

多不饱和脂肪酸油脂微胶囊的工艺优化

Process optimization of polyunsaturated fatty acid oil microcapsule

桂正杰¹ 熊友鹏¹

黄启东¹ 周绪¹ 杨洁^{1,2,3}

GUI Zheng-jie¹ XIONG You-peng¹ HUANG Qi-dong¹ ZHOU Xu¹ YANG Jie^{1,2,3}

(1. 武汉东湖学院护理与健康管理学院[生命科学与化学学院],湖北 武汉 430212;

2. 武汉东湖学院生物医用材料创新研究所,湖北 武汉 430212;

3. 华中科技大学生命科学与技术学院,湖北 武汉 430074)

(1. College of Nursing and Health Management & College of Life Science and Chemistry, Wuhan Donghu University, Wuhan, Hubei 430212, China; 2. Innovation Institute for Biomedical Materials, Wuhan Donghu University, Wuhan, Hubei 430212, China; 3. College of Life Science and Technology, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan, Hubei 430074, China)

摘要:目的:为顺应市场需求开发高浓度 PUFA 油脂微胶囊。方法:以 β -环糊精/明胶为复合壁材,高含量多不饱和脂肪酸油脂葵花籽油为芯材,采用喷雾干燥法制备葵花籽油粉末微胶囊,并通过单因素试验和响应面试验优化油脂微胶囊制备工艺参数。结果:油脂微胶囊的最佳工艺条件为固形物含量 25.2%、复合壁材配比($m_{\beta\text{-环糊精}} : m_{\text{明胶}}$)6.7 : 1、乳化剂用量 1%、芯壁材配比($m_{\text{葵花籽油}} : m_{\text{复合壁材}}$)1 : 2,在该工艺条件下得到的油脂微胶囊颗粒完整,粒径大小均匀,包埋率达 94.33%,其中多不饱和脂肪酸含量达 21.73%。结论:该制备方法可行,能够实现高浓度多不饱和脂肪酸油脂微胶囊的制备。

关键词:多不饱和脂肪酸油脂;微胶囊;葵花籽油;喷雾干燥

Abstract: Objective: To meet the market demand, high concentration PUFA oil microcapsules were developed. **Methods:** The microencapsulated oil was prepared by spray drying method with β -cyclodextrin / gelatin as a composite wall material and high content polyunsaturated fatty acid oil sunflower seed oil as a core material, and the preparation process parameters of oil microcapsules were optimized by single factor experiment and response surface experiment. **Results:** The best technological conditions of oil microcapsule were solid content of 25.2%, and the mass ratio

of composite wall material β -cyclodextrin: gelatin was 6.7 : 1. The dosage of emulsifier was 1%, and the mass ratio of core wall material was 1 : 2. Under this condition, the prepared oil microcapsule particles were round. The particle size was uniform, and the embedding rate was 94.33%. The content of polyunsaturated fatty acid was 21.73%. **Conclusion:** This preparation method is feasible and can be used to prepare high concentration polyunsaturated fatty acid oil microcapsules.

Keywords: polyunsaturated fatty acids oil; microcapsule; sunflower seed oil; spray drying

多不饱和脂肪酸(PUFA)指双键个数 ≥ 2 且碳链长度在 18~22 的直链脂肪酸,根据双键在碳链中的位置可分为 n-3 系列(如亚麻酸、DHA 和 EPA)和 n-6 系列(如亚油酸和花生四烯酸)。PUFA 具有促进细胞生长、增强记忆和思维能力、参与免疫调节、改善血液微循环、减少心血管系统疾病、抗炎抗癌等多种功效^[1-3]。以亚油酸为例,亚油酸作为人体必需脂肪酸,产品类型多为油剂,由于多不饱和键化学性质不稳定,在空气中易氧化变质,导致营养价值降低^[4-5],且油剂不溶于水,人体不易消化吸收,生物利用率低,因此,工业上常采用微胶囊化方法,将有效成分包埋,制成粉末微胶囊,可提高产品的稳定性,有助于人体吸收和生物利用。

据调查^[6],油剂中含 PUFA 亚油酸最高的是红花籽油,达 69%~79%,葵花籽油、核桃油、棉籽油、芝麻油中含量也很高,在 40%~70%,花生油和橄榄油中较低,仅 25% 左右。由于油剂稳定性差,生物利用度低,采用粉末制剂可有效改善以上缺陷,但是当前的粉末制剂中 PUFA 含量非常低,一般在 7%~15%。若制备高浓度的 PUFA 油脂微胶囊(含量在 20% 以上)明显有更高的营养

