

牡丹籽多肽微胶囊的制备、表征及缓释性能

钱森和¹, 李方凯¹, 屠西猛¹, 郑鹏¹, 王若男¹, 赵世光^{1,2}

(1. 安徽工程大学生物与食品工程学院, 安徽芜湖 241000; 2. 安徽工程大学宣城产业技术研究院有限公司, 安徽宣城 242000)

摘要: 在分析牡丹籽多肽抗氧化活性的基础上, 采用锐孔凝固浴法制备牡丹籽多肽微胶囊, 以提高牡丹籽多肽的稳定性。以包埋率为指标, 采用单因素实验和响应面实验对牡丹籽多肽微胶囊制备过程中的 CaCl_2 质量分数、海藻酸钠质量分数、芯壁比和反应温度进行了优化, 并对牡丹籽多肽微胶囊进行了表征和缓释性能分析。结果表明: 牡丹籽多肽对羟自由基、 ABTS^+ 自由基和 DPPH 自由基具有较好的清除能力; 牡丹籽多肽微胶囊的最佳制备工艺条件为 CaCl_2 质量分数 2.20%、海藻酸钠质量分数 1.80%、芯壁比 1:3、反应温度 52°C , 在此条件下包埋率为 83.17%; 牡丹籽多肽微胶囊的红外光谱相对于牡丹籽多肽发生了红移, 且吸收强度低于牡丹籽多肽; 扫描电镜观察表明, 牡丹籽多肽微胶囊大小约为 0.7 μm , 在低倍镜下观察其表面有凹陷和裂痕, 在高倍镜下观察其表面有褶皱现象; 牡丹籽多肽微胶囊在人工模拟胃液中可以稳定存在, 在人工模拟肠液中可以缓慢释放, 3 h 时释放率达到了 95.43%。

关键词: 牡丹籽; 抗氧化肽; 微胶囊; 表征; 缓释性能

中图分类号: TS229; TQ934

文献标识码: A

文章编号: 1003-7969(2022)10-0033-06

Preparation, characterization and sustained – release performance of peony seed polypeptide microcapsule

QIAN Senhe¹, LI Fangkai¹, TU Ximeng¹, ZHENG Peng¹,
WANG Ruonan¹, ZHAO Shiguang^{1,2}

(1. College of Biological and Food Engineering, Anhui Polytechnic University, Wuhu 241000, Anhui, China;
2. Xuancheng Industrial Technology Research Institute Co., Ltd. of Anhui Polytechnic University,
Xuancheng 242000, Anhui, China)

Abstract: Based on the analysis of antioxidant activity of peony seed polypeptide, the peony seed polypeptide microcapsules were prepared by sharp hole coagulation method to improve the stability of peony seed polypeptide. Taking the embedding rate as the index, the mass fractions of CaCl_2 and sodium alginate, core – wall ratio and reaction temperature in the preparation of peony seed polypeptide microcapsules were optimized by single factor experiment and response surface experiment. Meanwhile, the peony seed polypeptide microcapsules were characterized and the sustained – release performance were analyzed. The results showed that the peony seed polypeptide had good scavenging capacity for hydroxyl radical, ABTS^+ radical and DPPH radical. The optimal preparation conditions of microcapsules were obtained as follows: CaCl_2 mass fraction 2.20%, sodium alginate mass fraction 1.80%, core – wall ratio 1:3, and reaction temperature 52°C . Under these conditions, the embedding rate was 83.17%. The infrared spectrum of peony seed polypeptide microcapsule was red shifted compared with peony seed polypeptide, and the absorption intensity was less than that of peony seed polypeptide. Scanning electron microscopy showed that the size of peony seed polypeptide microcapsule was about 0.7 μm , and there were pits and cracks on its surface under low power microscope and many folds under high power microscope. Peony seed polypeptide microcapsules could exist stably in artificially simulated gastric juice and release slowly in artificially simulated intestinal juice, and the release rate reached 95.43% after 3 h.

