

低压等离子体改性淀粉用于 精油微胶囊的制备研究

卢延霞,张 岩,姜文利,王世清

(青岛农业大学 食品科学与工程学院,山东 青岛 266109)

摘要:针对大蒜油易挥发、易氧化、气味刺鼻等缺点,以改性淀粉为壁材,采用喷雾干燥法制备大蒜油微胶囊。通过低压等离子体技术对普通蜡质玉米淀粉进行了改性;对大蒜油微胶囊制备工艺进行了优化;比较了淀粉改性前后所得微胶囊产品对啤酒酵母抑菌性和储藏稳定性的影响。结果表明,低压等离子体处理后蜡质玉米淀粉的成膜性能有了明显改变;淀粉改性后大蒜油微胶囊的最佳工艺条件为:壁材浓度为15%,芯材浓度为20%,进风口温度为180℃,进料温度为45℃,包埋率可达92.3%;改性淀粉微胶囊的抑菌效果和储藏稳定性优于普通蜡质玉米淀粉微胶囊。

关键词 低压等离子体;喷雾干燥;微胶囊;抑菌性;储藏稳定性

中图分类号:TS 236.9; TS 225.6 **文献标识码:**A **文章编号:**1007-7561(2016)02-0017-04

Preparation of garlic oil microencapsulation with modified corn starch by low pressure plasma

LU Yan-xia, ZHANG Yan, JIANG Wen-li WANG Shi-qing

(College of Food Science and Engineering, Qingdao Agricultural University, Qingdao Shandong 266109)

Abstract: In order to overcome the shortage of volatileness, easily oxidized and pungent odor of arlic oil, the garlic oil microcapsules were prepared by spray-drying process with modified starch as the wall material. Ordinary waxy corn starch was preliminary modified by low pressure plasma technology. The preparation technique on garlic oil microencapsulation was optimized. The effects on the storage stability and bacteriostatic of *saccharomyces cerevisiae* were compared between before and after the reform of microcapsules. The results showed that film-forming performance of waxy corn starch had been significantly changed after being treated by the low pressure plasma. The optimum process of starch modified conditions of garlic oil microencapsulation was as follows: the concentration of wall material was 15%, the concentration of core material was 20%, the inlet temperature was 180℃, the feed temperature was 45℃, the embedding rate was 92.3%. The storage stability and bacteriostatic effect of the modified starch microcapsule were better than that of ordinary waxy corn starch microcapsule.

Key words: low pressure plasma; spray drying; microcapsule; bacteriostatic property; storage stability.

大蒜油具有抗菌消炎、防脱发、增强肝功能、抗肿瘤、增强人体免疫等多种药理作用,但大蒜油有特殊的气味、性质极不稳定、易受光线和温度影响、易

挥发、易氧化变质^[1-5],这些缺点限制了其广泛的应用。当前较好的处理方法是利用微胶囊技术对大蒜油进行包埋处理,可以提高其稳定性,减弱刺激性并延长保质期。

淀粉作为一种绿色可再生廉价资源,在食品行业具有很广泛的应用。蜡质玉米淀粉作为淀粉的一

收稿日期:2015-09-16

基金项目:国家自然科学基金(31271963);青岛农业大学高层次人才启动基金(6630418);青岛公共领域科技支撑计划(112319nsh)

