

脂质伴随物对菜籽油纳米乳液稳定性的影响

Effects of lipid concomitants on the stability of rapeseed oil nanoemulsions

赵文硕^{1,2}唐忠海^{1,2}郭时印^{1,2}肖航³范伟^{1,2}ZHAO Wenshuo^{1,2} TANG Zhonghai^{1,2} GUO Shiyin^{1,2} XIAO Hang³ FAN Wei^{1,2}

(1. 湖南农业大学食品科学技术学院, 湖南 长沙 410128; 2. 湖南省菜籽油营养健康与深度开发工程技术研究中心, 湖南 长沙 410128; 3. 麻省大学阿莫斯特分校食品科学学院, 美国 马塞诸塞州 01003)

(1. College of Food Science and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha, Hunan 410128, China; 2. Hunan Engineering Technology Research Center for Rapeseed Oil Nutrition Health and Deep Development, Changsha, Hunan 410128, China; 3. College of Food Science, University of Massachusetts, Amherst, MA 01003, USA)

摘要:目的:明确脂质伴随物对菜籽油乳液稳定性的影响规律并制备高稳定性纳米乳液。方法:将菜籽油的内源性脂质伴随物进行柱层析过滤后再设置不同浓度反添,采用高压微射流制备出纳米乳液后进行表征,并考察脂质伴随物含量对菜籽油乳液稳定性的影响。结果:当 α -生育酚含量为292 mg/kg、菜籽多酚含量为32 mg/kg、 β -谷甾醇含量为6 712 mg/kg、 β -胡萝卜素含量为31 mg/kg时,制备的菜籽油纳米乳液达到最佳,其平均粒径为 (182.4 ± 2.056) nm,稳定性较好。结论:脂质伴随物对乳液的稳定性具有显著影响。

关键词:脂质伴随物;菜籽油;纳米乳液;稳定性

Abstract: Objective: Clarifying the effects of lipid co-passengers on the stability of rapeseed oil emulsions and prepare high-stability nano-emulsions. **Methods:** The endogenous lipid-associated compounds of rapeseed oil were subjected to column chromatography filtration, followed by various concentration gradient re-addition. High-pressure microfluidization was utilized to prepare nanoemulsions, which were subsequently characterized. The influence of lipid associated compound content on the stability of rapeseed oil emulsions was also investigated. **Results:** The preparation of rapeseed oil nanoemulsions reached optimal conditions when the α -tocopherol content was 292 mg/kg, rapeseed polyphenols content was 32 mg/kg, β -sitosterol content was 6 712 mg/kg, and β -carotene

content was 31 mg/kg. The average particle size of the resulting rapeseed oil nanoemulsion was (182.4 ± 2.056) nm, indicating good stability. **Conclusion:** Lipid associated compounds significantly affect the stability of emulsions.

Keywords: lipid concomitants; rapeseed oil; nanoemulsions; stability

乳状液是热力学上不稳定的胶体分散体,主要由油相、表面活性剂、水相和功能化合物组成^[1],其在食品领域的主要应用是作为典型的脂质递送体系^[2]用于营养物质的包埋^[3]与传递运输等。但热力学的不稳定性是乳液能否被广泛应用的关键问题,乳化体系和油相组成均可以显著影响乳液的稳定性^[5]。蛋白质、聚氧乙烯酯(如吐温)、多糖、磷脂和脂肪酸等乳化剂可以通过在油水界面的吸附对食品乳液的形成和稳定性起作用^[6-8]。而乳液的油相并非单一化合物,除甘油三酯外还包含脂质伴随物,如植物甾醇、酚类化合物、生育酚等^[9]。研究^[10]表明,脂质伴随物对乳液的稳定性具有显著影响。

菜籽油来源丰富,产量高,价格低廉^[11],常作为纳米乳液中的油相,且菜籽油中含有丰富的脂质伴随物,但不同加工工艺所得的油中脂质伴随物含量不同。Hano等^[12]发现开环异落叶松脂酚分布于乳化剂层和油相并发挥抗氧化作用,影响了亚麻籽油纳米乳液的稳定性。Losada-Barreiro等^[13]发现白藜芦醇通过抗氧化作用对葡萄籽油纳米乳液的稳定性产生显著影响。而菜籽油的内源性脂质伴随物对其纳米乳液稳定性的研究还未见报道,其物理化学稳定性与其体系组成的关联尚不明确。

研究拟考察 α -生育酚、菜籽多酚、 β -谷甾醇以及 β -胡

基金项目:湖南省教育厅优秀青年项目(编号:20B286)

作者简介:赵文硕,女,湖南农业大学在读硕士研究生。

通信作者:范伟(1983—),男,湖南农业大学讲师,博士。

E-mail: weifan@hunau.edu.cn

收稿日期:2023-10-12 **改回日期:**2024-03-06

萝卜素含量对菜籽油纳米乳液稳定性的影响规律。以粒径、PDI、Zeta-电位、粒径分布(PSD)以及离心稳定性和浊度等作为指标评价乳液的稳定性,并分析脂质伴随物含量对菜籽油乳液稳定性的影响,以期为制备高质量菜籽油纳米乳液提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

道道全一级菜籽油:湖南巴陵油脂有限公司;

硅胶:青岛海洋化工有限公司;

活性炭、氧化铝、硅酸、硅镁型吸附剂、正己烷、甲醇、乙腈、福林酚、抗坏血酸、乙醇、三氯甲烷、乙酸酐、硫酸:色谱纯,国药集团化学试剂有限公司;

α -生育酚、 β -胡萝卜素、没食子酸:色谱纯,上海麦克林生化科技有限公司;

菜籽多酚(4-乙基丁基香醇):色谱纯,上海源叶生物科技有限公司;

β -谷甾醇:色谱纯,阿达玛斯试剂有限公司;

大豆卵磷脂:食品级,河南高宝实业有限公司;

具四氟活层析柱:6 cm $\times$ 100 cm,上海泰坦科技股份有限公司;

电子天平:DTY-A220 型,福州华志科学仪器有限公司;

真空泵:SHZ-III 型,临海市谭氏真空设备有限公司;

旋转蒸发仪:RE-20008 型,巩义市中天科技仪器有限公司;

漩涡混合仪:Vortex-2 型,上海叶拓科技有限公司;

高效液相色谱仪:Agilent1100 型,美国安捷伦公司;

高速分散机:T 18 D S25 型,艾卡仪器设备有限公司;

微射流均质机:Nano 8080 型,诺泽流体科技有限公司;

纳米粒度仪:ZETASIZER NANO ZS 型,马尔文仪器有限公司;

电热恒温培养箱:DH6000B II 型,天津市泰斯特仪器有限公司;

