

## 大豆蛋白和鱼油双层微囊化 SOD 优化条件的研究

朱俊晨<sup>1,2</sup> 廖广进<sup>1</sup>

1(深圳职业技术学院生物工程系,深圳,518055) 2(华南师范大学生命科学院,广州,510641)

**摘 要** 以大豆可溶性蛋白、鱼油为双层壁材,采用喷雾干燥法制备出 SOD 微胶囊,考察了 SOD 包埋率、活性和鱼油的过氧化值,结果显示产品的包埋率和抗氧化性均有提高,微囊在 45℃ 条件下,较大豆蛋白单层微囊的稳定性显著增加。经正交法优化选择,微囊的最佳制备条件为:进风温度 195℃,均质压力 50 MPa,出风温度 110℃,外层壁材选择大豆可溶性蛋白和麦芽糊精,鱼油与 SOD 溶液比(g:mL)为 4:1,鱼油占外层壁材百分比为 40%,SOD 包封率达 38.65%。

**关键词** 超氧化物歧化酶,微胶囊,包封率

现今微胶囊技术已广泛应用于香料、食品和医药的生产,有很好的应用前景,技术也较为成熟。本文探讨了以大豆蛋白和鱼油作为双层壁材,微囊化 SOD 的技术,比较其稳定性和抗氧化性,旨在开发出符合人体营养和消化吸收规律的具有结构层次性的双包被的生物活性物质的微囊,降低人体消化液的破坏,提高制品稳定性,从而提出一种能保持复合活性成分稳定的具有结构层次性的双包被微胶囊工艺技术。

## 1 材料与方法

### 1.1 材 料

心材:SOD(10 000 U,以 Sigma 公司生产的 SOD 标准品作标准曲线);内层壁材:鱼油(DHA:54 mg/g,成都维格尔股份公司);外层壁材:麦芽糊精(DE 值为 20),大豆分离蛋白(SPI), $\beta$ -环状糊精( $\beta$ -CD),黄原胶等。

卵磷脂,  $V_C$ ,  $V_E$ , 石油醚(30~60℃ 沸程), 无水乙醚, 无水乙醇, 核黄素, 碘化钾, 三氯甲烷, 冰乙酸, 可溶性淀粉, 乙二胺四乙酸(EDTA), 甲硫氨酸, 氯化硝基四氮唑蓝(NBT)等均作为分析纯。

### 1.2 设 备

高速离心喷雾干燥器(QZ-5),江苏省锡山林洲干燥机厂;均质机(FSH-2),上海东华高压均质机厂;SCJ-GL-21M 高速冷冻离心机,可调

高速匀浆机,胶体磨(GYB),江苏绿环科技公司;UN755 分光光度计,上海精密科学仪器有限公司;Olympus-CK400-F200 光学显微镜(9G10717)日本产。

### 1.3 喷雾干燥法制备 SOD 微囊工艺流程

壁材(大豆分离蛋白,麦芽糊精、水)  
↓ 加热溶解  
冷却  
↓ ← 高速分散器 ← 鱼油 ← SOD 溶液  
分散  
↓  
高速分散(13 500 r/min, 1 min)  
↓  
均质(40~50 MPa, 3 次)  
↓  
喷雾干燥(进风温度 195℃, 出风温度 110℃)  
↓  
SOD 微囊产品

### 1.4 SOD 包埋率测定

SOD 活性测定,参照文献[4]采用 NBT 光化还原法测定,酶活力单位为 U/g。将制得的 SOD 双层微囊,采用超声波破化后,测定其活性,按下式计算 SOD 包埋率。

$$\text{SOD 包埋率} = A_1 / A_{\text{总}} \times 100\%$$
 (式中:  $A_{\text{总}}$  = 加入的 SOD 总活性,  $A_1$  = 双层微囊中 SOD 活性)。

