

紫苏 α -亚麻酸乙酯微囊粉的制备及结构表征

杨景瑶, 张志军*, 李会珍

(中北大学化学与化工学院, 山西大健康生物产业技术研究院, 山西太原 030000)

摘要: 为提高紫苏 α -亚麻酸的贮藏稳定性,该研究使用麦芽糊精(MD)和大豆分离蛋白(SPI)为壁材,制备紫苏 α -亚麻酸乙酯(AEL)微囊粉,通过单因素试验与响应面分析对微囊粉制备工艺条件进行优化,并通过扫描电子显微镜、激光粒度仪、傅里叶变换红外光谱、X射线衍射、热重分析对其理化性质进行表征。结果表明,AEL微囊粉最佳制备工艺条件为:固形物质量分数10%、壁材比2:5、芯壁比2:5、乳化温度50.7℃、均质时间6 min,所得微囊粉包埋率为81.68%。理化性质分析表明,AEL被成功包埋于微囊粉壁壳之中,AEL微囊粉呈球形,囊壁无裂缝和孔隙;AEL微囊粉失重率为76.00%,热稳定性提高。模拟胃液消化后,微囊粉芯材释放率为15.23%;模拟肠液消化后,微囊粉芯材释放率为80.02%,具有良好的缓释效果。氧化稳定性试验表明微胶囊化技术有效延缓了AEL的氧化进程。该方法能够成功包埋AEL,并提高紫苏 α -亚麻酸的稳定性,为紫苏 α -亚麻酸在食品及保健品领域的深度开发与应用奠定基础。

关键词: 紫苏; α -亚麻酸乙酯; 微囊粉; 制备; 结构表征

文章编号: 1673-9078(2026)5-193-202 DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2026.5.0676

Synthesis and Structural Characterization of Perilla α -Ethyl
Linolenate Microcapsule Powder

YANG Jingyao, ZHANG Zhijun*, LI Huizhen

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Shanxi Institute of Biotechnology for Big Health Industry,
North University of China, Taiyuan 030000, China)

Abstract: To enhance the storage stability of α -linolenic acid derived from *Perilla frutescens*, maltodextrin and soy protein isolate were employed as wall materials to prepare perilla α -ethyl linolenate (AEL) microcapsule powder. The preparation conditions were optimized using single-factor experiments combined with response surface methodology. The physicochemical properties of the resulting microcapsule powder were characterized by scanning electron microscopy, laser particle size analysis, Fourier transform infrared spectroscopy, X-ray diffraction, and thermogravimetric analysis. Results revealed that the optimal preparation conditions for the AEL microcapsule powder were as follows: mass fraction of solids=10%, wall material ratio=2:5, core-to-wall ratio=2:5, emulsification temperature=50.7℃, and homogenization time=6 min. Under these conditions, the encapsulation efficiency reached 81.68% in the microcapsule powder. Physicochemical analysis confirmed the successful encapsulation of AEL within the microcapsule shell. The AEL microcapsule powder exhibited a spherical morphology with no visible cracks or pores, a weight loss rate of 76.00%, and improved thermal stability. The core material release rate of the microcapsule powder was 15.23% after simulated gastric digestion

引文格式:

杨景瑶,张志军,李会珍.紫苏 α -亚麻酸乙酯微囊粉的制备及结构表征[J].现代食品科技,2026,42(5):193-202.

YANG Jingyao, ZHANG Zhijun, LI Huizhen. Synthesis and structural characterization of perilla α -ethyl linolenate microcapsule powder [J]. Modern Food Science and Technology, 2026, 42(5): 193-202.

收稿日期: 2025-05-15 ; 修回日期: 2025-07-21 ; 接受日期: 2025-07-28
基金项目: 国家重点研发计划项目(2024YFD1600105); 山西省重点研发计划项目特优农业技术创新专项(2022ZDYF123); 山西省科技成果转化引导专项(202204021301046); 中北大学研究生科技立项资助项目(20242025)
作者简介: 杨景瑶(2001-),女,硕士研究生,研究方向:生物提取与分离工程, E-mail: 2404420166@qq.com
通讯作者: 张志军(1973-),男,博士,教授,研究方向:植物功能成分提取及高效利用, E-mail: sxzzj@163.com

and 80.02% after simulated intestinal digestion, indicating a favorable controlled-release profile. Oxidative stability testing further revealed that microencapsulation effectively delayed AEL oxidation. Overall, this approach successfully encapsulated AEL and enhanced the stability of perilla α -linolenic acid, thereby laying the foundation for its in-depth development and application in the food and nutraceutical industries.

Key words: perilla; α -ethyl linolenate; microcapsule powder; synthesis; structural characterization

α -亚麻酸 (α -Linolenic Acid, ALA) 是一种 C-18 n-3 多不饱和脂肪酸, 具有调节血脂、促进减肥、降低血压、预防心脑血管疾病、抑制癌症、减少炎症、以及抗衰老的能力^[1-3]。人体自身缺乏合成 ALA 的能力, 其摄入依赖于天然膳食^[4]。紫苏籽油中 ALA 含量超过 60%, 高于其他富含 ALA 的油, 如亚麻籽油和美藤果油^[5]。

ALA 的不饱和性使其易氧化, 并且在人体内的生物利用度相对较低, 这需要合适的载体将其包封, 从而增强 ALA 的抗氧化性能和生物活性^[4]。 α -亚麻酸乙酯 (α -Ethyl Linolenate, AEL) 稳定性优于 ALA, 与 ALA 有相似的生理作用^[6]。微胶囊化技术是将一种或多种物质包裹在一层薄膜 (囊壁) 中, 形成微小的胶囊结构, 以保护敏感成分免受包括强光、氧气、高温等不利环境条件的影响^[7]。它还可以增强脂溶性成分在水溶液中的溶解度和分散性能, 改善质地和感官感知、减少气味, 从而有效地扩大其在食品工业中的潜在应用^[8]。

