

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2019.04.004

响应面法优化油茶籽油微胶囊 喷雾干燥工艺的研究

包 珍, 鲁 青, 张 良, 肖勇生

(江西省食品发酵研究所, 江西 宜春 336000)

摘 要: 在单因素实验的基础上, 利用响应面法对油茶籽油微胶囊喷雾干燥的加工工艺进行优化。结果表明, 最佳工艺条件为: 总固形物含量 19%, 进风温度 180 ℃, 进样流量 16 mL/min。各因素对油茶籽油微胶囊包埋率的影响大小关系为: 总固形物含量>进样流速>进风温度。

关键词: 油茶籽油; 微胶囊; 喷雾干燥; 响应面法

中图分类号: TS224 文献标识码: A 文章编号: 1007-7561(2019)04-0019-05

Optimization of spray drying process of camellia oleifera seed oil microcapsule by response surface methodology

BAO Zhen, LU Qing, ZHANG Liang, XIAO Yong-sheng

(Jiangxi Institute of Food and Fermentation, Yichun Jiangxi 336000)

Abstract: On the basis of single factor experiment, the processing technology of microencapsulated camellia oleifera seed oil was optimized by response surface method. The results showed that the optimized parameters were as follows: solid content 19%, inlet air temperature 180 ℃, and feed flow rate 16 mL/min. The order of the effects of various factors on the embedding rate of microencapsulated camellia oleifera seed oil was: solid content>feed flow rate>inlet air temperature.

Key words: camellia oleifera seed oil; microcapsule; spray drying; response surface methodology

油茶为山茶科山茶属常绿木本植物, 花果同期, 油茶果仁含油 40%~60%, 是中国特有的新兴优质食用油脂。根据 Asia Pulse 的报道, 中国的油茶籽油到 2020 年, 预计年产量可以达到 250 万吨^[1-2]。油茶种子经压榨后制得的油茶籽油是一种理想的疗效保健营养油脂, 较其他食用油有着诸多的优点, 其不饱和脂肪酸含量在 90%以上, 以油酸和亚油酸为主, 含有维生素 E、甾醇、角鲨烯、多酚等多种营养成分, 能预防和减少三高及心脑血管等疾病, 被联合国粮农组织列入重点推广的健康型高级食用植物油, 非常适用于心脏病、血管硬化、高血压等病人食用^[3-5]。由于油茶籽油

中不饱和脂肪酸含量高达 90%以上, 所以在加工和贮藏过程中仍易受光、温度影响后产生腐败变质, 影响油茶籽油的食用价值, 因此需要进行技术处理^[6]。食品通过微胶囊技术加以包埋和保护后能使各方面性能保持稳定, 通过控制芯材在体内释放而被人体吸收, 油脂经微胶囊化后可以隔绝与外界接触提高贮藏的稳定性、更容易溶解在水中, 可保护敏感成分不被破坏等^[7-8]。为提高油茶籽油的储存稳定性, 本研究通过响应面法探索油茶籽油微胶囊喷雾干燥工艺, 以期油茶籽油的深加工工艺优化提供参考依据。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与设备

油茶籽油: 江西星火农林科技发展有限公司;

收稿日期: 2019-01-17

作者简介: 包珍, 1981 年出生, 女, 工程师。

大豆分离蛋白(SPI)、玉米葡萄糖浆、单硬脂酸甘油酯、蔗糖酯：美国唐瑞斯食品物料公司；脱脂奶粉：超市购买。石油醚(30~60 沸程)、乙醚、氨水、无水乙醇：上海西陇化工有限公司。

ML204 分析天平：梅特勒—托利多仪器(上海)有限公司；YC-015 实验型喷雾干燥机：上海雅程仪器设备有限公司；FM200 实验室高剪切分散乳化机：北京中科三研科技有限责任公司；GZX-9240MBE 电热鼓风干燥箱：上海博迅实业有限公司医疗设备厂；DZKW-0-2 电热恒温水浴锅：北京市永光明医疗仪器有限公司。

