

大蒜提取物微胶囊技术研究*

苏美琼^{1a}, 李元瑞^{1b}, 杨柏崇², 吴彩娥^{1b}, 许克勇^{1b}

(1 西北农林科技大学 a 林学院, b 食品科学与工程学院, 陕西 杨凌 712100;

2 中国农业大学 食品科学与工程学院, 北京 100083)

[摘 要] 采用自行设计的小型设备, 对大蒜提取物(大蒜精油)进行微胶囊化, 并对影响大蒜提取物微胶囊造粒过程及包埋率的多种因素进行了系列研究, 确定物料流速为 0.4 mL/s , 喷雾气体压力为 0.15 MPa , 物料粘度为 $2.590 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, 得出了微胶囊产品状态质量与物料流速、喷雾气体压力和物料粘度之间的关系方程; 壁材和心材质量比为 $1:1$, 乳化剂配比为 0.2% 吐温-80+ 0.1% 单甘酯, 壁材浓度为 27.5 mg/g 时得到微胶囊的包埋率为 86.88% , 产品收得率 71.22% 。

[关键词] 大蒜提取物; 微胶囊; 锐孔; 工艺

[中图分类号] S633.409.9

[文献标识码] A

[文章编号] 1671-9387(2005)08-0135-04

大蒜(*Allium sativum* L.)是百合科多年生宿根草本植物, 世界各地均有栽培。大蒜及其特种风味物质具有诸多的保健功能和良好的经济开发前景^[1]。利用超临界 CO_2 萃取等技术提取大蒜的有效成分时, 由于萃取物的主要成分是二烯丙基二硫化物、二烯丙基三硫化物、二烯丙基四硫化物、二甲基二硫醚、二丙烯基硫醚等几十种含硫风味物质, 这些物质大都易挥发, 在空气中易受光和热的影响而变质^[2], 加之将大蒜提取物直接应用于食品加工还会引起食品风味的变化。因此, 利用现代食品工业技术——微胶囊技术将大蒜的超临界 CO_2 萃取物制成微胶囊化产品, 可避免大蒜提取物的挥发损失和外界因素引起的氧化变质, 提高储存、运输和应用的方便性。鉴于此, 本研究探讨了大蒜超临界提取物制备微胶囊的方法。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

蔡家坡大蒜(*Allium sativum* L., 栽培种)、海藻酸钠(Sodium alginate, 化学纯)、氯化钙(Calcium chloride, 分析纯)、高浓度 CO_2 气体、单甘酯(Glycerin Mono stearate, 食用级)、吐温-80(Tween-80, 化学纯)。

121-50-1 型超临界 CO_2 萃取设备、气流式锐孔-凝固浴制囊装置、FJ-200 高速分散均质机、101-1

干燥箱、XSP-209 双目生物显微镜

1.2 试验方法

1.2.1 大蒜提取物的超临界 CO_2 提取 将新鲜大蒜去皮, 用粉碎机粉碎, 然后置于超临界 CO_2 萃取釜中, 萃取 4 h 即得到乳白色粘稠的大蒜提取物。

1.2.2 海藻酸钠溶液的配制 在烧杯中倒入适量的水, 加入海藻酸钠, 待其基本溶解后, 用高速分散均质机均质 2 min , 直至全部溶解。

1.2.3 心材的混合与乳化 首先, 将乳化剂加入海藻酸钠水溶液中, 并混匀, 然后将大蒜提取物倒入, 用高速分散均质机均质, 使其形成均匀的乳化液, 不能出现油滴聚集上浮的现象。

1.2.4 气流式锐孔-凝固浴制囊装置 为了自动、连续、快速地大量生产微胶囊, 对气流式锐孔-凝固浴制囊装置作了许多改进, 研制了如图 1 所示的实验装置。气流式锐孔-凝固浴制囊装置主要由氮气瓶、注射器、喷头、接收器等组成。装置运转时, 氮气瓶中的高压氮气通过减压阀输入喷头; 在注射器内装有海藻酸钠与心材的乳化液, 以一定速度挤压注射器内的乳化液, 乳化液经注射器针头流出, 与此同时, 被输入喷头的高速氮气流雾化成小液滴, 落入盛有 CaCl_2 溶液的接收器内, 固化成海藻酸钙微胶珠。微胶珠经蒸馏水洗涤, 干燥成为微胶囊。通过调整减压阀压力和注射器推进速度, 可以改变微胶囊大小。