Key words: peony seed; antioxidant peptide; microcapsules; characterization; sustained – release performance

收稿日期: 2021-08-15; 修回日期: 2022-04-26

基金项目: 大学生创新创业训练项目 (S201910363205, 202010363064); 安徽省高校科学研究项目 (KJ2020A0374); 安徽工程大学宣城产业技术研究院有限公司项目 (B2018-03)

作者简介: 钱森和 (1978), 男, 副教授, 博士, 主要从事生物技术与工程方面的研究工作 (E-mail) qiansenhe@163.com。

牡丹籽多肽是牡丹籽蛋白酶解后的产物。研究表明,牡丹籽多肽具有抗氧化、降血压和降血糖等生物活性,在功能性产品开发及食品营养添加剂中具有重要的应用价值^[1-2]。然而,多肽类物质易被消化道中蛋白酶降解,导致其生物利用度降低,限制了其实际应用^[3-4]。

微囊化是将目的物质包裹于聚合物薄膜中,不仅可以屏蔽目的物质刺激味道,提高目的物质稳定性,使其更好地发挥生物活性,还能延长目的物质的释放时间,达到缓释功能^[5]。目前,微囊化技术已在蛋白多肽类、油脂体、多糖等活性成分中得到了广泛应用。微胶囊形态一般为球形或不定形,直径为1~1 000 μm ;囊材为具有稳定性、溶解性和成膜性的高分子材料,且能够满足食品卫生安全的要求^[6]。

微胶囊制备方法一般有喷雾干燥法、聚合法、锐孔凝固浴法、相分离法等^[7]。其中,锐孔凝固浴法是常用的微囊化方法之一,该方法是将芯壁材混合液通过锐孔滴入固化剂中凝固而成微胶囊,具有操作简便、设备要求简单、生产成本低、易于工业化生产等优点,已在多种生物活性物质的微囊化中得到了应用^[8-9]。

为了提高牡丹籽多肽的稳定性,保持其生物活性,提高其生物利用度,本研究以海藻酸钠为囊材,以氯化钙溶液为交联剂,采用锐孔凝固浴法制备牡丹籽多肽微胶囊,并对成囊工艺条件进行了优化,对制备的微胶囊进行了表征与缓释性能分析,旨在为牡丹籽活性肽产品的开发与应用提供依据。

1 材料与方法

1.1 实验材料

1.1.1 原料与试剂

牡丹籽,安徽阳光药业有限公司。无水乙醇、氢氧化钠、过氧化氢、水杨酸、 CaCl_2 、三氯乙酸、海藻酸钠、氯化亚铁、胰蛋白酶、DPPH、抗坏血酸、 CuSO_4 , 国药集团化学试剂有限公司; Gly - Gly - Tyr - Arg 四肽, Sigma 公司。

1.1.2 仪器与设备

HH - 6A 数显恒温多头磁力搅拌器, DHG - 9145A 台式鼓风干燥箱, JA2003N 电子天平, L - 550 台式低速离心机, UV752 紫外可见分光光度计, IRPrestige - 21 傅里叶变换红外光谱仪, S - 4800 扫描电子显微镜。

1.2 实验方法

1.2.1 牡丹籽多肽的制备

将干燥后的牡丹籽用粉碎机粉碎后过 0.150 mm(80 目)筛,采用碱提酸沉法制备牡丹籽蛋

白^[10];采用酶法水解牡丹籽蛋白制备牡丹籽多肽^[11]。分别参照文献[12-14]的方法测定其羟自由基、ABTS⁺自由基和 DPPH 自由基的清除能力。

1.2.2 牡丹籽多肽微胶囊的制备

采用锐孔凝固浴法制备牡丹籽多肽微胶囊^[8]。将质量浓度为 5.0 mg/mL 的牡丹籽多肽溶液与一定浓度的海藻酸钠溶液混合,40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴溶解,用 5 mL 注射器吸取 5 mL 牡丹籽多肽与海藻酸钠的混合溶液,滴入 100 mL 一定浓度的 CaCl_2 溶液中,一定温度下恒温固化 30 min,固化结束后抽滤,沉淀置于 45 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱烘干,即为牡丹籽多肽微胶囊。微胶囊起始制备条件为 CaCl_2 质量分数(体系中终质量分数,下同)3.0%、海藻酸钠质量分数(体系中终质量分数,下同)2.0%、反应温度 45 $^{\circ}\text{C}$ 和芯壁比 1:3。