全波长高速酶标仪:0510-02624 型,赛默飞世尔科技公司;

冷冻离心机:H2050R 型,湖南湘仪实验室仪器开发有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 纯化菜籽油样制备 根据 Liu 等^[14]的方法进行调整。采用柱层析技术对菜籽油进行过滤纯化,选用具四氟活层析柱,将硅胶、活性炭、氧化铝、硅酸、硅镁型吸附剂按质量比 1.0:1.5:4.0:4.0:4.5 依次填加到层析柱中,用色谱纯正己烷对填料进行清洗。将菜籽油与正己烷按体积比 1:1 混匀,注入层析柱,真空泵加压使液

体快速流出并收集,旋转蒸发(40 $^{\circ}$ C)正己烷,所得样品收集于棕色试剂瓶中,于-20 $^{\circ}$ C 保存。

1.2.2 纯化前后菜籽油成分分析

(1) 多酚:根据许世浩等^[15]的方法,以没食子酸标准品计算多酚含量。

(2) 植物甾醇:依据 Liebermann-burchard 法^[16]稍作修改,称取 0.5 g 样品于 10 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并定容,移取 4 mL 于另一 10 mL 容量瓶后,乙酸酐定容,加入 0.1 mL 浓硫酸,溶液颜色由无色经红色变成暗绿色,静置 45 min,测定 662 nm 处吸光度。

(3) α -生育酚和 β -胡萝卜素:参照 Cvetkovic 等^[17]的方法稍作修改,流动相:A 相为乙腈,B 相为甲醇—乙酸乙酯;流速 0.3 mL/min;进样体积 2 μ L;温度 30 $^{\circ}$ C; α -生育酚和 β -胡萝卜素检测波长分别为 300,445 nm。

(4) 脂肪酸:参照 GB 5009.168—2016。

1.2.3 脂质伴随物添加体系设计 依据脂质伴随物在菜籽油中的实际浓度范围,称取一定量的脂质伴随物标准品(α -生育酚为 250,400,550,700,850 mg/kg;菜籽多酚为 5,20,35,50,65 mg/kg; β -谷甾醇为 4 000,6 000,8 000,10 000,12 000 mg/kg; β -胡萝卜素为 10,20,30,40,50 mg/kg)添加到纯化后的菜籽油中并使其完全溶解,得到不同含量的伴随物油样。

1.2.4 乳液制备 采用去离子水为连续相,大豆卵磷脂为乳化剂,以添加不同含量脂质伴随物的油为分散相,根据实验室前期优化参数稍作修改进行菜籽油纳米乳液的制备。如图 1 所示,用去离子水配制乳化剂质量分数为 1%的大豆卵磷脂溶液,磁力搅拌至完全溶解,将大豆卵磷脂溶液分别与油样按体积比 1:24 混合,10 000 r/min 下剪切 2 min 得粗乳液,15 000 r/min 下均质循环 5 次得纳米乳液。

1.2.5 菜籽油纳米乳液粒径、多分散性指数(PDI)、电位测定 取新鲜制备的纳米乳液样品,分别用去离子水稀释 100 倍,使用马尔文粒径分析仪测定乳液的平均粒径、PDI 以及 Zeta-电位。

1.2.6 离心稳定性测定 参照高健^[18]的方法并修改。将纳米乳液稀释 50 倍,5 000 r/min 离心 10 min,吸取下清液,于酶标仪下测定 500 nm 处吸光值,按式(1)计算离

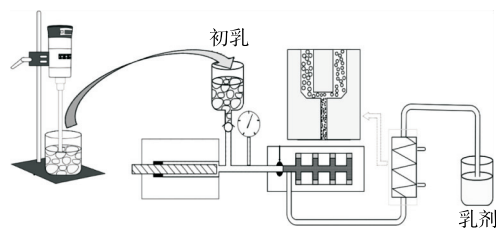


图 1 菜籽油纳米乳液的制备

Figure 1 Flow chart of preparation of rapeseed oil nano-emulsion

心稳定常数。

$$K=\frac{|A_1-A_0|}{A_0},$$

(1)

式中:

K ——离心稳定常数,%;
 A_0 ——样品离心前吸光度;
 A_1 ——样品离心后底层溶液吸光度。

1.2.7 浊度测定 根据江连州等^[19]的方法,按式(2)计算浊度。

$$T=\frac{1.302AV}{I},$$

(2)

式中:

T ——浊度,NTU;
 A ——稀释乳液在 600 nm 处的吸光度;
 V ——稀释倍数;
 I ——光程差,取 1 cm。

1.2.8 响应面试验设计 以 α -生育酚、菜籽多酚、 β -谷甾醇和 β -胡萝卜素为自变量,粒径为响应值,采用 Box-Behnken 响应面法^[20]设计四因素三水平响应面试验。

1.3 数据处理

所有试验均重复 3 次,结果以平均值±标准偏差表示。利用 Origin 2022、Photoshop 和 Prism 9 软件进行数据处理、制图。

2 结果与分析

2.1 菜籽油的纯化效果

由表 1 可知,菜籽油经柱层析纯化后,其多酚含量<5 mg/kg,植物甾醇含量<100 mg/kg, α -生育酚含量<5 mg/kg,而 β -胡萝卜素未检出,均低于反添体系的最小添加量。说明柱层析填料较好地吸附了菜籽油中的脂质伴随物,从而避免了菜籽油自身所含有的脂质伴随物对反添体系的干扰^[21]。

由表 2 可知,菜籽油中共检出 19 种脂肪酸,且纯化前后各脂肪酸含量无明显变化,该结果与张亮^[22]研究的不同加工工艺对菜籽油脂肪含量差异影响的结果类似。说明纯化不会对菜籽油自身脂肪酸含量产生影响,仅去除了微量脂质伴随物,从而排除了脂肪酸变化对菜籽油纳米乳液稳定性的影响。

表 1 柱层析前后菜籽油中脂质伴随物含量

Table 1 The content of lipid concomitant in rapeseed oil before and after column chromatography purification

mg/kg

样品	多酚	植物甾醇	α -生育酚	β -胡萝卜素
纯化前	1 200.0±4.5	6 500±100	536.0±1.1	5.40±1.10
纯化后	<5.0	<100	<5.0	ND

