

油脂深加工

乳化剂对微胶囊化粉末油茶籽油的影响

许利娜¹, 丁海阳¹, 杨小华¹, 李梅¹, 黄立新¹, 夏建陵¹, 李守海^{1,2}

(1. 中国林业科学研究院林产化学工业研究所, 生物质化学利用国家工程实验室, 国家林业局林产化学工程重点开放性实验室, 江苏省生物质能源与材料重点实验室, 南京林业大学林业资源高效加工利用协同创新中心, 南京 210042; 2. 中国林业科学研究院林业新技术研究所, 北京 100091)

摘要:研究了乳化剂对微胶囊化粉末油茶籽油的影响。结果表明,在壁材为阿拉伯胶和麦芽糊精(质量比1:3),以大豆卵磷脂和吐温-80(6:4)的复配乳化剂乳化油茶籽油形成的乳液具有较好的乳液稳定性,且喷雾干燥制备的微胶囊粉末油茶籽油颗粒均匀、细腻、干燥。经扫描电镜观察,微胶囊粉末油茶籽油颗粒外形较圆整,大小分布较均匀,表面光滑,其载油量及包埋率分别为35.6%和82.02%。

关键词:喷雾干燥;微胶囊;油茶籽油;高包埋率;高载油量

中图分类号:TS202;TS225.1 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2018)12-0075-04

Effect of emulsifier on oil - tea camellia seed oil microcapsule powder

XU Lina¹, DING Haiyang¹, YANG Xiaohua¹, LI Mei¹,
HUANG Lixin¹, XIA Jianling¹, LI Shouhai^{1,2}

(1. Co-Innovation Center of Efficient Processing and Utilization of Forest Resources, Nanjing Forestry University, Jiangsu Province Key Laboratory of Biomass Energy and Materials, Key Laboratory on Forest Chemical Engineering, SFA, National Engineering Laboratory for Biomass Chemical Utilization, Institute of Chemical Industry of Forestry Products, CAF, Nanjing 210042, China; 2. Institute of Forest New Technology, CAF, Beijing 100091, China)

Abstract: The effects of different emulsifiers on oil - tea camellia seed oil microcapsule powder were studied. The results showed that when using gum arabic - maltodextrin (mass ratio 1:3) as wall material, the prepared oil - tea camellia seed oil microcapsule powder had better emulsion stability with the complex emulsifier soybean lecithin and Tween - 80 (6:4) and it was uniform and dry. The scanning electron microscopy results showed that the oil - tea camellia seed oil microcapsule powder had round shape, uniform size distribution, and smooth surface. The loading amount of oil - tea camellia seed oil and embedding rate were 35.6% and 82.02%, respectively.

Key words: spray - drying; microcapsule; oil - tea camellia seed oil; high embedding rate; high loading amount of oil

油茶籽油又名山茶油,是我国特有的木本油脂。其主要由油酸、亚油酸和少量的饱和脂肪酸组成,其中油酸和亚油酸含量高达94%以上,食用价值可与橄榄油相媲美。油茶籽油中不饱和脂肪酸含量高,

易于消化和吸收,对于降低血清胆固醇、预防高血脂和心血管疾病具有良好的作用。同时油茶籽油还含有丰富的天然活性物质,如角鲨烯、V_E、甾醇、萜醇、三萜烯以及酚类化合物等^[1-3]。

但是,油茶籽油中含有大量的不饱和脂肪酸,易氧化变质。采用微胶囊技术,将油茶籽油制成固态颗粒状粉末油脂,经过微胶囊包裹,可有效地抑制油脂的挥发、阻止对其中所含不饱和脂肪酸的氧化,使其不易变质,且易于贮存和运输^[4-6]。

目前对不同油脂进行微胶囊化的研究较多,但对微胶囊乳液的稳定性及微胶囊粉末的载油量研究

收稿日期:2018-01-24;修回日期:2018-07-23

基金项目:江苏省生物质能源与材料重点实验室基金(JSBEM-S-201603);十三五国家重点研发计划(2017YFD0400902-3)

