

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2023.02.013

吴汶静, 宗爱珍, 李子松, 等. 响应面法优化中碳链脂肪酸甘油三酯微胶囊制备配方的研究[J]. 粮油食品科技, 2023, 31(2): 97-105.

WU W J, ZONG A Z, LI Z S, et al. Optimization of medium chain triglycerides microcapsules by response surface method[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2023, 31(2): 97-105.

响应面法优化中碳链脂肪酸甘油三酯微胶囊制备配方的研究

吴汶静¹, 宗爱珍¹, 李子松², 王爱月², 干昭波³, 黄凤洪¹, 贾敏¹✉, 徐同成¹

(1. 山东省农业科学院农产品加工与营养研究所/山东省特殊医学用途配方食品工程技术研究中心/山东省农产品精深加工技术重点实验室/农业农村部新食品资源加工重点实验室, 山东 济南 250000;

2. 山东兴泉油脂有限公司, 山东 临沂 276600;

3. 山东百龙创园生物科技股份有限公司, 山东 德州 253000)

摘要:中碳链脂肪酸甘油三酯具有降低体重、调节脂代谢、缓解疲劳等功效,其常温下为液态,为方便其在食品领域应用,以乳清蛋白、菊粉为壁材,采用喷雾干燥的方法制备中碳链脂肪酸甘油三酯微胶囊。通过单因素实验,考察复配壁材比例、壁材添加量、芯壁比、乳化剂添加量、复配乳化剂比例对中碳链脂肪酸甘油三酯微胶囊包埋率的影响,采用 Box-Behnken 设计响应面实验优化中碳链脂肪酸甘油三酯微胶囊的制备配方,并测定制备的中碳链脂肪酸甘油三酯微胶囊基本理化性质。结果表明:中碳链脂肪酸甘油三酯微胶囊最佳制备配方为乳清蛋白:菊粉 3:1 (w/w)、乳化剂添加量 0.4 g/100 mL、芯壁比 1:1 (w/w)、复配壁材(乳清蛋白和菊粉)添加量 14 g/100 mL、复配乳化剂(单甘酯:羧甲基纤维素钠)1:1 (w/w),在此条件下制备的中碳链脂肪酸甘油三酯微胶囊包埋率可达 95%,具有良好流动性、分散性及溶解性,粒径分布均匀,平均粒径为 4.43 μm。

关键词:中碳链脂肪酸甘油三酯;菊粉;微胶囊;响应面分析

中图分类号:TS225.1 文献标识码:A 文章编号:1007-7561(2023)02-0097-09

Optimization of Medium Chain Triglycerides Microcapsules by Response Surface Method

WU Wen-jing¹, ZONG Ai-zhen¹, LI Zi-song², WANG Ai-yue², GAN Zhao-bo³, HUANG Feng-hong¹, JIA Min¹✉, XU Tong-cheng¹

(1. Institute of Agro-Food Science and Technology/Shandong Engineering Research Center for Formulated Foods for Special Medical Purposes/Key Laboratory of Advanced and Deep Processing Technology of Agricultural of Shandong Province/Key Laboratory of New Food Resource Processing, Jinan, Shandong 250000, China; 2. Shandong Xingquan Oil Co., Ltd., Linyi, Shandong 276600, China; 3. Shandong Bailong Chuangyuan Biotechnology Co., Ltd., Dezhou, Shandong 253000, China)

收稿日期:2022-10-26

基金项目:山东省农业科学院农业科技创新工程(CXGC2022B05);泰山学者工程建设专项-黄凤洪(ts201712081);济南市“新高校 20 条”资助项目(2021GXRC025)

Supported by: Agricultural Science and Technology Innovation Project of Shandong Academy of Agricultural Sciences (No.CXGC2022B05); Taishan Scholars Project Construction Project-Huang Fenghong (No.ts201712081); Jinan “20 new colleges and universities” Funded Project (No. 2021GXRC025)

作者简介:吴汶静,1998 年出生,女,在读硕士生,研究方向为粮油加工与特医食品创制。E-mail:sdzpwj@163.com.

通讯作者:贾敏,1989 年出生,女,在读博士生,助理研究员,研究方向为粮油加工与特医食品创制。E-mail:jiamin2014@qq.com.

Abstract: Medium chain triglycerides has the effect of reducing body weight, regulating lipid metabolism, relieving fatigue and so on, and it is liquid at room temperature. In order to facilitate its application in the field of food, the medium chain triglycerides microcapsules were prepared by spray drying with whey protein and inulin as composite wall materials. The effects of composite wall material proportion, wall material addition amount, core-wall ratio, emulsifier addition amount and composite emulsifier proportion on the embedding rate of medium chain triglycerides microcapsules were investigated by single factor experiment. Box-Behnken design response surface test was used to optimize the preparation formula of medium chain triglycerides microcapsules, and the basic physical and chemical properties of the prepared medium chain triglyceride microcapsules were determined. The response surface method results showed that the optimal preparation conditions of medium chain triglycerides microcapsules were as follows: whey protein: inulin ratio of 3 : 1 (w/w), emulsifier supplemental amount of 0.4 g/100 mL, core wall ratio of 1 : 1 (w/w), compound wall material (whey protein and inulin) supplemental amount of 14 g/100 mL, compound emulsifier (monoglycerol : sodium carboxymethyl cellulose) ratio of 1 : 1 (w/w), under this condition, the embedding rate of carbon chain fatty acid triglyceride microcapsules can reach 95%. The medium chain triglycerides microcapsules had good fluidity, dispersibility and solubility. The microcapsules had uniform particle size, the average particle size were 4.43 μm .