作者简介:卢延霞,1987年出生,女,硕士研究生。

通讯作者:张岩,1969年出生,副教授。

种,发源于我国,相较于普通淀粉,蜡质玉米淀粉具有营养价值高、透明度佳、糊液稳定性好等优点,但由于其自身固有的一些缺点,如机械加工性能差、乳化稳定性低、成膜性差等,限制了其在微胶囊中的应用,而变性淀粉能克服这些缺点,表现出更好的成膜性和稳定性^[6]。淀粉的改性技术主要有化学法和生物酶解法^[7],但是这两种方法存在易产生化学残留、操作复杂等问题^[8];作为近几年发展起来的一项新技术,低压等离子体技术具备处理时间短、操作简单、节能环保等优势^[9],Li^[10]发现辉光等离子体可诱发乙烯接枝聚合到红薯和玉米淀粉;Szymanski^[11]在射频(RF)等离子体中充入甲烷,可在马铃薯淀粉颗粒表面形成聚乙烯复合膜;Zuo^[12]研究称等离子体对淀粉颗粒的作用机制可以用等离子体发生平衡器作用原理来解释;国内在等离子体处理淀粉方面的研究较少,蒲华寅^[13]利用介质阻挡放电(DBD)等离子体技术对马铃薯和玉米原淀粉进行处理,发现淀粉溶解度提高、黏度降低;马丕波等^[14]用等离子体对纺织用淀粉浆进行改性,发现其亲水性增强;王宝根等^[15]对淀粉膜用等离子体进行处理后,浸入到丙烯酸溶液中结果发生了接枝聚合反应。目前,利用低压等离子体技术对玉米蜡质淀粉改性的研究尚未见报道。为此,本实验选取蜡质玉米淀粉(WCS)进行低压等离子体技术预处理,以大蒜油为芯材制备微胶囊,优化其制备工艺,并对所得微胶囊产品的抑菌性和稳定性进行深入研究,旨在为低压等离子体在淀粉改性方面的应用提供实验参考。

1 材料与方 法

1.1 试验材料

蜡质玉米淀粉:山东福洋生物科技有限公司;大蒜油:郑州雪麦龙食品香料有限公司;麦芽汁:杰森麦丁利酿酒科技有限公司;试验菌种:青岛农业大学微生物试验室保存的啤酒酵母菌。

1.2 试验仪器

等离子体设备:青岛农业大学;MCR102型动态流变仪:奥地利安东帕公司;喷雾干燥设备:YC-015实验型喷雾干燥机;AD200L-H30G均质机:上海昂尼仪器仪表有限公司;恒温水浴锅:龙口市先科仪器公司;Q/SGYM1009型分析天平:奥豪斯仪器有限公司;JB-HS-900无菌操作台:苏州佳宝净化设备有限公司;DHP-9012电热恒温培养箱:上海越平科学仪器有限公司;MLS-3780高压灭菌锅:广州三洋电机有限公司;美国热电尼高力公司;HV-S

恒温振荡器:金城国胜实验仪器厂。

1.3 试验方法

1.3.1 低压等离子体对蜡质玉米淀粉的改性实验

称取 WCS 0.5 g,放入含有 5 mL 蒸馏水的培养皿中,将培养皿放入 28 ℃ 的干燥箱,干燥到样品含水量在 1%,以满足等离子体设备的要求。将经前处理的样品放入等离子体发生器的两电极之间,利用等离子体的高能粒子与淀粉颗粒发生碰撞从而使淀粉颗粒间发生交联反应^[12],处理 4 min,调节功率 300 W 进行相关性质的测定。

1.3.2 改性蜡质玉米淀粉的乳化稳定性(ES)测定

参照陈均志^[16]等测定方法,配制质量分数为 1.0% 的淀粉悬浊液 100 mL,加入 50 mL 的大蒜油,在 10 000 r/min 下乳化剪切 3 min,均质 3 次,将乳化液平均倒入 3 支具有刻度的试管中,放置 24 h,记录乳化液乳化层的体积。

$$\text{乳化稳定性}/\% = (\text{乳化层体积}/\text{总体积}) \times 100\%$$

1.3.3 改性蜡质玉米淀粉成膜性测定

参考殷雪^[17]等测定方法,将质量分数为 2% 的淀粉糊倒在玻璃板上,均匀涂布,放入 65 ℃ 的干燥箱中,3 h 即成膜,取出后观察其成膜性。

1.3.4 大蒜精油微胶囊化正交试验

以低压等离子体改性蜡质玉米淀粉为壁材,进行大蒜精油微胶囊化,选取壁材浓度(v/v)、芯材浓度(v/v)、进风温度、进料温度 4 因素 3 水平 $L_9(3^4)$ 进行正交试验,实验方案如表 1 所示。