表 2 柱层析前后菜籽油中脂肪酸含量

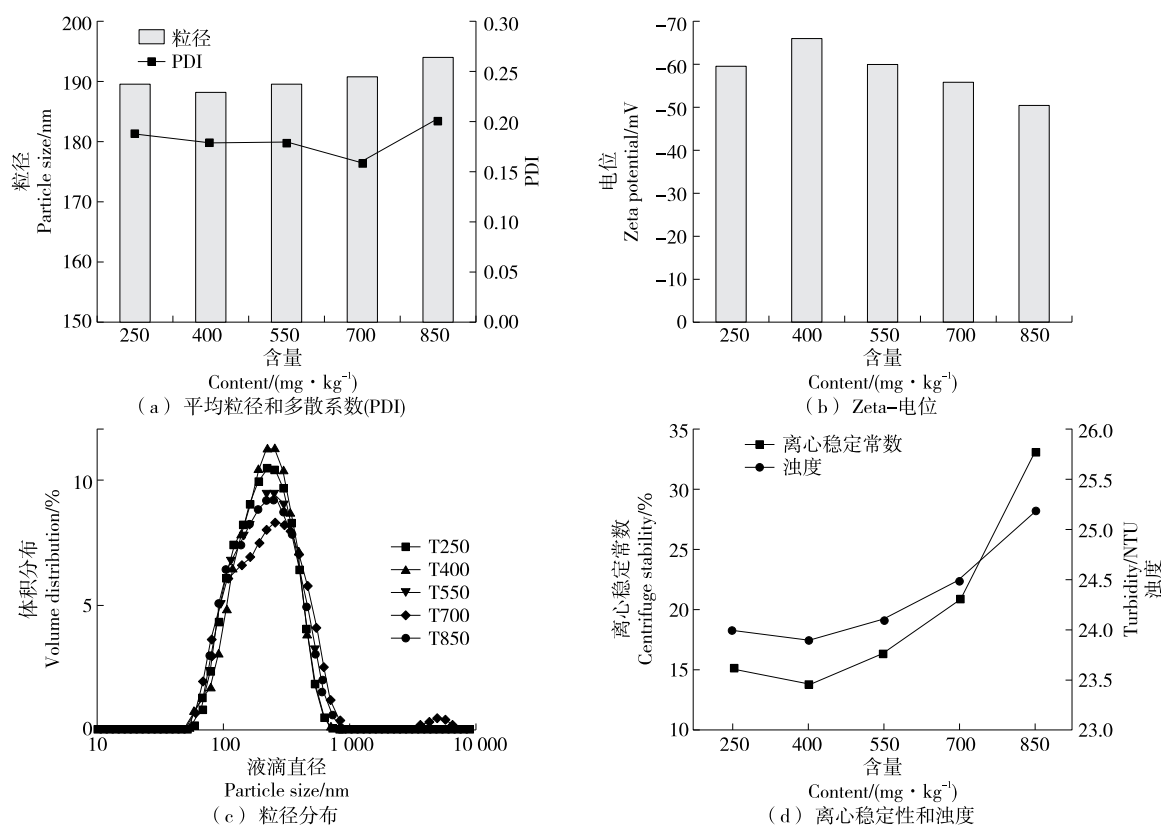
Table 2 The content of fatty acid in rapeseed oil before and after column chromatography purification

脂肪酸	纯化前	纯化后
C _{14:0} (肉豆蔻酸)	0.03±0.00	0.03±0.00
C _{16:0} (棕榈酸)	3.40±0.32	3.39±0.48
C _{17:0} (珍珠酸)	0.09±0.01	0.09±0.02
C _{18:0} (硬脂酸)	1.75±0.01	1.74±0.01
C _{20:0} (花生酸)	0.50±0.04	0.50±0.06
C _{21:0} (二十一烷酸)	0.04±0.00	0.04±0.00
C _{22:0} (二碳烷酸)	0.19±0.01	0.21±0.03
C _{24:0} (木蜡酸)	0.09±0.02	0.09±0.03
C _{17:1} (十七碳稀酸)	0.03±0.00	0.03±0.00
C _{18:1} (油酸)	55.98±0.45	55.95±0.54
C _{20:1} (二十碳烯酸)	3.98±0.34	4.01±0.41
C _{22:1} (芥子酸)	9.03±0.34	8.94±0.18
C _{24:1} (神经酸)	0.21±0.00	0.21±0.00
C _{16:1} (棕榈油酸)	0.01±0.00	0.01±0.00
C _{18:2} (亚油酸)	16.16±0.13	16.15±0.54
C _{18:3 n 6} (γ -亚麻酸)	0.04±0.15	0.04±0.00
C _{18:3 n 3} (α -亚麻酸)	8.24±0.34	8.34±0.28
C _{20:2} (附子脂酸)	0.13±0.00	0.13±0.00
C _{20:3 n 6} (二十碳三烯酸)	0.01±0.00	0.01±0.00
SFA	6.08±0.15	6.09±0.16
MUFA	69.25±0.30	69.15±0.24
PUFA	24.67±0.23	24.76±0.23

2.2 菜籽油纳米乳液的稳定性

2.2.1 α -生育酚 由图 2 可知,当 α -生育酚为 400 mg/kg 时,平均粒径最小为(188.6±1.725) nm,PDI 为 0.158±0.016,粒径随着含量的增加而增大,可能是 α -生育酚含量较高时,乳液中的乳滴易发生聚集和奥氏熟化,导致粒径增大^[23]。相关研究^[12]表明,乳液中 α -生育酚含量越低,乳液粒径越小,在贮藏期能保持良好的形态。高含量的 α -生育酚能通过自组装形成胶束,导致氧化作用盛行的油水界面处生育酚含量降低,因此 α -生育酚的抗氧化效率下降,降低了乳液的氧化稳定性^[24]。

一般而言,乳液的电位绝对值>30 mV 时,乳液体系稳定,Zeta-电位最大绝对值为 67 mV,即水相中的油滴具有强的静电作用,且在乳液中占据主导地位^[25]。乳液的粒径分布均为单峰分布,峰越窄说明颗粒越集中,越宽则反之^[26],当 α -生育酚为 400 mg/kg 时,峰最窄。高健^[18]研究表明,纳米乳体系中,当乳化剂和油水体积比固定时,流动相离心稳定性和浊度指标与纳米乳的粒径呈正相关。含不同量 α -生育酚的菜籽油纳米乳液的离心稳定性和浊度的变化趋势与其平均粒径随含量的变化趋势呈

图 2 含有 α -生育酚的菜籽油纳米乳液的表征Figure 2 The characterization of rapeseed oil nanoemulsions containing α -tocopherol

