

山葡萄籽油微胶囊的生产工艺研究

刘玉兵^{1,2}, 肖志刚¹

(1. 东北农业大学 食品学院, 黑龙江 哈尔滨 150030; 2. 黑龙江农业经济职业学院, 黑龙江 牡丹江 157041)

摘要:以山葡萄籽、阿拉伯胶、麦芽糊精、蔗糖脂肪酸酯、蒸馏单甘脂、蛋白 NC、碳水化合物 MA、单甘脂、蔗糖酯、吐温-80、吐温-60 和司盘-80 为试验材料, 采用正交试验方法, 对山葡萄籽油微胶囊的生产工艺进行了研究。确定了山葡萄籽油微胶囊的生产配方: 乳化剂由单甘脂和蔗糖酯复配, HBL 值为 14, 添加量为 1%, 壁材为阿拉伯胶和麦芽糊精混合物, 比例为 1:3, 稳定剂由 0.25% 海藻酸钠与 0.05% 黄原胶组合而成, 溶液浓度为 20%。同时也确定在进料速度为 35 mL·min⁻¹、进料温度为 60℃、出料温度为 80℃的条件下, 产品的微胶囊率最高。

关键词:山葡萄籽油; 微胶囊化效率; 乳化剂; 壁材比

中图分类号:TS225.19

文献标识码:A

文章编号:1002-2767(2011)04-0089-04

山葡萄籽是山葡萄酿酒后残留的废弃物, 籽中含油脂 14%~17%, 其中亚油酸含量在 64% 以上, 具有极高的营养价值, 采用超临界萃取法生产葡萄籽油, 可得到具有收率高、无溶剂残留、澄清、透明、无异味等特点的产品。葡萄籽油经微胶囊化处理后变成了固体粉末状, 使产品性质更为稳定、取用更加方便, 成为流动性好且营养价值高的优质食品原料, 以便将其开发成多种改善心脑血管疾病及慢性营养缺乏症的保健食品^[1-3]。

1 材料与方 法

1.1 材 料

供试材料有: 山葡萄籽、阿拉伯胶、麦芽糊精、蔗糖脂肪酸酯、蒸馏单甘脂、蛋白 NC、碳水化合物 MA、单甘脂、蔗糖酯、吐温-80、吐温-60 和司盘-80。

1.2 主要仪器设备

主要仪器设备有分析天平、电磁搅拌器、恒温水浴锅、干燥箱、722 分光光度计、普通光学显微镜、离心机、XF-喷雾干燥塔、CGJB60-70 高压均质机和超临界萃取装置。

1.3 生 产 工 艺

1.3.1 山葡萄籽油的萃取与精炼工艺

山葡萄籽→烘干→破碎→超临界萃取→减压分离→原油→精炼→精制山葡萄籽油→碱炼→水

化→脱色→过滤→脱臭→配料→混合→均质→
↑ ↑ ↑
NaOH 软水 活性白土

喷雾干燥→过筛→微胶囊产品→检测。

1.3.2 操作要点 试验涉及的各种比例均为质量比。以经过烘干、破碎、CO₂ 超临界萃取工艺制得的山葡萄籽油为原料生产微胶囊, 每次配料总量为 1 000 g, 料液浓度 20% (壁材和芯材总量为 200 g), 乳化剂用量为总料液的 0.5% (5 g)。首先在烧杯中加入适量水, 并加热至一定温度, 然后按各研究内容称取原料, 先加入乳化剂, 待其溶解后再加入壁材, 壁材溶解后加入山葡萄籽油, 最后加水定量至 1 000 g, 搅拌均匀^[4]。将混合料液在 55℃、30 MPa 的压力下均质 1 次。混合液进行喷雾干燥, 进风温度为 170℃, 出风温度为 70℃, 离心机转速 10 000 r·min⁻¹, 喷雾压力 190 kPa。喷雾干燥的产品过 80 目筛, 可得均匀的粉状微胶囊产品。产品色泽乳白, 无异味, 略带清香, 颗粒细小, 具有一定的流动性。