基金项目:国家自然科学基金面上项目(编号:81871414);湖北省教育厅科研计划项目(编号:B2021294);武汉东湖学院2021年“东湖未来之星”大学生科研重点项目(编号:3)

作者简介:桂正杰,男,武汉东湖学院在读本科生。

通信作者:杨洁(1976—),女,武汉东湖学院副教授,博士。

E-mail: yangjiewdu@163.com

收稿日期:2022-01-30 **改回日期:**2022-05-08

价值,且辅料少、成本低,并延长了油脂的贮藏期,便于运输和贮藏,具有更广阔的应用前景,然而当前国内外鲜有针对高浓度的PUFA油脂微胶囊生产技术的报道。周爱梅等^[7]以含PUFA为32.43%的蓝圆鲹鱼油为芯材,以明胶、阿拉伯胶和海藻糖为复合壁材制备微胶囊,优化后的鱼油微胶囊制备工艺的包埋率达91.56%,包埋过程中芯材鱼油含量为30%,最终微胶囊中PUFA含量为8.9%。刘成祥等^[8]研制的牡丹籽油微胶囊、葛双双等^[9]研制的余甘子核仁油微胶囊都有提到芯材含有高浓度的PUFA,但并未单独对微胶囊中PUFA的含量进行研究。

当前油脂微胶囊的制备方法主要有复合凝聚法^[10]、包合法^[11]、喷雾干燥法^[12-14]等。由于喷雾干燥制备法的研究甚多,包埋率高,制得的微胶囊质量稳定,贮藏期长,因此研究采用该法制备微胶囊。

葵花籽油作为常用食用植物油,含有大量的PUFA亚油酸,一般为66%左右,寒冷地区生产的葵花籽油中亚油酸含量可达70%以上。因此,综合考虑以上制备方法和原料特点,研究选择以高含量PUFA的葵花籽油为芯材,以 β -环糊精为壁材的主体成分,与具有良好成型能力的明胶构成复合壁材,再加入少量的乳化剂,采用喷雾干燥法将其制成PUFA油脂微胶囊,通过单因素试验和响应面试验优化制备工艺,并用透射电子显微镜(TEM)对制备的微胶囊产品结构形态进行观察,以期为进一步制备高浓度的PUFA微胶囊技术提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

葵花籽油(PUFA含量67%):食用油,益海嘉里金龙鱼粮油食品股份有限公司;

β -环糊精:食品级,北京鸿润保顺科技有限公司;

明胶:分析纯,国药集团国瑞药业有限公司;

羧甲基纤维素钠:食品级,河北科隆多生物科技有限公司;

其他试剂均为分析纯。

1.2 仪器与设备

电子分析天平:AUY120型,日本岛津公司;

恒温加热磁力搅拌器:DF-101S型,河南巩义予华仪器有限公司;

小型喷雾干燥机:LANYI-6000Y型,上海兰仪实业有限公司;

高速分散均质机:FJ200-SH型,上海标本模型厂;

透射电子显微镜:Tecnai G2 20 U-Twin型,美国FEI公司。

1.3 试验方法

1.3.1 微胶囊的制备 将明胶加入到55℃适量去离子水中,恒温搅拌30 min,使完全溶解,再加入 β -环糊精加热搅拌使溶解,随后再加入乳化剂羧甲基纤维素钠,加热

使溶解后,边搅拌边缓慢加入芯材葵花籽油,搅匀,得粗乳液。改变固体物含量、复合壁材(β -环糊精/明胶)的配比、芯壁配比和乳化剂的用量,探讨乳化条件对微胶囊包埋率的影响。将搅匀后的粗乳液置于高速分散均质机中在12 000 r/min转速下均质10 min,然后于1 000 r/min均质30 min,得到大小均一液体为终乳液,将终乳液在进风温度为180℃下进行喷雾干燥,收集,得油脂微胶囊产品。试验过程中为了减缓PUFA成分的氧化,需尽量减少葵花籽油在空气中、高温下的停留时间。