正相关,与文献[16]的研究结果一致。

2.2.2 菜籽多酚 Akhtar 等^[27]研究发现,将黄酮类化合物包埋至乳液中时,乳液的平均粒径减小,具有表面活性的酚酯类化合物在油水界面聚集,降低了油水界面张力,提高了乳液稳定性。Aditya 等^[28]在 W/O/W 乳液递送姜黄素和儿茶素的研究中同样也发现其均匀分布于油相中,并通过降低油水界面的界面张力来降低乳液的平均粒径,从而增强乳液的稳定性。由图 3 可知,当菜籽多酚为 35 mg/kg 时,平均粒径最小为(188.6 $\pm$ 1.138) nm,PDI 为 0.172 $\pm$ 0.007,Zeta-电位最大绝对值为 56.5 mV。菜籽多酚乳液的粒径分布均为单峰分布,当菜籽多酚为 35 mg/kg 时,峰最窄。含不同量菜籽多酚的菜籽油纳米乳液的离心稳定性和浊度的变化趋势与其平均粒径随含量的变化趋势呈正相关。

2.2.3 β -谷甾醇 Liu 等^[29]研究表明,甾醇的四环稠环骨架和羟基能够在油水界面聚集,具有高度的表面活性,可在乳液体系的油水界面形成致密的界面膜,从而阻挡氧气和自由基与油脂接触,提高乳液的稳定性。而物质的存在与否并非影响乳液稳定性的决定性因素,可能还与 β -谷甾醇含量有关。由图 4 可知,当 β -谷甾醇为 6 000 mg/kg 时,乳液的平均粒径最小为(181.0 $\pm$ 3.165) nm,PDI 为 0.151 $\pm$ 0.013,Zeta-电位最大绝对值

为 58.9 mV。当 β -谷甾醇为 6 000 mg/kg 时,所制得的乳液粒径分布为单峰分布。含不同量 β -谷甾醇的菜籽油纳米乳液的离心稳定性和浊度的变化趋势与其平均粒径随含量的变化趋势一致。

2.2.4 β -胡萝卜素 Moreira 等^[30]研究发现,在乳液体系中, β -胡萝卜素通过抗氧化作用和界面作用有效抑制了乳液氧化,从而增强了乳液氧化稳定性。由图 5 可知,当 β -胡萝卜素为 30 mg/kg 时,乳液的平均粒径最小为(184.1 $\pm$ 3.445) nm,PDI 为 0.160 $\pm$ 0.013,Zeta-电位最大绝对值为 68.0 mV。当 β -胡萝卜素为 30 mg/kg 时,所制得的乳液粒径分布为单峰分布且峰最窄。含不同量 β -胡萝卜素的菜籽油纳米乳液的离心稳定性和浊度的变化趋势与其平均粒径的变化趋势呈正相关。

2.3 响应面实验

2.3.1 响应面实验结果与分析 根据上述试验结果,采用响应面法对脂质伴随物含量进行优化,试验因素水平见表 3,试验设计及结果见表 4。

对表 4 中试验结果进行二次多项回归拟合分析,得到拟合回归模型方程为:

$$Y = 184.66 - 4.19A + 0.6667B - 0.8833C - 0.475D - 0.825AB + 0.9AC + 0.4AD + 1.58BC - 0.6BD - 0.125CD + 6.6A^2 + 2.28B^2 + 1.36C^2 + 1.12D^2. \quad (3)$$

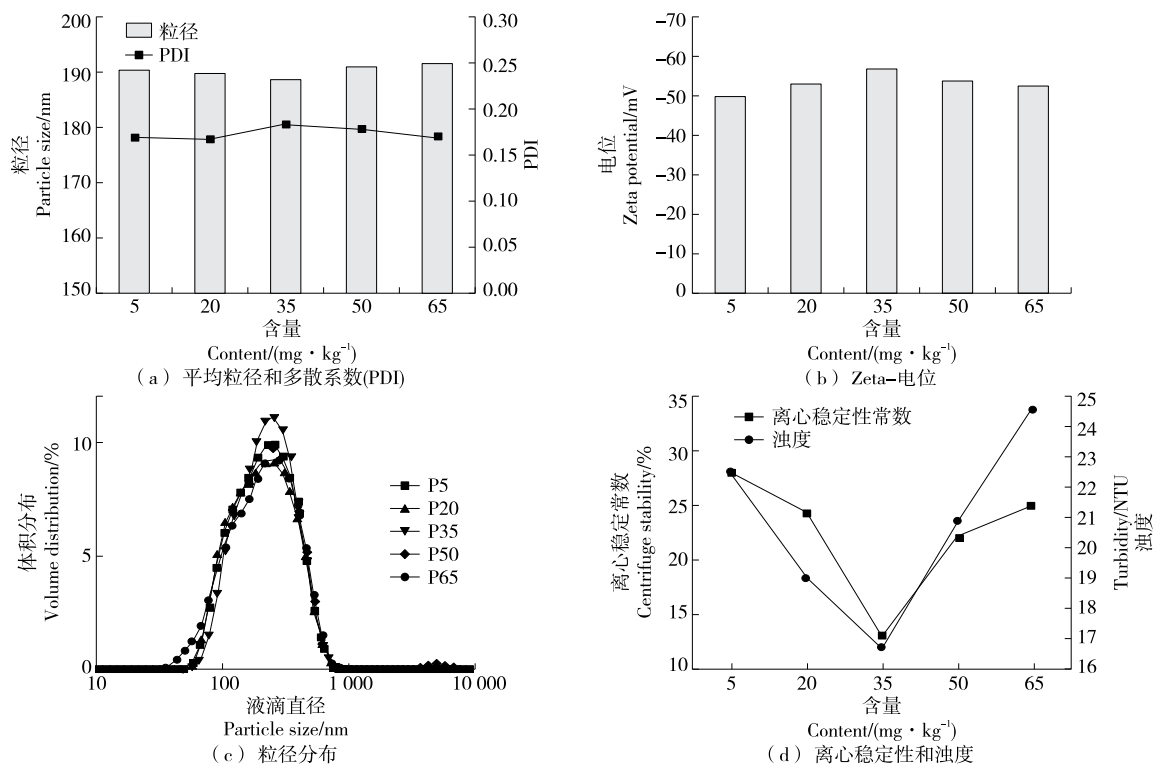
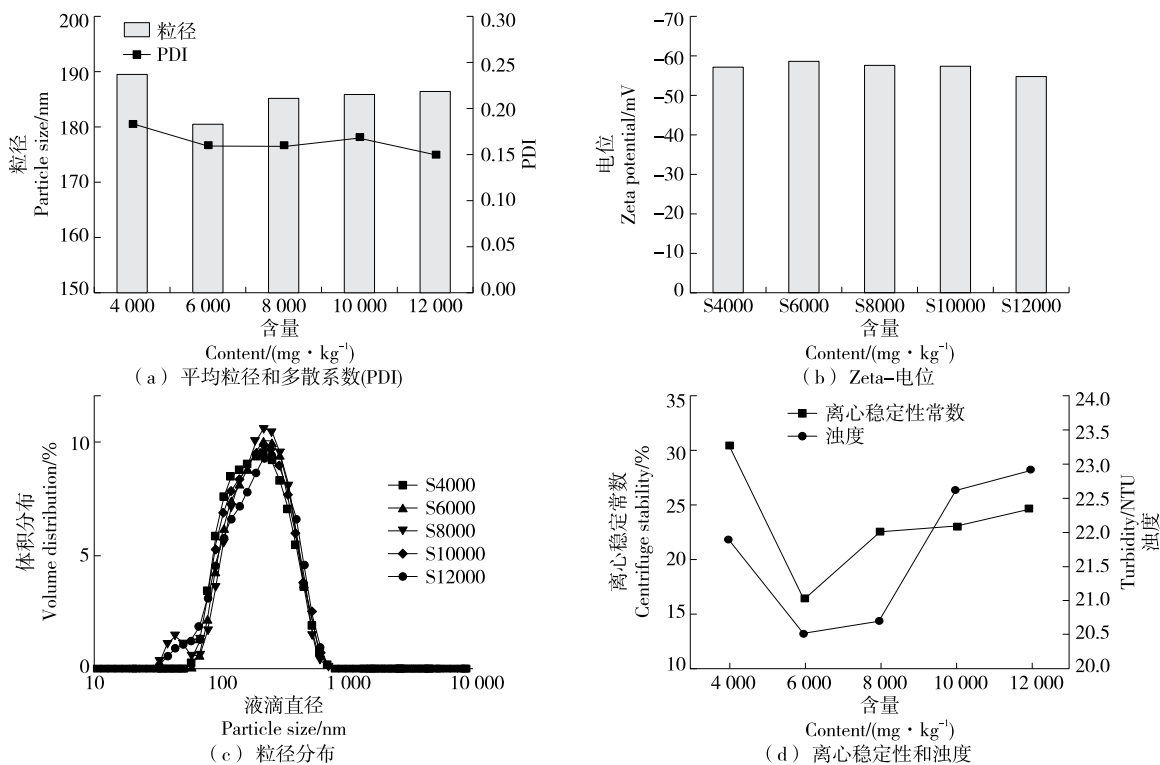