1.4 方 法

1.4.1 微胶囊化效果的评定 微胶囊化效率=(产品中山葡萄籽油含量-产品表面山葡萄籽油含量)/加入产品中的芯材(山葡萄籽油)总量^[5]。

1.4.2 乳化剂稳定性测定 乳化稳定性值=上层浮油值+底部清液值, 乳化稳定性值越小, 乳化稳定性越好^[6]。

1.4.3 HBL 值的计算 衡量乳化剂乳化能力的关键指标是乳化剂亲水疏水平衡值(HBL 值)^[7]。
$$HBL_{AB} = [(HBL_A)W_A + (HBL_B)W_B] / [W_B(W_A + W_B)]$$

收稿日期: 2011-01-13

第一作者简介: 刘玉兵(1982-), 女, 吉林省洮南市人, 在读硕士, 讲师, 从事农产品加工与贮藏方面研究。E-mail: liuyubing299@163.com。

通讯作者: 肖志刚(1972-), 男, 黑龙江省庆安县人, 博士, 教授, 从事农产品加工方面的研究。E-mail: zhigangx@sina.com。

2 研究内容

2.1 乳化剂工艺条件研究

山葡萄籽油作为芯材属于非极性化合物,不溶于水。为了使葡萄籽油与水溶性壁材混合均匀,乳化剂的使用必不可少。乳化剂是乳浊液的稳定剂,是一类表面活性剂,其作用在于当它分散在分散质的表面时,形成薄膜或双电层,可使分散相带有电荷,这样就能阻止分散相的小液滴互相凝结,使形成的乳浊液比较稳定。

2.1.1 最佳 HBL 值确定 选择吐温-80、吐温-60、司盘-80、单甘酯和蔗糖酯 5 种乳化剂配置 HBL 值在 8~15 的乳化液,乳化剂用量为 0.5%。采用阿拉伯胶为壁材制得乳化液,利用超声波法确定其最佳 HBL 值在 13~14。由图 1 可得出随着乳化剂的 HBL 值的增加,乳化液的稳定性先高后低,在 14 时稳定的性能最好,因此确定该试验的 HBL 值为 14。

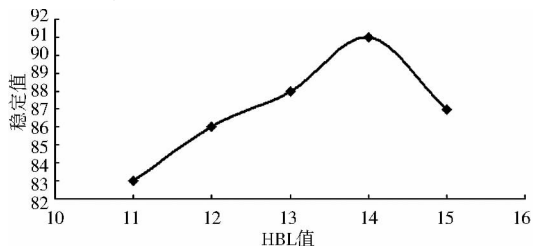


图 1 不同 HBL 值下的乳化液稳定性对比

2.1.2 乳化剂种类确定 乳化工艺按配制方法可分为两相乳化和一相乳化两种,经试验表明该

乳化液体系采用两相乳化法效果更好。试验中采用 HBL 值为 12 的前提下,选择吐温-80、吐温-60、司盘-80、单甘酯和蔗糖酯 5 种乳化剂按一定比例复配,分别按照添加量为 0.5% 加入待乳化的山葡萄籽油壁材水溶液体系中,搅拌,在 30 MPa 条件下均质。1 组是由吐温-80 和司盘-80 复配,2 组是由单甘酯和蔗糖酯复配,3 组是由吐温-60 和司盘-80 复配,通过图 2 可以看出,由单甘酯和蔗糖酯复配的乳化剂乳化效果最好,为此在试验中确定用单甘酯和蔗糖酯作为复配乳化剂。