各种微胶囊化技术已被研究, 包括喷雾干燥、冷冻干燥、分子包埋和凝聚法^[9]。其中, 喷雾干燥因其成本低、效率高、更便于工业化生产, 是脂溶性物质包封应用最多的技术^[10,11]。喷雾干燥包封不饱和脂肪酸的包封效率 (EE) 和功能主要取决于原料水包油 (O/W) 乳液的性质和合适壁材的选择。有研究表明, 由蛋白质和多糖配合物共同稳定的乳状液在强化界面结构和乳状液稳定性方面更有效, 从而在喷雾干燥后对不饱和脂肪酸有更好的保护作用^[12]。麦芽糊精 (MD) 具有良好的溶解性、分散性、热稳定性和抗氧化性, 成本低且安全无害, 可以提高微囊粉的机械性能和稳定性^[13]。大豆分离蛋白 (SPI) 具有良好的成膜性和生物相容性, 有效保护核心物质, 防止与外界环境接触, 同时价格低廉, 来源广泛^[14]。两者的组合可以综合各自的优点, 优化微囊粉的性能, 在食品、药品及化妆品等多个领域具有广阔的应用前景^[15]。赵洪源等^[16]通过对文冠果油微胶囊的包埋率、理化指标、微观形态、体相结构和热稳定性进行比较研究, 结果表明, 由质量比为 3:2 的 SPI-MD 壁材制备的微胶囊包埋率高达 77.09%, 湿润性和溶解性等理化性质均优

于其他组。

本研究以 SPI 和 MD 作为壁材, 采用喷雾干燥结合乳化技术对 AEL 进行微胶囊化。同时, 通过单因素和响应面试验优化 AEL 微囊粉的制备工艺, 并探讨微胶囊化对 AEL 理化特性的影响。本研究对于不饱和脂肪酸微囊粉的开发, 以及提高其稳定性和功能性, 在食品工业中的潜在应用具有重要意义。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

α -亚麻酸乙酯, 实验室自制; 棕榈酸乙酯、硬脂酸乙酯、油酸乙酯、亚油酸乙酯, 成都植标化纯生物技术有限公司; 亚麻酸乙酯, 上海安谱实验科技股份有限公司; 大豆分离蛋白、麦芽糊精、胃蛋白酶、胰蛋白酶, 上海源叶生物有限公司; 石油醚、正己烷、司盘 80、吐温 80, 国药化学试剂有限公司。

GC-2010 Pro 气相色谱仪, 岛津企业管理有限公司; N-1300 旋蒸仪, 上海爱朗仪器有限公司; SP-1500 实验型喷雾干燥机, 上海易研实验设备有限公司; TDL-80-2C 台式低速离心机, 湖南湘立科学仪器有限公司; ZYCGF-III-20T 超纯水制备机, 四川卓越水处理设备有限公司; SU8100 扫描电子显微镜, 日本日立科技有限公司; 马尔文 ms2000 激光粒度仪, 英国马尔文仪器有限公司; Thermo Nicolet iS5 傅里叶红外光谱仪, 赛默飞世尔科技; D8 Advance X 射线衍射仪, 德国布鲁克仪器公司; TGA55 热重分析仪, 美国 TA 仪器公司。

1.2 实验方法

1.2.1 微囊粉芯材成分分析

利用气相色谱法测定 AEL 的体积分数^[17], 与气相色谱连接的柱子为 SH-Rtx-Wax 毛细管柱 (30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μ m)。检测升温程序: 80 $^{\circ}$ C, 保持 3 min, 以 15 $^{\circ}$ C $\cdot$ min⁻¹ 的速率升到 180 $^{\circ}$ C 保持 1 min, 5 $^{\circ}$ C $\cdot$ min⁻¹ 的速率升到 200 $^{\circ}$ C 保持 6 min, 以 10 $^{\circ}$ C $\cdot$ min⁻¹ 的速率升到 220 $^{\circ}$ C 保持 10 min; 进样口温度 210 $^{\circ}$ C; 检测器温度 240 $^{\circ}$ C; 载气为氦气, 气体流量为 3 mL $\cdot$ min⁻¹。

样品过有机膜，进样量 1 μL。根据谱图峰值面积计算微囊粉芯材中 AEL 的体积分数。

1.2.2 微囊粉的制备

1.2.2.1 微囊粉制备方法

将 SPI 和 MD 溶于去离子水中，并在 50 ℃下利用恒温磁力搅拌器搅拌至溶解，制备水相。称取乳化剂（吐温-80 和司盘-80 1:1）^[18]加入 AEL 中，搅拌至乳化剂溶解，制备油相。用胶头滴管将油相滴加入水相中，同时在 50 ℃下搅拌，使油相和水相充分混合并搅拌 1 h，制得粗乳化液。随后转移至高速分散器中 10 000 r·min⁻¹ 均质 6 min。将新制备的乳化液作为喷雾干燥过程的原料。

通过喷雾干燥法（SD）制备微囊粉。SD 设置条件：入口空气温度设置为（180±5）℃，机器本身设定的雾化器频率为 60 Hz，流量为 400 mL·min⁻¹。

1.2.2.2 单因素试验设计

通过单因素试验研究各因素对 AEL 微囊粉包埋率影响。固定固形物质量分数 10%、乳化温度 50 ℃、芯壁比 1:2、均质时间 8 min，探讨壁材比 MD:SPI(1:1、2:3、1:2、2:5、1:3) 对微囊粉包埋率的影响。固定固形物质量分数 10%、乳化温度 50 ℃、壁材比 2:5、均质时间 8 min，探讨芯壁比（1:1、2:3、1:2、2:5、1:3）对微囊粉包埋率的影响。固定固形物质量分数 10%、乳化温度 50 ℃、芯壁比 2:5、壁材比 2:5，探讨均质时间（4、6、8、10、12 min）对微囊粉包埋率的影响。固定固形物质量分数 10%、芯壁比 2:5、壁材比 2:5、均质时间 6 min，探讨乳化温度（40、50、60、70、80 ℃）对微囊粉包埋率的影响。