作者简介:许利娜(1987),女,助理研究员,博士,研究方向为生物质资源高值化利用(E-mail)xulina072@163.com。

通信作者:李守海,副研究员,硕士生导师(E-mail)lishouhai1979@163.com。

较少^[7-9]。国内一般采用分子蒸馏单甘酯(单甘酯)与蔗糖脂肪酸酯(蔗糖酯)作为油脂微胶囊化的乳化剂^[10-12]。复配乳化剂的选择主要依靠经验进行,带有一定的盲目性,复配乳化剂中乳化剂的相互作用机理缺乏一定的理论指导,并且乳化剂对微胶囊化粉末油脂性能影响的研究较少,不利于指导微胶囊产品的开发应用。本文利用具有特殊结构的生物基乳化剂通过分子间的协同作用复配并调节复配乳化剂的 *HLB* 值,通过性能优良的复配乳化剂乳化油脂制备出具有良好包埋效果的高载油量微胶囊油脂粉末,可以有效提高微胶囊化粉末油脂的制备效率,降低粉末油脂的生产成本。

1 材料与方法

1.1 实验材料

油茶籽油、辛烯基琥珀酸淀粉酯、麦芽糊精、阿拉伯胶,食用级。石油醚(60~90℃)、水杨酸钠、柠檬酸钠、正丁醇、吐温-80、大豆卵磷脂,均为分析纯。

H-Spray Mini 喷雾干燥仪;GYB 6S 高压均质机;TDZ4-WS 台式低速离心机;IKA T18 ULTRA-TURRAX,德国 IKA 公司;Mastersizer 2000 激光粒度仪,英国马尔文公司;3400-1 型扫描电子显微镜,日本日立公司;MARS 旋转流变仪,德国哈克公司。

1.2 实验方法

1.2.1 微胶囊粉末油茶籽油的乳化

在室温条件下,分别以辛烯基琥珀酸淀粉酯、不同配比的麦芽糊精和阿拉伯胶复合壁材作为微胶囊的壁材加入 280 mL 水中充分水化,再加入一定量的油茶籽油,芯壁比为 1:3,并将 4 种不同复配组合的乳化剂(加入量为溶液质量的 0.74%)加入上述壁材与芯材溶液中。4 种不同组合的乳化剂分别为 1 g 大豆卵磷脂、0.6 g 大豆卵磷脂和 0.4 g 吐温-80、0.4 g 大豆卵磷脂和 0.6 g 吐温-80、1 g 吐温-80。将上述乳液充分搅拌后,在 10 000 r/min 下分散乳化 5 min,在 30 MPa 压力下均质处理 2 min。

1.2.2 微胶囊粉末油茶籽油乳液性能的测定

1.2.2.1 微胶囊粉末油茶籽油乳液稳定性分析

取一定量的乳液于量筒中,室温下静置 3 h,读取游离水层的体积,按下式计算乳液稳定性。

$$\text{乳液稳定性} = \frac{\text{乳液总含水量} - \text{游离水量}}{\text{乳液总含水量}}$$

1.2.2.2 微胶囊粉末油茶籽油乳液的粒度测定

乳液粒度的测定以纯水为分散剂,采用激光粒度仪,测定温度为 25℃。

1.2.2.3 微胶囊粉末油茶籽油乳液的黏度测定

乳液黏度的测定采用旋转流变仪,测定温度为

25℃,锥板式。

1.2.3 喷雾干燥制备微胶囊粉末油茶籽油

准备好实验装置同时接通喷雾干燥器电源,设置进风量为 100%,进风温度为 160℃,开启空压机,预热喷雾干燥系统,直至进风温度达到 160℃,观察喷雾干燥器出风温度直至稳定后进行喷雾干燥。然后,打开空气压缩机,加料前首先用温水通过蠕动泵进料,对喷雾干燥器进行预处理,通过调节进料流量,观察旋转式雾化器的雾化效果,直至有明显的雾状,观察出风温度基本恒定后,准备进料,将配制好的乳化液经过蠕动泵控制合适的流量进行干燥,出风温度约为 90℃,同时由喷雾干燥器旋风分离器出口收集微胶囊产品。最后将微胶囊产品包装放入干燥器准备检测。

1.2.4 微胶囊粉末油茶籽油的性能测定

1.2.4.1 微胶囊粉末油茶籽油粒度的测定

取微胶囊粉末油茶籽油(0.5 g)在水中溶解,然后使用激光粒度仪在 25℃ 下测量。

1.2.4.2 微胶囊粉末油茶籽油包埋率的测定

测定微胶囊粉末油茶籽油总油含量和表面油含量,并用下式计算包埋率(*ME*)和载油量(*PL*)。

$$ME = (\text{微胶囊总油含量} - \text{微胶囊表面油含量}) / \text{微胶囊总油含量} \times 100\%$$

$$PL = \text{微胶囊总油含量} / \text{微胶囊的质量} \times 100\%$$

总油含量的测定:用天平称取 10 g 微胶囊粉末油茶籽油,20 mL 水,加入 125 mL 的具塞锥形瓶,搅拌加入 15 mL 的去乳化剂,剧烈振荡后置于 70℃ 水浴中静置 6 min,然后将所得混合物在 3 000 r/min 下离心 10 min,收集油层称重^[13]。

