

大蒜油微胶囊的生产工艺*

陈雪峰 刘 迪 张永生 王锐平

(陕西科技大学生命科学与工程学院 ,咸阳 ,712081)

摘 要 为了扩大大蒜油在食品中的应用 ,文中采用喷雾干燥法研究了大蒜油微胶囊生产工艺 ,通过单因素试验确定适宜的壁材组合为阿拉伯胶 :麦芽糊精的质量比为 1:1.5、壁芯质量比为 1:1.5 料液浓度为 40% 乳化剂用量 0.3% 乳化剂复配比例以复配后的 HLB 值 12 为准 ,在 50℃、20MPa 条件下均质 2 遍。

关键词 大蒜油 ,微胶囊 ,喷雾干燥

大蒜为百合科属植物蒜的鳞茎。1840 年代初 ,美国科学家在室温下用乙醇浸泡粉碎的大蒜 ,分离出一种油状物 ,它由 20 多种易挥发物组成 ,主要有大蒜新素、大蒜辣素及多种烯丙基、丙基、甲基组成的硫醚化合物 ,经测定其最主要成分为 $C_6H_{10}S_2O$ (大蒜辣素) ,这种油状物总称为大蒜精油或大蒜素。大蒜精油赋予大蒜多种药理功能 ,是大蒜的有效成分 ,具有抗菌消炎、降血脂、抗血小板凝集、抑癌、抗巨细胞病毒等多种药理功能^[1]。但大蒜油的易挥发、不稳定及对人体粘膜具有较强刺激等缺陷 ,极大地限制了其在食品中的应用 ,为此文中开展了大蒜油微胶囊化研究^[2]。

1 材料与仪器

1.1 材 料

芯材 :大蒜油 ,购于上海万香日化有限公司 ;壁材 :麦芽糊精、阿拉伯胶、大豆分离蛋白、羧甲基纤维素钠、海藻酸钠。乳化剂 :士温 20、司盘 60。试剂 :溴、四氯化碳、无水乙醚、乙酸锌、乙醇 (体积分数 95%) 均为分析纯。

1.2 仪器与设备

分析天平、电磁搅拌器、恒温水浴锅、干燥箱、722 分光光度计、XS 型普通光学显微镜、BK1000 电子显微照相机等。

LG10-2.4A 离心机、RGLW01-5 顺流式离

心喷雾干燥塔、GY340-10S 高压均质机。

1.3 溶液配制

溴溶液 :准确称取 5 g 纯溴 ,用 CCl_4 定容至 500 mL ,然后计算标准液的浓度。

2 试验方法

2.1 工艺流程

配料→混合→均质→喷雾干燥→过筛→微胶囊产品→检测

2.2 操作要点

试验涉及的各种比例均为质量比。

(1)配料、混合 :每次配料总量为 900 g ,料液浓度 40% (壁材和芯材总量为 360 g) 乳化剂用量为总料液的 0.3% (2.7 g) 。首先在烧杯中加适量水 ,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 ,壁材溶解后加入大蒜油 ,最后加水定量至 900 g ,搅拌均匀。

(2)均质 :将混合料液在 50℃、20 MPa 的压力下均质 2 次。

(3)喷雾干燥 :混合液进行喷雾干燥 ,条件是进风温度为 150℃ ,出风温度为 45℃ ,离心机转速 8 000 r/min。

(4)过筛 :喷雾干燥的产品过 80 目筛 ,可得均匀的粉状微胶囊产品。

(5)检测 :称取一定量产品用“加成法”测其

第一作者 :博士研究生 ,副教授。

* 陕西省教育厅自然科学基金资助项目(No. 02JK095)

收稿时间 2004-08-02 改回时间 2004-08-13

包埋率。

2.3 研究内容

(1)乳化剂复配 大蒜油作为芯材属于非极性化合物,不溶于水。为了使大蒜油与水溶性壁材混合均匀,乳化剂的使用必不可少。衡量乳化剂乳化能力的关键指标是亲水亲油平衡值(HLB值)。选择司盘60(HLB值为4.7)和土温20(HLB值为16.9)2种乳化剂进行复配试验,混合乳化剂的HLB值可按下式计算^[3]:

$$HLB_{a+b} = HLB_a \cdot A\% + HLB_b \cdot B\%$$

式中:HLB_{a+b}——混合乳化剂的HLB值;HLB_a——乳化剂a的HLB值,A%为其在混合物中所占质量分数%;HLB_b——乳化剂b的HLB值,B%为其在混合物中所占质量分数%。