图3 含有菜籽多酚的菜籽油纳米乳液的表征

Figure 3 The characterization of rapeseed oil nanoemulsions containing phenol

图4 含有 β -谷甾醇的菜籽油纳米乳液的表征Figure 4 The characterization of rapeseed oil nanoemulsions containing β -sitosterol

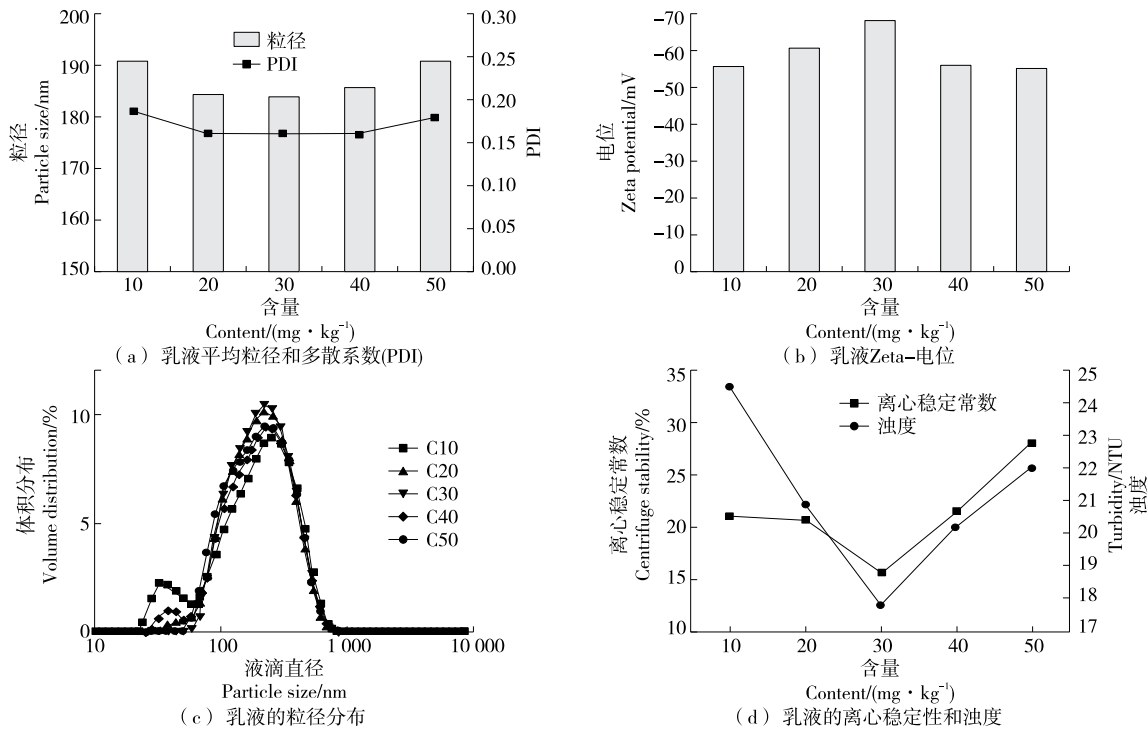


图 5 含有 β 胡萝卜素的菜籽油纳米乳液的表征

Figure 5 The characterization of rapeseed oil nanoemulsions containing β -carotene

表 3 响应面试验因素水平表

Table 3 Design of factors and levels of the response surface test

水平	A α -生育酚/ (mg · kg ⁻¹)	B 菜籽多酚/ (mg · kg ⁻¹)	C β 谷甾醇/ (mg · kg ⁻¹)	D β 胡萝卜素/ (mg · kg ⁻¹)
-1	250	20	4 000	20
0	400	35	6 000	30
1	550	50	8 000	40

由表 5 可知,模型 $P < 0.000\ 1$,极显著;失拟项 $P > 0.05$,不显著。脂质伴随物含量对菜籽油纳米乳液平均粒径的影响从大到小为 α -生育酚 $>$ β -谷甾醇 $>$ 菜籽多酚 $>$ β -胡萝卜素。该模型的 R^2 为 $0.990\ 1$, R^2_{Adj} 为 $0.980\ 1$,说明此模型对试验的拟合程度较好,可以对菜籽油纳米乳液的平均粒径进行可靠的预测。