1.2.3 多肽含量测定

标准曲线绘制:用 5% 三氯乙酸溶液分别配制 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 mg/mL 的 Gly - Gly - Tyr - Arg 四肽溶液;然后按照 3:2 比例与双缩脲试剂反应,静置 10 min 后离心,在 540 nm 处测定上清吸光值,以四肽质量浓度(x)为横坐标,以吸光值(y)为纵坐标绘制标准曲线,得到的拟合标准曲线方程为 $y = 0.061x + 0.0031$, $R^2 = 0.9976$ 。

多肽含量测定:取样品按照标准曲线操作步骤测定吸光值,带入标准曲线方程中计算多肽含量。

1.2.4 牡丹籽多肽微胶囊包埋率的测定

将牡丹籽多肽微胶囊加至 10 mL 95% 的乙醇溶液中,置于 100 r/min 的振荡培养箱中振荡洗脱 30 min,按 1.2.3 方法测定溶液中多肽含量。参照文献[15]的方法计算牡丹籽多肽微胶囊的包埋率。

1.2.5 红外光谱分析

分别将 1 mg 牡丹籽多肽和牡丹籽多肽微胶囊与 100 mg KBr 混匀,研磨后压片,采用傅里叶变换红外光谱仪在 4 000 ~ 400 cm^{-1} 扫描分析。

1.2.6 扫描电镜观察

将牡丹籽多肽微胶囊制片、喷金后,采用扫描电子显微镜对微胶囊表面特征进行观察。

1.2.7 牡丹籽多肽微胶囊缓释性能分析

1.2.7.1 人工模拟胃液的配制

参照文献[16],取 16.4 mL 盐酸,加入约 800 mL 蒸馏水,调 pH 至 2.0,并加入 10 g 胃蛋白酶,最后加水定容至 1 L,得人工模拟胃液。

1.2.7.2 人工模拟肠液的配制

参照文献[16],准确称取 6.8 g 磷酸二氢钾,加入 500 mL 蒸馏水溶解,用 0.4% NaOH 溶液调节 pH 至 6.8,再加入 10 g 胰蛋白酶,充分溶解后定容

至 1 L,得人工模拟肠液。

1.2.7.3 牡丹籽多肽微胶囊缓释性能测定

将 100 mg 牡丹籽多肽微胶囊分别加至 100 mL 人工模拟胃液和人工模拟肠液中,并置于恒温振荡培养箱中,在 200 r/min、37℃ 条件下振荡,按 1.2.3 方法每隔 0.5 h 测定人工模拟胃液和人工模拟肠液中牡丹籽多肽含量,参照文献[17]的方法计算牡丹籽多肽在人工模拟胃液及人工模拟肠液中的释放率。

1.2.8 数据整理与统计分析

采用 Office Excel 2010 进行数据整理与作图,采用 Design Expert 8.0 进行响应面设计与回归分析。

2 结果与分析

2.1 牡丹籽多肽抗氧化活性分析

图 1 为 1.0 mg/mL 的牡丹籽多肽对羟自由基、ABTS⁺ 自由基和 DPPH 自由基的清除率。由图 1 可以看出:牡丹籽多肽对 3 种自由基清除率虽低于相同质量浓度的 V_C,但仍具较强的自由基清除能力;其中对羟自由基清除能力相对较好,而对 DPPH 自由基清除能力相对较差。多肽抗氧化活性往往与蛋白酶的种有关,蛋白酶种类不同其制备的多肽的羟自由基、ABTS⁺ 自由基和 DPPH 自由基清除率有所不同^[18]。