表 1 等离子体改性蜡质玉米淀粉为壁材的大蒜精油微胶囊化正交试验因素水平

因素	壁材浓度 A/%	芯材浓度 B/%	进风温度 C/℃	进料温度 D/℃
1	15	10	170	45
2	20	15	180	55
3	25	20	190	65

1.3.4.1 微胶囊包埋率测定

根据 GB 8862—88 测定微胶囊产品内油的含量。

$$\text{包埋效率}/\% = (1 - \text{微胶囊表面的大蒜油质量}/\text{微胶囊中总的大蒜油质量}) \times 100\%$$

1.3.5 大蒜油微胶囊的抑菌性试验

根据 GB/T 4793—2010,采用稀释法结合平板计数法间隔 4 h 记录菌落总数。

1.3.6 大蒜油微胶囊的储藏稳定性实验

将最佳工艺下制备的大蒜油微胶囊在室温干燥

处保存60天,每隔10天,测微胶囊中大蒜油含量,与起初微胶囊大蒜油含量进行对比。

保留率/% = $(t_1$ 微胶囊中大蒜油 m_1/t_2 微胶囊中大蒜油 $m_2) \times 100\%$

式中: m_1 为储存过程中 t_1 时间的质量, g; m_2 : 微胶囊储存初始时间 t_2 的质量, g。

2 结果与分析

2.1 低压等离子体处理对淀粉乳化稳定性的影响

图1为等离子体处理对蜡质玉米淀粉乳化稳定性的影响。可以看出,经等离子体处理后,蜡质玉米淀粉的乳化稳定性较未处理淀粉有明显的提高,随着处理功率的增大乳化稳定性增强。原因可能是等离子体处理使淀粉产生了交联作用,增加了淀粉糊的黏度,从而减缓了油相和水相的机械运动,使其分离速度降低^[18]。当处理功率增大到400 W时,其乳化稳定性反而略微降低,这是因为较大的处理功率对淀粉在相对低功率下所形成的交联产生了轻微的破坏。乳化稳定性的加强增加了其作为微胶囊壁材的优越性。

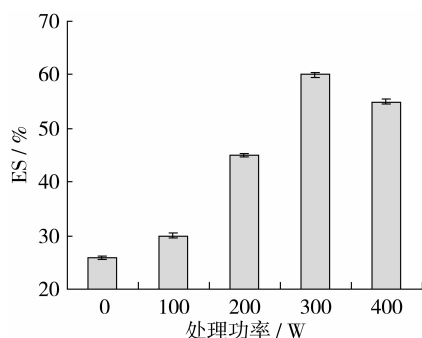
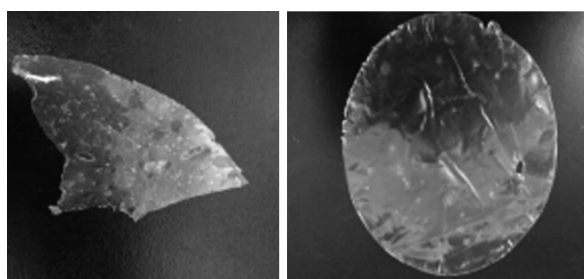


图1 等离子体处理对蜡质玉米淀粉乳化稳定性的影响

2.2 低压等离子体处理对淀粉成膜性的影响

图2为等离子体处理对蜡质玉米淀粉成膜性影响。由图2可知,在淀粉溶液浓度为2%的情况下,其淀粉糊就能成膜,且具有较好的成膜性,所形成的膜具有光泽、柔韧度较好、透明度佳等优点。



a 未改性淀粉所成膜 b 改性淀粉所成膜

图2 等离子体处理对蜡质玉米淀粉成膜性的影响

2.3 以改性蜡质玉米淀粉为壁材的微胶囊化正交试验

表2为等离子体改性蜡质玉米淀粉为壁材的微胶囊化正交试验结果。从表2可以看出,影响微胶囊包埋率因素主次为 $C > D > A > B$,即进风口温度对微胶囊包埋率的影响最大,其次为进料温度,芯材含量影响最小,最优组合为 $A_1B_3C_2D_1$,即壁材浓度15%,芯材浓度20%,进风口温度180℃,进料温度45℃,在此最优工艺条件下,所得微胶囊包埋率为92.3%。