Key words: medium chain triglycerides; inulin; microcapsule; response surface analysis

中碳链脂肪酸甘油三酯 (Medium chain triglycerides, MCT) 是由含 6~12 个碳原子的脂肪酸组成的甘油三酯, 主要成分包括辛酸甘油三酯、癸酸甘油三酯或辛酸和癸酸混合的甘油三酯^[1-2]。MCT 具有凝固点低, 常温下为液态, 粘度小, 稳定性好等物理性质^[3]。由于其结构不同于长碳链脂肪酸甘油三酯 (Long chain triglycerides, LCT), 因此在体内吸收代谢也有所不同。MCT 在小肠中分解为中碳链甘油三酯脂肪酸 (Medium carbon chain fatty acid, MCFA) 不依赖胆盐和胰酶的作用, 被小肠上皮绒毛细胞吸收后, 不会再合成甘油三酯, 而是经肝门静脉直接进入肝脏氧化供能^[4]。由于 MCT 不易在肝脏、脂肪等部位囤积, 供能迅速, 所以 MCT 具有预防肥胖、改善脂代谢及抗疲劳等功效, 备受大众关注^[5-8]。但是由于 MCT 常温下为液态, 在运输及食品加工等方面十分不便, 并且一次性摄入过多 MCT, 在体内消化吸收迅速, 会造成肠管腔浸透压增高引发腹泻等问题^[2,9], 限制了 MCT 在食品工业上的应用。

将 MCT 作为芯材制备微胶囊, 可以将液态 MCT 转化为固体粉末状, 方便运输和贮藏的同时便于添加到奶粉、病人术后食品、减肥食品中,

拓宽 MCT 在食品领域的应用。并且将 MCT 微胶囊化后可以延缓其在体内消化过程达到缓释的目的, 从而解决腹泻问题。微胶囊技术是利用天然或合成的物质作为壁材, 通过一定的方法对芯材物质进行包埋, 可以使芯材与外界环境隔离, 免受外界环境干扰, 提高芯材稳定性^[10-11]。在整个微胶囊体系中, 壁材的组成对微胶囊性质尤为重要, 微胶囊制备所需的壁材需安全无毒, 壁材与芯材之间不会发生反应, 具有良好的成模性, 粘度不宜过大等^[12]。同时满足上述条件, 对于单一壁材来说是不可能实现的, 因此, 在制备微胶囊的壁材选择中, 通常使用多种物质复配作为壁材^[13]。常用的微胶囊壁材有碳水化合物、蛋白质及胶体类物质^[14]。制备微胶囊的方法大致可以分为物理法、化学法及物理化学混合法三类。目前食品工业最常用的是物理法中的喷雾干燥法, 喷雾干燥法操作简单, 喷雾干燥机也是工业上常见的仪器, 易实现规模化生产, 且成本低, 制备过程中无污染物生成, 绿色环保^[15-16]。以往微胶囊的制备仅考虑包埋率和含油量, 在微胶囊配方的选择上对特殊人群如糖尿病等慢病人群的需求考虑欠缺。随着我国经济发展及人民生活水平不断提高, 居

民饮食结构和习惯也发生了很大变化,其中油脂摄入量不断增加给居民健康带来巨大威胁,油脂过量摄入会造成肥胖、高血压、高血糖,进而引发一系列慢性疾病。近年来我国慢性病死亡率不断上升^[17],2019年我国居民因慢性病死亡人数占全国居民死亡人数的88.5%左右^[18],而我国慢病病人专用食品仍在起步阶段,相对匮乏。乳清蛋白营养价值高,且其具有亲水和疏水基团,能够紧密附着在油脂表面,形成高弹性的膜,有利于乳化液的形成,适合作为包埋油脂的壁材,是目前使用较多的蛋白质类壁材^[19-20]。菊粉在小肠内几乎不会被分解为单糖,因此不会导致血糖水平增加,是一种低升糖果糖,并且菊粉在结肠内发酵产生短链脂肪酸可以改善胰岛素水平,调节糖代谢^[21-22]。菊粉自身具有凝胶特性,在壁材中加入菊粉,既可以增加微胶囊外壳的致密性又可以满足糖尿病等慢病人群需求。

本研究采用菊粉搭配乳清蛋白作为壁材,喷雾干燥法制备 MCT 微胶囊,通过单因素实验及响应面分析,以包埋率为评价指标,对 MCT 微胶囊的配方进行优化。旨在扩大 MCT 在食品领域的应用,并为慢病病人专用食品提供新思路。

1 材料与方 法

1.1 实验材料

中碳链脂肪酸甘油三酯:北京市脑力觉醒科技有限公司;乳清蛋白:美国西尔玛配料有限公司;菊粉:广东冠赢生物科技有限公司;单甘酯、羧甲基纤维素钠:山东优索化工科技有限公司;盐酸、石油醚:国药集团化学试剂有限公司;乙醚:天津市大茂化学试剂厂。