* [收稿日期] 2004-11-04

[作者简介] 苏美琼(1971-), 女, 河北保定人, 助理研究员, 硕士, 主要从事药用植物栽培与利用研究。

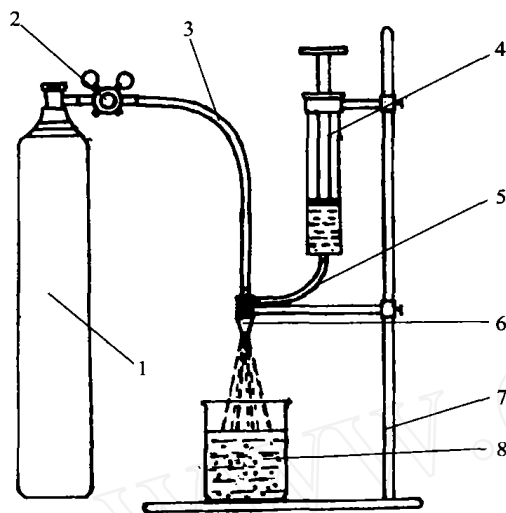


图 1 气流式锐孔-凝固浴制囊装置

1 氮气瓶; 2 减压阀; 3 导气管; 4 注射器;
5 导液管; 6 喷头; 7 支架; 8 接收器

Fig 1 Installation of microencapsulation
via airstream tiny hole

1 Nitrogen bottle; 2 Decompression valve;
3 Gas pipe; 4 Injector; 5 Liquid pipe; 6 Nozzle;
7 Kickstand; 8 Receiver

1.3 微胶囊化效果评定

1.3.1 干燥率的计算 参照 GB 5497-85, 将干燥的微胶囊产品置于烘箱内, 105℃ 下烘干 2~3 h, 至恒重时称重。

干燥率/% = (湿微胶囊量 - 干燥的微胶囊产品量) / 湿微胶囊的总含水量 × 100%。

1.3.2 大蒜提取物有效成分的测定 采用“加成法”测定^[3]。

1.3.3 大蒜提取物微胶囊化效果的评定 微胶囊化效果可用微胶囊化效率或包埋率来衡量^[4,5]。

微胶囊包埋率/% = 微胶囊包埋油量 / 微胶囊总含油量 × 100% = (1 - 微胶囊表面油量 / 微胶囊总含油量) × 100%。

1.3.4 大蒜提取物微胶囊收得率的计算^[6] 微胶囊收得率/% = (微胶囊总重量 / 固形物投料总重量) × 100%。

1.4 喷雾造粒中最佳工艺条件的正交试验

采用正交试验优化喷雾造粒工艺条件。用肉眼观察所得微胶囊外形及微胶囊颗粒均匀度, 以 1~10 为评分指标对产品进行综合评分^[4], 微胶囊产品评分指数越高, 产品状态质量越好, 将最好的产品评为 10 分, 最差的产品评为 1 分, 并对试验因素作回

归分析, 建立回归方程。

1.5 微胶囊包埋率的影响因素研究

微胶囊被包物质称为心材, 包埋物质称为壁材。在均质时间、CaCl₂ 浓度、液面距、不同粘度的物料流速、气压等参数最优的条件下, 对壁材浓度、壁材和心材质量比、乳化剂种类和用量做 L₁₆(4³) 正交试验, 以微胶囊包埋率为指标, 确定最佳工艺参数。

2 结果与分析

2.1 喷雾造粒中最佳工艺条件的正交试验结果

由表 1 可以看出, 影响微胶囊状态质量的 3 个因素中, 物料粘度对微胶囊产品形态影响最大; 喷雾造粒中最佳工艺条件为物料粘度 2 590 mPa·s, 物料流速 0.4 mL/s, 喷雾气体压力 0.15 MPa。

对物料流速(x_1)、喷雾气体压力(x_2)、物料粘度(x_3)与微胶囊产品感官综合评分结果(y)作回归分析, 其回归方程为:

$$y = -17.295515 + 30.195708x_1 + 48.469169x_2 + 0.010297x_3 - 28.125000x_1^2 - 5.296034x_1x_2 - 150.000000x_2^2 - 0.000386x_3x_1 - 0.000433x_3x_2 - 0.000001535x_3^2,$$