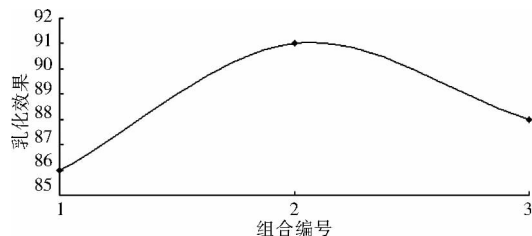


图 2 不同乳化剂复配后的乳化效果对比

2.2 试验配方比例确定

选定阿拉伯胶与麦芽糊精作为壁材,选择海藻酸钠和黄原胶为稳定剂,二者用量要根据料液稳定性、微胶囊化效率、包埋效果等因素确定。参考相关文献,在壁芯比为 2:5、使用由单甘酯和蔗糖酯复配的 HBL 值为 14 的乳化剂下,以产品的稳定性为指标,设计了四因素三水平正交试验(见表 1),其结果见表 2。

表 1 正交试验因素与水平设计

水平	因素			
	(A)壁材比(质量比)	(B)乳化剂用量	(C)稳定剂组合(海藻酸钠+黄原胶)	(D)溶液浓度(质量比)
1	1:3	0.5	0.25%+0.05%	30
2	1:2	1.0	0.20%+0.10%	20
3	1:1	1.5	0.15%+0.15%	10

表 2 正交试验结果分析

试验序号	A	B	C	D	稳定性值
1	1	1	1	1	11.12
2	1	2	2	2	11.56
3	1	3	3	3	13.68
4	2	1	2	3	4.36
5	2	2	3	1	5.27
6	2	3	1	2	12.32
7	3	1	3	2	12.48
8	3	2	1	3	10.51
9	3	3	2	1	9.84
K ₁	36.36	27.06	33.95	26.23	T=91.14
K ₂	21.95	27.34	25.76	36.36	
K ₃	32.83	35.84	31.43	28.55	
k ₁	12.12	9.32	11.32	8.74	
k ₂	7.32	9.11	8.59	12.12	
k ₃	10.94	11.95	10.48	9.52	
极差 R	4.80	2.84	2.73	3.38	
最优水平	A ₁	B ₃	C ₁	D ₂	

由表 2 结果可看出,4 因素对产品影响力按由大到小排序为 $A>D>B>C$,即壁材比值最重要,溶液浓度次之,乳化剂用量与稳定剂组合对产品微胶囊化效率影响较小。由此可确定山葡萄籽油微胶囊生产原料的最佳配比为 $A_1B_3C_1D_2$,即壁材比为 1:3,乳化剂用量为 1.5%,稳定剂选择 0.25%海藻酸钠与 0.05%黄原胶的组合,添加比例,溶液浓度为 20%。

2.3 进料速度与进料浓度对微胶囊率的影响

采用喷雾干燥法生产微胶囊,研究表明,在均质压力 45 MPa、进风温度 170℃、出口温度 70℃、喷雾压力 190 kPa 条件下生产山葡萄籽油微胶囊

的工艺最佳^[1]。在此基础上,以产品的微胶囊化效率为指标,考虑在进料速度、进料温度、出料温度对产品的质量影响,依据这 3 个因素,设计三因素三水平正交试验(见表 3,表 4)。

表 3 正交试验因素与水平设计

水平	因素		
	A(进料速度)	B(进料温度)	C(出料温度)
	/mL·min ⁻¹	/℃	/℃
1	20	50	70
2	30	60	80
3	35	70	90

表 4 正交试验结果

试验序号	A	B	C	微胶囊化效率/%
1	1	1	1	60.12
2	1	2	2	67.31
3	1	3	3	63.47
4	2	1	2	72.56
5	2	2	3	65.83
6	2	3	1	68.92
7	3	1	3	74.68
8	3	2	1	77.52
9	3	3	2	67.22
K ₁	190.9	207.36	206.56	T=671.63
K ₂	207.31	210.66	207.09	
K ₃	219.42	199.61	203.98	
k ₁	63.63	69.12	68.85	
k ₂	69.1	70.22	69.03	
k ₃	73.14	66.54	67.99	
极差 R	9.51	3.68	1.04	
最优水平	A ₃	B ₂	C ₂	