### 1.5 样品的过氧化值测定

参照文献[5]测定,单位为 mmol/kg。

### 1.6 产品中微胶囊化的鱼油被包埋效果测定

微胶囊化鱼油被包埋效率(MEE)是衡量

第一作者:博士,副教授。

收稿时间:2004-07-21,改回时间:2004-09-07

鱼油的被包埋程度, 定义为实际被包埋量与理论被包埋量的比值。微胶囊化鱼油包埋产率(MEY)则定义为微胶囊产品中所含总油与理论总油之比。

微胶囊化鱼油被包埋效率 =  $(1 - \text{产品表面油含量} / \text{产品总的鱼油含量}) \times 100\%$

微胶囊化鱼油被包埋产率 =  $(\text{产品中总的鱼油含量} / \text{加到乳状液中的鱼油含量}) \times 100\%$

1.6.1 微胶囊化产品的表面鱼油的提取

准确称取微胶囊化产品( $m_1$ )至干燥的三角瓶( $m_2$ )中, 加入 30 mL 石油醚, 提取 5 min, 其间不断振荡。用已知重量的滤纸( $m_3$ )过滤样品, 并用 10 mL 石油醚洗涤两次。将三角瓶和滤纸移入 60℃ 烘箱中, 烘至恒重( $m_4$ )。表面油量 =  $(m_1 + m_2 + m_3 - m_4) / m_1$ 。

1.6.2 微胶囊化产品总油的提取

准确称取微胶囊化产品( $m_1$ )至干燥的三角瓶中, 加 20 mL 热水, 使样品充分溶解后, 依次加入无水乙醇、无水乙醚和石油醚(体积比 2:1:1)充分萃取鱼油后, 将萃取液移入已称重的小烧杯中( $m_2$ )。重复萃取两次。合并萃取液, 在水浴上蒸干溶剂。放入烘箱中, 烘至衡重( $m_3$ )。总油 =  $(m_3 - m_2) / m_1$ 。

1.7 试验方案

1.7.1 喷雾干燥工艺条件优化

在考察了进风温度、均质压力、出风温度对鱼油包埋效率的单因素试验的基础上, 按表 1L<sub>9</sub>(3)<sup>3</sup> 安排试验, 大豆可溶性蛋白(SPI)与麦芽糊精(DE29)质量比为 1:1, 壁材质量分数为 40%。

表 1 喷雾干燥工艺的正交试验方案

水 平	因 子		
	A	B	C
	进风温度/℃	均质压力/MPa	出风温度/℃
1	185	30	90
2	195	40	100
3	205	50	110

1.7.2 SOD 微囊条件优化方案

SOD 微囊条件正交试验因素见表 2。

1.8 微囊制品切片的显微观察

用 Olympus-CK400-F200 光学显微镜观

表 2 微囊正交因素水平表

水平	因 子		
	(a)鱼油与 SOD 体积比	(b)鱼油占壁材质量比率/%	(c)壁材选择 (质量比)
1	6:1	40	SPI + MD + 糖 (1:0.5:0.5)
2	5:1	35	SPI + 糖 (1:1)
3	4:1	30	SPI + MD (1:1)

察, 放大倍数为 400 倍拍照, Motic Images Plus Version 2.0 软件系统处理图象并进行测量和数据处理。

2 结果与分析

2.1 喷雾干燥法微胶囊化鱼油工艺条件优化的研究

从表 3 可见, 随均质压力升高, 微胶囊化产品的鱼油被包埋效率随之上升。当均质压力达 30 MPa 时, 微胶囊化产品的鱼油被包埋效率可达 94.5%。均质压力超过 30 MPa 时, 继续增大均质压力, 对乳化稳定性提高不显著。过高的均质压力甚至会对乳化稳定性产生不利影响, 因此, 试验中一般选定均质压力为 30 MPa。从表 4 可知, 随均质次数增加, 微胶囊化鱼油被包埋效率和产率均有所提高。均质 2 次后, 乳化已很充分, 乳状液的稳定性较高, 微胶囊化产品的鱼油被包埋产率和效率已达到最大值, 分别为 94.5% 和 99.0%, 但随着均质次数进一步增加, 微胶囊化鱼油被包埋效率和产率均有所降低, 因此, 均质次数选定为 3 次。

表 3 均质压力对微胶囊化鱼油被包埋效果的影响

均质压力/MPa	10	20	30	40	50
效率/%	93.6	94.3	94.5	89.5	88.6
产率/%	98.2	99.2	96.0	94.2	94.4