1.3.2 PUFA油脂微胶囊制备工艺条件优化

(1) 单因素试验:在研究某一单因素影响时,其他条件为固定值,分别为固体物含量25%,复合壁材配比($m_{\beta\text{-环糊精}} : m_{\text{明胶}}$)7:1,乳化剂含量1.0%,芯壁材配比($m_{\text{葵花籽油}} : m_{\text{复合壁材}}$)1:2。以微胶囊包埋率为指标,分别考察固体物含量(15%,20%,25%,30%,35%)、复合壁材配比($m_{\beta\text{-环糊精}} : m_{\text{明胶}}$ 分别为4:1,5:1,6:1,7:1,8:1)、乳化剂含量(0%,0.5%,1.0%,1.5%,2.0%)、芯壁材配比($m_{\text{葵花籽油}} : m_{\text{复合壁材}}$ 分别为1:1,2:3,1:2,2:5,1:3)对包埋率的影响。

(2) 响应面试验:综合分析单因素试验结果,选取固体物含量、复合壁材配比、芯壁材配比为影响因素,以微胶囊包埋率为响应值,采用BOX-Behnken试验设计优化制备PUFA油脂微胶囊的工艺条件。

1.3.3 包埋率及PUFA含量的测定

(1) 油脂微胶囊包埋率:参照文献[15],按式(1)计算油脂微胶囊包埋率。

$$C = \left(1 - \frac{m_s}{m_t}\right) \times 100\% , \quad (1)$$

式中:

C——微胶囊包埋率,%;

m_s ——微胶囊表面油质量,g;

m_t ——微胶囊总油质量,g。

(2) PUFA含量:称取2.0 g制备好的样品于烧杯中,取10 mL正己烷洗涤样品,均匀振荡,重复以上操作5次,合并洗液转移至已质量恒定的茄形瓶(m_1)中减压旋转浓缩回收正己烷后,继续蒸发除去水分,烘干至质量恒定,冷却称重(m_2),按式(2)计算PUFA含量。

$$Y = \frac{[m_1 - (m_2 - m_1)] \times 67\%}{m} \times 100\% , \quad (2)$$

式中:

Y——PUFA含量,%;

m ——样品质量,g;

m_1 ——干燥至质量恒定茄形瓶质量,g;

m_2 ——干燥至质量恒定的表面油及茄形瓶质量,g;

67%——金龙鱼葵花籽油PUFA标示含量。

1.3.4 透射电子显微镜(TEM)观察 将少量油脂微胶囊粉末悬浮在水相中,取微量做成薄层涂片,用透射电子显

微镜(TEM)观察,分别在不同放大倍数下观察微胶囊粉末的结构形态。

1.3.5 数据处理 单因素试验采用 Origin 8.0 绘图,整理数据;响应面试验采用 Design Expert 10.0.7 进行统计分析。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

由图 1 可知,各因素的最优结果分别为固形物含量 25%,复合壁材配比($m_{\beta\text{-环糊精}} : m_{\text{明胶}}$)6:1,乳化剂用量

1.0%,芯壁材配比($m_{\text{葵花籽油}} : m_{\text{复合壁材}}$)1:2。由于乳化剂用量在 0.5%~1.5% 内微胶囊的包埋率变化不大,因此,固定乳化剂的用量为 1.0%,选用固形物含量、复合壁材配比、芯壁材配比三因素进行响应面试验。

2.2 响应面优化试验

在单因素优化试验的基础上,以固形物含量、复合壁材配比、芯壁材配比为自变量,以油脂微胶囊包埋率为响应值,进行 Box-Behnken 响应面设计,各因素和水平见表 1,响应面试验设计及结果见表 2。