由表 4 可知,按极差 R 大小,3 因素对产品影响力按大小排序为 $A>B>C$,其最佳参数为 $A_3B_2C_2$,即在进料速度为 35 mL·min⁻¹、进料温度为 60℃、出料温度为 80℃的条件下,产品的微胶囊率最高。

2.4 产品品质鉴定

根据山葡萄籽油微胶囊最佳生产工艺^[1]和配方,批量生产出山葡萄籽油微胶囊,微胶囊产品外观为乳白色粉末,有山葡萄籽油的气味,柔和、不刺鼻。含水 2.6%、含山葡萄籽油 56.7%,微胶囊结构完整,溶解度好,稳定性较高,其粒径为 11.0~34.1 μm,平均粒径 23.6 μm。

3 结论

通过对乳化液的 HBL 值和稳定性测定,确定由于单一使用乳化剂的局限性,生产中采用了复合乳化剂,在山葡萄籽油微胶囊生产中选择单

甘脂和蔗糖酯复配的乳化剂,复配后乳化剂的 HBL 值为 14。

通过对壁材比例、乳化剂添加量、稳定剂组成、乳化液浓度进行四因素三水平分析,得出最佳配方为:壁材为阿拉伯胶和麦芽糊精混合物,其比例为 1:3,乳化剂添加量为 1.5%,溶液浓度为 20%,稳定剂由 0.25%海藻酸钠与 0.05%黄原胶的组合而成;

在最佳工艺基础上,确定进料速度为 35 mL·min⁻¹、进料温度为 60℃、出料温度为 80℃的条件下,产品的微胶囊率最高。

按此技术生产的山葡萄籽油微胶囊含水 2.6%、含山葡萄籽油 56.7%,微胶囊结构完整,溶解度好,稳定性较高,其粒径为 11.0~34.1 μm,平均粒径 23.6 μm。

参考文献:

- [1] 赵巍,王军,沈育杰,等.不同方法提取的山葡萄籽油理化指标和营养成分的对比[J].中国粮油学报,2008,6(23):127-130.
- [2] 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.
- [3] 王四维.葡萄籽油开发利用[J].粮食与油脂,2007(7):17-19.
- [4] 陈雪峰,刘迪,张永基,等.大蒜油微胶囊的生产工艺[J].食品与发酵工业,2006,32(2):64-66.
- [5] 张连富,杜彦山,牟华德,等.原花青素的微胶囊化研究[J].食品发酵工业,2009(3):3-5.
- [6] 鲍鲁生.香辛料精油微胶囊化过程中油滴粒径的变化[J].食品科学,2000,21(12):29-31.
- [7] 张万福.食品乳化剂[M].北京:中国轻工出版社,1993.
- [8] 方景岩,于才渊,姚辉,等.喷雾干燥制番茄红素微胶囊[J].干燥技术与设备,2005,3(1):19-23.

Production Process of Wild Grape Seed Oil Microcapsule

LIU Yu-bing^{1,2}, XIAO Zhi-gang¹

(1. Food College of Northeast Agricultural University, Harbin, Heilongjiang 150030; 2. Heilongjiang Agricultural Economy Vocational College, Mudanjiang, Heilongjiang 157041)

Abstract: Taking wild grape seed, arabic gum, maltodextrin, sucrose fatty acid ester, distillation, single Kennedy fat, protein NC, carbohydrates MA, single gump fat, sucrose ester, twain-80, twain-60, snell dish-80 as test materials, using the orthogonal experiment method, the wild grape seed oil microcapsule production process was studied. The wild grape seed oil microcapsule production formula was determined: emulsifier sucrose ester blends with single gump fat and sucrose ester, value of HBL was 14, adding amount was 1.5%, material of wall for arabic gum and maltodextrin mixture, ratio was 1:3, stabilizer was consistent of 0.25% sodium alginate and 0.05% xanthan gum, the solution concentration was 20%. It also determined that under the conditions the feeding speed of 35 mL·min⁻¹, feeding temperature for 60℃, discharging temperature for 80℃, the products of microcapsule rate was the highest.