1.2.2.3 响应面试验

根据单因素试验结果，选择芯壁比、乳化温度、均质时间三个因素，以包埋率为指标，采用 Box-Behnken 法设计 3 因素 3 水平实验（表 1），以确定制备 α-亚麻酸微囊粉的最优工艺条件。

表 1 响应面试验各因素及水平

Table 1 Factors and levels in response surface methodology

水平	因素		
	A 芯壁比	B 乳化温度/℃	C 均质时间/min
-1	1:2	40	4
0	2:5	50	6
1	1:3	60	8

1.2.3 α-亚麻酸乙酯包埋率测定

1.2.3.1 表面油和总油的计算

表面油含量表示未包封在壁材内部的油。取 1 g

微囊粉置于 50 mL 离心管，加入 20 mL 正己烷轻微震荡，4 000 r·min⁻¹ 离心 5 min，取上清液过滤，放入旋蒸瓶在 50 ℃条件下进行旋蒸，直到正己烷完全除去为止，即得表面油。

总油含量表示微囊粉表面的油和微囊粉壁材中的油的总和。准确称取 1 g 微囊粉置于 50 mL 离心管，添加 40 mL 石油醚，在 50 ℃下磁力搅拌 1 h，4 000 r·min⁻¹ 离心 5 min 后，取上清液过滤，放入旋蒸瓶在 50 ℃条件下进行旋蒸，直到石油醚完全出去为止，即得总油。

1.2.3.2 微囊粉包埋率的计算

包埋率定义为包封于壁材内部的油量与微囊粉的总油量之比，计算公式如式（1）所示：

$$D = (1 - \frac{W_s}{W_t}) \times 100\%$$

(1)

式中：

D——包埋率，%；

W_s——表面油质量，g；

W_t——总油质量，g。

1.2.4 结构表征

1.2.4.1 SEM 分析

将干燥的 AEL 微囊粉置于样品台上，确保其牢固粘附；对样品进行喷金处理，涂层厚度约 100 μm；在 10 kV 的加速电压条件下，通过 SEM 在不同放大倍数下观察 AEL 微囊粉微观结构并拍照记录^[19]。

1.2.4.2 粒径分析

将待测的 AEL 微囊粉样品置于室温环境中，使其均匀地分散于蒸馏水中。利用激光粒度分析仪对微囊粉的粒度分布情况进行测定，并对所得数据进行采集与分析。

1.2.4.3 傅里叶变换红外光谱（FT-IR）分析

取适量干燥的 AEL 微囊粉，将其与溴化钾充分混合并研磨均匀，将混合后的样品平铺在压片机上压片，利用傅里叶变换红外光谱仪对所制备的溴化钾薄片进行扫描，扫描范围设定为 4 000~400 cm⁻¹，扫描分辨率设置为 4 cm⁻¹^[19]。

1.2.4.4 X 射线衍射（XRD）分析

使用 X 射线衍射仪对 AEL 微囊粉进行晶体结构分析。将待测样品过 100 目筛，取少量样品放置于样品盖上并压紧。设置电压为 40.0 kV，电流为 30.0 mA，扫描速率为 2 °·min⁻¹，扫描范围为 10°~80°，扫描模式为连续^[20]。

1.2.4.5 热重分析

取适量的 AEL 微囊粉放入陶瓷坩埚中。设置温度范围为 25~600 ℃，气体流量为 20 mL·min⁻¹，升温速率为 10 ℃·min⁻¹，氮气作为保护气体^[21]。

1.2.5 体外缓释性能测定

1.2.5.1 模拟胃液 (Simulated Gastric Fluid, SGF) 的释放:

按照张嘉莉等^[22]的方法配制胃液与肠液。参考常馨月^[23]的方法来评估微囊粉在模拟胃液和肠液中的消化特性。

称取 2 g 微囊粉样品, 溶解于 50 mL 新制备的 SGF 溶液中, 用 1 mol·L⁻¹ 盐酸调节 pH 值至 1.20±0.05。将溶液置于 37 °C 恒温水浴中, 以 100 r·min⁻¹ 搅拌, 同时滴加 0.2 mol·L⁻¹ NaOH 溶液维持 pH 值不变。每 25 min 记录一次 NaOH 消耗量, 直至反应结束。通过 NaOH 消耗量计算酸度变化, 评估微囊粉在模拟胃液中的消化特性。以 AEL 作为对照。

1.2.5.2 模拟肠液 (Simulated Intestinal Fluid, SIF) 的释放

称取 2 g 微囊粉样品, 溶解于 50 mL 新制备的 SIF 溶液中, 用 0.1 mol·L⁻¹ 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.50±0.05。将溶液置于 37.0 °C 恒温水浴中, 以 100 r·min⁻¹ 搅拌, 同时滴加 0.2 mol·L⁻¹ 氢氧化钠溶液维持 pH 值不变。每 25 min 记录一次 NaOH 消耗量, 直至反应结束。通过 NaOH 消耗量计算酸度变化, 评估微囊粉在模拟肠液中的消化特性。以 AEL 作为对照。

1.2.5.3 游离脂肪酸百分比的测定

根据记录的 NaOH 体积, 可得游离脂肪酸 (Free Fatty Acids, FFAs) 的释放率, 计算公式如式 (2) 所示:

$$R = \frac{V \times C \times B}{M} \times 100\%$$

式中:
R——游离脂肪酸的释放率, %;
V——中和释放的芯材所添加的 NaOH 的体积, L;
C——氢氧化钠溶液的物质的量浓度, mol·L⁻¹;
B——α-亚麻酸乙酯的分子量, g·mol⁻¹;
M——反应容器中引入的脂类的总质量, g。