式中, $1 \leq y \leq 10$, 因素 x_1, x_3, x_1^2, x_3^2 在水平 $\alpha = 0.05$ 下均显著。

2.2 影响微胶囊包埋率的因素^[7,8]

包埋率是微胶囊产品质量的一个重要指标, 包埋率越高, 说明在生产过程中心材物质在微胶囊表面粘附量越小, 心材的损失越少。由表 2 可以看出, 影响微胶囊包埋率的 3 个因素中, 壁材与心材质量比对微胶囊的包埋率影响最大, 当壁材:心材为 1:0.5 时, 大蒜提取物的心材包埋率最高, 但是此条件下微胶囊产品的壁材浪费较大, 心材包埋量较低。当壁材:心材为 1:1 时, 虽然产品的包埋率略有降低, 但壁材浪费较小, 因此, 壁材和心材质量比以 1:1 为宜。对大蒜提取物微胶囊产品包埋率产生次要影响的是乳化剂配比, 以配方 4(0.2% 吐温-80 + 0.1% 单甘酯) 为最佳乳化剂配比; 壁材浓度以 27.5 mg/g 为最佳。

2.3 大蒜提取物微胶囊产品的物理性质

经优化配方和工艺制成的大蒜提取物微胶囊, 产品收得率为 71.22%, 包埋率为 86.88%。产品气味纯正, 无异味; 颜色乳白; 颗粒细腻、均匀, 大多呈球状, 粒度大致分布在 20~70 μm , 平均粒度为 52.3 μm ; 干燥, 不结块, 水分含量为 5.03%; 流动性好, 自流角约为 35°。

表 1 喷雾造粒最佳工艺条件的正交试验结果

Table 1 Result of the orthogonal test on choosing technics of spray				
编号 No.	物料流速(A) / (mL · s ⁻¹) Velocity of flow	喷雾气体压力(B) /MPa A ir pressure	物料粘度(C) / (mPa · s) Conglutination	感官综合评分 M ean score
1	1(0.80)	1(0.20)	1(5.210)	2
2	1	2(0.15)	2(4.160)	7
3	1	3(0.10)	3(2.590)	7
4	1	4(0.05)	4(1.260)	1
5	2(0.60)	1	2	8
6	2	2	1	4
7	2	3	4	4
8	2	4	3	8
9	3(0.40)	1	3	10
10	3	2	4	4
11	3	3	1	5
12	3	4	2	8
13	4(0.20)	1	4	1
14	4	2	3	8
15	4	3	2	6
16	4	4	1	1
K ₁	17	21	12	
K ₂	24	23	29	
K ₃	27	22	33	
K ₄	16	18	10	
k ₁	4.25	5.25	3	
k ₂	6	5.75	7.25	
k ₃	6.75	5.5	8.25	
k ₄	4	4.5	2.5	
R	2.75	1.25	5.75	
最优组合 Best combination		A ₃ B ₂ C ₃		
主次顺序 Primary and secondary order		C>A>B		

表 2 大蒜提取物微胶囊配方优化正交试验结果

Table 2 Result of the orthogonal test on choosing microencapsulation formula				
编号 No.	壁材浓度(A) / (mg · g ⁻¹) Concentration of wall material	壁材 心材(B) W all material center material	乳化剂配比(C) Emulsifier	包埋率/% Em bed percentage
1	1(23.0)	1(1.0.5)	1[0.1% 吐温-80 0.1% Tween-80]	80.95
2	1	2(1.1)	2[0.2% 吐温-80 0.2% Tween-80]	82.55
3	1	3(1.1.5)	3[0.1% 吐温-80+ 0.1% 单甘酯 0.1% Tween-80+ 0.1% Glycerin monostearate]	76.89
4	1	4(1.2)	4[0.2% 吐温-80+ 0.1% 单甘酯 0.2% Tween-80+ 0.1% Glycerin monostearate]	76.41
5	2(27.5)	1	2	84.68
6	2	2	1	79.47
7	2	3	4	79.94
8	2	4	3	74.98
9	3(31.0)	1	3	82.52
10	3	2	4	84.11
11	3	3	1	75.35
12	3	4	2	76.42
13	4(34.5)	1	4	85.15