1.2 设备与仪器

磁力加热搅拌器:深圳欧莱博科技有限公司;高速剪切乳化机:德国 IKA 实验室仪器公司;电子分析天平:瑞士 Mettler-Toledo 集团;电热鼓风干燥箱:上海新苗医疗器械制造有限公司;恒温水浴锅:常州金坛精达仪器制造有限公司;Scientz-150 高压均质机:宁波新芝生物科技股份有限公司;B-100 旋转蒸发仪、B-290 小型喷雾干燥机:瑞士 Buchi 实验室仪器;UPW-20N 型超纯

水仪:美国 Millipore 密理博公司;SHB-3 循环水多用真空泵:郑州杜甫仪器厂;BT-2001 型激光粒度仪:丹东百特仪器有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 MCT 微胶囊制备

称取 14 g 复配壁材(乳清蛋白:菊粉(w/w)3:1)溶解在 60 °C 的 100 mL 蒸馏水中→使用磁力搅拌器 60 °C 恒温搅拌 15 min 溶解均匀→加入 14 g MCT→加入 0.4 g 复配乳化剂(羧甲基纤维素钠:单甘酯(w/w)1:1)→在高速剪切乳化机的作用下搅拌均匀形成初乳液→高压均质(40 Mpa, 2 次)→喷雾干燥(喷雾干燥进风温度 180 °C、喷雾干燥进样速度 15 mL/min)→成品

1.3.2 包埋率测定

1.3.2.1 表面含油量 准确称取 2 g MCT 微胶囊产品于锥形瓶中,加入 25 mL 石油醚振荡 5 min,将混合液倒入漏斗中过滤,并用 25 mL 石油醚洗涤,用干燥至质量恒定的圆底烧瓶收集滤液,旋转蒸发仪旋蒸至干,然后将圆底烧瓶置于真空干燥箱中 60 °C 干燥至质量恒定,称量并计算得到表面含油量^[23]。

1.3.2.2 总油量 参照 GB5009.168—2016《食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定》,选用酸水解法。准确称取 2 g 微胶囊样品,加入 10 mL 盐酸溶液混匀,将烧瓶置于 70 °C 水浴中水解 40 min,每隔 10 min 振荡一次,烧瓶水解完成后冷却至室温。冷却完毕后加入 10 mL 95%乙醇混匀,转移至分液漏斗中,烧瓶使用石油醚和乙醚的混合液冲洗,待分液漏斗中溶液静置分层后,旋转蒸发至干,最终的残留物的量即为微胶囊中总油量。

$$\text{包埋率} = \frac{W_0 - W_1}{W_0} \times 100\%$$

式中: W_0 ——微胶囊总油量(g); W_1 ——微胶囊表面含油量(g)。

1.3.3 MCT 微胶囊基本性质测定

1.3.3.1 水分含量的测定 参照 GB 5009.3—2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》采用直接干燥法。

取 1 g 样品至铝称量瓶中准确称量样品与称

量瓶总体积,放入 105 °C 烘箱中至恒重,两次操作的重量差即为样品水分含量。

$$\text{水分含量} = \frac{W - W_0}{W_1} \times 100\%$$

式中: W —放入烘箱后样品与称量瓶的重量(g); W_0 —放入烘箱前样品与称量瓶的重量(g); W_1 —样品重量(g)。

1.3.3.2 堆积密度的测定 准确称取适量微胶囊样品于干燥洁净带有刻度的漏斗中,测定其体积,质量与体积之比即为样品堆积密度。

1.3.3.3 溶解度的测定 准确称取 5 g 微胶囊样品于 50 mL 离心管中,加入 38 mL 蒸馏水充分溶解后,置于离心机中,以 4 000 r/min 离心 10 min,弃上清,重复上述步骤直至沉淀物不再溶解后,转移到已知重量的蒸发皿中,置于 105 °C 烘箱干燥至恒重。

$$\text{溶解度} = 1 - \frac{W_2 - W_1}{(1 - A) \times W} \times 100\%$$

式中: W —样品质量(g); W_1 —蒸发皿质量(g); W_2 —蒸发皿和不溶物总质量(g); A —样品含水量(g)。

1.3.3.4 休止角的测定 取 5 g 微胶囊样品,使其经过漏斗缓慢滑落并自然堆积至水平圆盘上,测量堆积高度及粉堆半径。

$$\text{休止角} = \arctan \frac{h}{r}$$

式中: h —堆积高度(cm); r —粉堆半径(cm)。

1.3.3.5 粒径的测定 取一定量的样品于烧杯中,加适量去离子水充分溶解后,采用 BT-2001 型激光粒度仪进行粒径湿法测定。

1.4 数据分析

各指标重复测定 3 次,取平均值,采用 SPSS 18.0 进行统计分析,使用 Origin 8.0 进行绘制图表,运用 Design-Expert V8.0.6.1 软件进行分析处理。

2 结果与分析

2.1 MCT 微胶囊配方单因素实验

2.1.1 复配壁材比对微胶囊包埋率的影响

共添加 14 g/100 mL 壁材(乳清蛋白和菊粉),芯壁比为 1 : 1 (w/w),复配乳化剂添加量为

0.4 g/100 mL,复配乳化剂中单甘酯与羧甲基纤维素钠比例为 1 : 1 (w/w) 的条件下,复配壁材比(乳清蛋白 : 菊粉)分别为 4 : 1、3 : 1、2 : 1、1 : 1、1 : 2 (w/w) 下制备微胶囊,测定微胶囊的包埋率。结果见图 1。