1.2.6 AEL微囊粉氧化稳定性的测定

参考 Chen 等^[20]的方法测定包埋和未包埋 AEL 的过氧化值 (PV)。微囊粉中 AEL 的提取方法: 称取 5 g 微囊粉, 加入 200 mL 石油醚混合 4 h, 将混合物在磁力搅拌器下搅拌 2 h, 搅拌完成后, 将混合物过滤, 用石油醚洗涤滤液 3 次。在 60 °C 下蒸发含油的溶剂相, 并在通风橱中将残留物干燥至恒重。过氧化值测定方法: 将微囊粉和 AEL 置于棕色瓶中, 并在 60 °C 下储存 13 d, 每 3 d 取 2 g 微囊粉和 2 g AEL 进行测定。将 2 g AEL 样品溶于 30 mL 二氯甲烷和冰醋酸 (2:3, V/V) 的混合溶液中, 加入 1.0 mL 饱和碘化钾溶液并摇动 30 s, 将溶液在黑暗中放置 3 min, 加入 100 mL

去离子水, 用 0.001 mol·L⁻¹ NaS₂O₃ 滴定, 以 1% 淀粉溶液为指示剂, 直至蓝色消失。过氧化值表示为 mmol·kg⁻¹。包埋和未包埋的 AEL 的 PV 计算如式 (3) 所示:

$$E = \frac{(V - V_0) \times C \times 0.1269 \times 39.4}{W}$$

式中:
E——AEL 的过氧化值 (PV), mmol·kg⁻¹;
V——样品滴定体积, mL;
V₀——空白滴定体积, mL;
C——硫代硫酸钠溶液的摩尔浓度, mol·L⁻¹;
W——AEL 的重量, g。

1.2.7 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。数据分析采用 Microsoft Excel 2019 软件完成; 图形绘制使用 Origin 2021 软件实现; 响应面试验的参数优化及方差分析则借助 Design-Expert 8.0.6 软件进行。

2 结果与分析

2.1 微囊粉芯材成分分析

如表 2 所示, 采用气相色谱法在微囊粉芯材中共检测到 4 种成分。微囊粉芯材主要由不饱和脂肪酸乙酯组成, 其中亚麻酸乙酯是其主要成分, 体积分数高达 59.75%, 亚油酸乙酯次之, 体积分数为 31.52%, 这两种成分均对人体有益。饱和脂肪酸乙酯体积分数为 8.87%, 含量极低。

表 2 微囊粉芯材成分分析表

Table 2 Composition analysis of microcapsule core material

化合物名	芯材成分体积分数/%
棕榈酸乙酯	8.87 ± 0.12
硬脂酸乙酯	0.005
亚油酸乙酯	31.52 ± 0.48
亚麻酸乙酯	59.75 ± 0.25

2.2 单因素试验结果

2.2.1 壁材比对AEL微囊粉包埋率的影响

从图 1 可以看出, 壁材比 MD:SPI 由 1:2 减小到 2:5 时, AEL 微囊粉的包埋率显著提升至 72.77% (P<0.05)。壁材比为 2:5 和 1:3 时, AEL 微囊粉包埋率分别为 72.77% 和 73.32%, 差异不显著 (P>0.05)。此时壁材的组成更有利于形成有效的包埋结构。为了降低壁材成本, 本研究提高 MD 在壁材中的比例, 确定 MD:SPI 质量比为 2:5。

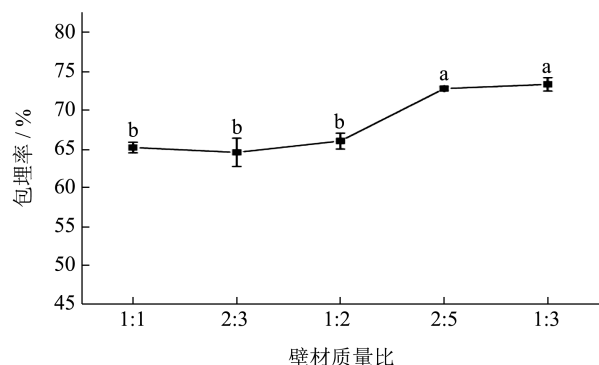


图1 壁材比对 AEL 微囊粉包埋率的影响

Fig.1 The influence of the wall material ratio on the encapsulation efficiency of microcapsule

注: 不同大小写英文字母代表差异显著 ($P < 0.05$), 下同。

2.2.2 芯壁比对AEL微囊粉包埋率的影响

从图2可以看出, 当芯壁比由1:1减小到2:5时, AEL微囊粉包埋率由52.22%显著增加到78.38% ($P < 0.05$)。芯壁比由2:5减小到1:3时, 包埋率降低。随着芯壁比的减小, 壁材质量分数增加, 能够更好地包埋芯材, 包埋效果提升。但芯壁比过小时, 形成的乳化液稳定性变差, 体系的粘度增大, 无法有效地包埋芯材, 导致包埋率下降^[24]。Ning等^[25]在研究芯壁比对微胶囊包埋率的影响时, 发现随着芯材桉树精油的增加, 微胶囊的包埋率呈先增加后减小的趋势。

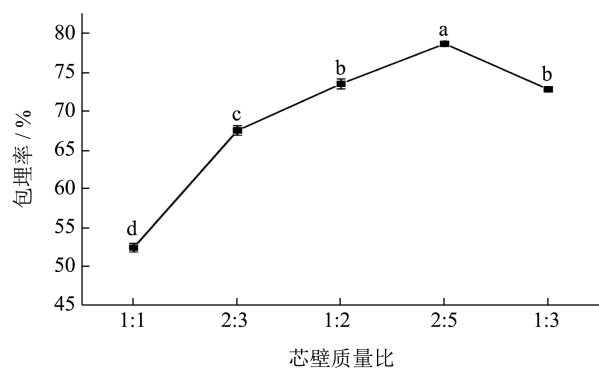


图2 芯壁比对 AEL 微囊粉包埋率的影响

Fig.2 The influence of the core-wall ratio on the encapsulation efficiency of microcapsule