1.2 分析方法

1.2.1 包埋率计算

$$\text{包埋率}/\% = \left(1 - \frac{\text{表面油含量}}{\text{总油含量}}\right) \times 100$$

1.2.2 表面油的测定

准确称取 3 g (精确至 0.001 g) 左右的微胶囊粉末，分别以 10、10、10 mL 石油醚提取 3 次，每次振荡 2 min，滤纸过滤并合并三次滤液，将滤液于 70 ℃ 下烘干，蒸出石油醚并称重，得到微胶囊表面油质量^[9]。

1.2.3 总油的测定

准确称取 1 g (精确至 0.001 g) 左右的微胶囊粉末，于 10 mL 60 ℃ 左右的蒸馏水中充分溶解，加入 1 mL 25% 的氨水并摇匀，再加入 10 mL 无水乙醇，充分摇匀，待冷却后加入 25 mL 乙醚，摇匀，再加入 25 mL 石油醚，摇匀(摇匀过程中随时放气)，静置分层后取上层液在 70 ℃ 下烘干，称重，得到微胶囊总油质量^[9]。

1.3 实验方法

1.3.1 微胶囊化方法

称取一定质量 SPI 在 65 ℃ 条件下溶解于蒸馏水中，溶解过程中不断搅拌，待完全溶解后向其中缓慢加入玉米葡萄糖浆和脱脂奶粉，不断搅拌形成均匀壁材溶液 A。将茶油和乳化剂(蔗糖酯单硬脂酸甘油酯 = 1 : 1) 混合，搅拌溶解，形成芯材溶液 B。在 50~55 ℃ 下，搅拌速度为 1 200 r/min 下将混合物溶液 B 液缓慢加入溶液 A，混合后继

续搅拌 5 min，混合液经均质乳化后对所得乳化液 C 进行喷雾干燥，制得油茶籽油微胶囊粉末。芯壁材比为 2 : 5，出风口温度为 75 ℃。

1.3.2 单因素实验

1.3.2.1 总固形物含量对油茶籽油微胶囊包埋率的影响

以包埋率为指标，按照进风温度 180 ℃、进料流速 16 mL/min，总固形物含量 12%、14%、16%、18%、20%、22% 对乳化液 C 进行喷雾干燥，分析总固形物含量对油茶籽油微胶囊化的影响。

1.3.2.2 进风温度对油茶籽油微胶囊包埋率的影响

以包埋率为指标，按照进料流速 16 mL/min、总固形物含量 20%，进风温度 150、160、170、180、190、200 ℃ 对乳化液 c 进行喷雾干燥，分析进风温度对油茶籽油微胶囊化的影响。

1.3.2.3 进料流速对油茶籽油微胶囊包埋率的影响

以包埋率为指标，按照进风温度 180 ℃、总固形物含量 20%，进料流量 10、13、16、19、22、25 mL/min 对乳化液 C 进行喷雾干燥，分析进料流速对油茶籽油微胶囊化的影响。

1.3.3 响应面实验设计

在单因素实验结果的基础上，以总固形物含量(A)、进风温度(B)、进料流速(C)为自变量，包埋率(Y)为响应值，根据 Box-Behnken 实验设计原理，设计 3 因素 3 水平的响应面实验，实验设计见表 1。

表 1 Box-Behnken 实验因素与水平设计

水平	因素		
	A 总固形物含量/%	B 进风温度/℃	C 进料流速/(mL/min)
-1	16	170	13
0	18	180	16
1	20	190	19

2 结果与分析

2.1 单因素实验结果

2.1.1 总固形物含量对油茶籽油微胶囊包埋率的影响

由图 1 可以看出，随着总固形物含量的增加，

包埋率也随之升高，在总固形物含量为 20% 时升至最高，随后下降。主要原因是由于总固形物含量增大，油茶籽油乳化液含水量减少，有利于乳化液的干燥和囊壁的形成，而如果总固形物含量继续增大后，使得乳化液粘稠度增加而不利于干燥，导致包埋率开始下降。因此选择总固形物含量 16%、18% 和 20% 进行下一步实验。

