

金枪鱼油微胶囊的复合凝聚法制备工艺及其理化性质

汤夕瑶¹, 禰俊勇¹, 夏秋瑜^{1,2,3}, 李晶莹¹, 孙钦秀^{1,2,3}, 魏帅^{1,2,3}, 郝记明^{1,2,3}, 吉宏武^{1,2,3}, 刘书成^{1,2,3}

- (1. 广东海洋大学 食品科技学院, 广东省水产品加工与安全重点实验室, 广东省海洋食品工程技术研发中心, 广东省海洋生物制品工程重点实验室, 水产品深加工广东普通高校重点实验室, 广东 湛江 524088;
2. 大连工业大学 海洋食品精深加工关键技术省部共建协同创新中心, 辽宁 大连 116034;
3. 南方海洋科学与工程广东省实验室(湛江), 广东 湛江 524025)

摘要:为提高金枪鱼油的稳定性,以明胶-六偏磷酸钠为壁材,通过复合凝聚法包埋金枪鱼油制备金枪鱼油微胶囊。采用单因素实验筛选了适宜的鱼油抗氧化剂和微胶囊明胶壁材,并优化了鱼油 O/W 乳液的均质条件、复合凝聚发生和微胶囊形成的适宜 pH 及恒温搅拌机转速;在优化的条件下,分析所制备微胶囊的微观形态、氧化稳定性、包埋特性和粉体性质。结果表明,复合凝聚法制备金枪鱼油微胶囊的适宜条件为:在金枪鱼油中添加 0.04% 维生素 E,采用 99% 生物技术级明胶,在均质速度 25 000 r/min、乳化时间 35 min 下制备金枪鱼油 O/W 乳液,并在恒温搅拌机转速 800 r/min、pH 4.46 下发生复合凝聚,在此条件下制备的金枪鱼油微胶囊形态呈椭圆形或纺锤形,大小较均匀,平均粒径为 20.23 μm ,氧化诱导时间为 21.65 h,包埋率为 97.70%,封装效率为 95.16%,休止角为 42.15°,溶解度为 61.67%,在模拟胃液与模拟肠液中的缓释性能分别为 71.36% 与 38.11%。综上,以明胶-六偏磷酸钠复合凝聚层为壁材制备的金枪鱼油微胶囊呈现较好的感官特性、包埋特性和粉体性质,氧化稳定性显著提高。

关键词:金枪鱼油; $\omega-3$ 多不饱和脂肪酸;复合凝聚法;微胶囊;氧化稳定性;包埋特性

中图分类号:TS225.2;TS222+.3 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2022)11-0103-07

Preparation and physicochemical properties of tuna oil microcapsules using complex coacervation

TANG Xiyao¹, XUAN Junyong¹, XIA Qiuyu^{1,2,3}, LI Jingying¹, SUN Qinxiu^{1,2,3}, WEI Shuai^{1,2,3}, HAO Jiming^{1,2,3}, JI Hongwu^{1,2,3}, LIU Shucheng^{1,2,3}

- (1. Key Laboratory of Advanced Processing of Aquatic Product of Guangdong Higher Education Institution, Guangdong Province Engineering Laboratory for Marine Biological Products, Guangdong Provincial Engineering Technology Research Center of Seafood, Guangdong Provincial Key Laboratory of Aquatic Product Processing and Safety, College of Food Science and Technology, Guangdong Ocean University, Zhanjiang 524088, Guangdong, China; 2. Collaborative Innovation Center for Key Technologies of Marine Food Deep Processing, Dalian Polytechnic University, Dalian 116034, Liaoning, China; 3. Guangdong Provincial Laboratory of Southern Marine Science and Engineering (Zhanjiang), Zhanjiang 524025, Guangdong, China)

收稿日期:2021-09-11;修回日期:2022-06-23

基金项目:南方海洋科学与工程广东省实验室(湛江)(ZJW-2019-06);广东海洋大学大学生创新训练项目(S202210566015);广东普通高等学校海洋食品绿色加工技术研究团队(2019KCXTD011)

作者简介:汤夕瑶(2000),女,在读本科,专业为食品科学与工程(E-mail)T522482558@163.com;禰俊勇(1998),男,在读硕士,研究方向为海洋食品加工新技术(E-mail)couragegdou@163.com;汤夕瑶与禰俊勇同为第一作者。