2.3.2 响应曲面图分析 由图 6 可知,纳米乳液的粒径随 α -生育酚含量的增加先下降到一定值后趋于平缓,而

表 4 响应面试验设计及结果

Table 4 Design and results of response surface

试验号	A	B	C	D	平均粒径/nm	试验号	A	B	C	D	平均粒径/nm
1	0	1	1	0	189.6	16	1	1	0	0	189.2
2	0	-1	0	1	187.1	17	0	0	0	0	185.9
3	-1	0	-1	0	198.5	18	-1	0	1	0	194.9
4	1	0	0	-1	188.0	19	0	0	-1	-1	188.4
5	0	0	0	0	185.2	20	0	-1	-1	0	190.4
6	0	0	-1	1	187.5	21	1	0	1	0	188.4
7	0	1	-1	0	188.2	22	-1	0	0	1	196.2
8	0	0	1	1	185.5	23	1	0	-1	0	188.4
9	0	-1	1	0	185.5	24	0	1	0	1	187.5
10	0	-1	0	-1	187.3	25	-1	-1	0	0	196.1
11	0	0	1	-1	186.9	26	0	1	0	-1	190.1
12	0	0	0	0	185.0	27	0	0	0	0	183.4
13	0	0	0	0	183.8	28	-1	1	0	0	199.2
14	-1	0	0	-1	197.3	29	1	-1	0	0	189.4
15	1	0	0	1	188.5						

表 5 回归模型方差分析[†]
Table 5 Variance analysis of regression model

来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性	来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	536.19	14	38.30	99.67	<0.000 1	* *	CD	0.06	1	0.06	0.16	0.692 8	
A	210.84	1	210.84	548.71	<0.000 1	* *	A ²	282.12	1	282.12	734.22	<0.000 1	* *
B	5.33	1	5.33	13.88	0.002 3	* *	B ²	33.79	1	33.79	87.95	<0.000 1	* *
C	9.36	1	9.36	24.37	0.000 2	* *	C ²	11.95	1	11.95	31.11	<0.000 1	* *
D	2.71	1	2.71	7.05	0.018 9	*	D ²	8.14	1	8.14	21.18	0.000 4	* *
AB	2.72	1	2.72	7.09	0.018 6	*	残差	5.38	14	0.38			
AC	3.24	1	3.24	8.43	0.011 6	*	失拟项	1.11	10	0.11	0.29	0.998 2	不显著
AD	0.64	1	0.64	1.67	0.217 8		纯误差	4.27	4	1.07			
BC	9.92	1	9.92	25.82	0.000 2	* *	总和	541.57	28				
BD	1.44	1	1.44	3.75	0.073 3								

[†] * 为差异显著($P<0.05$); * * 为差异极显著($P<0.01$); $R^2=0.990\ 1$, $R^2_{\text{adj}}=0.980\ 1$ 。

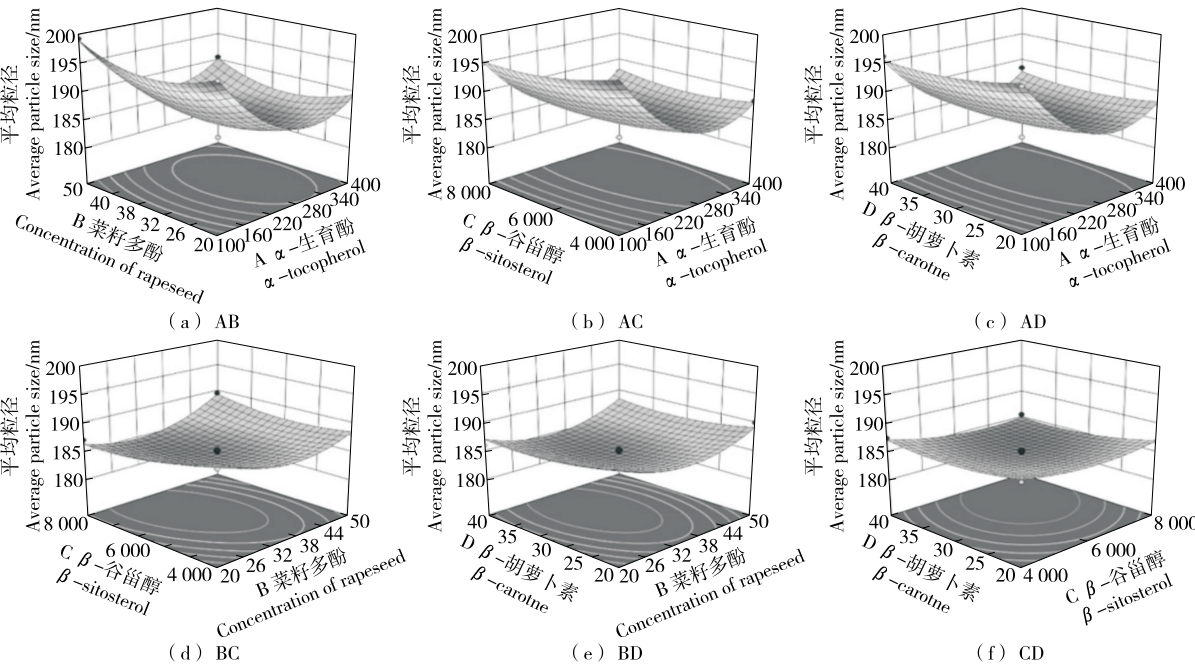


图 6 两因素的交互作用对菜籽油纳米乳平均粒径的影响

Figure 6 The effects of interactions of two factors on the average particle sizes of rapeseed oil-based nano-emulsions

纳米乳液的粒径随菜籽多酚、 β -谷甾醇以及 β -胡萝卜素含量的增加而下降, α -生育酚含量使粒径变化的曲面坡度陡峭,且等高线为椭圆形,说明 α -生育酚含量对纳米乳液粒径的影响最显著,其次为 β -谷甾醇、菜籽多酚和 β -胡萝卜素。

2.3.3 实验验证 为进一步确定限定条件下脂质伴随物含量,以平均粒径最小为目标,依据响应面分析结果所得最优条件为: α -生育酚 291.554 mg/kg、菜籽多酚 31.997 mg/kg、 β -谷甾醇 6 712.030 mg/kg、 β -胡萝卜素 31.269 mg/kg,此条件下菜籽油纳米乳液的平均粒径为 183.824 nm。考虑到实际的操作情况,将最佳复配添加方案修正为 α -生育酚 292 mg/kg、菜籽多酚 32 mg/kg、

β -谷甾醇 6 712 mg/kg、 β -胡萝卜素 31 mg/kg,测得实际平均粒径为 (182.4 ± 2.056) nm ($n=3$),与预测值接近。

3 结论

研究表明,油相中的脂质伴随物对乳液稳定性具有显著影响。当 α -生育酚为 250 mg/kg,菜籽多酚为 35 mg/kg, β -谷甾醇为 6 000 mg/kg, β -胡萝卜素为 30 mg/kg时,乳液的平均粒径和 Zeta-电位结果最优,且较其他浓度的乳液更稳定。经优化后,脂质伴随物的最佳添加量为 α -生育酚 292 mg/kg、菜籽多酚 32 mg/kg、 β -谷甾醇 6 712 mg/kg、 β -胡萝卜素 31 mg/kg,此时所制备的菜籽油纳米乳液与预测结果吻合。一般而言,在实