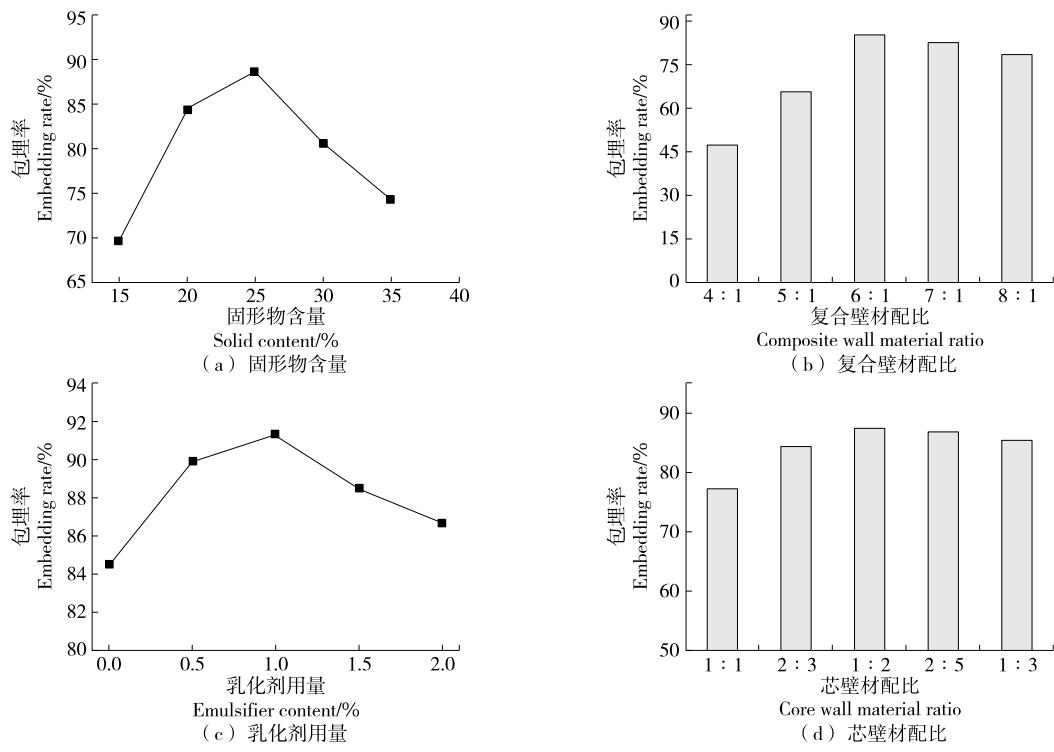


图 1 各工艺参数对包埋率的影响

Figure 1 Effects of process parameters on embedding rate

表 1 响应面试验因素和水平

Table 1 Factors and levels of response surface experiment

水平	A 固形物 含量/%	B 复合壁材配比 ($m_{\beta\text{-环糊精}} : m_{\text{明胶}}$)	C 芯壁材配比 ($m_{\text{葵花籽油}} : m_{\text{复合壁材}}$)
-1	20	5:1	2:5
0	25	6:1	1:2
1	30	7:1	2:3

采用 Design-Expert 10.0.7 软件对表 2 数据进行多元回归拟合,得到油脂包埋率的回归方程为:

$$Y = 89.76 + 1.26A + 6.74B - 2.95C - 0.98AB + 1.3AC + 1.2BC - 3.94A^2 - 4.79B^2 - 5.42C^2 \quad (3)$$

由表 3 可知,回归模型 P 值 < 0.0001 ,模型试验显

著;失拟项 $P = 0.7167 > 0.05$,失拟项不显著,说明该回归方程与实际情况比较吻合。决定系数 R^2 为 0.9953,校正后的调整决定系数 R^2_{adj} 为 0.9892,CV% 为 0.88,试验误差小,因此,用该模型优化油脂微胶囊制备工艺可行。由各因素 F 值可知,对包埋率影响大小顺序的因素分别是复合壁材配比 $>$ 芯壁材配比 $>$ 固形物含量。此外,一次项 A、B、C 和二次项 A^2 、 B^2 、 C^2 对包埋率影响极显著 ($P < 0.01$),而 A 与 B, A 与 C, B 与 C 的交互作用较为显著 ($P < 0.05$)。

由图 2 可知,固形物含量与复合壁材配比、固形物含量与芯壁材配比、复合壁材配比与芯壁材配比两两交互图均呈椭圆形,且 3D 图形有极值,交互作用影响显著,说明各交互因素对油脂微胶囊包埋率结果有很大影响^[16]。通过 Design-Expert 10.0.7 软件建立的模型分析得到的最

表 2 响应面试验设计及结果

Table 2 Design and results of response surface experiment

序号	A	B	C	包埋率/%
1	1	1	0	88.3
2	0	-1	-1	76.8
3	0	0	0	90.8
4	0	0	0	88.5
5	1	0	-1	83.5
6	1	0	1	79.6
7	0	0	0	89.7
8	-1	-1	0	71.8
9	0	-1	1	69.1
10	0	1	1	84.7
11	-1	1	0	87.5
12	0	0	0	90.0
13	-1	0	-1	83.8
14	1	-1	0	76.5
15	0	1	-1	87.6
16	0	0	0	89.8
17	-1	0	1	74.7