通信作者:夏秋瑜,副研究员,博士(E-mail)qiuyuxia@163.com。

Abstract: In order to improve the stability of tuna oil, the tuna oil was encapsulated to prepare tuna oil microcapsules by complex coacervation with gelatin-sodium hexametaphosphate as wall material. The antioxidant of tuna oil, type of gelatin, homogenization conditions of O/W emulsion, pH and constant temperature mixer speed suitable for generating complex coacervation and forming microcapsules were optimized to prepare tuna oil microcapsules by single factor

experiment. The microscopic morphology, oxidation stability, embedding property and powder property of the microcapsule prepared under the optimal conditions were analyzed. The results showed that the optimal preparation conditions of complex coacervated microcapsules were obtained as follows: adding 0.04% vitamin E in tuna oil, tuna oil O/W emulsion prepared with 99% biotechnological grade gelatin at homogenisation speed 25 000 r/min and emulsification time 35 min, constant temperature mixer speed 800 r/min, and complex coacervation pH 4.46. Under these conditions, the tuna oil microcapsules was oval or fusiform and relative uniform in size and the mean particle size was 20.23 μm . The oxidation induction time, encapsulation rate, encapsulation efficiency, angle of repose and solubility of the microcapsule were 21.65 h, 97.70%, 95.16%, 42.15° and 61.67%, respectively, and the sustained release properties in simulated gastric and intestinal fluids were 71.36% and 38.11%, respectively. In Summary, The tuna oil microcapsules prepared with the gelatin - sodium hexametaphosphate complex condensed layer as the wall material has better sensory property, embedding property and powder property, and its oxidation stability is significantly improved.

Key words: tuna oil; ω -3 polyunsaturated fatty acid; complex coacervation; microcapsule; oxidation stability; embedding property

金枪鱼油(Tuna oil)由于富含 *Omega*-3 多不饱和脂肪酸(ω -3 PUFAs)而具有广泛的健康功效。大量临床研究表明, ω -3 PUFAs,特别是二十碳五烯酸(EPA)和二十二碳六烯酸(DHA)在癌症、阿尔茨海默病、抑郁症^[1]和心血管病等系列疾病的防治方面具有一定功效,并在细胞膜流动性、细胞信号传导、基因表达和二十碳酸代谢等方面发挥着重要作用^[2-3]。但鱼油因含有多个不饱和双键而极其不稳定,即使在室温下也极易氧化,氧化速度是油酸的50倍以上^[4]。氧化后的鱼油不仅营养价值降低,摄入后还会刺激人体产生自由基和过氧化脂质等有害物质^[3,5];并且,即便是极轻微的氧化也会产生人体可察觉的异味^[6],从而严重限制了其在食品配料方面的应用。

市场上食用鱼油通常用软胶囊封装,但软胶囊颗粒较大,鱼腥味较重,影响了消费者的感官体验,此外,软胶囊封装对鱼油的保护效果有限,仍易导致产品氧化程度超标,减少了 ω -3 PUFAs的有效含量^[5]。近年来,复合凝聚微胶囊技术被广泛应用于包埋富含 ω -3 PUFAs的油脂。复合凝聚法是指将芯材分散于两种带相反电荷的壁材中,通过改变体系的pH或温度等,使两种壁材相互作用形成复合物,从而凝聚析出形成微胶囊^[7]。与其他微胶囊技术相比,复合凝聚法生产成本较低,可在环境温度中形成微胶囊,且所生成的微胶囊具有较高有效载荷与包埋效率^[8]。王洪玲等^[9]以壳聚糖与硬脂酸钠的复合凝聚材料作为壁材包封鱼油,王正云等^[10]以大豆分离蛋白和壳聚糖为壁材通过复合凝聚法包埋鱼油,所制备的鱼油微

胶囊氧化稳定性均大幅度提高。但这些研究大多没有实时监测复合凝聚的发生和微胶囊的形成,且关于二者对最终形成的微胶囊形态结构影响的研究较少。因此,本研究以金枪鱼油为原料,以明胶-磷酸盐复合物为壁材,采用复合凝聚法制备金枪鱼油微胶囊,通过光学显微镜等监测复合凝聚的发生和微胶囊的形成过程,优化微胶囊的制备工艺,评估其包埋特性和氧化稳定性,以期为提高鱼油的稳定性提供参考。

1 材料与方法

1.1 实验材料

金枪鱼油,由澳大利亚 Nu-MEGA 公司提供,脂肪酸组成中含 DHA 25.24%、EPA 6.25%、亚麻酸 0.67%、十八碳四烯酸 0.80%、花生四烯酸 0.45%、二十二碳五烯酸 1.41%。明胶 A(药用级)、六偏磷酸钠,上海阿拉丁生化科技股份有限公司生产;维生素 E(97%)、明胶 B(食品级)、明胶 C(99%生物技术级),上海麦克林生化科技有限公司生产;其他试剂均为分析纯。

数显均质乳化器,MS-40 数字置顶式搅拌器, Mettler Toledo pH 计, CYDC-2010 匀速程控恒温槽, CX43 研究级生物显微镜(光学显微镜), Metrohm 743 油脂氧化稳定性测试仪(OSI), 冷冻干燥机, Malvern 激光粒度仪, BOXUN 精密程式烘箱, Multi-Rotator 旋转混匀仪, JIDI-20R 离心机。

