感官品评小组,对产品的色泽、表观状态、质地、适口性进行评定并打分,满分为 100 分,评分标准细则见表 2。

表 2 感官评价标准

项目	感官特征	分值
色泽	色泽严重不均	1~5
	色泽呈黄色,颜色分布基本均匀	6~8
	色泽呈米黄色,颜色分布十分均匀	9~10
表观状态	状态不均匀,破损严重,表面油脂严重析出	5~10
	状态基本均匀,表面少量油脂析出	11~20
	状态均匀,片型完整,表面无油脂析出	21~30
质地	结构松散,颗粒较大,硬度过大或过小	5~10
	结构较均匀,颗粒较小,硬度较适中	11~20
	结构均匀,颗粒小,硬度适中	21~30
适口性	口感粗糙,有明显酸涩味,过酸或过甜	5~10
	口感适中,无明显酸涩味,酸甜适中	11~20
	口感良好,无酸涩味,酸甜适中	21~30

1.2.8 统计学分析

以上所有实验至少重复 3 次,数据均以“平均值±标准偏差”表示,采用 Origin 8.0 软件绘图,采用 SPSS.22 软件进行数据统计分析,组间差异采用 One-way ANOVA 方差分析, $P < 0.05$ 差异具有显著性。

2 结果与分析

2.1 沙棘籽油微胶囊的基础指标(见表 3)

表 3 沙棘籽油微胶囊基础指标

项目	指标
水分含量/%	3.43±0.25
溶解度/%	92.22±1.25
休止角/(°)	36.34±1.11
表面油含量/%	1.32±0.08
包埋率/%	97.32±0.96

由表 3 可知,沙棘籽油微胶囊水分含量为 3.43%,溶解度为 92.22%,可见溶解度良好。休止角可衡量微胶囊的流动性,当休止角低于 30°时说明流动性好,35°~45°时说明产品具有较好的流动性。本产品休止角为 36.34°,说明其具有较好的流动性。包埋率是衡量微胶囊产品品质的重要指标,本产品表面油含量为 1.32%,沙棘籽油包埋率为 97.32%。

2.2 沙棘籽油微胶囊的粒径(见图1)

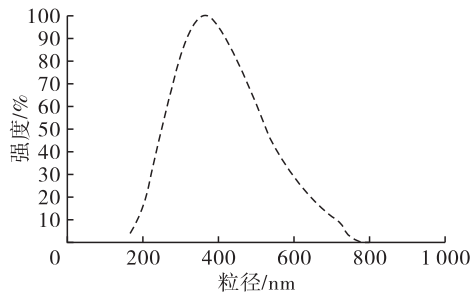


图1 沙棘籽油微胶囊粒径分布

由图1可知,沙棘籽油微胶囊的粒径基本呈正态分布,范围为160~760 nm,平均粒径为372 nm。可见,所制备的沙棘籽油微胶囊粒径分布均匀,可进一步与其他固态产品复配,扩大了产品的应用范围。

2.3 沙棘籽油微胶囊的微观形态(见图2)

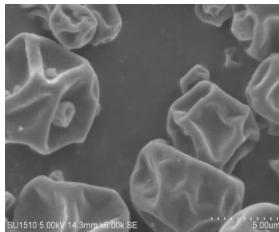


图2 沙棘籽油微胶囊表面结构扫描图(6 000 ×)

由图2可知,沙棘籽油微胶囊大小较为均一,表面存在一定的褶皱,部分微小颗粒粘连于大颗粒表面,但微胶囊表面无破裂。在雾化过程中,部分粒径更微小的液滴粘附于大液滴,在干燥后可能形成了粘连现象,而褶皱可能是由于微胶囊壁材固化过程先于微胶囊的膨大成形造成的^[13]。

2.4 沙棘籽油微胶囊化前后脂质伴随物的变化(见表4)