去乳化剂的配制:10 g 水杨酸钠和 10 g 柠檬酸钠分别溶解在蒸馏水中,然后与 18 mL 正丁醇混合,用蒸馏水将体积调至 90 mL。

表面油含量的测定:在具塞锥形瓶中加入 200 mL 的石油醚、10 g 微胶囊粉末油茶籽油样品,并在室温下黑暗中搅拌 15 min。然后用 Whatman 4 号滤纸通过布氏漏斗过滤,收集液体于圆底烧瓶中,使用旋转蒸发仪在低于 30℃ 的水浴中蒸发溶剂,蒸干石油醚后,将圆底烧瓶在 102℃ 烘箱中干燥 1 h^[13],称重。

1.2.4.3 微胶囊粉末油茶籽油的表面形态观察

取少量制备的微胶囊粉末油茶籽油,用扫描电子显微镜观察微胶囊粉末油茶籽油的表面形态结构。

2 结果与讨论

2.1 壁材的选择

适宜的微胶囊壁材在喷雾干燥期间可形成良好而致密的网状结构,制备的粉末油脂渗油达到最低。

选择不同的壁材,以大豆卵磷脂和吐温-80(6:4)复配作乳化剂,制备微胶囊粉末油茶籽油。对微胶囊粉末油茶籽油的感官品质进行了评定,结果如表1所示。

表1 不同壁材制备的微胶囊粉末油茶籽油的感官品质

壁材	感官品质
辛烯基琥珀酸淀粉酯	颗粒大且有结块现象、不易回收,干燥塔表面不易清洗
阿拉伯胶+麦芽糊精(3:1)	乳白色略带浅黄色、分散性差、结块
阿拉伯胶+麦芽糊精(1:1)	乳白色粉末、有少量结块
阿拉伯胶+麦芽糊精(1:3)	乳白色粉末、颗粒细而均匀

从表1可以看出,阿拉伯胶与麦芽糊精质量比为1:3时,制备的微胶囊粉末油茶籽油品质最好,所以选择该配比的复合壁材为微胶囊粉末油茶籽油的壁材,同时以此进行后续实验。

2.2 添加不同乳化剂的微胶囊粉末油茶籽油乳液性能

卵磷脂不但是一种天然表面活性剂,而且具有延缓衰老、预防心脑血管疾病、健脑益智、预防老年性痴呆、保护肝脏等生理活性。食品添加剂吐温-80具有良好的表面活性,能降低界面张力,对油和水有良好的乳化性能。大豆卵磷脂的 HLB 值为8左右,吐温-80的 HLB 值为15, HLB 值在9~11可能是建立稳定的水包油型乳液的最佳选择^[14]。将一定比例食品级的生物基乳化剂大豆卵磷脂与吐温-80复配,卵磷脂通过分子间的协同作用形成有效的O/W型乳化剂。不同乳化剂对乳液稳定性和粒度的影响如表2所示。

表2 不同乳化剂对乳液稳定性和粒度的影响

乳化剂	乳液稳定性/%	粒度/ μm
大豆卵磷脂	70	84.97
大豆卵磷脂+吐温-80(6:4)	92	2.67
大豆卵磷脂+吐温-80(4:6)	89	2.42
吐温-80	81	2.33

由表2可知,单独使用大豆卵磷脂或吐温-80作为乳化剂,乳液的稳定性分别为70%和81%,乳化性能较差。大豆卵磷脂和吐温-80复配后,乳化性能有明显提升,其中大豆卵磷脂和吐温-80(6:4)复配乳化剂具有最优的乳化性能,乳液稳定性为92%,这可能是由于大豆卵磷脂和吐温-80分子结构中都具有不饱和双键,可以通过分子间协同作用与油相结合形成相对稳定的结构,大豆卵磷脂 HLB 值低可以稳定地存在于油水界面,吐温-80亲水段比较大,增加油滴之间的空间排斥并防止聚结,

将一定比例大豆卵磷脂和吐温-80复配,通过分子间的协同作用形成有效的O/W型乳化剂,且这一复配乳化剂具有更高的稳定性、环保性和乳化性能。大豆卵磷脂乳化的乳液粒度最大,为84.97 μm ,乳化剂复配后乳液的粒度很小,乳液粒度小喷雾干燥后形成的微胶囊粒度变化范围相对较窄。