1.2 实验方法

1.2.1 抗氧化剂的选择

2 g 金枪鱼油样品中分别加入 0.04% 的维生素 E 与辅酶 Q10,混匀后分别放入 Metrohm 743 油脂氧

化稳定性测试仪中,在加热温度 80 ℃、气流速率 10 L/h 下测定其氧化诱导时间,以不加抗氧化剂组为空白,重复 3 次。根据油样氧化诱导时间的长短,选择抗氧化剂。

1.2.2 金枪鱼油微胶囊的制备工艺

金枪鱼油 O/W 乳液的制备:参考 Wang^[2]、Xia^[11-12] 等方法并作部分修改。按质量比 15:1 分别称取一定量明胶和六偏磷酸钠,分别配制成质量浓度为 8 g/mL(明胶)和 0.53 g/mL(六偏磷酸钠)的溶液。将明胶溶液(在非以明胶种类为变量的实验中,均选择明胶 C)置于 1 200 r/min 下预乳化 5 min,同时按芯壁比 1.35:1 向其中缓慢加入金枪鱼油样品。预乳化结束后将乳液转移至数显均质乳化器中,在 25 000 r/min 下均质乳化一定时间以制备 O/W 乳液,定时取样检测乳液形态特征,直至得到液滴分布均匀、大小一致的乳液。

微胶囊的制备:将金枪鱼油 O/W 乳液转移至连接匀速率控恒温槽的夹层烧杯中,加入六偏磷酸钠溶液和适量的水(< 30 mL),并于一定速率下恒温搅拌。用 1% 磷酸溶液缓慢调节混合液 pH,当观察到混合液中形成的复合凝聚物聚集状态达到最佳时,停止调节 pH,开启匀速率控温系统进行梯度降温和升温,期间观测微胶囊的形成和形态特征,之后对形成微胶囊的溶液进行冷冻干燥,得到固体微胶囊粉末。

1.2.3 金枪鱼油 O/W 乳液微观形态监测

对均质的乳液,每 5 min 取样用光学显微镜观察,记录乳液中油滴的状态。

1.2.4 复合凝聚物形态监测

采用 1% 磷酸溶液调节混合液 pH,至混合液液滴开始出现聚集现象(pH ≈ 4.60)时,在混合液 pH 每下降 0.02 时用光学显微镜观察乳液凝聚情况,从而确定复合凝聚发生及微胶囊开始形成的适宜 pH。

1.2.5 金枪鱼油微胶囊形态观察

控温程序结束后,微胶囊基本成型,运用光学显微镜观察微胶囊的形态特征,分析不同明胶(明胶 A、明胶 B、明胶 C)、不同恒温搅拌机转速(600、700、800 r/min)、不同乳液复合凝聚 pH(4.60、4.50、4.46)等条件对微胶囊形成的影响。主要从以下几个方面对微胶囊形态进行观察判断:微胶囊形态是否完整,对油滴的包埋状况,外壁结构特征,微胶囊颗粒形态特征、内部包裹的油滴状态等。

参考 Xia 等^[11]的方法采用扫描式电子显微镜(SEM)对在最优条件下制备的金枪鱼油微胶囊粉末形态进行检测。

1.2.6 金枪鱼油微胶囊的理化性质与包埋特性分析

1.2.6.1 理化性质

水分含量测定与感官分析:根据 SC/T 3505—2006《鱼油微胶囊》规定,对鱼油微胶囊的水分含量、外观、气味和水中分散性进行评定。

表面油与总油含量测定:参考 Wang 等^[2]的方法,对金枪鱼油微胶囊表面油含量(w_s)与总油含量(w_t)进行测定。

1.2.6.2 包埋特性

按下式计算金枪鱼油微胶囊的包埋率(E_E)和封装效率(Y_E)。

$$E_E = \frac{w_t - w_s}{w_t} \times 100\% \quad (1)$$

$$Y_E = \frac{w_i}{w_t} \times 100\% \quad (2)$$

式中: w_i 为微胶囊的总油含量理论值,根据实验制作金枪鱼油微胶囊时的原料用量计算。

1.2.7 金枪鱼油微胶囊的氧化稳定性分析

将 2 g 空白鱼油样品、2 g 添加抗氧化剂的鱼油样品以及 2 g 微胶囊样品分别置于不同样品管中,置于 Metrohm 743 油脂氧化稳定性测试仪,按 1.2.1 条件测定氧化诱导时间。

