文章编号:1009-038X(2004)01-0021-04

辛烯基琥珀酸酯化淀粉在微胶囊化桔油中的应用

陈晓玲, 王 璋, 许时婴
(江南大学 食品学院,江苏 无锡 214036)

摘 要: 测定了 3 种辛烯基琥珀酸酯化淀粉 HI-CAP100、CAPSUL 和 N-LOK 的酯化度,分别为 0.104,0.063,0.059;随着酯化度的增大,辛烯基琥珀酸酯化淀粉的粘度降低,乳化能力和乳化稳定性增加. 分别以 HI-CAP100、CAPSUL 和 N-LOK 作为壁材制备了微胶囊化桔油,结果表明:以酯化度最大的 HI-CAP100 为壁材的微胶囊化桔油具有最高的效率和保留率,HI-CAP100 可作为包埋桔油的优选壁材.

关键词: 辛烯基琥珀酸酯化淀粉; 酯化度; 乳化能力; 乳化稳定性; 微胶囊化效率; 保留率
中图分类号:TS 236.9 **文献标识码**: A

Microencapsulation of Orange Peel Oil Using Starch Octenylsuccinate

CHEN Xiao-ling, WANG Zhang, XU Shi-ying
(School of Food Science and Technology, Southern Yangtze University, Wuxi 214036, China)

Abstract: In this study, it was found that the substitution degree Octenylsuccinate HI-CAP100, CAPSUL and N-LOK were 0.104, 0.063 and 0.059 respectively. Generally, the higher the substitution degree, the lower the viscosity and the higher the emulsifying capacity and stability. Further, it was also found that when Octenylsuccinate was used as wall material to microencapsulate the orange peel oil, higher degree of substitution was beneficial for increasing the encapsulation efficiency and retention rate. As a result, HI-CAP100 is the best wall material to microencapsulate the orange peel oil.

Key words: starch octenylsuccinate; degree of substitution; emulsifying capacity; emulsifying stability; microencapsulation efficiency; retention rate

微胶囊化桔油壁材需要具有以下的特点:良好的乳化稳定性、成膜性,低粘度,低吸潮能力,与水结合时易释放香气物质,无味,价格便宜[1].

淀粉分子含有大量羟基,通过对其中少量的羟基进行改性,接上酯基或醚基,淀粉的性质将会产生很大的变化. 作者使用的辛烯基琥珀酸酯化淀粉 HI-CAP100,CAPSUL,N-LOK 是由淀粉中少量羟基接上辛烯基琥珀酸酯基制备而成的. 由于在亲水性的淀粉分子上接上了亲油性的长链辛烯基琥珀酸,该变性淀粉同时具有了亲水和亲油的两性性质,因此有较好的乳化性,可在水包油型(O/W)乳状液的油水界面上定向形成一层坚韧、连续且不容易破裂的界面膜,从而达到稳定乳状液的效果. 同时,辛烯基琥珀酸酯化淀粉粘度很低,适用于制备微胶囊化桔油的壁材. 辛烯基琥珀酸酯化淀粉的结构式见图 1. 在一定范围内,酯化度越大,亲油性的辛烯基琥珀酸酯基越多,因而越利于淀粉乳化性能的改善及粘度的下降,作为微胶囊化桔油的壁材也

收稿日期:2003-05-15; 修回日期:2003-06-30.
作者简介: 陈晓玲(1979-),女,江苏无锡人,食品科学与工程硕士研究生.
万方数据

就具有较高的效率. 目前,辛烯基琥珀酸酯化淀粉已被美国食品与药物管理局(FDA)批准可应用于食品[2].