2.2.3 均质时间对AEL微囊粉包埋率的影响

从图3可以看出, 当均质时间由4 min增加至6 min时, AEL微囊粉包埋率显著提升 ($P < 0.05$)。这可能是因为是在均质过程中, 机械剪切力在一定程度上能够提升包埋效果。均质时间由6 min增加至12 min时, AEL微囊粉包埋率显著下降 ($P < 0.05$)。这可能是因为均质时间过长, 剪切力过强, 会破坏壁材的结构完整性, 导致包埋率下降。付红军等^[26]在研究均质时间

对微胶囊包埋率的影响时, 发现在3 min时, 包埋率最高。

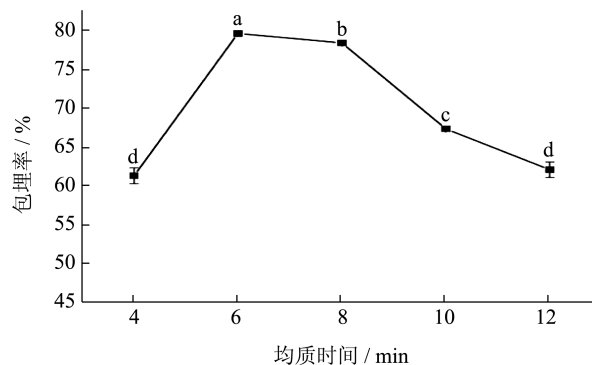


图3 均质时间对 AEL 微囊粉包埋率的影响

Fig.3 The influence of homogenization time on the encapsulation efficiency of microcapsule

2.2.4 温度对AEL微囊粉包埋率的影响

从图4可以看出, 在一定范围内, AEL微囊粉的包埋率随着乳化温度的升高呈现出先上升后下降的趋势。在乳化温度为50℃时, 微囊粉的包埋率最高为79.60%。温度过低时, SPI和MD难以充分溶解, 乳化效果不佳, 包埋率较低; 当温度超过60℃时, 蛋白质会发生变性, 影响乳化效果, 包埋效果变差^[23]。

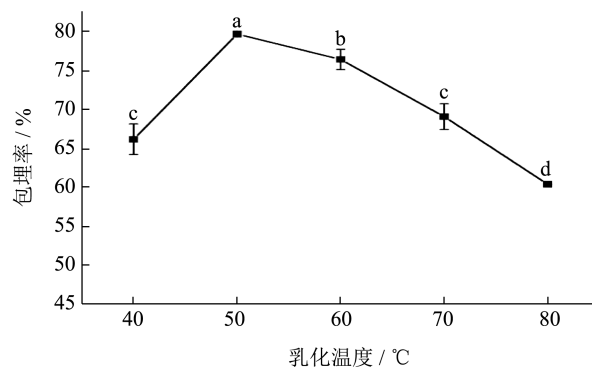


图4 温度对 AEL 微囊粉包埋率的影响

Fig.4 The influence of temperature on the encapsulation efficiency of microcapsule

2.3 响应面优化试验

响应面设计试验与结果如表3所示, 方差分析如表4所示。通过分析整合响应面试验所得数据, 得到包埋率和自变量芯壁比、乳化温度以及均质时间三个因素之间的回归方程:

$$Y = 79.75 + 0.63A + 1.20B - 0.17C - 0.24AB - 0.13AC + 0.21BC - 3.68A^2 - 8.58B^2 - 3.38C^2$$

由表3的方差分析可知, 各因素对AEL微囊粉包埋率的影响因素从大到小的顺序为: 乳化温度 > 芯壁比 > 均质时间, 其中乳化温度对包埋率的影响极

显著 ($P<0.000\ 1$), 芯壁比对包埋率的影响显著 ($P<0.01$)。回归模型的 P 值 $<0.000\ 1$, 表明回归模型的回归效果极显著。失拟项 P 值 $=0.110\ 7(P>0.05)$, 即模型失拟项不显著, 表明方程对试验拟合度较高。模型决定系数 $R^2=0.997\ 6$, $R^2_{adj}=0.994\ 4$, 说明回归方程拟合度高, R^2 与校正系数 R^2_{adj} 之差小于 0.2 , 验证了回归方程和实验结果具有较高的一致性。

表 3 响应面设计实验与结果

Table 3 Response surface design experiment and results				
实验号	A 芯壁比	B 乳化温度/℃	C 均质时间/min	包埋率/%
1	1:3	40	6	65.45
2	1:2	40	6	66.95
3	1:3	60	6	68.52
4	1:2	60	6	69.04
5	1:3	50	4	72.26
6	1:2	50	4	74.02
7	1:3	50	8	71.61
8	1:2	50	8	72.84
9	2:5	40	4	66.78
10	2:5	60	4	68.56
11	2:5	40	8	66.59
12	2:5	60	8	69.23
13	2:5	50	6	79.40
14	2:5	50	6	79.65
15	2:5	50	6	80.12
16	2:5	50	6	79.89
17	2:5	50	6	79.70

基于上述方程绘制的响应曲面图和等高线图, 直观地展示了各因素对包埋率的交互影响。从图 5 可以看出, 各因素交互作用对响应值的影响程度依次为: $AB>BC>AC$ 。其中, A (芯壁比) 与 B (温度) 之间的交互作用最为显著, 具体表现为响应曲面最为陡峭, 等高线呈椭圆形, 表明这两种因素的组合对包埋率的影响最为突出。