由图可知,随着菊粉添加量增多,MCT 微胶囊包埋率呈现先上升后下降的趋势,在乳清蛋白 : 菊粉为 3 : 1 (w/w) 时,MCT 微胶囊包埋率达到最大。随后继续增加菊粉比例,包埋率开始下降。乳清蛋白中添加菊粉,由于菊粉本身分子量较小且具有凝胶特性,可以与乳清蛋白结合形成致密的外壳结构^[24],但是当菊粉添加量过多时,会造成乳液粘度太大,不利于后期喷雾干燥,致使包埋率下降。因此乳清蛋白 : 菊粉最佳比例为 3 : 1 (w/w)。

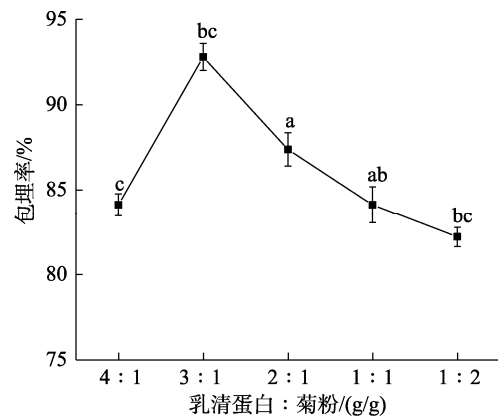


图 1 复配壁材比对 MCT 微胶囊包埋率的影响

Fig.1 Effect of compound wall material ratio on the encapsulation rate of MCT microcapsules

2.1.2 芯壁比对微胶囊包埋率的影响

共添加 14 g/100 mL 壁材(乳清蛋白和菊粉),复配壁材比(乳清蛋白 : 菊粉)为 3 : 1 (w/w),复配乳化剂添加量为 0.4 g/100 mL,复配乳化剂中单甘酯与羧甲基纤维素钠比例为 1 : 1 (w/w) 的条件下,芯壁比分别为 1 : 0.5、1 : 1、1 : 1.5、1 : 2、1 : 2.5 (w/w) 下制备微胶囊,测定微胶囊的包埋率。结果见图 2。

由图可知,包埋率随芯材含量占比减少而呈现先上升后逐渐平稳的趋势,当芯壁比为 1 : 1 (w/w) 时,MCT 微胶囊包埋率达到最大值,此后再减少芯材添加量包埋率虽仍有上升,但幅度

较小。芯材添加量过少易造成壁材浪费, 增加成本^[24], 因此选择最佳芯壁比为 1 : 1 (w/w)。

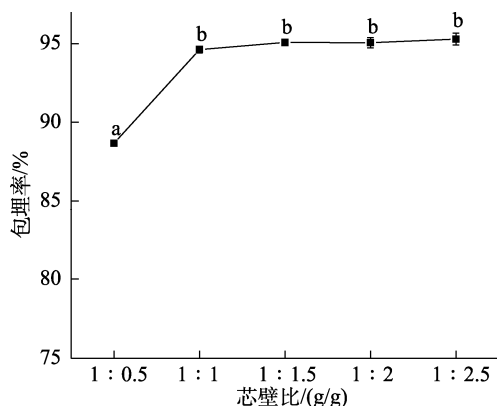


图 2 芯壁比对 MCT 微胶囊包埋率的影响

Fig.2 Effect of core-wall ratio on the encapsulation rate of MCT microcapsules

2.1.3 壁材添加量对微胶囊包埋率的影响

复配壁材比(乳清蛋白:菊粉)为 3 : 1 (w/w), 芯壁比为 1 : 1 (w/w), 复配乳化剂添加量为 0.4 g/100 mL, 复配乳化剂中单甘酯与羧甲基纤维素钠比例为 1 : 1 (w/w) 的条件下, 壁材添加量分别为 10、12、14、16、18 g/100 mL 的条件下制备微胶囊, 测定微胶囊的包埋率。结果见图 3。

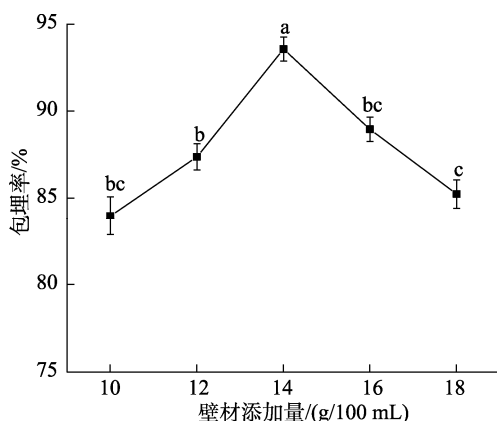


图 3 壁材添加量对 MCT 微胶囊包埋率的影响

Fig.3 Effect of wall material addition on the encapsulation rate of MCT microcapsules