表 4 均质次数对微胶囊化鱼油被包埋效果的影响

均质次数	1	2	3	4	5
效率/%	92.6	94.5	94.4	87.3	86.6
产率/%	97.0	99.0	95.5	93.6	92.4

表 5 进风温度对微胶囊化鱼油被包埋效果的影响

进风温度/℃	165	180	195	210	225
效率/%	93.7	94.3	94.5	88.3	87.6
产率/%	98.0	99.2	96.0	93.2	93.4
喷雾干燥效果	沾壁严重	稍沾	基本不沾	不沾	不沾

表 6 出风温度对微胶囊化鱼油被包埋效果的影响

出风温度/℃	80	90	100	110	120
效率/%	65.8	90.5	91.6	95.6	94.8
产率/%	88.8	95.4	98.8	99.0	97.8

从表 5 可知,随喷雾干燥进风温度的升高,微胶囊化鱼油被包埋效率、产率先略有上升,随后明显下降。这是由于过高的进风温度,会导致产品粒子表面开裂,引起效率、产率显著下降。降低进风温度,可防止心材的挥发损失,保持粒子结构完整。然而,进风温度过低(180℃以下),由于产品水分含量高,喷雾干燥时沾壁现象严重,且过高的水分也不利于产品的保存。综合考虑选定进风温度为 195℃。

从表 6 可知,喷雾干燥出风温度从 80℃升高到 120℃,微胶囊化产品的鱼油被包埋产率和效率先上升后又有所下降。这是因为出风温度升高,有利于缩短产品颗粒的降速干燥过程,迅速形成完整致密的壁结构,降低表面鱼油的挥发损失,从而提高鱼油被包埋产率和效率。同时,也可使产品水分含量较低,有利于改善喷雾干燥效果。但出风温度过高,也会导致产品因过度受热而开裂,微胶囊化鱼油被包埋效率下降。根据表 6 结果选择出温度 110℃较佳。

表 7 喷雾干燥微囊工艺优化的正交试验结果

试验号	A	B	C	效率 /%
	进风温度 /℃	均质压力 /MPa	出风温度 /℃	
1	185	30	90	77.6
2	185	40	100	85.9
3	185	50	110	91.7
4	195	30	100	92.6
5	195	40	110	96.6
6	195	50	90	97.1
7	205	30	110	84.1
8	205	40	90	80.3
9	205	50	100	89.8
K <sub>1</sub>	85.07	84.76	85.00	
K <sub>2</sub>	95.43	87.60	89.43	
K <sub>3</sub>	84.73	92.87	90.80	
R	10.7	8.1	5.80	

从表 7 可知,影响微胶囊化效率的工艺条件的主次顺序是进风温度 > 均质压力 > 出

风温度,喷雾干燥的最佳工艺条件为:进风温度 195℃,均质压力 50MPa,出风温度 110℃。

2.2 大豆蛋白、鱼油微囊化 SOD 工艺方法的比较

在上述工作基础上,进一步研究大豆蛋白和鱼油双层微囊化 SOD 效率,并考察其稳定性。以大豆可溶性蛋白、麦芽糊精和蔗糖为壁材,分别检测 SOD 微囊的 SOD 活性和鱼油的过氧化物值,实验分以下 3 组进行:(1 组)大豆分离蛋白(SPI)以 0.14 g/mL 的浓度溶液搅拌均匀,然后边加热边搅拌至 80℃,保持 30 min,冷却至室温后,加入 0.14 g/mL 麦芽糊精、0.014 g/mL V<sub>E</sub>、5.6 mg/mL V<sub>C</sub>、0.028 g/mL 卵磷脂,搅拌均匀;然后缓慢加入心材(鱼油与 SOD 溶液体积比为 11:1 预先用分散器混匀),搅拌均匀,用分散器高速(13 500 r/min)分散 1 min,再经高压均质机在室温、40 MPa 均质压力下均质 3 次,制得均匀乳状液,总固形物质量浓度 0.20 g/mL;喷雾干燥,进风温度 195℃,出风温度 110℃,制备得大豆蛋白鱼油双层微囊 SOD。(2 组)除芯材为加入 1% SOD 外,其他同 1 组。(3 组)在(2 组)制备的干燥粉基础上直接添加鱼油,作为对照样品。