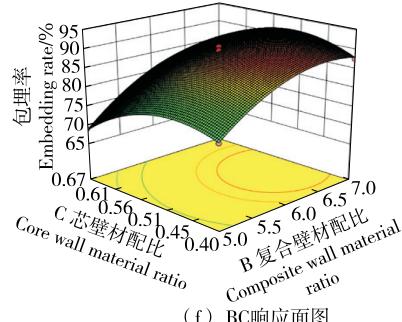
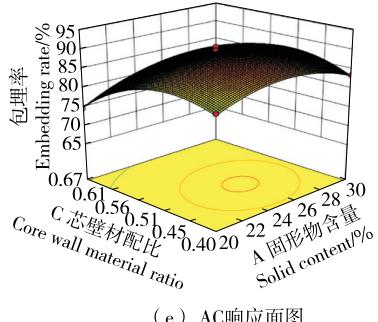
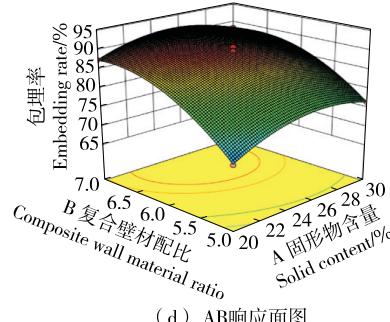
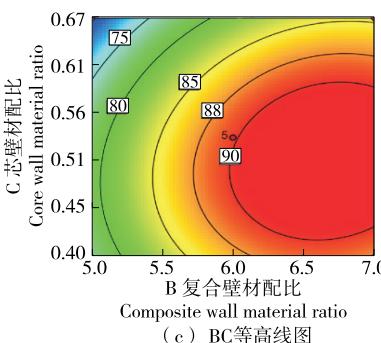
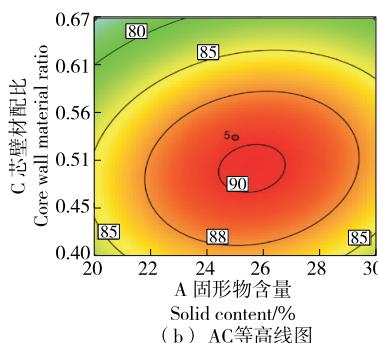
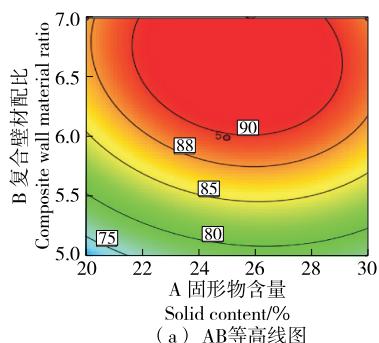


图 2 各因素交互作用对 PUFA 油脂微胶囊包埋率响应分析图

Figure 2 Response analysis of the interaction of various factors on the embedding rate of PUFA oil microcapsules

佳工艺条件为: 固形物含量 25.22%, 复合壁材配比 ($m_{\beta\text{-环糊精}} : m_{\text{明胶}}$) 6.67 : 1, 芯壁材配比 ($m_{\text{葵花籽油}} : m_{\text{复合壁材}}$) 0.51 : 1, 此条件下的包埋率为 92.34%。为了便于操作, 将最佳工艺条件修正为: 固形物含量 25.2%, 复合壁材配比 ($m_{\beta\text{-环糊精}} : m_{\text{明胶}}$) 6.7 : 1, 芯壁材配比

($m_{\text{葵花籽油}} : m_{\text{复合壁材}}$) 1 : 2。按照最佳工艺条件进行了 3 次重复实验, 包埋率分别为 91.87%, 92.65%, 94.33%, 平均包埋率达 92.95%, 其 RSD 为 1.26%, 与理论值误差小于 1%, 表明该模型可较好地应用于油脂微胶囊的工艺条件优化。此外, 重复实验最高包埋率达 94.33%, 微胶囊中

表 3 回归模型方差分析[†]