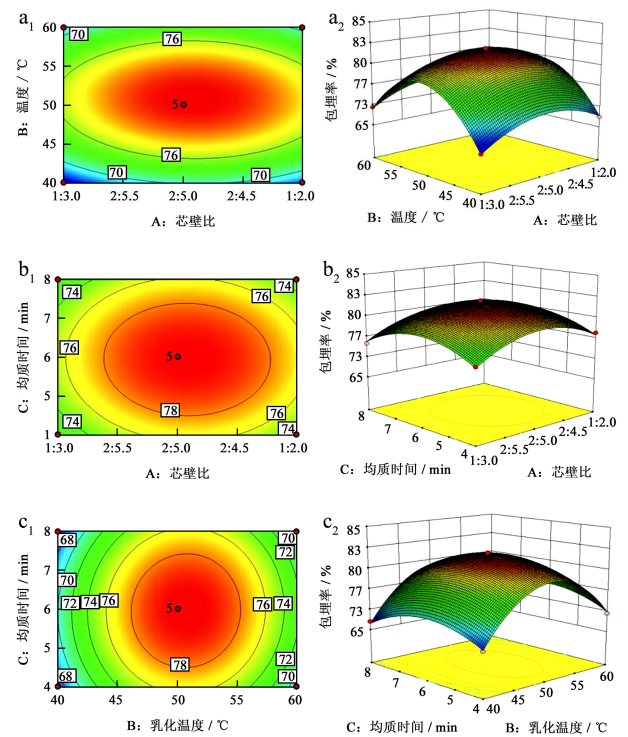


图 5 响应曲面立体图及等高线

Fig.5 Response surface plot and contour map plot

表 4 方差分析及显著性结果

Table 4 Analysis of variance and significance results						
方差来源	SS(平方和)	df	MS(均方)	F	P	显著性
Model	467.35	9	51.93	317.59	<0.000 1	**
A-芯壁比	3.14	1	3.14	19.19	0.003 2	*
B-温度	11.47	1	11.47	70.16	<0.000 1	**
C-均质时间	0.23	1	0.23	1.39	0.276 4	
AB	0.24	1	0.24	1.47	0.264 9	
AC	0.070	1	0.070	0.43	0.533 2	
BC	0.18	1	0.18	1.13	0.322 9	
A ²	57.17	1	57.17	349.63	<0.000 1	**
B ²	309.77	1	309.77	1 894.50	<0.000 1	**
C ²	48.24	1	48.24	295.02	<0.000 1	**
残差	1.14	7	0.16			
失拟项	0.85	3	0.28	3.90	0.110 7	不显著
误差	0.29	4	0.073			
总和	468.49	16				

注: ** 表示极显著水平 ($P<0.000\ 1$); * 表示显著水平 ($P<0.01$)。

根据回归分析结果及响应面软件预测分析,得到最佳制备工艺为芯壁比 2:5、乳化温度 50.68 °C、均质时间 5.95 min, AEL 微囊粉包埋率预测值为 79.82%。按照实验可操作性,将最佳条件调整为芯壁比 2:5、乳化温度 50.7 °C、均质时间 6 min,重复三次实验进行验证,得到 AEL 微囊粉包埋率为 81.68%。与理论值相对误差为 2.33% (<5%),表明由响应面法优化得到的最佳制备工艺条件可信。

2.4 α -亚麻酸乙酯微囊粉结构表征

2.4.1 SEM分析

空心球体是喷雾干燥粉末的典型形状,通常具有多种大小^[27]。从 SEM 图像中可以发现,微囊粉的形状接近球形,表面未观察到显著的裂缝且没有明显的孔隙,囊壁结构相对完整且致密。但微囊粉的表面略显粗糙并存在一些凹陷,可能是由于较高的干燥温度使壁材迅速凝固,导致微囊粉表面出现凹陷,难以形成光滑的小颗粒^[28]。这对微囊粉的整体包埋效果影响不大,经喷雾干燥后,壁材能够有效地覆盖 AEL,包埋效果好。

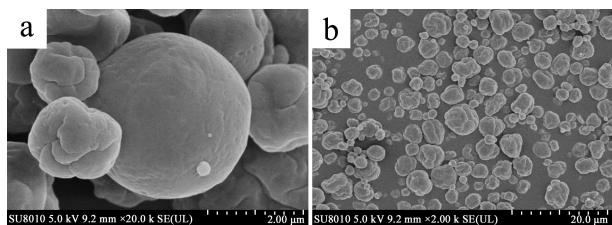


图 6 微囊粉的表面形态

Fig.6 The surface morphology of microcapsules

注: a 为 20 000 倍; b 为 2 000 倍。

2.4.2 粒径分析

图 7 所示, AEL 微囊粉粒径分布图表明,粒径主要集中在 1~10 μm 范围内,粒径分布 D10、D50 和 D90 分别为 2.44、6.86 和 153.43 μm 。平均粒径 $D_{[4,3]}$ 为 33.89 μm ,且粒径都为微米级。较小粒径可增大比表面积,从而增强活性成分与载体的接触,提升包埋效率。100 μm 以内的颗粒会增加粉末的溶解度,因此较小的颗粒尺寸对微囊粉很重要^[28]。

2.4.3 傅里叶变换红外光谱 (FT-IR) 分析

图 8 为 SPI、MD、SPI-MD、AEL 和 AEL 微囊粉在 400~4 000 cm^{-1} 波数范围内的红外光谱图。对于 SPI 和 MD,其在 1 655 cm^{-1} 附近的特征峰主要归因于含有 C=C 骨架的烯烃基团。此外,在 3 500~3 200 cm^{-1} 处出现的较宽吸收峰是由于 SPI 和 MD 中大量存在的 -OH 基团所致。当 SPI 与 MD 混合时, SPI 在 3 308.7 cm^{-1}

处的特征峰红移至 3 302.1 cm^{-1} ,表明 SPI 和 MD 之间发生了氢键相互作用。AEL 在 2 925 cm^{-1} 处的特征峰是由 =C-H 键的伸缩振动引起的,而在 1 738 cm^{-1} 附近的尖锐吸收峰则与 AEL 中的酯基相关。