表2 等离子体改性蜡质玉米淀粉为壁材的微胶囊化正交实验结果

试验号	壁材浓度 A	芯材浓度 B	进风口温度 C	进料温度 D	包埋率 /%
1	1	1	1	1	88.2
2	1	2	2	2	85.2
3	1	3	3	3	83.4
4	2	1	2	3	87.1
5	2	2	3	1	82.0
6	2	3	1	2	80.9
7	3	1	3	2	75.4
8	3	2	1	3	72.6
9	3	3	2	1	91.2
k_1	85.6	83.6	80.6	87.1	
k_2	83.3	80.0	87.8	80.5	
k_3	79.7	85.2	80.3	81.0	
R	5.9	5.2	7.6	6.6	

2.4 大蒜油微胶囊的抑菌性

图3为大蒜油微胶囊对啤酒酵母的生长抑制曲线。由图3可知,没有添加微胶囊和大蒜油的生长空白对啤酒酵母没有抑制作用。而纯大蒜油、WCS大蒜油微胶囊和等离子体改性WCS大蒜油微胶囊,均表现出对啤酒酵母菌显著的抑制作用,菌落总数在12h后下降到 10^1 cfu/mL,然后开始增长,而生长空白菌落总数已达到 10^9 cfu/mL。载有大蒜油的微胶囊(WCS大蒜油微胶囊和等离子体改性WCS大蒜油微胶囊)有更持久的抑菌效果,12h时纯大蒜油的抑菌效果显著降低,菌落总数出现一个较快的增长,28h后其菌落总数达到了 10^6 cfu/mL,而载有大蒜油的微胶囊菌落总数仅在 10^3 cfu/mL;36h后纯大蒜油微胶囊样品和生长空白的菌落总数相差不大,而载有大蒜油的微胶囊样品其菌落总数还维持在相对较低的水平,即等离子体改性WCS大蒜油微胶囊比改性前抑菌效果持久。这是因为包埋体系可

以对大蒜油起到控释的效果,处理后 WCS 微胶囊稳定性更好,在菌液中起到了更好的控释效果,从而延长了抑菌效果^[19]。

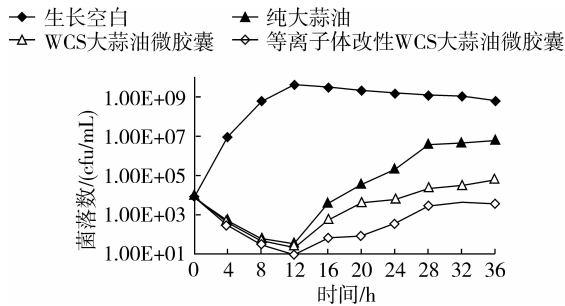


图3 大蒜油微胶囊对啤酒酵母的生长抑制曲线

2.5 微胶囊的储藏稳定性

图4为大蒜油微胶囊储藏稳定性实验结果。由图4可知,储藏60d后,等离子体改性淀粉微胶囊的大蒜油保留率高于普通蜡质玉米淀粉为壁材的大蒜油微胶囊,其原因是保留率与均质后乳液的稳定性有关,稳定性越好其储藏稳定性越好^[20]。

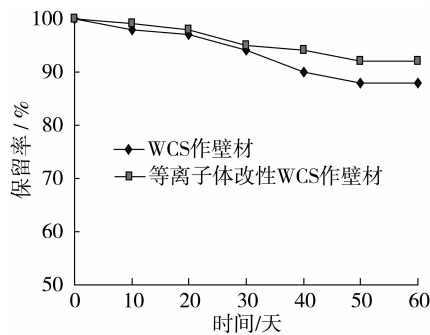


图4 大蒜油微胶囊的储藏稳定性曲线

3 结论

对普通蜡质玉米淀粉进行了低压等离子体技术改性,改性淀粉的乳化稳定性有了明显的改善,成膜性提高;所制得了大蒜油微胶囊,其包埋率、抑菌性和稳定性等指标都高于未经处理前的蜡质玉米淀粉微胶囊制品。改性淀粉大蒜油微胶囊的最佳工艺为:壁材浓度为15%,芯材浓度为20%,进风口温度为180℃,进料温度为45℃,包埋率可达92.3%。