1.2.8 金枪鱼油微胶囊的粉体性质分析

休止角:微胶囊的休止角即为粉堆的斜边与水平面的夹角,参考常明等^[13]的方法测定。

溶解度:采用 Bakry 等^[14]的方法对金枪鱼油微胶囊粉体进行溶解度的测定。

缓释性能:采用 Chang 等^[15]的方法测定微胶囊粉体的缓释性能。配制模拟胃液与模拟肠液,并将其置于 4 ℃ 储存。准确称取 3 g 微胶囊于烧杯中,加入 30 mL 配制好的模拟胃液(或模拟肠液),搅拌均匀,在 37 ℃ 中以 100 r/min 磁力搅拌 2 h。收集样品于离心管中,以 1:1(体积比)的比例加入正己烷,用旋转混匀仪混匀 30 min,然后以 8 000 r/min 离心 10 min,吸取上清液旋蒸转发,计算释放油样的质量,最终用质量法测定金枪鱼油微胶囊的缓释性能。

2 结果与分析

2.1 金枪鱼油抗氧化剂的选择

为了延缓鱼油在微胶囊制备过程中的氧化变质,按 1.2.1 方法比较了辅酶 Q10 和维生素 E 对金枪鱼油的抗氧化效果。结果表明:添加 0.04% 辅酶 Q10 后的金枪鱼油氧化诱导时间为(1.95 ± 0.04)h,与空白组的(1.91 ± 0.12)h 相比差异不显著($p > 0.05$);而添加 0.04% 维生素 E 后的金枪鱼油氧化

诱导时间为 (2.64 ± 0.06) h,与空白组的相比具有显著差异($p < 0.05$)。因此,本实验选择添加 0.04% 维生素 E 来预防金枪鱼油在制备微胶囊过程中的氧化变质。

2.2 乳化条件对金枪鱼油 O/W 乳液乳化效果

使用数显均质乳化器对金枪鱼油 O/W 乳液进行乳化,在 25 000 r/min 下每 5 min 取样,在显微镜下观察油滴大小,结果如图 1 所示。由图 1 可知,随着乳化时间的延长,乳液油滴的粒径减小且大小趋于均匀。

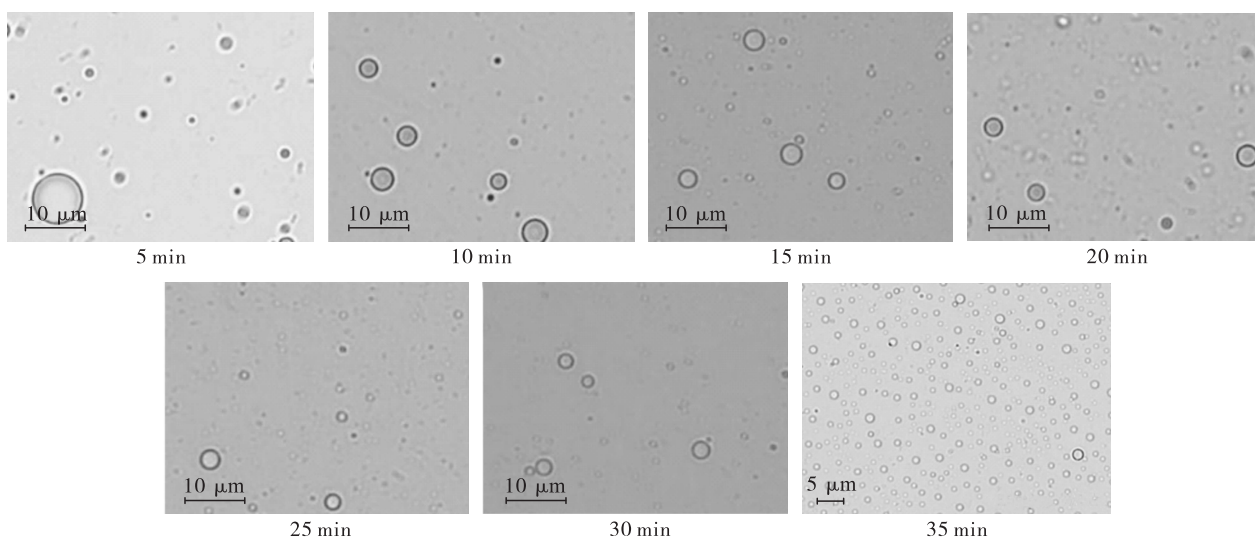


图 1 25 000 r/min 下不同乳化时间对金枪鱼油 O/W 乳化效果的影响

2.3 不同条件下形成的金枪鱼油微胶囊的形态

按 1.2.5 方法探究明胶种类、复合凝聚 pH、恒温搅拌期间的搅拌机转速对微胶囊形态的影响。

2.3.1 明胶种类对微胶囊形态的影响

本实验以搅拌机转速 800 r/min、复合凝聚 pH 4.46、O/W 乳液乳化条件(均质速度 25 000 r/min, 乳化时间 35 min)为固定条件,选择了明胶 A、明胶 B、明胶 C 作为实验变量。3 种不同明胶种类下所形成的微胶囊形态如图 2 所示。由图 2 可知:明胶