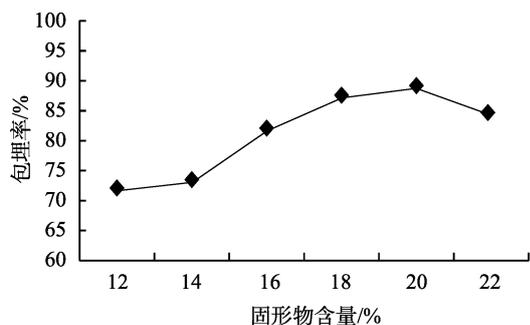


图 1 总固形物含量对微胶囊包埋率的影响

2.1.2 进风温度对油茶籽油微胶囊包埋率的影响

由图 2 可以看出，随着进风温度的升高，包埋率随之升高，当进风温度达到 190 时达到最高。在干燥过程中，若温度过低则喷雾的雾滴未能完全干燥形成壁囊，而温度过高时，则容易破坏已形成的囊壁，导致包埋率降低，所以，温度过高或过低都将直接影响微胶囊包埋率。因此，选择 170、180、190 进行下一步实验。

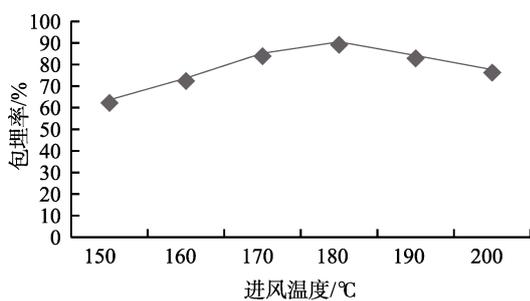


图 2 进风温度对微胶囊包埋率的影响

2.1.3 进料流速对油茶籽油微胶囊包埋率的影响

由图 3 可以看出，随着进料流速的增加，包埋率随之上升，当进料流速达到 16 mL/min 时达到最高，随后开始下降。这主要是因为当进料流速小时，雾滴容易被干燥，但是由于出风温度较高，容易对壁囊造成破坏，而当进料流速大时，

进料量过多而导致雾滴难以干燥，从而包埋率降低。因此，选择进料流量 13、16、19 mL/min 进行下一步实验。

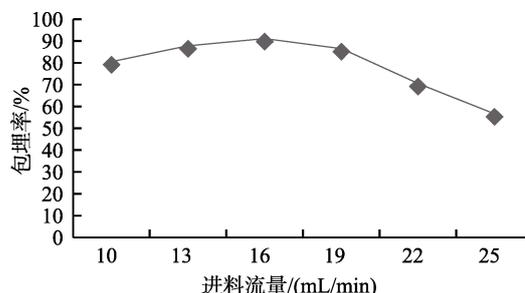


图 3 进料流量对微胶囊包埋率的影响

2.2 响应面实验结果与分析

2.2.1 回归方程的建立和方差分析

根据 2.4 方法进行实验设计，结果见表 2。对表 2 中的实验数据进行处理，得到回归方程方差分析表 3。采用 DesignExpert 8.06 软件进行多元回归拟合分析，得到二次回归方程如下：

$$Y=82.88+5.99A+0.98B+4.61C-4.23AB+0.60AC+2.08BC+2.33A^2-6.09B^2-10.41C^2$$

表 2 响应面实验设计及结果

实验号	A 总固形物含量/%	B 进风温度/℃	C 进料流速/(mL/min)	Y 响应值
1	-1	-1	0	67.9
2	1	-1	0	88.9
3	-1	1	0	77.8
4	1	1	0	81.9
5	-1	0	-1	64.6
6	1	0	-1	74.8
7	-1	0	1	73.6
8	1	0	1	86.2
9	0	-1	-1	63.1
10	0	1	-1	61.4
11	0	-1	1	67.2
12	0	1	1	73.8
13	0	0	0	83.7
14	0	0	0	82.2
15	0	0	0	82.9
16	0	0	0	82.5
17	0	0	0	83.1

由表 3 可知, 该模型具有高度的显著性 ($P_{Model} < 0.0001$), 失拟项不显著 ($P > 0.05$)。其中决定系数为 0.9917, 校正决定系数 0.9578, 说明该回归方程的拟合度较好, 实际值与预测值有很好的拟合相关性。模型的变异系数为 1.04 ($< 10\%$), 说明具有较好的实验稳定性, 而本模型的信噪比达到 45.603 (> 4), 即该模型可用。