续表 2 Continued Table 2

编号 No.	壁材浓度(A) / (mg · g ⁻¹) Concentration of wall material	壁材 心材(B) Wall material center material	乳化剂配比(C) Emulsifier	包埋率/% Embed percentage
14	4	2	3	80.59
15	4	3	2	79.36
16	4	4	1	71.40
K ₁	316.80	333.30	307.17	
K ₂	319.07	326.72	323.51	
K ₃	318.40	311.54	314.98	
K ₄	316.50	299.21	325.61	
k ₁	79.20	83.33	76.79	
k ₂	79.77	81.68	80.88	
k ₃	79.60	77.89	78.75	
k ₄	79.13	74.80	81.40	
R _j	0.64	8.53	4.61	
最优组合 Best combination			A 2B 1C 4	
主次顺序 Primary and secondary order			B > C > A	

3 讨 论

3.1 微胶囊化的方法

锐孔法微胶囊技术与喷雾干燥法相比较, 技术装置较简单, 投资少。但喷雾干燥法生产能力高, 且有现成设备, 操作灵活, 成本也低, 只是设备庞大, 一次性投资较多。喷雾干燥法微胶囊技术虽然已经比较成熟, 但仍有其难以克服的缺点, 如对于易挥发的成分或高热敏感的成分包埋不成功。由于锐孔法是在低温条件下对物料微胶囊化, 因此对在高温条件

下易挥发、分解、变性的物料, 锐孔法不失为一种比较理想的微胶囊化技术。锐孔法在食品工业中的应用虽然目前尚不十分广泛, 但经研究者努力, 其应用范围可能越来越大。

3.2 微胶囊产品的收得率

本试验微胶囊产品收得率比较低, 原因主要有 2 个方面: 一是部分液料在收集器皿壁上粘结; 二是试验中投入液料少, 微胶囊洗涤过滤后, 有大量的 CaCl₂ 流失。因此, 在选择大的收集容器和提高液料投入量后会有效提高产品的收得率。

[参考文献]

- [1] 能煜, 伍睿, 陈丽. 大蒜研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2000, 12(2): 67-74
- [2] 田允波, 曾书琴. 大蒜素的研究与应用[J]. 饲料博览, 2002, (3): 6-8
- [3] 向云峰, 刘达玉. “加成法”检测大蒜有效成分的研究[J]. 食品工业科技, 1997, 18(1): 83-86, 82
- [4] 王显伦. 锐孔法制备微胶囊技术研究[J]. 郑州粮食学院学报, 1995, 16(4): 21-26
- [5] 吴彩娥, 闫师杰, 寇晓虹. 锐孔法制作核桃油微胶囊的研究[J]. 食品工业科技, 2002, 23(2): 18-20
- [6] 向云峰, 杨佳祝. 大蒜油树脂微胶囊生产工艺的研究[J]. 食品工业科技, 1997, 18(2): 16-20
- [7] 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
- [8] 庞杰, 张甫生, 肖丽霞. 魔芋生物碱的微胶囊化工艺及生防效果试验[J]. 农业工程学报, 2003, 19(7): 188-192

Study on the microencapsulation of garlic extract

SU Mei-qiong^{1a}, LI Yuan-rui^{1b}, YANG Bai-chong², WU Cai-e^{1b}, XU Ke-yong^{1b}

(1 a College of Forestry, b College of Food Science and Engineering, Northwest A & F University, Yangling, Shaanxi 712100, China;

2 College of Food Science and Nutrition Engineering, China Agriculture University, Beijing 100083, China)

Abstract: This research microencapsulates garlic extract with the minitype facility was designed by ourselves. It puts up a series of research on the factors which affect the process and microencapsulating efficiency, and the material velocity of flow is 0.4 mL/s, the pressure 0.15 MPa, the material velocity of flow 2.590 m Pa · s. An equation among the quality of microcapsule product and these three factors's gained. The scale of wall material and center material is 1:1, the compound rate of emulsificating reagent is 0.2% Tween-80 and 0.1% Glycerin Monostearate. The best consistency of the wall material is 27.5 mg/g. On this condition, the embedded rate of the microcapsule is 86.88%.

Key words: garlic extract; microcapsule; tiny hole; technics