参考文献:

[1]张丹,汪圣毅,陈志武,等. 大蒜素对人胃癌SGC-7901细胞迁移、增殖及凋亡的影响[J]. 中药材, 2013, 36(4): 615-618.
 [2]Liu S, Sun Y, Li W. et al. The antibacterial mode of action of al-litridi for its potential use as a therapeutic agent against Helicobacter pylori infection [J]. FEMS Microbiol Lett, 2010, 303(2): 83-189.

[3]余鸿艳,刘重斌,丁颖威,等. 大蒜素对慢性铁过负荷大鼠氧化应激的保护作用[J]. 浙江临床医学, 2013, (3): 289-291.
 [4]Xiao D, Lew Kl, Kim Ya, et al. Diallyl trisulfide suppresses growth of PC-3 human prostate cancer xenograft in vivo in association with Bax and Bak induction [J]. Clin Cancer Res, 2006, 12(22): 6836-6843.
 [5]李素云,李星科,张华. 大蒜素的制备及储藏稳定性研究[J]. 中国调味品, 2015, 40(2): 40-43.
 [6]刘亚东. 变性淀粉在我国应用、研究现状及发展趋势分析[J]. 粮食与油脂, 2005, (10): 7-10.
 [7]刘彩芬. 变性淀粉在造纸、食品工业中的应用研究现状[J]. 黑龙江造纸, 2015(1): 23-27.
 [8]乔欣,闫丽君,张占柱. 变性淀粉的种类及应用[J]. 染料与染色, 2010, 47(5): 44-47.
 [9]Binjia Zhang, Shixuan Xiong, Xiaoxi Li. et al. Effect of oxygen glow plasma on supramolecular and molecular structures of starch and related mechanism. Food Hydrocolloids [J]. 2014, 37: 69-76.
 [10]Liu C Y, Liao C D, Stobinski L, et al. Effects of hydrogen, oxygen, and ammonia low-pressure glow plasma on granular starches [J]. Carbohydrate Polymers. 2002, 49(4): 449-456.
 [11]Hieronim Szymanowski, Mariusz Kaczmarek, Maciej Gazicki - Lipman, et al. New biodegradable material based on RF plasma modified starch [J]. Surface & Coatings Technology. 2005, 200:539-543.
 [12]Ji - Jun Zou, Chang - Jun Liu, Baldur Eliasson. Modification of starch by glow discharge plasma [J]. Carbohydrate Polymers. 2004, 55:23-26.
 [13]蒲华寅. 等离子体作用对淀粉结构及性质影响的研究[D]. 广东:华南理工大学, 2013.
 [14]马丕波,徐卫林,范东翠. 等离子体处理对淀粉性能影响研究[J]. 武汉科技学院学报, 2008, 21(6): 38-42.
 [15]王宝根. 用等离子体改性淀粉膜的处理条件分析[J]. 纺织科技进展, 2010(2), 25-27.
 [16]陈均志,赵艳娜,银鹏. 微波有机相法制备辛烯基吡啶酸淀粉酯及其乳化稳定性性能的研究[J]. 食品科学, 2005, 26(1): 80-83.
 [17]殷雪,周岩,王春颖. 等. 壳聚糖改性、抑菌性、成膜性研究[J]. 武汉工业学院学报, 2008, 27(3): 18-22.
 [18]Keetels C J A M, Van Vliet T, Walstra P. Gelation and retrogradation of concentrated starch systems [J]. Food Hydrocolloids, 1996, 10: 355-362.
 [19]Eliasson A. C, Finstad H, Ljunger G. A. A study of starch-lipid interactions for some native and modified maize starches [J]. Starch/Stärke, 1988, 40: 95-100.
 [20]Wang Q, Gong J, Huang X, et al. In vitro evaluation of the activity of microencapsulated carvacrol against Escherichia coli with K88 pili [J]. Journal of Applied Microbiology, 2009, 107(6): 1781-1788. 完