由图可知, 包埋率随壁材添加量增加呈现先上升后下降的趋势, 当壁材添加量为 14 g/100 mL 时, MCT 微胶囊包埋率达到最大值, 继续增加壁材添加量, 包埋率开始下降。当壁材添加量过低时, 微胶囊乳化液中水分含量较大, 易出现微胶囊喷雾干燥不完全现象, 微胶囊的包埋率低。当

壁材添加量过高, 乳状液粘度增加, 不利于均质操作以及喷雾干燥, 导致微胶囊化效率降低, 并且喷雾干燥时微胶囊产品易出现焦化现象, 影响产品质量^[25]。因此最佳壁材添加量为 14 g/100 mL。

2.1.4 乳化剂添加量对微胶囊包埋率的影响

共添加 14 g/100 mL 壁材(乳清蛋白和菊粉), 复配壁材比(乳清蛋白:菊粉)为 3 : 1 (w/w), 芯壁比为 1 : 1 (w/w), 复配乳化剂中单甘酯与羧甲基纤维素钠比例为 1 : 1 (w/w) 的条件下, 乳化剂添加量分别为 0.2、0.3、0.4、0.5、0.6 g/100 mL 下制备微胶囊, 测定微胶囊的包埋率。结果见图 4。

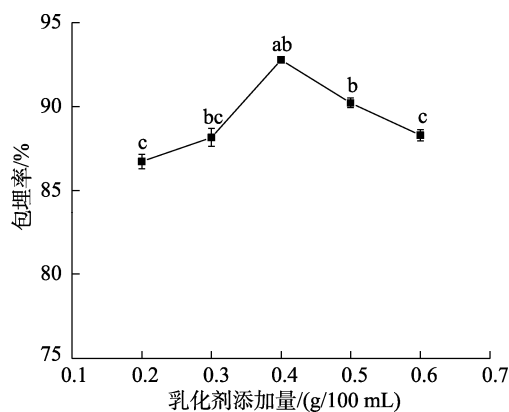


图 4 乳化剂添加量对 MCT 微胶囊包埋率的影响

Fig.4 Effect of emulsifier addition on the encapsulation rate of MCT Microcapsules

由图可知当乳化剂添加量为 0.4 g/100 mL 时, MCT 微胶囊包埋率最大, 此后再增加乳化剂添加量, 包埋率开始下降。对于乳化剂的添加量来说, 过多的乳化剂还会造成喷雾干燥过程中出现堵塞等问题^[26]。因此最佳乳化剂添加量为 0.4 g/100 mL。

2.1.5 复配乳化剂比对微胶囊包埋率的影响

共添加 14 g/100 mL 壁材(乳清蛋白和菊粉), 复配壁材比(乳清蛋白:菊粉)为 3 : 1 (w/w), 芯壁比为 1 : 1 (w/w), 复配乳化剂添加量为 0.4 g/100 mL 的条件下, 复配乳化剂比(单甘酯:羧甲基纤维素钠)分别为 2 : 1、3 : 2、1 : 1、1 : 2、2 : 3 (w/w) 制备微胶囊, 测定微胶囊的包埋率。结果见图 5。

由图可知, 单甘酯和羧甲基纤维素钠两者之间的比例对微胶囊包埋率的影响效果不明显, 随

着羧甲基纤维素钠占比的增加, MCT 微胶囊的包埋率呈现出先上升再下降的趋势, 当单甘酯: 羧甲基纤维素钠为 1:1 (w/w) 时, MCT 微胶囊的包埋率达到最高。综合各方面考虑, 最终选取包埋率最高点, 即单甘酯: 羧甲基纤维素钠为 1:1 (w/w) 作为后续的实验条件。

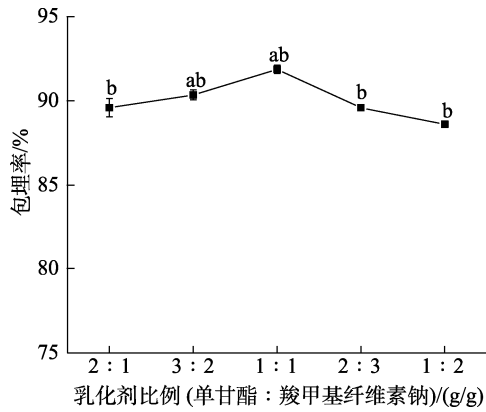


图 5 乳化剂比对 MCT 微胶囊包埋率的影响
Fig.5 Effect of emulsifier ratio on encapsulation rate of MCT Microcapsules

2.2 MCT 微胶囊配方响应面实验

2.2.1 实验的设计及显著性检验

在单因素实验的前提下, 确定显著因素和最佳条件, 分别是复配壁材比 3:1 (w/w), 芯壁比 1:1 (w/w), 壁材添加量 14 g/100 mL, 乳化剂添加量 0.4 g/100 mL, 以 MCT 微胶囊的包埋率为考察指标, 采用 Design Expert 8.0 软件进行四因素三水平响应面设计及分析。响应面实验因素与水平见表 1, 响应面实验设计及结果见表 2, 方差分析见表 3。

表 1 响应面实验因素与水平
Table 1 Response surface test factors and levels

水平	A 壁材添加量/ (g/100 mL)	B 复配壁材比/ (w/w)	C 乳化剂添加量/ (g/100 mL)	D 壁芯比/ (w/w)
-1	12.0	2	0.3	0.5
0	14.0	3	0.4	1.0
1	16.0	4	0.5	1.5