Key words: wild grape seed oil; microcapsule rate; emulsifier; material of wall

油麦菜菌核病及其防治

菌核病发生于结球莴苣的茎基部,或茎用莴笋的基部。染病部位多呈褐色水渍状腐烂,湿度大时,病部表面密生棉絮状白色菌丝体后形成菌核。菌核初为白色,后逐渐变成鼠粪样黑色颗粒状物。染病株叶片凋萎终致全株枯死。病原称核盘菌[*Sclerotinia sclerotiorum* (Lib.) deBary],属真菌界子囊菌门。传播途径和发病条件主要以菌核随病残体遗留在土壤中越冬,潮湿土壤中存活1a左右,干燥土壤存活3a以上,水中经30d即腐烂死亡。菌核萌发后,产生子囊盘,进而形成子囊和子囊孢子。子囊孢子成熟后,借气流传播蔓延。初侵染时,子囊孢子萌发产生芽管,从衰老的或局部坏死的组织侵入。当该菌获得更强的侵染能力后,直接侵害健康茎叶。在田间,病健叶接触菌丝即传病。温度20℃,相对湿度高于85%发病重。湿度低于70%,病害明显减轻。此外,密度过大,通风透光条件差,或排水不良的低洼地块,或偏施氮肥,连作地发病重。

其防治方法主要包括:(1)选用抗病品种,如红叶莴笋、挂丝红、红皮圆叶等带红色的品种较抗病。(2)培育适龄壮苗,苗龄6~8片真叶为宜。(3)合理施肥,施有机肥45~60 t·hm⁻²,磷肥112.5~150.0 kg·hm⁻²,钾肥150~225 kg·hm⁻²。植株开盘后开始追肥,也可喷洒0.2%~0.5%的复合肥或喷施奥普尔有机活性液肥600~800倍液,增加抗病力。(4)带土定植,提高盖膜质量,使膜紧贴地面,避免杂草滋生。(5)适期使用黑色地膜覆盖,将出土的子囊盘阻断在膜下,使其得不到充足的散射光,大部分不能完成其发育过程,大幅度减少初侵染机率。及时摘除病叶或拔除病株深埋,并与化学防治相结合,但在高温期要注意浇水降温,或推迟定植期避免高温为害。(6)莴苣菌核病重发区,利用春茬菜收获后6、7月的近50d休闲期,深翻25~30cm,灌大水盖地膜,地下10cm处温度可升到44℃,且100%含水量持续20d以上,处理30~35d,可使土壤中菌核腐烂。(7)适时浇水和放风,生长前期和发病后适当控制浇水,选择晴天上午浇水,并及时放风排湿,阴雨天也要放风,夜间最低气温高于8℃可整夜放风散湿。(8)利用核盘菌分生孢子在33℃以上侵染缓慢或处于休眠状态的特性于晴天中午关闭棚室通风口,使棚温升高到35~38℃进行高温闷棚,持续2~3h,然后放风降温排湿,每周2~3次。(9)于菌核病发病高峰期喷洒40%双胍辛烷苯基磷酸盐可湿性粉剂或50%乙烯菌核利可湿性粉剂800倍液、50%咪鲜胺可湿性粉剂1000倍液、25%啉菌恶唑乳油或30%啉霉胺悬浮剂1000倍液。(10)棚室保护地采用粉尘法或烟雾法,可选用6.5%万霉灵粉尘剂和5%霜克粉尘剂(1:1混合),用药37.5~45.0 kg·hm⁻²,烟雾法可选用20%百·腐烟剂,一次用药3.75~4.50 kg·hm⁻²。