际操作过程中精炼后菜籽油中所含的脂质伴随物含量均低于试验添加量,可以直接依据试验所得的影响规律对伴随物含量进行调整。后续将对菜籽油内源性脂质伴随物通过在油水界面的吸附作用、空间分布以及抗氧化活性等方面对食品乳液的形成和稳定性机理进行研究与分析,改善菜籽油的加工特性和运输性,从而扩大其应用范围。

参考文献

- [1] ADJONU R, DORAN G, TORLEY P, et al. Whey protein peptides as components of nanoemulsions: A review of emulsifying and biological functionalities [J]. *Journal of Food Engineering*, 2014, 122: 15-27.
- [2] MENG R, WU Z, XIE Q T, et al. Zein/carboxymethyl dextrin nanoparticles stabilized pickering emulsions as delivery vehicles: Effect of interfacial composition on lipid oxidation and in vitro digestion[J]. *Food Hydrocolloids*, 2020, 108: 106020.
- [3] BANASAZ S, MOROZOVA K, FERRENTINO G, et al. Encapsulation of lipid-soluble bioactives by nanoemulsions [J]. *Molecules*, 2020, 25(17): 3 966.
- [4] DAI L, ZHOU L, ZHOU H, et al. Comparison of lutein bioaccessibility from dietary supplement-exipient nanoemulsions and nanoemulsion-based delivery systems[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2021, 69(46): 13 925-13 932.
- [5] 刘冬雪, 肖茜, 刘成国, 等. 基于熊果酸的 W/O/W 型 Pickering 乳液制备方法[J]. *食品与机械*, 2023, 39(2): 176-181.
LIU D X, XIAO Q, LIU C G, et al. Preparation of W/O/W pickering emulsion based on ursolic acid[J]. *Food & Machinery*, 2023, 39(2): 176-181.
- [6] SAHIN S S, AKPINAR A N, GUMUS-BONACINA C E. Formation and physical stability of hazelnut oil nanoemulsions: Comparison of a synthetic surfactant and a natural emulsifier [J]. *Journal of Surfactants and Detergents*, 2022, 25(6): 799-811.
- [7] MARHAMATI M, RANJBAR G, REZAIE M. Effects of emulsifiers on the physicochemical stability of oil-in-water nanoemulsions: A critical review[J]. *Journal of Molecular Liquids*, 2021, 340: 117318.
- [8] 闫馨月, 贾亦佳, 孙诗艳, 等. 大麻油复合纳米乳液的制备及稳定性研究[J]. *食品与生物技术学报*, 2022, 41(6): 84-90.
YAN X Y, JIA Y J, SUN S S, et al. Preparation and stability of hemp seed oil composite nano-emulsion[J]. *Journal of Food Science and Biotechnology*, 2022, 41(6): 84-90.
- [9] MA G Q, WANG Y Y, LI Y F, et al. Antioxidant properties of lipid concomitants in edible oils: A review[J]. *Food Chemistry*, 2023, 422: 136219.
- [10] CHENG C, YU X, MCCLEMENTS D J, et al. Effect of flaxseed polyphenols on physical stability and oxidative stability of flaxseed oil-in-water nanoemulsions [J]. *Food Chemistry*, 2019, 301: 125207.
- [11] 段涛. 不同菜籽油的理化特性比较及其中甾醇和 α -生育酚的提取研究[D]. 重庆: 西南大学, 2009: 4-6.
DUAN T. Study on the character compare and sterol, α -tocopherol distill of different rapeseed oil [D]. Chongqing: Southwest University, 2009: 4-6.
- [12] HANO C, CORBIN C, DROUET S, et al. The lignan (+)-secoisolaricresinol extracted from flax hulls is an effective protectant of linseed oil and its emulsion against oxidative damage [J]. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 2017, 119(8): 1600219.
- [13] LOSADA-BARREIRO S, COSTA M, BRAVO-DIAZ C, et al. Distribution and antioxidant efficiency of resveratrol in stripped corn oil emulsions[J]. *Antioxidants (Basel, Switzerland)*, 2014, 3(2): 212-228.
- [14] LIU R, XU Y, CHANG M, et al. Antioxidant interaction of α -tocopherol, γ -oryzanol and phytosterol in rice bran oil[J]. *Food Chemistry*, 2021, 343: 128431.
- [15] 许世浩, 刘宏炳, 何晨露. 酒糟总氨基酸, 总多酚, 多糖含量测定及抗氧化活性研究[J]. *化学试剂*, 2022, 44(1): 32-38.
XU S H, LIU H B, HE C L. Determination of total amino acids, total polyphenols, polysaccharide content and antioxidant activity of distiller's grains[J]. *Chemical Reagents*, 2022, 44(1): 32-38.
- [16] LEVINE J, MORGENSTERN S, VLASTELICA D. A direct Liebermann-Burchard method for serum cholesterol[J]. *Technicon Symposium*, 1967, 1: 25.
- [17] CVETKOVIC D, MARKOVIC D. UV-induced changes in antioxidant capacities of selected carotenoids toward lecithin in aqueous solution [J]. *Radiation Physics and Chemistry*, 2008, 77(1): 34-41.
- [18] 高健. 络合-解离法提纯姜黄色素及其纳米乳液的制备[D]. 无锡: 江南大学, 2015: 13-26.
GAO J. Curcumin purification via complex-dissociation and its preparation of nanoemulsions[D]. Wuxi: Jiangnan University, 2015: 13-26.
- [19] 江连洲, 蔡玉曼, 马春芳, 等. 鱼油纳米乳液运载体系统构建与稳定性研究[J]. *农业机械学报*, 2018, 49(10): 387-395.
JIANG L Z, QI Y M, MA C F, et al. Formation and stability of fish oil enriched biocompatible nano-emulsion[J]. *Transactions of the Chinese Society of Agricultural Machinery*, 2018, 49(10): 387-395.
- [20] NISHAD J, DUTTA A, SAHA S, et al. Ultrasound-assisted development of stable grapefruit peel polyphenolic nano-emulsion: Optimization and application in improving oxidative stability of mustard oil[J]. *Food Chemistry*, 2021, 334: 127516.
- [21] 刘如如. α -生育酚和 γ -谷维素在水包油型乳液中的抗氧化相互作用研究[D]. 无锡: 江南大学, 2021: 9-10.
LIU R R. Study on the antioxidant interaction of α -tocopherol and γ -oryzanol in oil-in-water emulsion [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2021: 9-10.