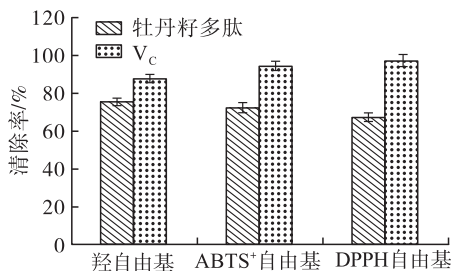


图 1 牡丹籽多肽对不同自由基的清除能力

2.2 牡丹籽多肽微胶囊制备单因素实验

2.2.1 CaCl₂ 质量分数对牡丹籽多肽微胶囊包埋率的影响(见图 2)

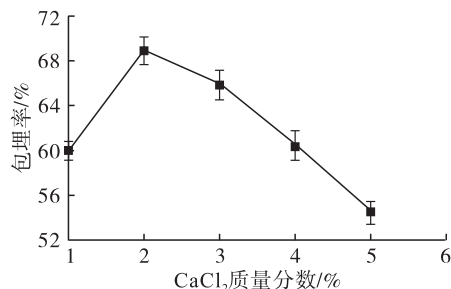


图 2 CaCl₂ 质量分数对牡丹籽多肽微胶囊包埋率的影响

由图 2 可知,随着 CaCl₂ 质量分数不断升高,包埋率呈现先上升后下降的趋势。当 CaCl₂ 质量分数

为 2% 时,包埋率达到最大值;CaCl₂ 质量分数大于 2% 时,包埋率下降。这可能是因为钙离子浓度过高,导致交联形成的凝胶胶囊壁不均匀,微胶囊在干燥过程中表面发生破裂,当用乙醇洗脱时内部多肽会被冲出微胶囊,从而导致包埋率下降^[19]。

2.2.2 海藻酸钠质量分数对牡丹籽多肽微胶囊包埋率的影响(见图 3)

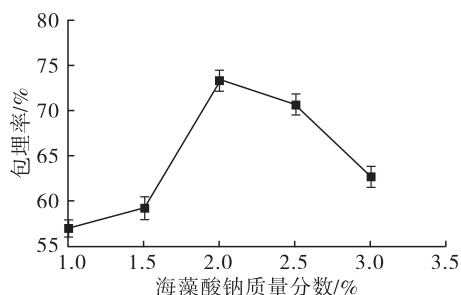


图 3 海藻酸钠质量分数对牡丹籽多肽微胶囊包埋率的影响

由图 3 可知,随着海藻酸钠质量分数的增加,包埋率升高,在海藻酸钠质量分数为 2% 时,包埋率达到最大值,当海藻酸钠质量分数大于 2% 时,包埋率下降。这可能与海藻酸钠的黏度特性有关,当海藻酸钠质量分数增大时,其与多肽的混合溶液的黏度也增大,使得造粒困难,包埋率下降^[20]。因此,选择 2% 的海藻酸钠质量分数较为合适。

2.2.3 芯壁比对牡丹籽多肽微胶囊包埋率的影响(见图 4)

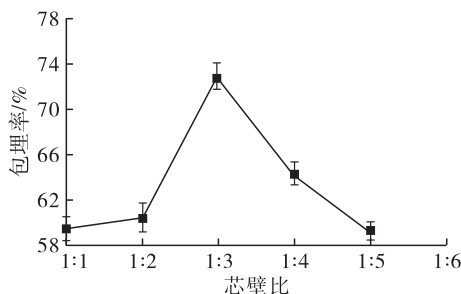


图 4 芯壁比对牡丹籽多肽微胶囊包埋率的影响

由图 4 可知,当芯壁比在 1:1 ~ 1:3 之间时,随着芯壁比的增加,包埋率增加,在芯壁比为 1:3 时包埋率达到最大值,当芯壁比大于 1:3 时包埋率明显下降。

2.2.4 反应温度对牡丹籽多肽微胶囊包埋率的影响(见图 5)

由图 5 可知:随着反应温度不断升高,包埋率增加;当反应温度为 50℃ 时,包埋率达到最大值;随后继续升高反应温度,包埋率下降,这可能是由于过高的反应温度使得海藻酸钠分子过于分散,导致与多肽的混合溶液结合稀疏,包埋率下降^[21]。

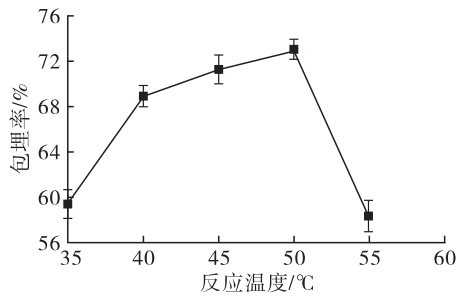


图5 反应温度对牡丹籽多肽微胶囊包埋率的影响

2.3 牡丹籽多肽微胶囊制备响应面实验

为了进一步优化牡丹籽多肽微胶囊制备工艺,以包埋率(Y)为指标,采用四因素三水平响应面设计对 CaCl_2 质量分数(A)、海藻酸钠质量分数(B)、芯壁比(C)和反应温度(D)的水平进行优化,响应面实验设计及结果如表1所示,响应面实验方差分析如表2所示。