表 3 回归模型的方差分析

项目	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	1205.97	9	134.00	213.64	< 0.000 1	**
A	286.80	1	286.80	457.26	< 0.000 1	**
B	7.61	1	7.61	12.13	0.010 2	*
C	170.20	1	170.20	271.36	< 0.000 1	**
A ²	22.96	1	22.96	36.60	0.000 5	**
B ²	156.16	1	156.16	248.97	< 0.000 1	**
C ²	456.73	1	456.73	728.18	< 0.000 1	**
AB	71.40	1	71.40	113.84	< 0.000 1	**
AC	1.44	1	1.44	2.30	0.173 5	
BC	17.22	1	17.22	27.46	0.000 6	**
残差	4.39	7	0.63			
失拟项	3.06	3	1.02	3.07	0.1531	不显著
误差	1.33	4	0.33			
总和	1 210.36	16				

cv=0.76% $R^2 = 0.9923$ $R^2_{Adj} = 0.9825$ $R^2_{Pred} = 0.9133$ Adeq
Precision=31.432

注: *表示差异显著 ($0.01 < P < 0.05$), **表示差异极显著 ($P < 0.01$)。

模型中各因素的 F 值反映了各因素对响应值 Y 的影响程度, 若 F 值越大, 表明该因素对响应值的影响越大。从方差分析表 3 可知: $F_A = 457.26$, $F_B = 12.13$, $F_C = 271.36$, 即各因素对油茶籽油微胶囊化包埋率影响程度大小顺序为: A (固形物含量) > C (进料流速) > B (进风温度)。

回归模型的方差分析结果表明: 模型一次项中 A、C, 模型交互项 AB、BC, 二次项因素 A²、B²、C² 对响应值 Y 的影响差异均为极显著, 具有显著的曲线关系, 模型一次项中的 B 对响应值 Y 的影响差异显著, 交互项 AC 对响应值 Y 的影响差异不显著, 说明各因素对响应值 Y 的影响程度并非简单的线性关系。

2.2.2 响应曲面分析

为了能直观反映出两个因素间交互作用显著程度, 根据回归方程做出响应曲面分析图, 如图 4-6 所示。各因素间交互作用的响应面 3D 分析图, 等高线可以反映出两因素交互作用的强弱, 等高线形状呈椭圆形表示两因素交互作用显著, 而等高线形状呈圆形则表示不显著^[10]。

由图 4 可以看出, 油茶籽油微胶囊包埋率随着总固形物含量的升高而逐渐升高, 随着进风温度升高, 包埋率先升高后略微下降, 结合模型方差分析表可以得出两因素的交互作用极显著。

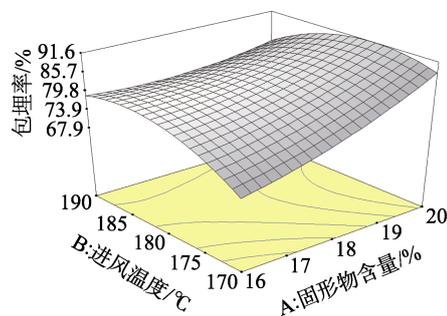


图 4 总固形物含量和进风温度对包埋率的响应面图

由图 5 可以看出, 油茶籽油微胶囊包埋率随着总固形物含量的升高而逐渐升高, 随着进料流速升高, 包埋率呈现先升高后下降的——结合模型方差分析表可以得出两因素的交互作用极显著。

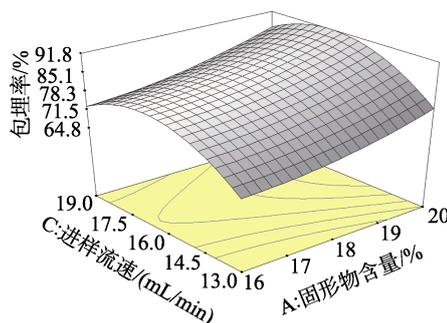


图 5 总固形物含量和进料流速对包埋率的响应面图

由图 6 可以看出, 油茶籽油微胶囊包埋率随着进风温度的升高呈现先升高而后下降的趋势, 随着进料流速升高, 包埋率同样呈现先升高后下降的趋势, 结合模型方差分析表可以得出两因素的交互作用不显著。