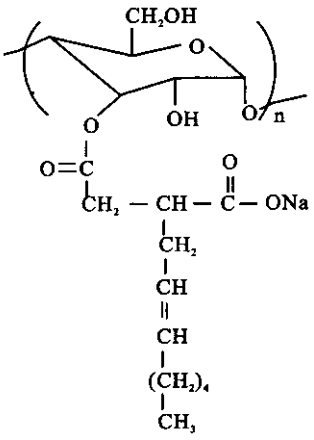

图 1 辛烯基琥珀酸酯化淀粉的结构式

Fig. 1 The structure of starch Octenylsuccinate

作者分别测定了 HI-CAP100、CAPSUL 和 N-LOK 3 种辛烯基琥珀酸酯化淀粉的酯化度,并比较了不同酯化度的辛烯基琥珀酸酯化淀粉用作微胶囊化桔油壁材的效果.

1 材料与方法

1.1 主要试剂及仪器

HI-CAP100, N-LOK, CAPSUL: 美国国民淀粉有限公司产品;冷榨桔油:北京北大正元科技有限公司产品;大豆色拉油:上海嘉里粮油工业有限公司产品;定时恒温磁力搅拌器:上海沪西分析仪器厂产品;Rotovisco RV12 型 Haake 旋转式粘度计:Haake Mess-Technique GmbH 公司产品.

1.2 实验方法

1.2.1 辛烯基琥珀酸酯化淀粉酯化度的测定 精确称取试样 0.5 g 于 150 mL 烧杯中,用数毫升分析纯异丙醇润湿,吸取 2.5 moL/L 的盐酸异丙醇溶液 25 mL,加入并淋洗烧杯壁上的试样;在磁力搅拌器上搅拌 30 min,用量筒加入体积分数为 90%的异丙醇 100 mL;继续搅拌 10 min,用布氏漏斗过滤试样溶液,并用体积分数为 90%的异丙醇淋洗滤渣直至洗出液中无氯离子为止(用 0.1 moL/L 的 $AgNO_3$ 溶液检验),将滤渣移入 600 mL 烧杯中,用体积分数为 90%的异丙醇淋洗布氏漏斗,洗液并入 600 mL 的烧杯中,用蒸馏水定容至 300 mL. 于沸水浴中加热搅拌 10 min,以酚酞为指示剂,趁热用 0.1 moL/L 的 NaOH 标准溶液滴定至终点[3].

辛烯基琥珀酸酯淀粉的酯化度按下式计算:

$$\text{酯化度} = 0.1624A/(1-0.210A)$$

式中,A 为每克辛烯基琥珀酸酯淀粉所耗用 NaOH 溶液的物质的量(mmoL).

1.2.2 辛烯基琥珀酸酯化淀粉溶液粘度的测定 分别制备不同浓度的具有不同酯化度的辛烯基琥珀酸酯化淀粉溶液,在 25 ℃条件下用 Haake 旋转式粘度计(RV12)测定其粘度.

1.2.3 辛烯基琥珀酸酯化淀粉的最大乳化能力和乳化稳定性的测定

1) 最大乳化能力的测定:按 m(淀粉):m(水)=2:5 配制淀粉溶液,在淀粉溶液中加入一定比例的油脂,用高速分散器分散(20 500 r/min);以 3 500 r/min 的转速离心 1 min,观察表面是否有油相溢出,若无油相溢出,则增大油脂的加入量,重复操作,直至油相开始溢出时所加油脂的量占总固形物的比值即为改性淀粉的最大乳化能力. 将上述已达最大乳化量的乳状液在 25 ℃静置 12,24,48 h,分别观察乳状液的分层情况.

2) 3 种淀粉乳化稳定性的比较:(1)准确称取 0.5 g 淀粉,加入 20 mL 水使淀粉溶解,再加入 20 mL 大豆色拉油,在 20 500 r/min 的高速分散器中分散 1 min,形成乳状液;将 25 mL 乳状液加入到刻度试管中,静置 24 h 后,乳状液分层,上层为油层,下层为水层,中间层为乳化层,则乳化层体积与总体积的比值,即为该淀粉溶液的乳化稳定性[4]. 准确称取 0.3 g 淀粉和 0.2 g 色拉油,加水,将混合液定容至 500 mL,再将混合液以 20 500 r/min高速分散,得到均一的乳状液;称取 0.3 g 淀粉加水溶解,制成 500 mL 淀粉溶液,以该淀粉溶液为空白,将乳状液在 3 000 r/min 转速下离心 5,10,15,30,45 min,离心后立即在 400 nm 条件下测定其吸光值[5].