采用 Malvern 粒度仪检测其粒度和分散系数,结果表明,在 25 000 r/min、35 min 乳化条件下所得金枪鱼油乳液的粒径基本分布在 9.78 μm 以下,平均粒径为 7.90 μm ,分散系数为 6.66。说明在该乳化条件下所得乳液粒度较均匀,颗粒较小,为之后形成形态均匀、性质稳定的微胶囊奠定了良好基础^[16]。故选择金枪鱼油 O/W 乳液的适宜乳化条件为均质速度 25 000 r/min、乳化时间 35 min。

A 所形成的微胶囊粒径大于 100 μm ,形态不规则、边界平滑,外壳结构不明显,无法分辨内部油滴结构;明胶 B 所形成的微胶囊粒径约 50 μm ,形态偏向纺锤形、边界不平滑,外壳结构较明显,内部油滴结构较密集;明胶 C 所形成的微胶囊粒径小于 30 μm ,形态偏向纺锤形、边界不平滑,外壳结构较明显,内部油滴结构明显。经对比,明胶 A 制备微胶囊效果最差,明胶 C 效果最优。

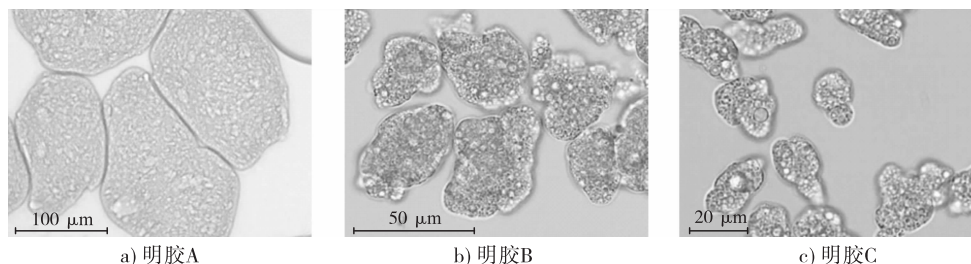


图 2 不同明胶种类下所形成微胶囊形态

2.3.2 复合凝聚 pH 对微胶囊形态的影响

本实验以搅拌机转速 700 r/min、明胶 C、O/W 乳液乳化条件(均质速度 25 000 r/min, 乳化时间 35 min)为固定条件,选择了 3 种复合凝聚 pH

(4.60、4.50 和 4.46) 作为实验变量。3 种复合凝聚 pH 下所形成的微胶囊形态如图 3 所示。由图 3 可知:复合凝聚 pH 较大(即乳液复合凝聚程度较小时),所形成的微胶囊结构较扁平、无立体感,形

状偏圆,较难分辨内部油滴结构;而复合凝聚 pH 较小时,所形成的微胶囊结构立体,边界清晰,粒径相对较小,形状偏椭圆或纺锤形,内部油滴结构相对清晰。这可能与不同复合凝聚 pH 下金枪鱼油 O/W 乳液的复合凝聚情况不同有关,在复合凝聚 pH 小于或等于 4.60 时,乳液颗粒开始发生凝聚现象,且

随着 pH 的下降,乳液的复合凝聚物密度增大,凝聚现象越来越明显。当 pH 为 4.46 时,液滴聚集形态均匀,边界清晰,乳液复合凝聚物密度最大。而当 pH 继续下降至 4.40 时,原本的凝聚形态散开,边界模糊(见图 4)。由此可见,最优的复合凝聚 pH 选择 4.46。