乳液黏度的结果如图1所示。

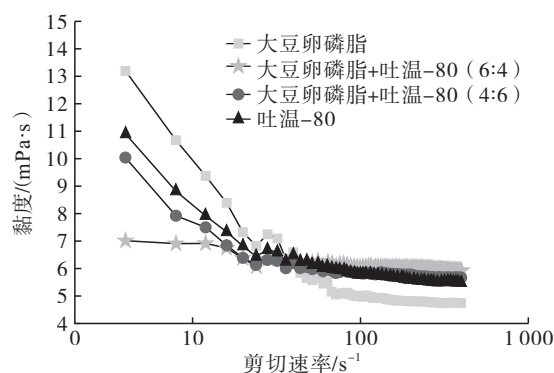


图1 不同乳化剂对乳液黏度的影响

由图1可知,4种乳液的表观黏度随着剪切速率的增加而降低,呈剪切稀化。大豆卵磷脂与吐温-80复配乳化剂配比为6:4时,在较低的剪切力时具有较低的黏度,且随着剪切速率的增加黏度变化不大。

2.3 添加不同乳化剂制备的微胶囊粉末油茶籽油的性能

添加不同乳化剂制备的微胶囊粉末油茶籽油的粒度如表3所示。由表3可知,添加大豆卵磷脂和吐温-80(6:4)、吐温-80这两种乳化剂所制备的微胶囊粉末粒度较小,分别为4.263、3.514 μm ,而添加大豆卵磷脂和吐温-80(4:6)、大豆卵磷脂这两种乳化剂所制备的微胶囊粉末粒度较大。

表3 添加不同乳化剂制备的微胶囊粉末油茶籽油粒度

乳化剂	粒度/ μm
大豆卵磷脂	4.546
大豆卵磷脂+吐温-80(6:4)	4.263
大豆卵磷脂+吐温-80(4:6)	5.745
吐温-80	3.514

包埋率和载油量反映了芯材的包埋程度和产品质量的优劣。添加不同乳化剂制备的微胶囊粉末油茶籽油的包埋率和载油量如表4所示。

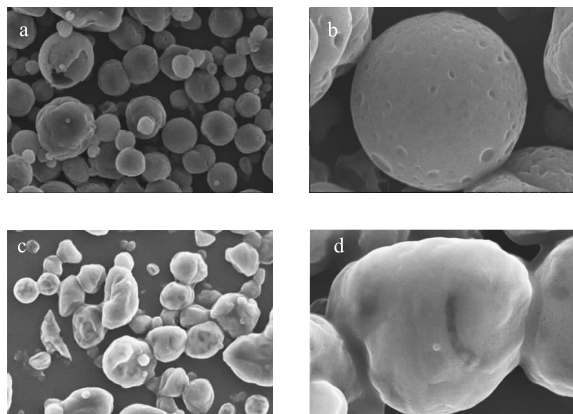
由表4可知,添加大豆卵磷脂和吐温-80(6:4)所制备的微胶囊粉末具有最高的载油量及包埋率,表明大豆卵磷脂和吐温-80(6:4)复配乳化剂能很好地乳化油茶籽油,喷雾干燥后形成的微胶囊粉末油茶籽油载油量及包埋率分别为35.6%和82.02%。实验表明,乳化剂对微胶囊粉末油茶籽油

的包埋率和载油量影响较大,选择合适的乳化剂是制备高包埋率和高载油量微胶囊的重要条件。

表4 添加不同乳化剂制备的微胶囊粉末油茶籽油的包埋率及载油量

乳化剂	表面油含量/g	总油含量/g	包埋率/%	载油量/%
大豆卵磷脂	0.66	3.09	78.64	30.9
大豆卵磷脂 + 吐温 - 80(6:4)	0.64	3.56	82.02	35.6
大豆卵磷脂 + 吐温 - 80(4:6)	1.19	3.36	64.58	33.6
吐温 - 80	0.59	3.11	81.03	31.1

利用扫描电镜观察以大豆卵磷脂和吐温 - 80 (6:4) 复配作乳化剂制备的微胶囊粉末油茶籽油颗粒及表面微观结构,结果如图2所示。



注:a和b分别为不同放大倍数下阿拉伯胶和麦芽糊精复合壁材(1:3)作为微胶囊的壁材条件下制备的微胶囊粉末油茶籽油的扫描电镜图,c和d分别为不同放大倍数下辛烯基琥珀酸淀粉酯作为微胶囊的壁材条件下制备的微胶囊粉末油茶籽油的扫描电镜图。