1.2.4 微胶囊化桔油的制备 按固形物质量分数为 40%,桔油占总固形物质量分数的 40%的比例制备桔油-改性淀粉乳状液. 先将水温升至 82 ℃,边搅拌边加入改性淀粉,使淀粉溶解,然后将淀粉溶液冷却至室温后,在溶液中边搅拌边加入冷榨桔油,经高速分散、高压均质后,将乳状液在进风温度 180~185 ℃,出风温度 90~95 ℃的条件下喷雾干燥,即制得微胶囊化桔油.

1.2.5 微胶囊化桔油效率和保留率的测定 称取喷雾干燥后得到的微胶囊化桔油 10.00 g,先用沸程 30~60 ℃的石油醚洗去微胶囊表面的桔油,再用水蒸气蒸馏法测得其桔油质量为 m_1,另外,取 10.00 g 微胶囊化桔油,直接用水蒸气蒸馏法测得

万方数据

其总质量油为 m_2,10.00 g 微胶囊化桔油中理论桔油质量为 m 则:

微胶囊化桔油效率= m_1/m

微胶囊化桔油保留率= m_1/m_2

2　结果与讨论

2.1　辛烯基琥珀酸酯化淀粉酯化度的测定

HI-CAP100、CAPSUL 和 N-LOK 均为辛烯基琥珀酸酯化淀粉,酯化度分别为 0.104,0.063,0.059.

2.2　辛烯基琥珀酸酯化淀粉的酯化度对淀粉粘度的影响

当淀粉接上少量辛烯基琥珀酸酯基后,淀粉溶液的粘度有较大降低,甚至在高质量分数下仍能保持低粘度,因此有利于提高微胶囊化壁材喷雾干燥时的固形物含量. 阿拉伯胶是微胶囊化香精油优选的壁材,不仅是因为阿拉伯胶具有乳化和稳定两种功能,而且粘度低,可以提高固形物含量进行喷雾干燥. 图 2 表明,当剪切速率为 115 s^{-1} 时,粘度随固形物质量分数的增加而上升. 其中,质量分数从 20%升高到 40%时,HI-CAP100 的粘度变化很小,从 40%升高到 45%时,粘度增加较快;而 N-LOK 和 CAPSUL 的质量分数从 30%升高到 50%的过程中,粘度上升均较为迅速. 从粘度增加趋势来看,HI-CAP100<CAPSUL<N-LOK,酯化度越大的淀粉粘度上升越缓慢. 阿拉伯胶的粘度虽比 3 种改性淀粉低,但 HI-CAP100 的粘度已与阿拉伯胶非常接近. 从图 2 中还可以看到,CAPSUL 和 N-LOK 粘度上升的趋势非常接近,而两者的酯化度也非常接近,分别为0.063,0.059,因此可以认为酯化度的大小影响了辛烯基琥珀酸酯化淀粉的粘度.

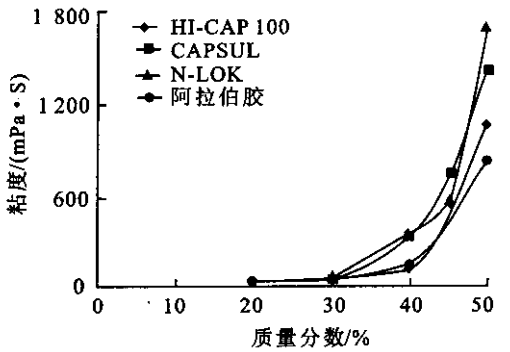

图 2　不同酯化度的改性淀粉与阿拉伯胶的粘度比较(剪切速率为 115 s^{-1})