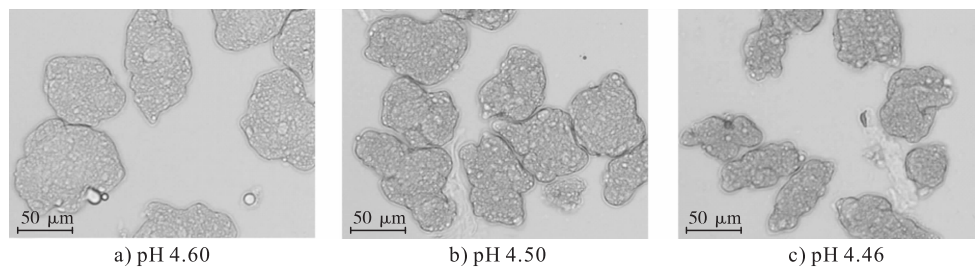


图 3 不同复合凝聚 pH 下所形成的微胶囊形态

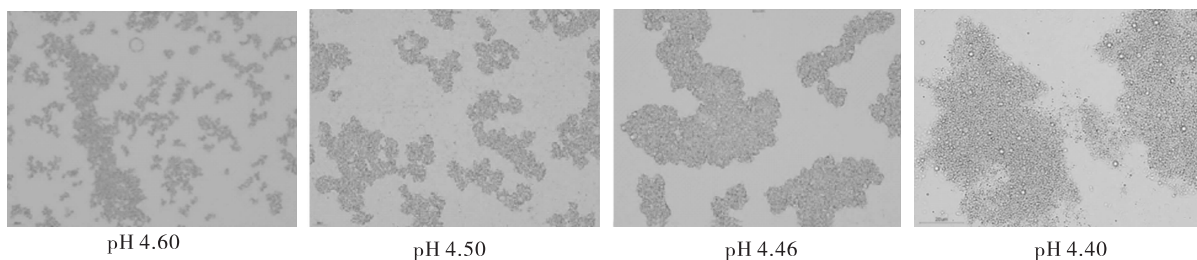


图 4 不同复合凝聚 pH 下金枪鱼油乳液的凝聚情况

2.3.3 搅拌机转速对微胶囊形态的影响

本实验以复合凝聚 pH 4.46、明胶 C、O/W 乳液乳化条件(均质速度 25 000 r/min,乳化时间 35 min)为固定条件,选择了 3 种搅拌机转速(600、700 r/min 和 800 r/min)作为实验变量。不同搅拌机转速下所形成的微胶囊形态如图 5 所示。由图 5 可知:搅拌机转速为 600 r/min 时形成的微胶囊的粒径基本大于 100 μm,颗粒之间形态

差异较大,大小不均匀;搅拌机转速为 700 r/min 时形成的微胶囊的粒径大于 50 μm,颗粒大小较均匀,但形态差异较大,呈圆形或呈纺锤形;搅拌机转速为 800 r/min 时形成的微胶囊的粒径基本小于 50 μm,且颗粒均匀,统一呈纺锤形或椭圆形。由此可见,搅拌机转速越大,所形成的微胶囊颗粒粒径越小,当搅拌机转速为 800 r/min 时所得微胶囊形态较优。

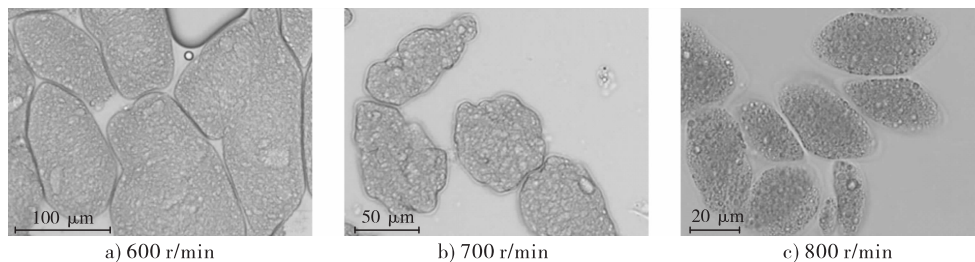


图 5 不同搅拌机转速下所形成的微胶囊形态

综上所述,确定金枪鱼油微胶囊制备的最优条件:在金枪鱼油中添加 0.04% 维生素 E, O/W 乳液乳化均质速度 25 000 r/min、乳化时间 35 min,乳液复合凝聚 pH 4.46、搅拌机转速 800 r/min,使用明胶 C。

2.4 金枪鱼油微胶囊微观形态特征

对最优条件下制得的金枪鱼油微胶囊粉末使

用扫描式电子显微镜进行镜检,结果见图 6。由图 6 可知:金枪鱼油微胶囊整体形态呈椭圆形或纺锤形、大小较为均匀,外壳结构与内部油滴结构清晰可见,无外壳破裂现象,内部油滴包埋效果良好。经 Malvern 激光粒度仪检测得出,金枪鱼油微胶囊粒径基本分布在 31.54 μm 以下,平均粒径为

20.23 μm , 分散系数为 1.04, 该结果与 Yu 等^[17]的结论相符。

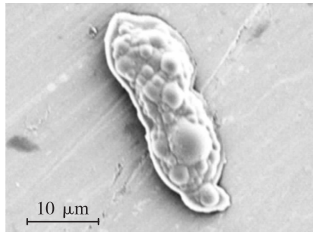


图6 金枪鱼油微胶囊的微观形态(电镜图)

2.5 金枪鱼油微胶囊性质

2.5.1 金枪鱼油微胶囊的理化性质与包埋特性

本实验所得金枪鱼油微胶囊成品呈粉末状, 颗粒均匀, 色泽一致, 无杂质、霉变, 微有鱼腥味, 无酸败等异味, 与水混合能形成乳状液均匀分散于水中, 符合 SC/T 3505—2006 评定标准。所得金枪鱼油微胶囊的理化性质和包埋特性如表1所示。