表1 响应面实验设计及结果

实验号	A	B	C	D	$Y/\%$
1	-1(1%)	0(2.0%)	0(1:3)	1(55°C)	68.9
2	1(3%)	1(2.5%)	0	0(50°C)	50.3
3	0(2%)	0	0	0	80.1
4	0	1	0	1	53.5
5	-1	0	1(1:4)	0	54.9
6	0	0	0	0	78.5
7	0	0	1	-1(45°C)	56.6
8	1	-1(1.5%)	0	0	63.5
9	1	0	-1(1:2)	0	61.7
10	1	0	0	1	65.8
11	0	0	1	1	59.7
12	0	-1	-1	0	52.3
13	-1	-1	0	0	54.4
14	0	-1	1	0	66.8
15	-1	1	0	0	64.6
16	-1	0	-1	0	62.5
17	-1	0	0	-1	60.9
18	0	0	0	0	79.9
19	0	-1	0	1	66.8
20	0	0	-1	-1	65.8
21	0	-1	0	-1	50.5
22	1	0	0	-1	70.2
23	1	0	1	0	53.2
24	0	0	0	0	84.4
25	0	1	0	-1	55.3
26	0	0	-1	1	53.0
27	0	0	0	0	78.8
28	0	1	1	0	54.3
29	0	1	-1	0	59.1

表2 响应面实验方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	p
模型	2 371.65	14	169.40	6.59	0.000 5
A	0.19	1	0.19	0.01	0.932 6
B	24.65	1	24.65	0.97	0.340 5
C	6.60	1	6.60	0.26	0.617 6
D	0.40	1	0.40	0.02	0.901 4
AB	136.89	1	136.89	5.41	0.035 6
AC	0.20	1	0.20	0.01	0.930 0
AD	38.44	1	38.44	1.52	0.238 2
BC	93.12	1	93.12	3.68	0.075 8
BD	81.90	1	81.90	3.23	0.093 7
CD	23.52	1	23.52	0.93	0.351 5
A^2	432.52	1	432.52	17.08	0.001 0
B^2	1 113.71	1	1 113.71	43.98	<0.000 1
C^2	940.42	1	940.42	37.14	<0.000 1
D^2	485.71	1	485.71	19.18	0.000 6
残差	354.51	14	25.32		
失拟项	332.02	10	33.20	5.90	0.050 9
纯误差	22.49	4	5.62		
总误差	2 726.15	28			

注: $p < 0.01$,表示差异极显著; $p < 0.05$,表示差异显著; $p > 0.05$,表示差异不显著

由表2可知,模型的 p 值小于0.05,说明该模型显著,具有统计学意义。失拟项 p 值大于0.05, $R^2 = 0.921 4$, $R^2_{\text{Adj}} = 0.849 0 > 0.80$,说明模型的拟合度较好,可以用来对牡丹籽多肽微胶囊制备工艺进行初步预测和分析。 CaCl_2 质量分数与海藻酸钠质量分数交互作用对牡丹籽微胶囊制备的影响达显著水平; CaCl_2 质量分数、海藻酸钠质量分数、芯壁比和反应温度的二次项对牡丹籽多肽微胶囊制备的影响达极显著水平。根据模型拟合,得到牡丹籽多肽微胶囊包埋率与 CaCl_2 质量分数、海藻酸钠质量分数、芯壁比以及反应温度的二次多元回归方程: $Y = 80.34 - 0.125A - 1.433B - 0.742C + 0.183D - 8.166A^2 - 5.850AB - 13.103B^2 - 0.225AC - 4.825BC - 12.040C^2 - 3.100AD - 4.525BD + 2.425CD - 8.653D^2$ 。

根据模型优化结果,得到牡丹籽多肽微胶囊制备的最佳条件为反应温度52.2°C、 CaCl_2 质量分数2.21%、海藻酸钠质量分数1.84%、芯壁比1:2.98,在此条件下其理论预测包埋率为80.38%。为了方便微胶囊的制备,将最佳条件修正为 CaCl_2 质量分数2.20%、海藻酸钠质量分数1.80%、芯壁比1:3和反应温度52°C,在此条件下进行3次验证实验,得到平均包埋率为83.17%,与模型预测值接近,说明该模型具有可靠性。