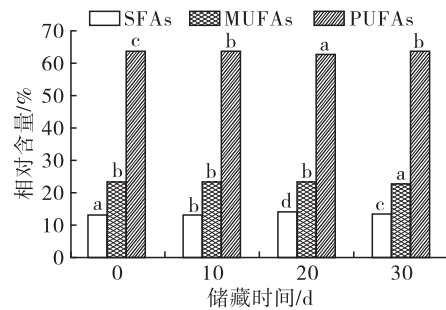
表4 沙棘籽油微胶囊化前后脂质伴随物的含量

成分	微胶囊化前	微胶囊化后
维生素E/(mg/100 g)		
α-生育酚	124.84 ± 6.05 ^a	116.94 ± 1.64 ^a
β-生育酚	30.36 ± 2.94 ^a	25.41 ± 1.84 ^a
γ-生育酚	171.24 ± 3.66 ^a	168.17 ± 3.16 ^a
δ-生育酚	16.96 ± 0.69 ^a	6.37 ± 0.54 ^b
总生育酚	343.40 ± 8.91 ^a	316.89 ± 7.18 ^a
甾醇/(mg/100 g)		
菜油甾醇	22.08 ± 1.74 ^a	21.11 ± 1.87 ^a
β-谷甾醇	1 165.06 ± 8.75 ^a	1 078.55 ± 10.20 ^b
Δ5-燕麦甾醇	256.70 ± 7.63 ^a	253.88 ± 4.97 ^a
环阿屯醇	74.10 ± 1.57 ^a	81.77 ± 2.73 ^a
禾本甾醇	57.29 ± 2.74 ^a	69.05 ± 3.59 ^a
总甾醇	1 575.23 ± 22.43 ^a	1 504.34 ± 9.68 ^b
类胡萝卜素/(mg/100 g)	790.58 ± 10.75 ^a	695.71 ± 8.31 ^b
多酚/(mg/kg)	46.69 ± 3.33 ^a	40.15 ± 2.25 ^a

注:同行不同小写字母表示差异具有统计学意义($P < 0.05$)。

由表4可知,沙棘籽油微胶囊化前后多酚含量变化最大,保留率为86.00%,其次为类胡萝卜素,保留率为88.00%,总甾醇和总生育酚的含量变化较小,保留率分别为95.50%、92.28%。总体上沙棘籽油微胶囊化后脂质伴随物的种类没有发生变化,微胶囊化工艺保存了沙棘籽油原有的生物功效。

2.5 沙棘籽油微胶囊加速储藏中脂肪酸组成的变化(见图3)



注:不同小写字母表示组间差异具有统计学意义($P < 0.05$)。

图3 沙棘籽油微胶囊加速储藏中脂肪酸组成变化

由图3可知,30 d后沙棘籽油微胶囊中的SFAs较初始含量增加了4.3%,MUFAs减少了1.5%,PUFAs减少了0.3%。总不饱和脂肪酸含量在加速储藏30 d后由87.04%变为86.47%,减少了0.57个百分点。综上所述,加速储藏条件下,沙棘籽油微胶囊的脂肪酸组成变化较小。

2.6 沙棘籽油微胶囊咀嚼片的质量

沙棘籽油微胶囊咀嚼片质量指标及感官评价分别见表5、表6。

表5 沙棘籽油微胶囊咀嚼片质量指标

项目	指标
平均片重/g	0.50 ± 0.02
含油量/%	12.09 ± 0.15
最大片重差异/%	2.78 ± 0.04
干燥失重/%	3.15 ± 0.02

由表5可知,所制备的沙棘籽油微胶囊咀嚼片含油量为12.09%,最大片重差异为2.78%,干燥失重为3.15%(符合SB/T 10347—2017对糖果(坚实型)干燥失重小于等于5 g/100 g的标准)。

表6 沙棘籽油微胶囊咀嚼片感官评价

项目	指标结果	平均分数
色泽	色泽呈黄色,颜色基本均一	8
组织状态	状态均匀,片型完整,表面无油脂析出	23
质地	结构均匀,颗粒小,硬度适中	26
适口性	口感适中,无明显酸涩味,酸甜适中	19
总分		76

由表6可知:所制备的沙棘籽油微胶囊咀嚼片

的整体感官指标良好,其中色泽呈黄色,颜色基本均一;质地结构均匀,颗粒小,硬度适中;组织状态均匀,片型完整,表面无油脂析出;口感适中,无明显酸涩味,酸甜适中,可见咀嚼片在一定程度改善了沙棘籽油的口感,但其风味仍有待进一步提升,可通过调整原料配比、调整风味物质组分搭配等改善产品风味。

3 结论

本实验选取 CAS/MD 复合壁材对沙棘籽油进行包埋,并采用喷雾干燥技术制备了沙棘籽油微胶囊。得到的沙棘籽油微胶囊水分含量为 3.43%,溶解度为 92.22%,休止角为 36.34°,表面油含量为 1.32%,包埋率为 97.32%,粒径分布均匀,结构完整,无破裂或孔洞现象。此外,进一步利用加速氧化实验,对沙棘籽油微胶囊脂肪酸组成的变化进行了研究,结果表明加速氧化 30 d 脂肪酸组成变化较小。将沙棘籽油微胶囊应用于咀嚼片产品的开发,结果显示咀嚼片的色泽、组织状态、质地等评价良好,口感适中,为沙棘籽油微胶囊的应用提供了借鉴。