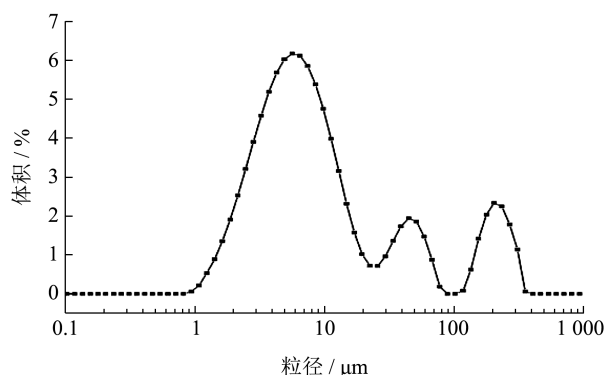


图 7 微囊粉粒径分布

Fig.7 Particle size distribution of microcapsule

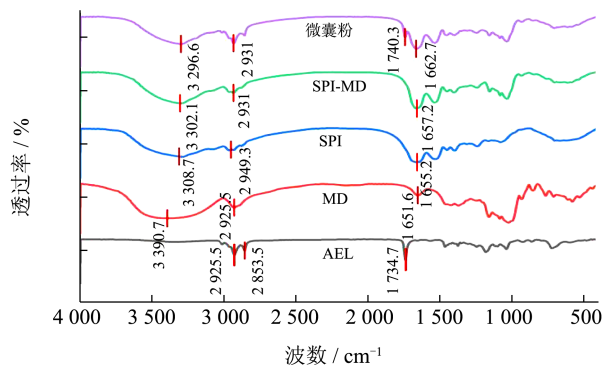


图 8 傅里叶变换红外光谱分析

Fig.8 Analysis of FT-IR infrared spectra

通过对比微囊粉与 SPI、MD、SPI-MD 和 AEL 的红外光谱,可以发现 SPI、MD、SPI-MD 和 AEL 的主要特征峰在微囊粉的光谱中均有体现,但强度有所减弱。Cevil 等^[29]观察到大麻籽油在 1 742 cm^{-1} 处的峰更强,而大麻籽油微胶囊在 1 742 cm^{-1} 处的峰减弱。由此能够判断 AEL 成功的封装在微胶囊中。此外,在 SPI 和 MD 的混合物中加入 AEL 制备微囊粉后,3 302.1 cm^{-1} 处的特征峰红移至 3 296.6, 1 734.7 cm^{-1} 处的特征峰蓝移至 1 740.3 cm^{-1} 。这些结果显示, AEL 与 SPI 和 MD 的混合物之间存在氢键和静电相互作用^[30]。

2.4.4 X 射线衍射测定分析

XRD 分析对于确定微囊粉的壁材和包埋条件至关重要。由图 9 可知, SPI、MD、SPI-MD、AEL 和 AEL 微囊粉的 X 射线衍射图,仅观察到宽峰,表明它们的无定形结构。Akram 等^[31]发现了由阿拉伯胶和麦芽糊精包埋的鱼油和亚麻籽油微胶囊的无定形结构。因此,在本研究中,喷雾干燥工艺不影响壁材的结晶度。

无定形材料具有很强的水分蒸发能力,将其用作载体有利于喷雾干燥法制备微胶囊。AEL 微囊粉的衍射角 2θ (19.20°) 与壁材 2θ (19.37°) 相比,微囊粉的特征峰略有偏移,峰尖锐度和强度之间存在间隙,微囊粉的峰较窄,强度增加,表明 AEL 的加入不会明显改变主衍射峰的位置,但会使峰变窄并增加强度^[32]。综上所述,芯材与壁材之间存在高度的相容性,并且包埋不会在很大程度上破坏壁材的结构。

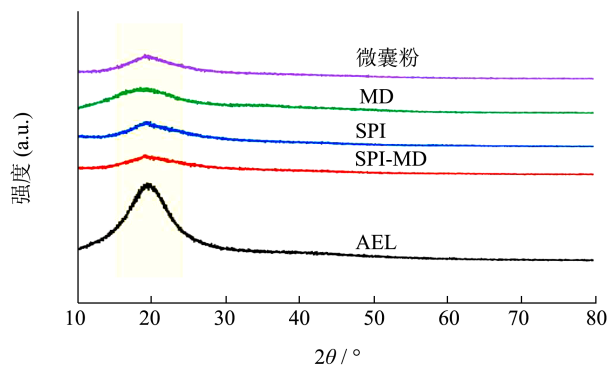


图9 X 衍射光谱分析

Fig.9 Analysis of X-ray diffraction

2.4.5 热重分析

图 10 为 AEL、SPI-MD 和微囊粉的热重分析结果。随着温度升高,各样品的质量均逐渐降低。AEL 的热重 (TG) 曲线分为两个阶段:第一阶段在 $25\sim 150^\circ\text{C}$,质量减少 10.92%;第二阶段在 $150\sim 300^\circ\text{C}$,失重剧烈,失重率为 73.25%。SPI-MD 的 TG 曲线也分为两个阶段:第一阶段在 $0\sim 105^\circ\text{C}$,质量减少 3.63%;第二阶段在 $105\sim 567^\circ\text{C}$,质量损失 64.82%。微囊粉的 TG 曲线则分为三个阶段,总失重率为 76.00%:第一阶段在 $25\sim 100^\circ\text{C}$,失重较为缓和;第二阶段在 $100\sim 200^\circ\text{C}$,失重 5.54%;第三阶段在 $200\sim 600^\circ\text{C}$,失重率高达 69.345%。