利用 Design-Expert 10.0.1 软件对实验数据进行统计分析, 得到二次多项式回归方程:

$$\text{包埋率} = 95.12 + 0.28 * A - 0.38 * B - 0.066 * C + 0.37 * D - 0.96 * AB + 0.42 * AC + 0.71 * AD - 0.027 * BC - 0.012 * BD + 0.54 * CD - 2.56 * A^2 - 1.79 * B^2 - 2.74 * C^2 - 1.43 * D^2$$

表 2 响应面实验设计及结果

Table 2 Response surface test design and results

实验号	A 壁材添加量/ (g/100 mL)	B 复配壁材比/ (w/w)	C 乳化剂添加量/ (g/100 mL)	D 壁芯比/ (w/w)	包埋率/%
1	0	0	-1	-1	90.90
2	1	0	0	1	92.31
3	0	0	-1	1	90.65
4	0	0	1	-1	90.09
5	0	-1	1	0	90.78
6	-1	0	0	1	89.97
7	1	0	1	0	90.35
8	0	1	0	1	92.26
9	0	0	0	0	95.17
10	0	0	0	0	95.50
11	0	0	0	0	95.32
12	1	0	0	-1	90.43
13	-1	0	1	0	89.34
14	0	1	-1	0	90.00
15	1	0	-1	0	89.98
16	0	-1	0	-1	92.05
17	1	1	0	0	89.77
18	-1	1	0	0	91.09
19	0	1	0	-1	91.35
20	-1	0	0	-1	90.92
21	0	0	0	0	94.86
22	1	-1	0	0	92.29
23	-1	-1	0	0	89.77
24	0	0	1	1	92.00
25	0	-1	-1	0	90.91
26	-1	0	-1	0	90.67
27	0	1	1	0	89.76
28	0	-1	0	1	93.01
29	0	0	0	0	94.77

表 3 方差分析

Table 3 Analysis of variance

方差来源	平方和	自由度	方差	F 值	P 值	显著性
回归模型	96.54	14	6.90	45.27	<0.000 1	**
A	0.95	1	0.95	6.21	0.025 8	*
B	1.75	1	1.75	11.47	0.004 4	**
C	0.052	1	0.052	0.34	0.568 3	
D	1.66	1	1.66	10.88	0.005 3	**
AB	3.69	1	3.69	24.20	0.000 2	**
AC	0.72	1	0.72	4.74	0.047 0	*
AD	2.00	1	2.00	13.14	0.002 8	**
BC	3.025E-003	1	3.025E-003	0.020	0.889 9	
BD	6.250E-004	1	6.250E-004	4.103E-003	0.949 8	
CD	1.17	1	1.17	7.66	0.015 1	*
A ²	42.55	1	42.55	279.31	<0.000 1	**
B ²	20.84	1	20.84	136.80	<0.000 1	**
C ²	48.83	1	48.83	320.53	<0.000 1	**
D ²	13.26	1	13.26	87.06	<0.000 1	**
残差	2.13	14	0.15			
失拟项	1.76	10	0.18	1.86	0.287 6	
纯误差	0.38	4	0.094			
合计	98.67	28				

注: *表示有显著性 (P≤0.05), **表示极为显著 (P≤0.01)。

Note: * indicate significant (P≤0.05). ** indicate extremely significant (P≤0.01).

从表 3 可知, MCT 微胶囊响应面实验模型的 $P < 0.000 1$, 说明该二次方程模型为极显著。决定系数为 $R^2 = 0.978 4$, 说明该回归模型的拟合情况较好, 回归方程代表性较好, 其响应值的变化有 97.84% 来自于所选的变量; 模型调整系数为 $R^2_{Adj} = 0.956 8$, 说明该模型的预测性较好, 实际值与预测值较为接近; 模型精密度为 21.647, 大于 4, 说明该模型是可行的。

2.2.2 验证实验

根据所得模型, 利用 Design-Expert 8.0 软件对配方进行优化, 得到的 MCT 微胶囊制备最优配方为复配壁材(乳清蛋白:菊粉)比例 2.87:1 (w/w)、复配壁材添加量 14.21 g/100 mL、芯壁比 1:1.08 (w/w)、复配乳化剂添加量 0.4 g/100 mL, 在此条件下 MCT 微胶囊的包埋率理论上可达到 95.19%。为方便操作, 将配方条件调整为复配壁材(乳清蛋白:菊粉)比例为 3:1 (w/w)、复配壁材添加量为 14 g/100 mL、芯壁比为 1:1 (w/w)、复配乳化剂添加量为 0.4 g/100 mL。经多次重复实验表明, MCT 微胶包埋效率平均可达 95.00%, 接近理论最佳值, 重复性良好, 证明实验结果可靠。

2.3 MCT 微胶囊基本性质

由表 4 可知, MCT 微胶囊的水分含量为 2.58%, 水分含量在 5% 以下, 满足微胶囊要求, 不易粘连, 便于贮藏; 堆积密度为 0.56 g/cm^3 , 休止角为 35.74° , 休止角越小, 流动性越好, 而工业上休止角在 $30\sim 45^\circ$ 之间表明产品流动性良好; 溶解度为 88.05%, 证明制备的 MCT 微胶囊溶解性能良好。