(2)均质条件的确定:乳化剂复配比例为(1)结果最优值,均质温度选取30、40、50、60、70℃,分别取少量混合液测其透光率。

(3)壁材选择:将阿拉伯胶、海藻酸钠、CMC-Na、大豆蛋白分别与麦芽糊精复配使用。

(4)壁芯质量比的确定:将壁材与芯材按不同比例配制,选出最佳质量比。

(5)料液质量分数的选择:以包埋率为依据,确定料液的质量分数。

2.4 检测

$$\text{包埋率} = \frac{\text{产品囊心中芯材量}}{\text{产品中芯材总量}} \times 100\%$$

产品中芯材总量的测定:准确称取10g微胶囊产品,加蒸馏水完全溶解后,加入无水乙醚,充分振荡后静置过滤,用“加成法”测定有效成分^[4],通过有效成分换算为大蒜油量。

微胶囊表面芯材量的测定:准确称取20g微胶囊产品,加入无水乙醚,充分震荡后静置(5min)过滤,重复2次,合并滤液,用“加成法”测定有效成分,通过有效成分换算为大蒜油量。

产品囊心中芯材量为产品中芯材总量减去微胶囊表面芯材量之差。

透光率的测定:料液在4200r/min下离心30min,取上部溶液,加蒸馏水稀释100倍,用分光光度计在540nm的条件下测定读数。

粒度测量和颗粒照相:使用XS型普通光学显微镜放大400倍,用测微尺对视野内的微胶囊颗粒进行粒径测量;使用BK1000电子显微照相仪放大400倍,对视野内颗粒进行电子照相。

3 结果与讨论

3.1 乳化剂的复配

表1 乳化剂复配对包埋率、透光率的影响

$\frac{m(\text{司盘}60)}{m(\text{土温}20)}$	HLB值	透光率	包埋率/%
100:0	4.7	98.5	68.5
80:20	7.14	97.9	70.0
60:40	9.58	93.4	73.6
40:60	12.02	91.6	83.6
20:80	14.46	92.7	76.8
0:100	16.9	93.1	76.4

一般认为,乳化剂HLB值在8~18时,适合作为水包油(O/W)型乳化剂。由于生产大蒜油微胶囊的混合料液属于水包油型溶液,为使大蒜油高度分散于混合料液中,应选择水包油型乳化剂。由表1结果可知,随着HLB值的增大,微胶囊包埋率也逐渐增大,在HLB为12.02时最大,以后随着HLB值的增大,包埋率又逐步减小。结果表明,在料液浓度40%及乳化剂用量0.3%情况下,最合适的乳化剂应是HLB值为12的乳化剂。单一使用乳化剂其HLB值有局限性,生产中可使用复合乳化剂,复配的比例应以复配后HLB值达到12为准。

从表1还可以看出,透光率与包埋率呈负相关,透光率高,包埋率低;透光率低,包埋率高。这是由于产品包埋率高,料液乳化肯定好,而料液乳化效果好,料液乳浊度也就愈高,从而造成透光率低。结果表明,透光率的大小,也可以间接反映混合料液的乳化效果。因此,在实际生产中,可用透光率对乳化工序进行监测,以便较好的控制产品质量。