参考文献:

- [1] 张逸,黄凤洪,马方励,等. 沙棘油提取工艺研究进展[J]. 中国油脂,2016,41(3): 16-20.
- [2] TING H C, HSU Y W, TSAI C F, et al. The in vitro and in vivo antioxidant properties of sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) seed oil[J]. Food Chem, 2011, 125(2): 652-659.
- [3] 韩春卉,李燕俊,张靖,等. 沙棘油抗肿瘤作用及对小鼠 NK 和单核-巨噬细胞活性的影响[J]. 中国热带医学,

2010,10(5): 571-572.

- [4] 张吉科,林美珍,张小民. 沙棘不同器官提取物对小鼠实体瘤的抗癌药效学研究[J]. 国际沙棘研究与开发, 2012,10(3): 1-11.
- [5] 邱德明,张哲民,李永海. 沙棘制剂在调节正常天然免疫系统和肿瘤病理学中的作用[J]. 国际沙棘研究与开发, 2010,8(1): 27-33.
- [6] YANG R, ZHANG L, LI P, et al. A review of chemical composition and nutritional properties of minor vegetable oils in China[J]. Trends Food Sci Technol, 2018, 74: 26-32.
- [7] 孔保华,郑冬梅,林淑英,等. 鱼油微胶囊技术的研究[J]. 食品工业科技, 1999, 20(5): 8-10.
- [8] 李晓龙. 粉末油脂氧化稳定性分析方法的评估[D]. 江苏无锡: 江南大学, 2016.
- [9] 刘慧敏. 不同植物油微量成分与抗氧化能力的相关性研究[D]. 江苏无锡: 江南大学, 2015.
- [10] NEMTANU M R, BRASOVEANU M. Impact of electron beam irradiation on quality of sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) oil[J]. J Sci Food Agric, 2016, 96(5): 1736-1744.
- [11] 毛家辉. 品种、产地和制油工艺对榧籽油成分的影响[D]. 江苏无锡: 江南大学, 2017.
- [12] 李志晓. 加工过程对油茶籽油微量营养成分和抗氧化性能的影响[D]. 江苏无锡: 江南大学, 2015.
- [13] ZHUANG F, LI X, HU J, et al. Effects of casein micellar structure on the stability of milk protein-based conjugated linoleic acid microcapsules[J]. Food Chem, 2018, 269: 327-334.

(上接第 132 页)

表 6 预处理含尘废气排放量

项目	粉尘浓度 日均值/ (mg/m ³)	粉尘排放/ (t/d)	每台废气 流量(日均)/ (m ³ /h)
筒仓进出料口(2台)	13.2	1.76	9 250
原料大豆除杂(2台)	8.9	0.39	3 073
豆皮分离器(2台)	1.0	0.05	3 202
豆皮粉碎(2台)	1.0	0.01	700
豆粕粉碎(2台)	4.8	0.57	5 822 + 5 165
豆粕输送(1台)	66.7	0.52	1 078
豆粕包装(1套)	5.0	0.10	2 741
排放总量	3.39	4.5 × 10 ⁴	

注:广东省环保局委托第三方在东凌粮油 4 000 t/d 大豆压榨厂(采取冷脱皮工艺)检测结果。

大豆预处理车间按粉尘区域划分应该在 22 区

和 21 区,受限空间运行设备含尘浓度高,属于 20 区。基于大豆粉尘不含易燃易爆物质,在运行中因溜管、弯头、设备的下料接管积尘,在长期运行中偶然出现阴燃、起火,筒仓出现粉尘爆炸现象,进行防燃、防爆、抑爆处理措施。实践表明,风网运行稳定,实现了安全和清洁生产。

致谢:感谢中粮集团油脂部张传许高工、张文龙高工及中粮华南区产业工业园王朝晖高工和刘启东高工支持!

参考文献:

- [1] 刘启东. 筒仓卸粮坑除尘改造实践[J]. 粮食与食品工业, 2016, 23(4): 69-71.
- [2] 粉尘防爆安全规程: GB 15577—2018[S]. 北京: 中国标准出版社, 2018.
- [3] 左青. 油脂加工厂的环保措施[J]. 中国油脂, 2008, 33(8): 17-22.