Table 3 Analysis of variance of regression model

来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	780.42	9	86.71	163.85	<0.000 1	* *
A	12.75	1	12.75	24.09	0.001 7	* *
B	363.15	1	363.15	686.21	<0.000 1	* *
C	69.62	1	69.62	131.55	<0.000 1	* *
AB	3.80	1	3.80	7.19	0.031 5	*
AC	6.76	1	6.76	12.77	0.009 0	* *
BC	5.76	1	5.76	10.88	0.013 1	*
A^2	65.45	1	65.45	123.67	<0.000 1	* *
B^2	96.71	1	96.71	182.74	<0.000 1	* *
C^2	123.58	1	123.58	233.51	<0.000 1	* *
残差	3.70	7	0.53			
失拟项	0.97	3	0.32	0.47	0.716 7	
纯误差	2.73	4	0.68			
总变异	784.12	16				

† * * 差异极显著 ($P < 0.01$), * 差异显著 ($P < 0.05$), $R^2 = 0.9953$, $R^2_{\text{adj}} = 0.9892$ 。

PUFA 含量>20%，符合高浓度的 PUFA 油脂微胶囊的要求。

2.3 微胶囊粉末的结构形态

图 3 为微胶囊分别放大 6 000 倍和 15 000 倍的结构形态。微胶囊透射后大多呈不规则圆形，可能是喷雾干燥过程溶剂蒸发后所形成的皱缩球状结构，在囊的中心还可以清晰地看到包埋的油相。胶囊粒径分布比较均匀，粒径大多集中在 50~100 nm，按粒径划分应为纳米级微胶囊。此外，还有少量未包埋的壁材和芯材游离在微胶囊周围。

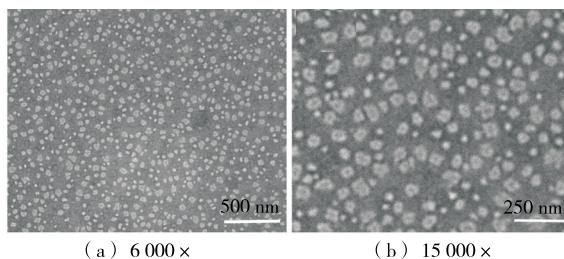


图 3 葵花籽油微胶囊 TEM 图

Figure 3 TEM images of sunflower seed oil microcapsule

2.4 产品质量性状

按照最佳工艺条件制备的葵花籽油粉末微胶囊中葵花籽油相含量 32.53%，其中 PUFA 高达 21.73%，符合高浓度的 PUFA 油脂微胶囊的要求，水分含量小于 4%，产品呈乳白色，不结块，在热水中溶解性好，有良好的流散性，微胶囊在低温干燥后在 4 °C 贮藏，具有良好的稳定性。

3 结论

采用喷雾干燥法制备高浓度 PUFA 油脂微胶囊，以高含量 PUFA 的葵花籽油为芯材， β -环糊精/明胶为复合壁材，羧甲基纤维素钠为乳化剂，先以单因素试验考察了固形物含量、复合壁材配比、乳化剂用量、芯壁材配比等因素对微胶囊包埋率的影响，再在此基础上通过响应面试验优化油脂微胶囊制备工艺条件，最佳工艺参数为：固形物含量为 25.2%，复合壁材配比($m_{\beta\text{-环糊精}} : m_{\text{明胶}}$) 6.7 : 1，乳化剂用量 1.0%，芯壁材配比($m_{\text{葵花籽油}} : m_{\text{复合壁材}}$) 1 : 2。在此条件下获得的产品质量最优，油脂微胶囊经透射后结构呈不规则圆形，粒径均匀，包埋率高达 94.33%，微胶囊中葵花籽油相含量为 32.53%，其中 PUFA 含量为 21.73%。

参考文献

- [1] 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. Process optimization and sta-

bility study of functional oil microcapsules[J]. Food Research and Development, 2020, 41(15): 51-57.