2.4 牡丹籽多肽微胶囊的红外光谱分析(见图6)

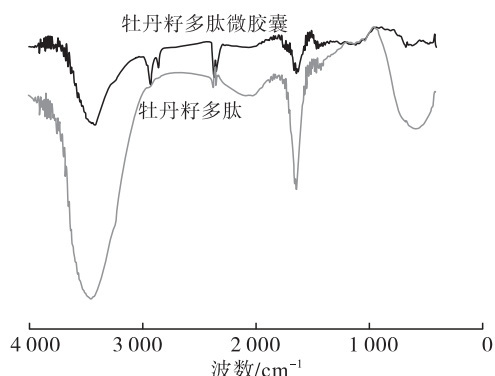


图6 牡丹籽多肽微胶囊的红外光谱

由图6可知,牡丹籽多肽和牡丹籽多肽微胶囊有3处共同的吸收峰,且牡丹籽多肽微胶囊的吸收峰发生了一定的红移。其中:在 3385.15 cm^{-1} 处是由N—H伸缩振动引起的特征峰^[22];在 2328.8 cm^{-1} 处是由甲基的C—H伸缩振动引起的吸收峰^[23-24];在 1622.23 cm^{-1} 附近出现的蛋白质酰胺I带吸收峰,是由C=O伸缩振动和N—H弯曲振动所引起^[25];另外,牡丹籽多肽微胶囊在 927.22 cm^{-1} 的吸收峰是海藻酸钠官能团的吸收峰。牡丹籽多肽微胶囊吸收峰的强度明显低于牡丹籽多肽,可能是由于牡丹籽多肽被包裹于微胶囊内部,导致其吸收峰强度减弱^[26]。

2.5 牡丹籽多肽微胶囊的扫描电镜分析(见图7)

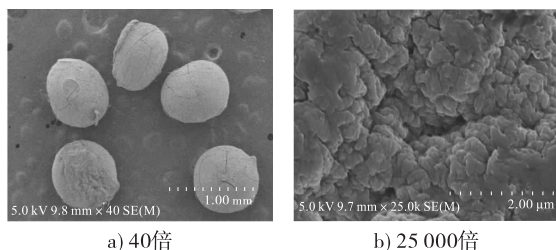


图7 牡丹籽多肽微胶囊的扫描电镜观察图

由图7a可以看出,牡丹籽多肽微胶囊的直径约为 0.7 mm ,其表面有明显的凹陷和裂痕,凹陷可能是微胶囊颗粒之间相互挤压碰撞产生的,裂痕可能是在干燥过程中表面的水分蒸发过快出现裂纹所致。在 25000 倍扫描电镜下对微胶囊的表面形态进行观察(图7b)可看出,牡丹籽多肽微胶囊表面较为粗糙,结合得不够紧实,且有褶皱。牡丹籽多肽微胶囊表面出现褶皱可能是与壁材的碳水化合物含量有关,也可能是壁材进行固化时的温度较高,在冷却时出现了褶皱^[27]。