表1 金枪鱼油微胶囊的理化性质与包埋特性

项目	指标/%
水分含量	3.71 ± 0.41
表面油含量	1.25 ± 0.37
总油含量	54.68 ± 0.38
包埋率	97.70 ± 0.69
封装效率	95.16 ± 0.67

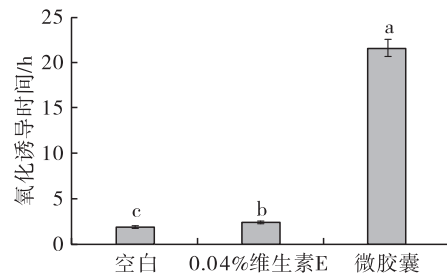
SC/T 3505—2006 规定, 鱼油微胶囊水分含量小于或等于 5%, Charles 等^[18]研究表明金枪鱼油微胶囊干粉食品的最大水分含量极限值为 4%, 而本实验样品水分含量为 (3.71 ± 0.41)% (见表1), 符合水分含量标准, 具有作为干粉食品的潜力。

包埋率反映了粉末颗粒表面游离油的存在, 而封装效率用于评估不同壁材封装核心材料的潜力。另外, 封装效率还反映了封装在冷冻干燥微胶囊壁材基质中的金枪鱼油的量, 这对于鱼油的稳定和长期保存至关重要。由表1可看出, 制得的金枪鱼油微胶囊具有低的表面油含量, 包埋率为 (97.70 ± 0.69)%, 封装效率为 (95.16 ± 0.67)%, 表明大多数的金枪鱼油被有效包埋于微胶囊中。Wang 等^[19]采用复合凝聚法对凤尾鱼油进行微胶囊化, 所制得的鱼油微胶囊包埋率达到 99%。由此可知, 鱼油可通过复合凝聚微胶囊技术被稳定在微胶囊结构中。

2.5.2 金枪鱼油微胶囊的氧化稳定性

空白金枪鱼油、添加抗氧化剂的金枪鱼油与成品金枪鱼油微胶囊的氧化稳定性测定结果如图7所示。由图7可见, 金枪鱼油微胶囊的氧化诱导时间为 21.65 h, 远大于金枪鱼油和添加抗氧化剂金枪鱼油的 ($p < 0.05$), 证明微胶囊技术可很大程度地提高

鱼油的氧化稳定性, 该结果与 Wang 等^[20]的研究结果大致相似。



注: 不同字母表示组间差异显著 ($p < 0.05$)

图7 金枪鱼油微胶囊包埋前后氧化稳定性的变化

2.5.3 金枪鱼油微胶囊的粉体性质

休止角可衡量微胶囊粉体的流动性^[13], 当休止角小于 45°时, 产品具有较好流动性。本研究所得金枪鱼油微胶囊粉体休止角为 (42.15 ± 5.44)°, 说明所制备的金枪鱼油微胶囊粉末具有较好流动性。在食品工业中, 溶解度是决定最终产品质量和使用的重要因素^[14]。鱼油及其 $\omega - 3$ PUFAs 水溶性极差^[21], 而微胶囊化是解决其溶解度低的高效方法。本产品溶解度为 (61.67 ± 0.44)%, 呈现良好的溶解特性。金枪鱼油微胶囊的缓释性能体现了人体吸收多不饱和脂肪酸的能力。本产品模拟胃液与模拟肠液中的缓释性能分别为 (71.36 ± 0.27)% 与 (38.11 ± 1.64)%, 呈现良好的缓释性能。

3 结论

对复合凝聚法制备金枪鱼油微胶囊工艺条件进行优化, 得到制备微胶囊的最优条件为在金枪鱼油中添加 0.04% 维生素 E, 金枪鱼油 O/W 乳液乳化均质速度 25 000 r/min、乳化时间 35 min, 乳液复合凝聚 pH 4.46, 使用 99% 生物技术级明胶与六偏磷酸钠为复合壁材, 恒温搅拌机转速 800 r/min, 该条件下制备的微胶囊整体形态呈椭圆或纺锤形, 大小较均匀, 平均粒径为 20.23 μm , 水分含量为 3.71%。该微胶囊包埋特性良好, 包埋率为 97.70%, 封装效率为 95.16%, 氧化诱导时间为 21.65 h, 与未被包埋的金枪鱼油相比, 氧化稳定性明显提高。另外, 经测定, 本次实验所得金枪鱼油微胶囊粉体样品的休止角为 42.15°, 溶解度为 61.67%, 在模拟胃液与模拟肠液中的缓释性能分别为 71.36% 与 38.11%, 各项粉体性质指标皆呈现良好。未来可以继续根据微胶囊的具体用途优化制备条件, 以进一步提高微胶囊的理化性能和实际应用效果。

参考文献:

- [1] 王昊印, 张才, 张永平, 等. DHA 和 EPA 对慢性应激诱导大鼠抑郁样行为和杏仁核相关基因表达影响比较[J].