- [2] GOYAL A, SHARMA V, SIHAGM K, et al. Development and physicochemical characterization of microencapsulated flaxseed oil powder: A functional ingredient for omega-3 fortification[J]. Powder Technology, 2015, 286(17): 527-537.
- [3] LANDONI L, ALARCON R, VILCA L, et al. Physicochemical characterization and oxidative stability of microencapsulated edible sacha inchi seed oil by spray drying[J]. Grasas Aceites, 2020, 71(4): e387.
- [4] 刘高梅, 任海伟. 葵花籽油质体的制备及其稳定性研究[J]. 中国粮油学报, 2011, 26(11): 47-50.
- LIU G M, REN H W. Study on preparation and stability of sunflower oil liposomes[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2011, 26(11): 47-50.
- [5] LEONG T S H, ZHOU M, KUKAN N, et al. Preparation of water-in-oil-in-water emulsions by low frequency ultrasound using skim milk and sunflower oil [J]. Food Hydrocolloids, 2017, 63(1): 685-695.
- [6] 郜海燕, 华颖, 陶菲, 等. 富含不饱和脂肪酸食品加工过程中的组分变化研究与展望[J]. 中国食品学报, 2011, 11(9): 134-143.
- GAO H Y, HUA Y, TAO F, et al. Recent advances and future prospects in research on processed food: Preserving quality and nutritional value of food rich in unsaturated fatty acids [J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2011, 11(9): 134-143.
- [7] 周爱梅, 杨小斌, 王爽, 等. 蓝圆鲹鱼油微胶囊的制备工艺优化及其稳定性[J]. 食品工业科技, 2017, 38(24): 181-186.
- ZHOU A M, YANG X B, WANG S, et al. Preparation technology optimization and stability of microcapsule of fish oil from Decapterus maruadsi[J]. Science and Technology of Food Industry, 2017, 38(24): 181-186.
- [8] 刘成祥, 王力, 苏建辉, 等. 牡丹籽油微胶囊的制备及特性研究[J]. 中国油脂, 2016, 41(11): 12-16.
- LIU C X, WANG L, SU J H, et al. Preparation and property of peony seed oil microcapsule[J]. China Oils and Fats, 2016, 41(11): 12-16.
- [9] 葛双双, 李坤, 涂行浩, 等. 余甘子核仁油微胶囊的制备及其稳定性分析[J]. 食品科学, 2018, 39(20): 253-259.
- GE S S, LI K, TU X H, et al. Preparation and Stability of Phyllanthus emblica L. seed oil microcapsules[J]. Food Science, 2018, 39(20): 253-259.
- [10] 张天奇, 陈彦廷, 崔延如, 等. 壳聚糖/马铃薯蛋白/山茶籽油微胶囊的研制[J]. 山东理工大学学报(自然科学版), 2022, 36(2): 53-57.
- ZHANG T Q, CHEN Y T, CUI Y R, et al. Development of chitosan-potato protein-camellia oil microcapsules[J]. Journal of Shandong University of Technology (Natural Science Edition), 2022, 36(2): 53-57.

(下转第 233 页)