2.6 牡丹籽多肽微胶囊缓释性能

图8、图9分别为牡丹籽多肽微胶囊在人工模拟胃液及人工模拟肠液中的释放情况。

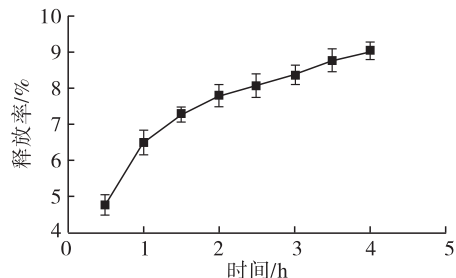


图8 牡丹籽多肽微胶囊在人工模拟胃液的释放情况

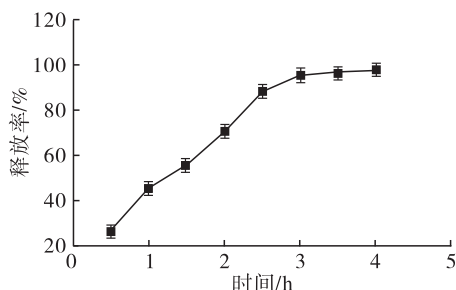


图9 牡丹籽多肽微胶囊在人工模拟肠液的释放情况

由图8可知,牡丹籽多肽微胶囊在人工模拟胃液中 4 h 的释放率仅为 9.10% ,通过观察发现其形态基本呈固体圆球颗粒,未发生明显肿胀和溶解等变化(图10b),说明其在胃液环境中能够稳定存在。由图9可知,牡丹籽多肽微胶囊在人工模拟肠液环境中存在 3 h 时释放率达到了 95.43% ,此时发生了溶胀现象(图10c),其包埋的牡丹籽多肽几乎完全释放。研究表明,海藻酸钠微胶囊在肠液中发生溶胀往往与介质的pH有关,随着pH的增大,海藻酸钠的羧基发生电离,增大了分子之间的静电斥力,破坏了海藻酸钠与 Ca^{2+} 形成的交联结构,从而引起微胶囊的溶胀^[28]。综上,牡丹籽多肽微胶囊在胃液里有很好的稳定性能,在肠液中具有较好的缓释性能。

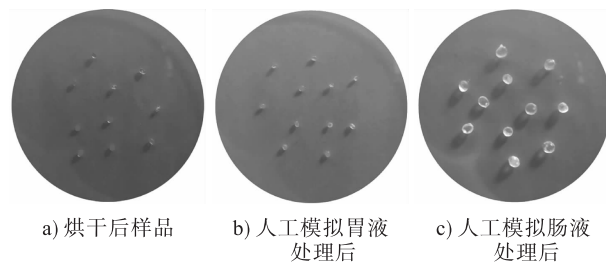


图10 人工模拟胃肠液处理对牡丹籽多肽微胶囊形态的影响

3 结论

对牡丹籽多肽微胶囊的制备条件进行了优化,并对其进行了表征和缓释性能分析。结果表明,牡丹籽多肽具有较强的羟自由基、ABTS⁺自由基和DPPH自由基清除能力。牡丹籽多肽微胶囊制备的最佳条件为 CaCl_2 质量分数 2.20% 、海藻酸钠质量分数 1.80% 、芯壁比 $1:3$ 和反应温度 $52\text{ }^\circ\text{C}$,在此条件下包埋率为 83.17% 。牡丹籽多肽微胶囊在人工

模拟胃液中能够稳定存在,在人工模拟肠液中可以缓慢释放,这可以降低胃液对多肽物质的降解,使牡丹籽多肽能够在肠道中被有效地吸收。

参考文献:

- [1] QIAO H, BI X, ZHANG Y, et al. Enzymic polypeptide antioxidant activity and inhibitory activity on α -glucosidase and α -amylase from *Paeonia ostii* cake[J/OL]. Ind Crop Prod, 2020, 146: 112158 [2021-08-15]. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112158>.
- [2] 陈秋銮,陈雪芹,马倩,等. 酶解法制备牡丹籽 ACE 抑制肽及其稳定性[J]. 食品工业科技,2020,41(19):149-156.
- [3] MITRAGOTRI S, BURKE P A, LANGER R. Overcoming the challenges in administering biopharmaceuticals: formulation and delivery strategies[J]. Nat Rev Drug Dis, 2014, 13(9):655-672.
- [4] SAIHI R K, GOYAL D, GOYAL B. Targeting human islet amyloid polypeptide aggregation and toxicity in type 2 diabetes: an overview of peptide-based inhibitors[J]. Chem Res Toxicol, 2020, 33(11):2719-2738.
- [5] 成静,袁宏丽,莫朝晖,等. 微囊化核桃肽制备及其稳定性研究[J]. 食品工业科技,2014,35(19):235-237,241.
- [6] HUANG H, HUANG C, YIN C, et al. Preparation and characterization of β -cyclodextrin-oregano essential oil microcapsule and its effect on storage behavior of purple yam[J]. J Sci Food Agric, 2020, 100(13):4849-4857.
- [7] LI Y, WU C, WU T, et al. Preparation and characterization of citrus essential oils loaded in chitosan microcapsules by using different emulsifiers[J]. J Food Eng, 2018, 217:108-114.
- [8] 刘晓丽,罗秀梅,张锦砚,等. 锐孔-凝固浴法制备虫白蜡源高级烷醇微囊[J]. 生物化工, 2021, 7(6):95-98.
- [9] 李椿方,袁骥,梁浩,等. 锐孔-凝固浴法制备硫苷粗提物微胶囊的研究[J]. 食品研究与开发,2016,37(6):107-111.
- [10] 宋艳秋. 牡丹籽多肽的提取、功能特性及应用研究[D]. 长沙:长沙理工大学,2015.
- [11] WANG Y Y, WANG C Y, WANG S T, et al. Physicochemical properties and antioxidant activities of tree peony (*Paeonia suffruticosa* Andr.) seed protein hydrolysates obtained with different proteases[J]. Food Chem, 2021, 345:1-12.
- [12] ZHANG Y F, XIU D, ZHUANG Y L. Purification and characterization of novel antioxidant peptides from enzymatic hydrolysates of tilapia (*Oreochromis niloticus*) skin gelatin[J]. Peptides, 2012, 38(1):13-21.
- [13] XU Y Q, NIU X J, LIU N Y, et al. Characterization, antioxidant and hypoglycemic activities of degraded polysaccharides from blackcurrant (*Ribes nigrum* L.) fruits[J]. Food Chem, 2018, 243:26-35.
- [14] WU H C, CHEN H M, SHIAU C Y. Free amino acids and peptides as related to antioxidant properties in protein hydrolysates of mackerel (*Scomber austriasicus*) [J]. Food Res Int, 2003, 36(9):949-957.
- [15] 徐玥,张存劳,李思萌. 牡丹籽油微囊的制备与表征研究[J]. 中国油脂,2019,44(9):12-15.
- [16] 黄进宝,唐冬,刘香菊,等. 茶籽油微胶囊的制备及其产品特性研究[J]. 中国粮油学报,2021,36(4):82-89.
- [17] ZHENG H, CHOI J, SEONG G, et al. Preparation, characterization and health benefit functions of unripe apple polyphenols-chitooligosaccharides microcapsule[J]. Transac Chin Soc Agric Eng, 2020, 36(14):281-289.
- [18] 陈晓菲,蔡建红,刘晓燕,等. 油用牡丹籽蛋白质的制备及理化性质研究[J]. 实用药物与临床,2020,23(3):257-260.
- [19] 邓伟. 离子交联剂对海藻酸盐/壳多糖微胶囊稳定性和扩散性能影响的研究[D]. 西安:西北大学,2014.
- [20] 刘峰. 海藻酸钠流变学特性对环孢素载药微球性能的影响[D]. 西安:西北大学,2012.
- [21] 赵婕,王明力,汤翠,等. 基于复合壁材的薏米糠油微胶囊制备及热稳定性研究[J]. 中国油脂,2018,43(3):70-74.
- [22] 柯泉,胡晓,杨贤庆,等. 罗非鱼皮胶原蛋白肽-锌整合物的制备及结构表征与体外消化分析[J]. 食品与发酵工业,2021,47(14):38-44.
- [23] CHATTERJEE S, JUDEH Z M A. Encapsulation of fish oil with N-stearoyl O-butylglyceryl chitosan using membrane and ultrasonic emulsification processes[J]. Carbohydr Polym, 2015, 123(6):432-442.
- [24] NARA M, MORII H, TANOKURA M. Coordination to divalent cations by calcium binding proteins studied by FTIR spectroscopy[J]. BBA - Biomembranes, 2013, 1828(10):2319-2327.
- [25] CHEN M, JI H, ZHANG Z, et al. A novel calcium-chelating peptide purified from *Auxis thazard* protien hydrolysate and its binding properties with calcium[J]. J Funct Foods, 2019, 60:1-8.
- [26] 丁俭,隋晓楠,王婧,等. 超声处理大豆分离蛋白与壳聚糖复合物对 O/W 型乳液稳定性的影响[J]. 食品科学,2018,39(13):74-80.
- [27] 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]. Food Biosci, 2021, 41(4):1-8.
- [28] ROMO I, ABUGOCH L, TAPIA C. Soluble complexes between chenopodins and alginate/chitosan: intermolecular interactions and structural-physicochemical properties[J]. Carbohydr Polym, 2020, 227:115334-115345.