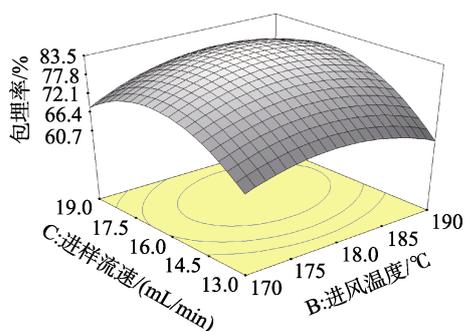


图6 进风温度和进样流速对包埋率的响应面图

2.3 最佳工艺的确定与验证

根据此回归模型进行计算,得到最佳工艺条件为:总固形物含量19.40%,进风温度179.64,进样流速16.19 mL/min,得到油茶籽油微胶囊包埋率为89.55%。考虑到实际可操作性,将最佳工艺条件调整为:总固形物含量19%,进风温度180,进样流速16 mL/min,为验证结果的可靠性,采用上述优化工艺条件制备10份油茶籽油微胶囊粉末,平均包埋率为88.7%,接近油茶籽油微胶囊包埋率的理论值,这说明利用该响应面法得到的优化工艺可靠。

3 结论

本实验利用喷雾干燥法制备油茶籽油干粉,通过单因素实验和响应面实验确定了油茶籽油喷雾干燥法微胶囊化的最佳加工工艺条件为:总固形物含量19%,进风温度180,进样流速16 mL/min,在此条件下得到的包埋率为88.7%,接近理论值。在此条件下制备的油茶籽油干粉有较好的颗粒均匀度、色泽、气味和溶解性。根据响应面实验

结果,得出总固形物含量和进样温度、进样温度和进样流速对油茶籽油微胶囊包埋率的影响极显著,各实验因素对油茶籽油微胶囊包埋率的影响程度并非简单的线性关系。各因素对油茶籽油微胶囊包埋率的影响大小关系为:总固形物含量>进样流速>进风温度。模型可以用于油茶籽油微胶囊包埋率的预测,与实际拟合度好,为油茶籽油干粉制备的工业化生产提供了一定的理论依据。

参考文献

- [1] 廖书娟, 吉当玲, 董华荣. 茶油脂脂肪酸组成及其营养保健功能[J]. 粮食与油脂, 2005(6): 7-9.
- [2] 范方宇, 董选刚, 常艳琼, 等. 喷雾干燥法制备茶油微胶囊的研究[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2013, 34(6): 73-76.
- [3] 朱彬, 钟海燕, 曹清明, 等. 油茶活性成分研究进展与展望[J]. 经济林研究, 2012, 28(3): 146-151.
- [4] SHEN JIANFU, ZHANG ZHIYING, TIAN BING, et al. Lipophilic phenols partially explain differences in the antioxidant activity of subfractions from methanol extract of camellia oil[J]. Eur Food Res Technol, 2012, 235(6): 1071-1082.
- [5] 邓龙, 邓泽元, 胡蒋宁, 等. 油茶籽油加工过程中理化性质和营养品质的变化[J]. 食品科学, 2015, 36(23): 111-115.
- [6] 董增, 姚宏燕, 翟科峰, 等. 茶油微胶囊化制备及其特性研究[J]. 宿州学院学报, 2016, 31(9): 118-120.
- [7] 吴克刚, 柴向华. 食品微胶囊技术[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2006: 169-175.
- [8] 许时婴, 张小鸣编. 微胶囊技术: 原理与应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 169-175.
- [9] 范方宇, 常艳琼, 董选刚, 等. 响应面分析法优化茶油微胶囊喷雾干燥工艺[J]. 食品工业科技, 2014(11): 184-187.
- [10] 卢宇, 阿荣, 张园园, 等. 响应面法优化藜麦多酚提取工艺的研究[J]. 食品工业科技, 2016(12): 11-315.