Fig. 2　Comparison of viscosity (shear rate is 115 s^{-1})

2.3　辛烯基琥珀酸酯化淀粉的乳化能力和乳化稳定性

表 1 可见,辛烯基琥珀酸酯化淀粉的最大乳化能力可达 50%以上且乳化稳定性极佳,因此,以辛烯基琥珀酸酯化淀粉作为微胶囊化桔油的壁材可以提高桔油的载量. 不同酯化度的 3 种辛烯基琥珀酸酯化淀粉溶液的乳化能力也不同,它与酯化度成正比,乳化能力的大小顺序也是 HI-CAP100>CAPSUL>N-LOK. 当将淀粉溶液稀释一定程度后,乳化稳定性降低,此时的乳化稳定性为 HI-CAP100>CAPSUL>N-LOK.

表 1　3 种辛烯基琥珀酸酯化淀粉的乳化能力和乳化稳定性

Tab. 1　EC and EA of starch octenylsuccinate

壁 材	最大乳化能力/%	静置时间/h			稀溶液乳化稳定性/%
		12	24	48	
HI-CAP100	65	好	好	微量油溢出	82
CAPSUL	62	好	微量油溢出	出现明显油层	76
N-LOK	52	好	较好	出现明显油层	74

从图 3 可以看到,HI-CAP100 制备的色拉油乳状液吸光值最低. 且经过离心后,HI-CAP100 吸光值下降最缓慢,可见 HI-CAP100 的乳化稳定性最强.

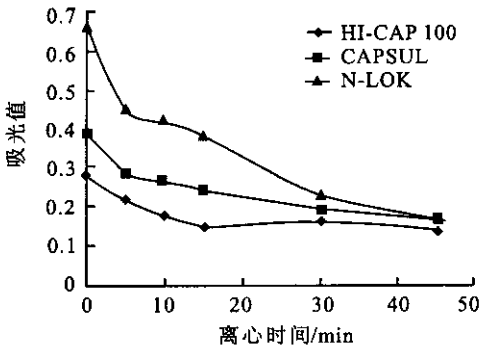

图 3　吸光值与离心时间的关系曲线

Fig. 3　Absorption VS centrifuge time

2.4　微胶囊化桔油的效率和保留率

分别以 HI-CAP100,CAPSUL,N-LOK 为壁材制备微胶囊化桔油,测定微胶囊化桔油的效率和贮藏阶段的保留率,结果见表 2.

从表 2 中可以看出,用酯化度最高的 HI-CAP100 分别包埋 20%,30%,40%的桔油,随着桔油载量的提高,效率下降,但当载量高达 40%时,效率仍可达 90.4%;N-LOK 包埋桔油的效率随桔油载量的提高而迅速下降,当桔油载量提高到 30%时,效率已降至 78.0%;而 CAPSUL 包埋桔油的效率也较高,当桔油载量为 40%时仍可达到 89%的效

率. 可以看出,酯化度最大的 HI-CAP100 制备微胶囊化桔油的效率最高,酯化度最小的 N-LOK 制备微胶囊化桔油的效率最小.

表 2 酯化度对微胶囊化桔油效率的影响

Tab. 2 Effect of substitution on degree microencapsulation efficency

壁 材	酯化度	桔油载量/%	微胶囊化效率/%
HI-CAP100	0.104	20	95.8
		30	90.8
		40	90.4
CAPSUL	0.063	20	93.2
		30	90.3
		40	89.0
N-LOK	0.059	20	91.4
		30	78.0
		40	70.3

2.5 微胶囊化桔油的保留率

从图 4～6 中可见,采用 3 种辛烯基琥珀酸酯化淀粉制备微胶囊化桔油,当桔油的载量为 20%,30%,40%的时候,经过 3 个月的贮藏,保留率都可达 95%以上,有效地减少了桔油在贮藏过程中的挥发. 因此,辛烯基琥珀酸酯化淀粉是一种微胶囊化桔油适宜的壁材.