由图 1 可知,相比于(2)组而言,(1)组制得的 SOD 微囊,在 45℃ 下活力较为稳定,6 d 后 SOD 活性只下降了 18.82%;(2 组)处理的样品,在 45℃ 下存放 6 d 后几乎检测不到其中 SOD 活性,说明对 SOD 的包埋工艺,加鱼油后形成的双层比蛋白单层活力高稳定性好。由图 2 看出,相比于对照(3 组)而言,(1 组)制得的 SOD 蛋白鱼油微囊过氧化物值增势平缓,抗氧化性增加,提示了大豆蛋白和麦芽糊精对内层壁材鱼油的保护和抗氧化作用。

(1 组)产品切片在 OLYMPAS 显微镜观察下内部结构可知(见图 3),微胶囊产品颗粒是单一的中间发亮的颗粒,颗粒内部是一个空穴,周围是有一定厚度的环形壁,油滴均匀地分散于壁中,SOD 分散于油中。由大豆分离蛋白(SPI)与糊精经分子间相互作用而形成的微胶囊壁,具有非常致密完整的蜂窝状结构,产

品具有较好的微胶囊化效率和保藏期。

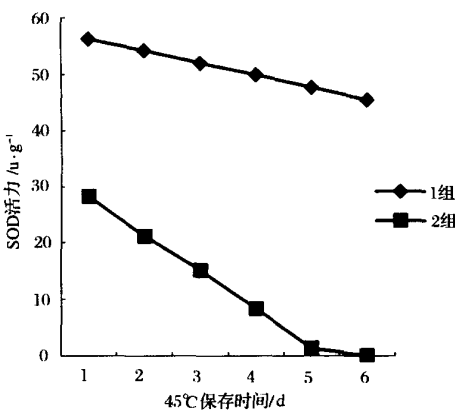


图1 微胶囊 SOD 稳定性比较

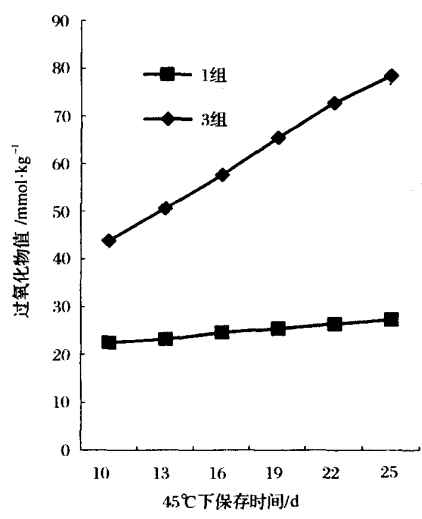


图2 微胶囊抗氧化稳定性比较

2.3 双层微胶囊 SOD 工艺的优化

表 8 为 SOD 微囊优化的正交试验结果。从表 8 结果可知,影响 SOD 微囊优化的主次顺序为壁材的组合>鱼油与 SOD 比>鱼油与壁的质量比。虽然在壁材中添加蔗糖,有助于增味,但从实验结果来看,对微胶囊化效果不好,可在微囊制成后,人们按照个人口味需求加入糖,同样能满足人们食用甜味的需要;而在鱼油与 SOD 溶液的配比中,鱼油作为内层壁材,因其油溶性而在高速搅拌和乳化剂作用下,在 SOD 水溶液滴外围形成鱼油薄膜。此外,鱼油在外层壁材溶液的比例增加,有助于 SOD 包埋率的提高,减少干燥过程 SOD 活性的损失,但产品 SOD 总活性因添加不足而减少。综上所述,大豆蛋白和鱼油双层微囊化 SOD 优化后的工艺条件为:进风温度 195℃,均质压力 50 MPa,出风温度 110℃,外层壁材选择大豆可溶性蛋白和麦芽糊精,鱼油与 SOD 溶液之比为 4:1,鱼油占外层壁材百份比为 40%。