表 4 MCT 微胶囊基本理化性质
Table 4 Basic physicochemical properties of MCT microcapsules

项目	结果
水分含量/%	2.85±0.06
堆积密度/(g/cm ³)	0.56±0.06
休止角/°	35.74±0.14
溶解度/%	88.05±0.20

由图 6 可知, 制备的 MCT 微胶囊最小粒径为 $0.20 \mu\text{m}$, 最大粒径为 $75 \mu\text{m}$, 粒径主要分布在

$1\sim 10 \mu\text{m}$ 之间, 大致呈正态分布, 平均粒径为 $4.43 \mu\text{m}$, 粒径分布均匀且集中。市面上售卖的微胶囊粒径大多数分布在 $5\sim 200 \mu\text{m}$ 之间, 相比较而言, 所制备的 MCT 微胶囊粒径较小。

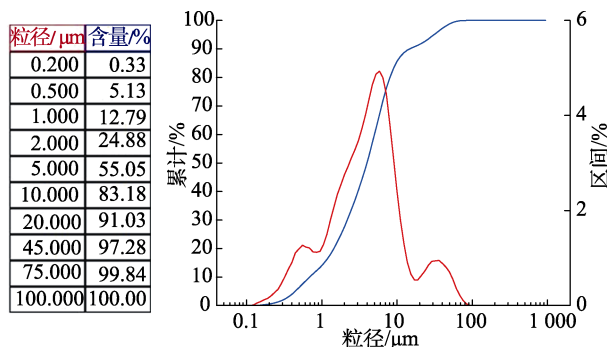


图 6 MCT 微胶囊粒径分布

Fig.6 Particle size distribution of MCT microcapsules


3 结论

以 MCT 为芯材, 乳清蛋白和菊粉为壁材, 单甘酯及羧甲基纤维素钠为乳化剂制备微胶囊结合实际情况最佳配方条件为复配壁材(乳清蛋白:菊粉)比例为 3:1 (w/w)、复配壁材添加量为 14 g/100 mL、芯壁比为 1:1 (w/w)、复配乳化剂添加量为 0.4 g/100 mL、复配乳化剂(单甘酯:羧甲基纤维素钠)比例为 1:1。在最佳配方条件下制备的 MCT 微胶囊包埋率可达 95.00%。制备的 MCT 微胶囊粒径分布均匀, 具有良好的流动性、分散性及溶解性。

参考文献:

- [1] 夏秋瑜, 赵松林, 李从发, 等. 中碳链脂肪酸甘油三酯的研究进展[J]. 食品研究与开发, 2007(7): 150-153.
XIA Q Y, ZHAO S L, LI C F, et al. The research progress on medium chain triglycerides[J]. Food Research and Development, 2007, 28(7): 150-153.
- [2] VOLPE S L, Medium-chain triglycerides and health[J]. ACSM's Health & Fitness Journal, 2020, 24(1):35-36..
- [3] 马双双, 蔡东联. 中链甘油三酯与能量代谢[J]. 中国保健营养, 2013, 23(2): 317-318.
MA S S, CAI D L. Medium chain triglycerides and energy metabolism[J]. China Health Care Nutrition, 2013, 23(2): 317-318.
- [4] 宫雪, 中链脂肪酸对糖尿病小鼠糖脂代谢的影响[D]. 北京: 中国人民解放军医学院, 2012.