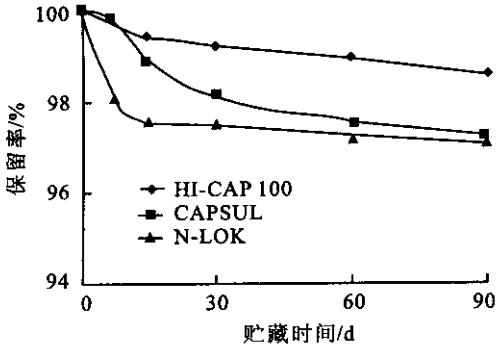

图 4 桔油载量为 20%时的保留率

Fig. 4 Retention rate of microencapsulated orange peel oil at 20% load rate

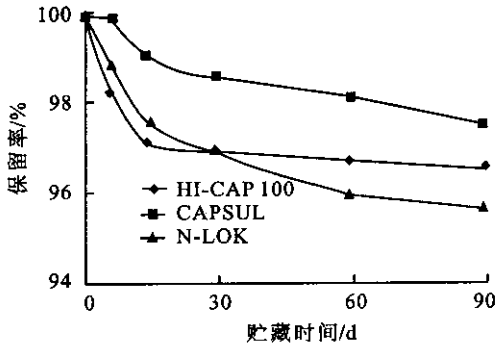

图 5 桔油载量为 30%时的保留率

Fig. 5 Retention rate of microencapsulated orange peel oil at 30% load rate

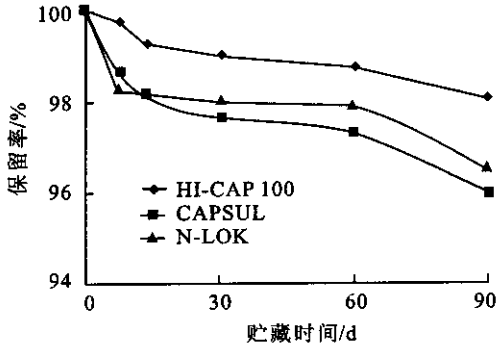

图 6 桔油载量为 40%时的保留率

Fig. 6 Retention rate of microencapsulated orange peel oil at 40% load rate

3 结 论

HI-CAP100、CAPSUL 和 N-LOK 的酯化度大小为 HI-CAP100＞ CAPSUL ＞ N-LOK. 随着酯化度的增大,改性淀粉溶液粘度降低,乳化能力和乳化稳定性增强,其中酯化度最大的 HI-CAP100 具有最低的粘度、最高的乳化能力和乳化稳定性. 分别以这 3 种辛烯基琥珀酸酯化淀粉作为壁材制备微胶囊化桔油,发现酯化度最大的 HI-CAP100 可达到最高的桔油载量和效率,而 3 种淀粉作为壁材制备的微胶囊化桔油在 3 个月的贮藏期内保留率均可达 95%以上.

参考文献:

[1] Risch S J, Reineccius G A. Flavor Encapsulation [M]. US: American Chemical Society, 1988. 45－ 54.

[2] 郑茂强,张燕萍,鲁云霞. 辛烯基琥珀酸淀粉酯的制备工艺研究[J]. 食品科技,2002,(9): 28－ 29.

[3] 邓宇. 淀粉化学品及其应用[M]. 北京:化学工业出版社, 2003.

[4] Suew K C, Les K F. pH and sodium chloride effects on emulsifying properties of egg yolk phosvitin[J]. **Journal of Food Science**, 1992,(57):40－ 42.

[5] Risch S J, Reineccius G A. Flavor Encapsulation[M]. US: American Chemical Society, 1988. 110－121.

万方数据

(责任编辑:朱 明)