图2 微胶囊粉末油茶籽油的扫描电镜图

从图2可以看出,阿拉伯胶和麦芽糊精复合壁材(1:3)作为微胶囊的壁材制备的微胶囊粉末油茶籽油除个别粒子有裂痕外,外观形状接近球形,并且绝大多数产品颗粒表面光滑平整、无裂痕,具有较好的致密性。但是,辛烯基琥珀酸淀粉酯作微胶囊的壁材制备的微胶囊粉末油茶籽油因表面含油量高而发生团聚。这也进一步解释了辛烯基琥珀酸淀粉酯作为壁材制备的微胶囊颗粒大且有结块现象的原因。

3 结论

选用阿拉伯胶和麦芽糊精作微胶囊壁材,喷雾干燥制备微胶囊粉末油茶籽油产品颗粒均匀、细腻、干燥,粘壁很少。大豆卵磷脂和吐温 - 80 复配乳化剂是制备微胶囊粉末油茶籽油产品的理想乳化剂,大豆卵磷脂和吐温 - 80(6:4)复配乳化剂具有最优的乳化性能,制备的微胶囊粉末油茶籽油具有高包埋率(82.02%)的同时具有高载油量(35.6%)。经扫描

电镜观察,微胶囊粉末油茶籽油颗粒外形较圆整,大小分布较均匀,表面光滑,表明对油茶籽油具有较好的包埋效果。后续工作继续研究壁材、芯壁比等对微胶囊包埋率和载油量的影响,最终制备高包埋率和高载油量的微胶囊粉末油茶籽油。

参考文献:

- [1] 李丽, 吴雪辉, 寇巧花. 茶油的研究现状及应用前景[J]. 中国油脂, 2010, 35(3): 10-13.
- [2] 王瑞, 陈永忠. 我国油茶产业的发展现状及提升思路[J]. 林业科技开发, 2015, 29(4): 6-10.
- [3] RAJAEI A, BARZEGAR M, YAMINI Y. Supercritical fluid extraction of tea seed oil and its comparison with solvent extraction[J]. Eur Food Res Technol, 2005, 220(3/4): 401-405.
- [4] LI Y, AI L, YOKOYAMA W, et al. Properties of chitosan - microencapsulated orange oil prepared by spray - drying and its stability to detergents[J]. J Agric Food Chem, 2013, 61(13): 3311-3319.
- [5] STROBEL S A, SCHER H B, NITIN N, et al. In situ cross - linking of alginate during spray - drying to microencapsulate lipids in powder[J]. Food Hydrocoll, 2016, 58: 141-149.
- [6] BINSI P K, NATASHA N, SARKAR P C, et al. Structural, functional and in vitro digestion characteristics of spray dried fish roe powder stabilised with gum arabic[J]. Food Chem, 2017, 221: 1698-1708.
- [7] SILVA E K, AZEVEDO V M, CUNHA R L, et al. Ultrasound - assisted encapsulation of annatto seed oil: whey protein isolate versus modified starch[J]. Food Hydrocoll, 2016, 56: 71-83.
- [8] SOLVAL K M, BANKSTON J D, BECHTEL P J, et al. Physicochemical properties of microencapsulated ω - 3 salmon oil with egg white powder[J]. J Food Sci, 2016, 81(3): 600-609.
- [9] 赵巍, 王军, 段长青, 等. 喷雾干燥法制备微胶囊化山葡萄籽油粉末油脂[J]. 中国粮油学报, 2009, 24(12): 77-83.
- [10] 葛昕, 费学谦, 陈焱, 等. 不同壁材组合油茶籽油微胶囊的性能研究[J]. 中国油脂, 2013, 38(2): 26-29.
- [11] 刘全亮, 马传国, 王化林, 等. 微胶囊化棕榈油的品质分析[J]. 粮油食品科技, 2015, 23(1): 38-42.
- [12] 陈琳, 李荣, 张禄捷, 等. 复凝聚法紫苏油微胶囊的制备及其性能研究[J]. 食品工业科技, 2015, 36(3): 232-238.
- [13] NG S K, CHOONG Y H, TAN C P, et al. Effect of total solids content in feed emulsion on the physical properties and oxidative stability of microencapsulated kenaf seed oil[J]. LWT - Food Sci Technol, 2014, 58(2): 627-632.
- [14] BROCHU C, PELLETIER E, CARON G, et al. Dispersion of crude oil in seawater: the role of synthetic surfactants[J]. Oil Chem Pollut, 1986, 3(4): 257-279.