- improving the quality of black broken tea by exogenous polysaccharide Hydrolase I : Study on the quality increasing effect of exogenous polysaccharide hydrolase in the initial preparation of broken black tea[J]. Tea Communication, 1991(1): 1-6, 50.
- [66] 刘仲华, 黄建安. 添加剂对红茶发酵与品质的影响[J]. 食品科学, 1990(12): 17-21.
- LIU Z H, HUANG J A. Effects of additives on the fermentation and quality of black tea[J]. Food Science, 1990(12): 17-21.
- [67] 程谦伟, 孟陆丽, 莫建华, 等. 天然提取物对红茶发酵过程的影响[J]. 湖北农业科学, 2017, 56(6): 1 115-1 117.
- CHENG Q W, MENG L L, MO J H, et al. Effects of natural extracts on Black Tea fermentation process[J]. Hubei Agricultural Sciences, 2017, 56(6): 1 115-1 117.
- [68] 马中华. 红碎茶发酵过程中儿茶素及其氧化产物含量变化的研究[J]. 广东茶叶, 2004(3): 42-45.
- MA Z H. Study on the changes of catechin and its oxidation products during the fermentation of broken black tea[J]. Guangdong Tea, 2004(3): 42-45.
- [69] 沈丽萍. 茶黄素研究进展 [J]. 中国农学通报, 2010, 26 (1): 134-139.
- SHEN L P. Research progress of theaflavins [J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2010, 26 (1): 134-139.
- [70] 李山, 吴周和, 吴正奇, 等. 茶红素的理化特性及生物学活性研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2016, 42(8): 273-278.
- LI S, WU Z H, WU Z Q, et al. Advances in physicochemical properties and biological activities of thearubigin[J]. Food and Fermentation Industry, 2016, 42(8): 273-278.
- [71] 胡善国, 苏有键, 罗毅, 等. 茶红素研究进展[J]. 中国农学通报, 2014, 30(18): 283-290.
- HU S G, SU Y J, LUO Y, et al. Research progress of thearubigin[J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2014, 30(18): 283-290.
- [72] 李大祥, 王华, 白蕊, 等. 茶红素化学及生物学活性研究进展[J]. 茶叶科学, 2013, 33(4): 327-335.
- LI D X, WANG H, BAI R, et al. Advances in chemical and biological activities of thearubigin [J]. Tea Science, 2013, 33 (4): 327-335.
- [73] WANG W X, ZHANG S W, LU L S, et al. A new method to prepare and redefine black teathearubigins[J]. Journal of Chromatography A, 2018, 1 563: 82-88.
- [74] DONG C W, LI J, WANG J J, et al. Rapid determination by near infrared spectroscopy of theaflavins-to-thearubigins ratio during Congou black tea fermentation process[J]. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2018, 205: 227-234.
- [75] STODT U W, STARK J, ENGELHARDT U H. Comparison of three strategies for the isolation of black teathearubigins with a focus on countercurrent chromatography[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2015, 43: 160-168.
- [76] YASSIN G H, KOEK J H, KUHNERT N. Model system-based mechanistic studies of black tea thearubigin formation[J]. Food Chemistry, 2015, 180: 272-279.
- [77] YASSIN G H, KOEK J H, KUHNERT N. Identification of trimeric and tetrameric flavan-3-ol derivatives in the SII black tea thearubigin fraction of black tea using ESI-tandem and MALDI-TOF mass spectrometry[J]. Food Research International, 2014, 63: 317-327.
- [78] LIN X R, CHEN Z Z, ZHANG Y Y, et al. Comparative characterisation of green tea and black tea cream: Physicochemical and photochemical nature[J]. Food Chemistry, 2015, 173: 432-440.
- [79] MA G C, ZHANG J Y, ZHANG L, et al. Elements characterization of Chinese tea with different fermentation degrees and its use for geographical origins by liner discriminant analysis[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2019, 82: 103246.
- [80] JIN G, WANG Y J, LI L Q, et al. Intelligent evaluation of black tea fermentation degree by FT-NIR and computer vision based on data fusion strategy [J]. LWT-Food Science and Technology, 2020, 125: 109216.

(上接第 206 页)

- [11] 王春玉, 张岩, 韩雨露, 等. 包合法制备橄榄油微胶囊的工艺研究[J]. 粮油食品科技, 2015, 23(1): 30-34, 83.
- WANG C Y, ZHANG Y, HAN Y L, et al. Preparation of olive oil microencapsulation by inclusion method [J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2015, 23(1): 30-34, 83.
- [12] 王月月, 段续, 任广跃, 等. 洋葱精油微胶囊喷雾干燥制备工艺优化及释放性能分析[J]. 食品与机械, 2019, 35(11): 198-205.
- WANG Y Y, DUAN X, REN G Y, et al. Optimization of spray drying preparation and release property analysis of onion essential oil microcapsules[J]. Food & Machinery, 2019, 35(11): 198-205.
- [13] 付红军, 彭湘莲, 钟海雁. 喷雾干燥法制备山苍子油微胶囊的研究[J]. 食品与机械, 2016, 32(11): 187-190.
- FU H J, PENG X L, ZHONG H Y. Preparation of microcapsules made of the oil from litsea cubeba by spray drying method[J]. Food & Machinery, 2016, 32(11): 187-190.
- [14] 吴隆坤, 肖志刚. 喷雾干燥法制备微胶囊化大豆胚芽油粉末油脂[J]. 食品工业科技, 2017, 38(24): 159-164, 171.
- WU L K, XIAO Z G. Manufacturing microcapsules of soybean germ oil by sparying-drying[J]. Science and Technology of Food Industry, 2017, 38(24): 159-164, 171.
- [15] WANG B, ADHIKARI B, BARROW C J. Optimisation of the microencapsulation of tuna oil in gelatin-sodium hexametaphosphate using complex coacervation[J]. Food Chemistry, 2014, 158 (5): 358-365.
- [16] 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.