3.2 均质温度对微胶囊产品包埋率的影响

由表2看出,随着均质温度的升高,透光率逐渐变小,在50℃最小,以后随着温度的继续升高,透光率又逐渐变大。这是由于高压均质

表 2 不同均质温度下料液的透光率

混合液均质温度/℃	透光率
30	95.8
40	93.2
50	91.6
60	92.9
70	96.1

机是一种特殊的高压泵 ,它利用高压使料液高速流过狭窄的缝隙而受到剪切力、撞击力和空穴爆炸力等的综合作用 ,使大蒜油变成非常细微的液滴分散于料液中。随着温度的升高 ,料液的饱和蒸气压也高 ,均质时空穴爆炸力也就容易形成 ,从而有利于乳化 ,提高均质效果 ,透光率就低。但温度的升高 ,大蒜油的热运动能力也得到增强 ,大蒜油液滴容易发生再次凝聚 ,从而不利于乳化 ,降低均质效果 ,透光率就高。因此 ,均质温度对料液均质效果的影响是空穴爆炸力的分散作用和热运动能力的凝聚作用的共同结果 ,温度较低时 ,分散作用占主导地位 ,随着温度升高 ,均质效果就好 ;当温度较高时 ,凝聚作用占主导地位 ,随着温度升高 ,均质效果就差。结果表明 ,50℃ 的均质温度是大蒜油混合料液的最佳均质温度。

3.3 壁材的选择

表 3 不同壁材组合产品的包埋率¹⁾

试验处理	包埋率/%
阿拉伯胶 : 麦芽糊精	83.6
海藻酸钠 : 麦芽糊精	79.3
大豆蛋白 : 麦芽糊精	79.2
CMC-Na : 麦芽糊精	76.3

1) 壁材与麦芽糊精的质量比为 1:2 ,壁芯质量比 1:2。

壁材的选择不仅要考虑包埋率(成膜性、乳化性)、囊壁致密性(贮存性) ,还要考虑其使用时的溶解性 ,阿拉伯胶、海藻酸钠、CMC-Na、大豆蛋白等壁材均有较好的成膜性、乳化性及囊壁致密性 ,但复水性、溶解性相对较差 ,麦芽糊精具有较高的溶解性 ,但囊壁疏松、成膜性差。因此在微胶囊的壁材选择上 ,比较多的是阿拉伯胶、海藻酸钠、CMC-Na、大豆蛋白与麦芽糊精复配使用。由表 3 看出 ,阿拉伯胶与麦芽糊精复配使用 ,包埋率最高。因此 ,生产大蒜油微胶囊的最佳壁材选择是阿拉伯胶和麦芽糊精组

合。

3.4 壁材的复配比例

由表 4 看出 ,随着阿拉伯胶与麦芽糊精质量比的降低 ,包埋率逐渐提高 ,1:1.5 时比例最大 ,其后随着阿拉伯胶与麦芽糊精比例的继续降低 ,包埋率又逐渐降低。这是由于阿拉伯胶虽然乳化性、成膜性好 ,能在液滴表面形成一层光滑的膜 ,但阿拉伯胶也具增稠性 ,如果比例过高 ,易造成料液粘度过大 ,不利于离心喷雾时雾滴的形成 ,从而降低包埋率 ;同时麦芽糊精成膜性差 ,形成的胶囊囊壁疏松 ,如果比例过高 ,也会降低包埋率。结果表明 ,阿拉伯胶与麦芽糊精的配合比例应适当 ,其最适比例是 1:1.5。

表 4 不同壁材比例对微胶囊产品包埋率的影响

组 别	m(阿拉伯胶):m(麦芽糊精)	包埋率/%
1	2:1	77.5
2	1.5:1	79.5
3	1:1	80.0
4	1:1.5	85.0
5	1:2	83.4
6	1:2.5	78.9
7	1:3	75.3

3.5 壁芯质量比对微胶囊产品包埋率的影响

表 5 不同壁芯比例对微胶囊产品包埋率的影响

组 别	m(壁材):m(大蒜油)	包埋率/%
1	1.5:1	72.2
2	1:1	78.1
3	1:1.5	87.2
4	1:2	83.6
5	1:2.5	77.4

壁芯比对微胶囊产品包埋率也有显著影响。由表 5 看出 ,随着芯材比例的提高 ,包埋率逐步提高 ,在 1:1.5 时最高 ,此后随着芯材比例的提高 ,包埋率又逐步下降。这是由于如果壁材比例过高 ,所能包埋的芯材就少 ,反而不利于包埋 ,因而导致包埋率低 ,如果芯材比例过高 ,所能形成囊壁的壁材就少 ,大蒜油容易聚集 ,同样不利于包埋 ,故包埋率也低。只有当壁芯合适时 ,包埋率才会达到最高。结果表明 ,大蒜油微胶囊最佳壁芯比为 1:1.5。