(下转第 61 页)

- 子对接[J]. 食品与发酵工业, 2024, 50(5): 189-198.
- ZHANG Y Y, DONG Y Y, ZOU P, et al. Isolation, identification and molecular docking of antioxidant peptides from olive kernel [J]. Food and Fermentation Industries, 2024, 50(5): 189-198.
- [17] 邹娅雪, 付晓婷, 段德麟, 等. 利用斑马鱼模型研究琼胶寡糖抗氧化机制[J]. 食品工业科技, 2019, 40(4): 286-291, 298.
- ZOU Y X, FU X T, DUAN D L, et al. Antioxidant activities of agar-oligosaccharides in AAPH-induced zebrafish model [J]. Science and Technology of Food Industry, 2019, 40(4): 286-291, 298.
- [18] 沈金鹏, 王珂雯, 黄潘钊, 等. 珍珠贝水解肽的制备、氨基酸组成及抗炎活性[J]. 食品与机械, 2023, 39(2): 132-139, 206.
- SHEN J P, WANG K W, HUANG P D, et al. Preparation, amino acid composition and anti-inflammatory activity of hydrolyzed peptides from *Pinctada martensii* [J]. Food & Machinery, 2023, 39(2): 132-139, 206.
- [19] GU M, CHEN H P, ZHAO M M, et al. Identification of antioxidant peptides released from defatted walnut (*Juglans Sigillata* Dode) meal proteins with pancreatin [J]. LWT-Food Science and Technology, 2015, 60(1): 213-220.
- [20] 李丽, 阮金兰, 钱伟亮, 等. 多指标评价核桃蛋白及多肽的抗氧化活性[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(3): 1-4.
- LI L, RUAN J L, QIAN W L, et al. Studies on the antioxidant activity of walnut protein and polypeptide by multi-index [J]. Food Research and Development, 2017, 38(3): 1-4.
- [21] 罗燕, 和兴萍, 李雪, 等. 三种蛋白酶酶解核桃饼粕的抗氧化活性研究[J]. 中国酿造, 2017, 36(5): 170-174.
- LUO Y, HE X P, LI X, et al. Study on antioxidant activity of three kinds of protease for enzymatic hydrolysis of walnut cake [J]. China Brewing, 2017, 36(5): 170-174.
- [22] 贾靖霖, 陆健康, 汪莉莉, 等. 核桃多肽体外抗氧化活性研究 [J]. 中国酿造, 2014, 33(5): 109-112.
- JIA J L, LU J K, WANG L L, et al. Study on antioxidant activity of walnut polypeptide in vitro [J]. China Brewing, 2014, 33(5): 109-112.
- [23] WANG J Y, LIU J L, JOHN A T, et al. Structure identification of walnut peptides and evaluation of cellular antioxidant activity [J]. Food Chemistry, 2022, 388: 132943.
- [24] 贺舒雯, 朱豪杰, 韩鹏薇, 等. 虾壳活性肽对斑马鱼氧化应激损伤的保护作用 [J]. 食品与机械, 2023, 39(9): 140-147.
- HE S W, ZHU H J, HAN P W, et al. Protective effects of *Procambarus clarkii* shell bioactive peptides on oxidative stress injury of zebrafish (*Danio rerio*) [J]. Food & Machinery, 2023, 39(9): 140-147.
- [25] 郭勇, 秦汉雄, 魏贞, 等. 长白山核桃源五肽对过氧化氢诱导 PC12 细胞氧化损伤的保护作用及机理 [J]. 食品科学, 2019, 40(13): 143-149.
- GUO Y, QIN H Y, WEI Z, et al. Cytoprotective effect and underlying mechanism of pentapeptide derived from manchurian walnut (*Juglans mandshurica* Maxim) meal protein on PC12 cells against H₂O₂-induced damage [J]. Food Science, 2019, 40(13): 143-149.
- [26] ZHU X L, XIAO X J, WANG S, et al. Rosendaal linear interpolation method appraising of time in therapeutic range in patients with 12-week follow-up interval after mechanical heart valve replacement [J]. Front Cardiovasc Med, 2022, 9: 925571.
- [27] LI Y, WANG R X, LI Y Q, et al. Protective effects of tree peony seed protein hydrolysate on Cd-induced oxidative damage, inflammation and apoptosis in zebrafish embryos [J]. Fish & Shellfish Immunology, 2022, 126: 292-302.
- (上接第 50 页)
- [22] 张亮. 不同加工工艺的菜籽油品质及其生物学评价 [D]. 无锡: 江南大学, 2016: 19-30.
- ZHANG L. Quality and biological evaluation of rapeseed oil with different processing methods [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2016: 19-30.
- [23] 卢梦瑶. 油基对脂质伴随物细胞抗氧化的影响研究 [D]. 无锡: 江南大学, 2020: 42-44.
- LU M Y. Study on the effect of oil bases on cellular antioxidant activities of lipid concomitants [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2020: 42-44.
- [24] 程晨, 黄凤洪, 黄庆德, 等. 脂质伴随物对多不饱和脂肪酸乳液稳定性的影响研究进展 [J]. 中国油料作物学报, 2019, 41(5): 816-824.
- CHENG C, HUANG F H, HUANG Q D, et al. Review of lipid concomitants effects on stability of polyunsaturated fatty acid emulsion [J]. Chinese Journal of Oil Crop Sciences, 2019, 41(5): 816-824.
- [25] HEURTAULT B, SAULNIER P, PECH B, et al. Physico-chemical stability of colloidal lipid particles [J]. Biomaterials, 2003, 24(23): 4 283-4 300.
- [26] RICAURTE L, DE JESÚS PEREA-FLORES M, MARTINEZ A, et al. Production of high-oleic palm oil nanoemulsions by high-shear homogenization (microfluidization) [J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2016, 35: 75-85.
- [27] AKHTAR M, MURRAY B S, AFEISUME E I, et al. Encapsulation of flavonoid in multiple emulsion using spinning disc reactor technology [J]. Food Hydrocolloids, 2014, 34(1): 62-67.
- [28] ADITYA N P, ADITYA S, YANG H, et al. Co-delivery of hydrophobic curcumin and hydrophilic catechin by a water-in-oil-in-water double emulsion [J]. Food Chemistry, 2015, 173: 7-13.
- [29] LIU F, TANG C-H. Phytosterol colloidal particles as Pickering stabilizers for emulsions [J]. Journal of agricultural and food chemistry, 2014, 62(22): 5 133-5 141.
- [30] MOREIRA J B, GOULARTE P G, DE MORAIS M G, et al. Preparation of beta-carotene nanoemulsion and evaluation of stability at a long storage period [J]. Food Science and Technology, 2019, 39(3): 599-604.