表 8 SOD 微囊优化的正交试验结果

试验号	a(g·mL)	b/%	c	SOD 包埋率/%
1	6:1	40	SPI+MD+糖	23.33
2	5:1	40	SPI+糖	10.24
3	4:1	40	SPI+MD	38.65
4	6:1	35	SPI+糖	11.25
5	5:1	35	SPI+MD	26.48
6	4:1	35	SPI+MD+糖	20.36
7	6:1	30	SPI+MD	35.76
8	5:1	30	SPI+糖	12.04
9	4:1	30	SPI+MD+糖	21.26
K <sub>1</sub>	23.45	24.07	33.63	
K <sub>2</sub>	16.25	19.36	11.18	
K <sub>3</sub>	26.76	23.02	21.65	
R	10.51	4.71	22.45	

2.4 产品质量指标

2.4.1 感官特性

色泽,均匀一致的乳黄色;滋味和气味,具有大豆蛋白香味;组织形态,干燥,均匀粉末;冲调性,经搅拌可迅速溶解于水中,不结块。

2.4.2 理化指标

蛋白质 18.5%, 脂肪 26.0%, 水分 ≤ 5.0%, 不溶解度指数 ≤ 1.0 mL。

2.4.3 微生物指标

图 3 微囊 SOD 颗粒显微图,(放大 400 倍)

菌落总数 30 个/g,大肠菌群 80 MPN/kg,致病菌不得检出。

#### 参 考 文 献

- 1 章贤明,孙宗华,丁小斌. SOD 脂质体制备的研究[J].生物医学工程杂志,1997,14(3):259~262
- 2 许琛琦,秦德安. SOD-GC 脂质体的制备及包封率的测定[J].日用化学工业,2001(1):57~58
- 3 谢岩黎. 富含 SOD 功能性食品的开发[J]. 河南职业技术学院学报,1999, 27(2):53~54
- 4 阙光锋,张广民. 烟草野火病菌(*Pseudomonas syringae* pv. *tabaci*)对烟草细胞内 5 种防御酶系统的影响[J]. 山东农业大学学报, 2002,33(1):28~31
- 5 朱迅涛,许时婴. 以大豆蛋白制备微胶囊化鱼油的研究——微胶囊化鱼油的壁材选择[J]. 中国油脂. 2001,23(6):35~38

## Optimizing Microencapsulation of SOD with Soy Protein Isolate and Fish Oil

Zhu Junchen<sup>1,2</sup> Liao Guangjin<sup>1</sup>

1(Department of Applied Biological Engineering, Shenzhen Polytechnic, Shenzhen, 518055)

2(College of Life Science, South China Normal University, Guangzhou, 510641)

**ABSTRACT** This study details the microencapsulation of superoxide dismutase(SOD) by sprayer drying. Soy protein isolation (SPI) and fish oil were chosen as out-wall and inner-wall material of microcapsule to increase the oxidization resistance of SOD and inner-wall material of microcapsule to increase the oxidization resistance of SOD and encapsulation rate. Microencapsulation of SOD was produced with good quality and rather high retention ratio of 38.65%. Based on the orthogonal test, the optimal parameters of microencapsulation of SOD by spray drying were as follows: feed concentration being at 40%, inlet temperature of 195℃, homogenizing pressure at 500MPa, outlet temperature being 110℃, out-wall system of microcapsule ingredient mainly being composed of SPI and malt dextrin, the ratio of fish oil to SOD solution and that of fish oil to out-wall material solution being 4:1(v/v) and 2:5(v/v) respectively, inlet temperature being 160~180℃, and outlet temperature being 70~80℃.

**Key words** superoxide dismutase, microencapsulation, encapsulation ratio

·广 告·

### 多种 密度、浓度计 总有一款适合您

我厂专业生产多种型号的溶液密度计和溶液浓度计,可广泛地适用于酿造生产、食品加工与发酵等工业生产过程中,对包括酸、碱、盐在内的多种溶液的密度或浓度的自动在线检测。还有供室内使用的台式密度计(特别推荐)。

### 上海浦东新区三海智能仪表厂

厂址:上海张江高科技园区

电话:021-58377810

网址:www.sanhai.com

3721网络实名:密度计、溶液浓度计