- GONG X. Effects of medium chain fatty acid on glucose and lipid metabolism in Kkay diabetic mice[D]. Beijing: Chinese People's Liberation Army (PLA) Medical School, 2012.
- [5] ST-ONGE M P, JONES P J. Physiological effects of medium-chain triglycerides: potential agents in the prevention of obesity[J]. *J Nutr*, 2002, 132(3): 329-332.
- [6] PAPAMANDJARIS A A, MACDOUGALL D E, JONES P J. Medium chain fatty acid metabolism and energy expenditure: obesity treatment implications[J]. *Life Sci*, 1998, 62(14): 1203-1215.
- [7] 钱平, 李晓莉, 韩培涛, 等. 灌胃中链甘油三酯不同剂量对小鼠抗疲劳作用的影响[J]. *中国油脂*, 2019, 44(1): 56-60.
 QIAN P, LI X L, HAN P T, et al. Effects of gastric administration of medium - chain triglycerides with different time courses on anti - fatigue function in mice[J]. *China Oils and Fats*, 2019, 44(1): 56-60.
- [8] 韩培涛, 李晓莉, 钱平, 等. 中链甘油三酯抗疲劳作用及其机制研究[J]. *中国油脂*, 2018, 43(1): 56-60.
 HAN P T, LI X L, QIAN P, et al. Anti - fatigue effect of medium chain triglycerides and its mechanism[J]. *China Oils and Fats*, 2018, 43(1): 56-60.
- [9] 郑平, 齐玉梅, 张明. 中链甘油三酯的基础与临床[C]// 全国中西医结合营养学术会议论文, 2015.
 ZHENG P, QI Y M, ZHANG M. Basis and clinical application of medium chain triglycerides[C]// Thesis of the National Conference on Nutrition of Integrated Traditional Chinese and Western Medicine, 2015.
- [10] 孙羽. 喷雾干燥制备棕榈油微胶囊的研究[D]. 大连: 大连理工大学, 2018.
 SUN Y. Microencapsulation of palm oil by spray drying[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2018.
- [11] 罗文涛, 王姿颐, 彭彬倩, 等. 奇亚籽油微胶囊的制备[J]. *食品与发酵工业*, 2020, 46(11): 210-215.
 LUO W T, WANG Z Y, PENG B Q, et al. Preparation of chia seed oil microcapsule[J]. *Food and Fermentation Industries*, 2020, 46(11): 210-215.
- [12] 韩海娜. 鹅油制备甘油二酯微胶囊工艺与功能研究[D]. 青岛: 青岛农业大学, 2014.
 HAN H N. Studies on the preparation technology and function of goose oil diacylglycerol microcapsule[D]. Qingdao: Qingdao Agricultural University, 2014.
- [13] 俞毅舒. 复合壁材对微胶囊化大豆油的性能影响[D]. 无锡: 江南大学, 2013.
 YU Y S. The effect of blended wall materials on the performance of microencapsulated soybean oil[D]. Wuxi: Jiangnan University, 2013.
- [14] 黄芳丽. 蒜头果油微胶囊的制备及其性质研究[D]. 柳州: 广西科技大学, 2021.
- HUANG F L. Preparation process optimization and properties of malania oleifera oil microcapsule[D]. Liuzhou: Guangxi University of Science and Technology, 2021.
- [15] 苗钧魁, 魏书磊, 刘小芳, 等. 响应面法优化南极磷虾油微胶囊喷雾干燥制备工艺的研究[J]. *食品工业科技*, 2021, 42(12): 139-144.
 MIAO J K, WEI S L, LIU X F, et al. Optimization of spray drying process of antarctic krill oil microcapsule by response surface methodology[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2021, 42(12): 139-144.
- [16] EMAD K, ALI M A, SUJITRAJ S, et al. Effect of maltodextrin combination with gum arabic and whey protein isolate on the microencapsulation of gurum seed oil using a spray-drying method[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2020, 171(prepublish).
- [17] 吕兰婷, 邓思兰. 我国慢性病管理现状、问题及发展建议[J]. *中国卫生政策研究*, 2016, 9(7): 1-7.
 LV L T, DENG S L. The current status and development strategies of chronic disease management in China[J]. *Chinese Journal of Health Policy*, 2016, 9(7): 1-7.
- [18] 中国居民营养与慢性病状况报告(2020 年)[J]. *营养学报*, 2020, 42(6): 521.
 Report on nutrition and chronic diseases of Chinese residents (2020 年)[J]. *Acta Nutrimenta Sinica*, 2020, 42(6): 521.
- [19] ROACH T. Microencapsulation of gac oil by spray drying: optimization of wall material concentration and oil load using response surface methodology[J]. *Drying technology: An International Journal*, 2014, 32(1/4):385-397.
- [20] MEZHERICHER M, LEVY A, BORDE I. Spray drying modelling based on advanced droplet drying kinetics[J]. *Chemical Engineering & Processing: Process Intensification*, 2010, 49(11):1205-1213.
- [21] 朱晓振. 菊粉及其短链脂肪酸酯对糖尿病和肥胖小鼠代谢和肠道微生态的影响[D]. 烟台: 中国科学院大学(中国科学院烟台海岸带研究所), 2020.
 ZHU X Z. Effects of inulin and short chain fatty acid ester on metabolism and intestinal microecology in diabetic and obese mice[D]. Yantai: Yantai Institute of Coastal Zone Research, Chinese Academy of Sciences, 2020.
- [22] 张之握. 菊粉的特性、功能及其在食品中的应用[J]. *中国果菜*, 2022, 42(8): 51-55.
 ZHANG Z W. Properties and functions of inulin and its application in food[J]. *China Fruit & Vegetable*, 2022, 42(8): 51-55.
- [23] 岳昊, 邱斌, 张文龙, 等. 功能油脂微胶囊的工艺优化及稳定性研究[J]. *食品研究与开发*, 2020, 41(15): 51-57.
 YUE H, QIU B, ZHANG W L, et al. Procrss optimization and stability study of functional oil microcapsules[J]. *Food Research and Development*, 2020, 41(15): 51-57.

- [24] 刘全亮. 棕榈油微胶囊的制备工艺及其性能研究[D]. 郑州: 河南工业大学, 2014.
LIU Q L. Research on the palm oil microcapsule technology and the character of the microcapsule[D]. Zhengzhou: Henan University of Technology, 2014.
- [25] 刘成祥. 牡丹籽油微胶囊的制备及其性质研究[D]. 无锡: 江南大学, 2016.
LIU C X. Study on preparation of peony seed oil microcapsule and its properties [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2016.
- [26] 董潇, 黄国清, 肖军霞, 等. 葡萄籽油微胶囊的制备及氧化稳定性研究[J]. 中国调味品, 2020, 45(5): 88-93.
DONG X, HUANG G Q, XIAO J X, et al. Research on preparation and oxidation stability of grape seed oil microcapsules[J]. China Condiment, 2020, 45(5): 88-93. 
- 备注:** 本文的彩色图表可从本刊官网 (<http://lyspkj.ijournal.cn>)、中国知网、万方、维普、超星等数据库下载获取。