3.6 不同料液质量分数对微胶囊产品的包埋率的影响

表 6 不同料液质量分数对微胶囊产品的包埋率的影响

料液质量 分数/%	包埋率 /%	备注
20	—	料液浓度太低 喷出来后仍为液体。
30	82.5	
40	85.9	
50	73.2	因为浓度太高 很难流出 喷雾 并出现焦化现象。

由表 6 看出 ,当料液质量分数太低时 ,无法得到微胶囊产品 ,这是由于料液固形物含量较少 ,在一定的喷雾干燥条件下 ,液滴水分未能及时蒸发所致。当料液质量分数过高时 ,包埋率较低 ,这是由于料液固形物浓度太高 ,会导致料液过于粘稠 ,不利于雾滴薄膜的形成 ,故包埋率低。并且喷雾干燥时微胶囊产品易出现焦化现象 ,从而影响产品质量。只有在料液质量分数为 40% 时 ,包埋率最高。

3.7 产品品质鉴定

根据最佳生产工艺 ,批量生产出大蒜油微

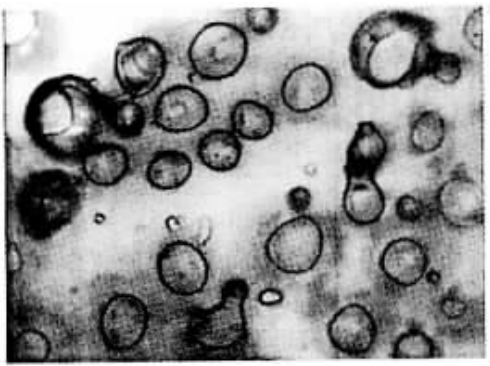


图 1 微胶囊在 400 倍下的显微照片

胶囊产品 ,经检测 ,微胶囊产品外观为乳白色粉末 ,有大蒜气味 ,柔和、不刺鼻。含水 2.8%、大蒜油 56.3% ,微胶囊粒径为 10.0~32.1 μm ,平均粒径 24.1 μm。微胶囊形状见照片 1。

4 结 论

(1)在大蒜油微胶囊生产中 ,料液质量分数 40% 及乳化剂用量 0.3% 情况下 ,最合适的乳化剂应是 HLB 值为 12 的乳化剂。由于单一使用乳化剂的局限性 ,生产中可使用复合乳化剂 ,复配的比例应以复配后 HLB 值达到 12 为准。

(2)透光率的大小 ,也可以间接反映混合料液的乳化效果。实际生产中 ,可用透光率对乳化工序进行监测 ,以便较好的控制产品质量。

(3)在 20 MPa 的均质条件下 ,大蒜油混合料液的最佳均质温度是 50℃。

(4)生产大蒜油微胶囊的最佳壁材选择是阿拉伯胶和麦芽糊精组合 ,阿拉伯胶与麦芽糊精的最适质量比是 1:1.5 ,壁材与大蒜油的最适质量比为 1:1.5。

参 考 文 献

1 陈 合 ,许牡丹主编.新型食品原料制备技术与应用 [M].北京 :化学工业出版社 ,2004.365
2 陈 雄 ,马 丽 ,乔 昕.大蒜油微胶囊的研制 [J].中国调味品 ,2000(1):12~13
3 张万福编译.食品乳化剂 [M].北京 :中国轻工出版社 ,1993.22
4 向云峰.“加成法”检测大蒜有效成分的研究 [J].食品工业科技 ,1997(1):83~86

Study on Process of Garlic Oil Microencapsulation

Chen Xuefeng Liu Di Zhang Yongsheng Wang Ruiping

(College of Life Science and Engineering ,Shaanxi University of Science and Technology ,Xianyang ,712081)

ABSTRACT This paper studied the processing technology of garlic oil micro-encapsulation by spray-drying. The optimum parameters were as follows :the wall material being composed of arabic gum and malt dextrine at a ratio of 1 to 1.5 ,the rate of wall material to core material being at 1 to 1.5 ,liquid concentration being 40% ,the percentage of emulsifier being 0.3% while the HLB value of the final compound was controlled at 12 ,twice homogenization at 20M Pa and 50℃ .

Key words garlic oil , micro-encapsulation , spray-drying