- 广东海洋大学学报,2018,38(4):50-56.
- [2] WANG B, ADHIKARI B, BARROW C J. Optimisation of the microencapsulation of tuna oil in gelatin - sodium hexametaphosphate using complex coacervation[J]. Food Chem, 2014, 158:358-365.
- [3] ARAB-TEHRANY E, JACQUOT M, GALANI C, et al. Beneficial effects and oxidative stability of *omega*-3 long-chain polyunsaturated fatty acids[J]. Trends Food Sci Technol, 2012, 25(1):24-33.
- [4] FRANKEL E N. Lipid oxidation[J]. Prog Lipid Res, 1980, 19:1-22.
- [5] ALBERT B B, DERRAIK J, CAMERON-SMITH D, et al. Fish oil supplements in New Zealand are highly oxidised and do not meet label content of *n*-3 PUFA[J/OL]. Sci Rep, 2015, 5:7928[2021-09-01]. <https://doi.org/10.1038/srep07928>.
- [6] BARROW C J, NOLAN C, JIN Y. Stabilization of highly unsaturated fatty acids and delivery into foods[J]. Lipid Technol, 2010, 19(5):108-111.
- [7] 李志强,任彦荣.微胶囊技术及其应用研究进展[J].化学推进剂与高分子材料,2004(6):19-23,31.
- [8] YPT A, TOA B, NKB C, et al. Complex coacervation; principles, mechanisms and applications in microencapsulation[J]. Int J Biol Macromol, 2019, 121:1276-1286.
- [9] 王洪玲,刘长霞,郭晶兰,等.单凝聚法制备壳聚糖硬脂酸盐为壁材的鱼油微胶囊[J].中国油脂,2021,46(11):26-30.
- [10] 王正云,展跃平,钟川,等.复凝聚法青鱼内脏鱼油微胶囊的制备及其性能研究[J].食品工业科技,2020,41(23):155-161.
- [11] XIA Q Y, WANG B, AKANBI T O, et al. Microencapsulation of lipase produced *omega*-3 concentrates resulted in complex coacervates with unexpectedly high oxidative stability[J]. J Funct Foods, 2017, 35:499-506.
- [12] XIA Q Y, AKANBI T O, WANG B, et al. Investigation of enhanced oxidation stability of microencapsulated enzymatically produced tuna oil concentrates using complex coacervation[J]. Food Funct, 2020, 11:10748-10757.
- [13] 常明,郭怡雯,向殷丰,等.沙棘籽油微胶囊品质评价及应用研究[J].中国油脂,2020,45(11):133-137.
- [14] BAKRY A M, HUANG J, ZHAI Y, et al. Myofibrillar protein with κ - or λ -carrageenans as novel shell materials for microencapsulation of tuna oil through complex coacervation[J]. Food Hydrocolloid, 2019, 96:43-53.
- [15] CHANG C, NICKERSON M T. Stability and in vitro release behaviour of encapsulated *omega* fatty acid-rich oils in lentil protein isolate-based microcapsules[J]. Int J Food Sci Nutr, 2018, 69(1):12-23.
- [16] 陈艾霖,刘璐,宋春勇,等.热处理对罗非鱼分离蛋白乳液稳定性的影响[J].广东海洋大学学报,2021,41(5):94-100.
- [17] YU F Q H, XYE C H, ZHANG Z B. Mechanical characterization of fish oil microcapsules by a micromanipulation technique[J/OL]. LWT - Food Sci Technol, 2021, 144(1):111194[2021-09-01]. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111194>.
- [18] CHARLES A L, ABDILLAH A A, SARASWATI Y R, et al. Characterization of freeze-dried microencapsulation tuna fish oil with arrowroot starch and maltodextrin[J/OL]. Food Hydrocolloid, 2021, 112:106281[2021-09-01]. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106281>.
- [19] WANG B, ADHIKARI B, MATHESH M, et al. Anchovy oil microcapsule powders prepared using two-step complex coacervation between gelatin and sodium hexametaphosphate followed by spray drying[J]. Powder Technol, 2019, 358:68-78.
- [20] WANG B, ADHIKARI B, BARROW C J. Highly stable spray dried tuna oil powders encapsulated in double shells of whey protein isolate-agar gum and gellan gum complex coacervates[J]. Powder Technol, 2019, 358:79-86.
- [21] VISHNU K V, AIEESHKUMAR K K, KUMAR L, et al. Encapsulation and protection of *omega*-3-rich fish oils using food-grade delivery systems[J/OL]. Foods, 2021, 10(7):1566[2021-09-01]. <https://doi.org/10.3390/foods10071566>.