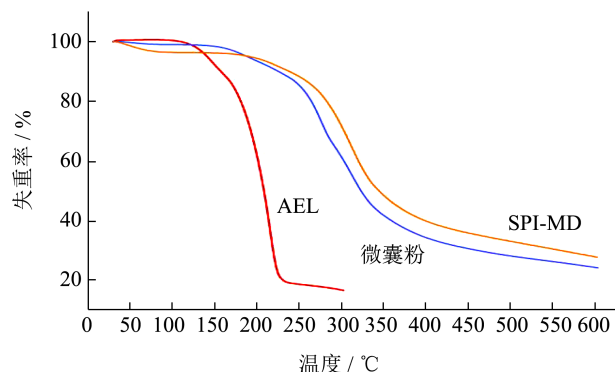


图 10 热重分析

Fig.10 Analysis of thermogravimetry

从上述分析可以看出,微囊粉的失重率位于 AEL

和 SPI-MD 之间。对比微囊粉和 SPI-MD 的 TG 曲线,两者的形状相似,起始降解温度和终止降解温度相近。然而,由于 AEL 的加入,微囊粉的失重过程比 SPI-MD 更快。这表明 SPI-MD 对 AEL 仅具有包埋作用,并未改变两种材料的理化性质^[33]。此外,微囊粉相比 AEL 表现出更好的热稳定性。

2.5 体外消化释放实验结果

为了评价微囊粉在体外的释放效果,采用模拟消化来测试微囊粉在胃肠道转运过程中的稳定性和释放行为。体外模拟消化主要分为两部分:胃内模拟消化和肠道模拟消化。如图 11 所示,在胃消化的前 100 min 中,微囊粉整体处于低 pH 的酸性环境中,壁材中的蛋白质相互聚集,从而减缓了胃液中蛋白酶对蛋白壁材的水解作用^[34],芯材在消化 100 min 后释放率为 15.23%。在小肠中消化 100~250 min 时,由于胰蛋白酶的分解和弱碱性环境,芯材被大量释放出来。250 min 结束时,微囊粉芯材释放率为 80.02%。脂质的消化主要在小肠中完成,游离 AEL 与 AEL 微囊粉的消化曲线相似,二者在小肠中消化的前 50 min 内均展现出较高的 FFA 释放速率。对不饱和脂肪酸而言,较高的释放速率有利于不饱和脂肪酸的吸收效率,并有效降低其在肠道环境中的破坏,从而更好地保留其生物活性和营养价值^[35]。

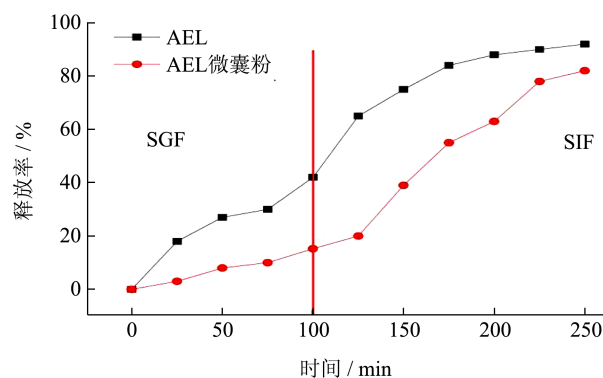


图 11 AEL 与 AEL 微囊粉模拟胃液肠液消化曲线

Fig.11 The simulated gastric and intestinal digestion curves for AEL and AEL microencapsulated powder

2.6 AEL 的氧化稳定性

如图 12 所示,随着贮存时间的延长,两种样品的过氧化值均呈现上升趋势,油脂的氧化程度随着时间的推移而增加。未包埋的 AEL 的过氧化值增长速度明显快于包埋的 AEL,这表明未包埋的 AEL 更容易受到氧化作用的影响。未包埋的 AEL 第 13 天的过氧化值 ($12.70\text{ mmol}\cdot\text{kg}^{-1}$) 比第 1 天高 7.38 倍,比第 13 天的包埋的 AEL 高 1.73 倍 ($7.33\text{ mmol}\cdot\text{kg}^{-1}$)。结果表明

微胶囊化延缓了 AEL 的氧化程度。

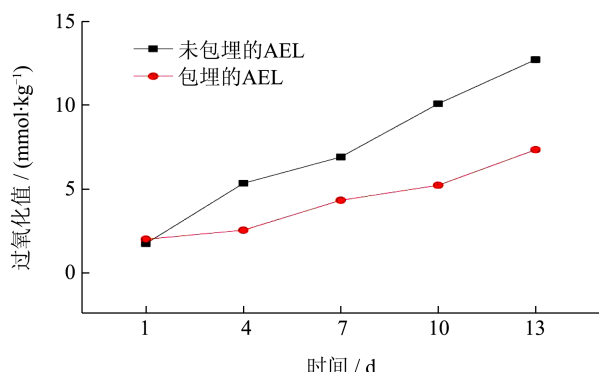


图 12 AEL 和 AEL 微囊粉贮存 13 d 后的过氧化值

Fig.12 The peroxide value of AEL and AEL microcapsule powder after 13 days of storage

3 结论

本研究以麦芽糊精(MD)和大豆分离蛋白(SPI)为壁材,成功制备了紫苏 α -亚麻酸乙酯(AEL)微囊粉。通过单因素试验和响应面分析,确定最佳制备条件为:固形物质量分数10%、壁材比2:5、芯壁比2:5、乳化温度50.7℃、均质时间6 min,包埋率可达81.68%。结构表征显示,AEL微囊粉呈球形,粒径集中在1~10 μm ,FT-IR和XRD分析确认AEL被成功包埋,结晶度未变。热重分析表明,微囊粉热稳定性优于AEL。体外消化试验显示,微囊粉在模拟胃液中100 min内释放率为15.23%,在模拟肠液消化后释放率为80.02%,表现出良好的缓释性能。AEL和AEL微囊粉60℃贮存13 d后发现,微胶囊化技术有效延缓了AEL的氧化进程。本研究为AEL的保护和应用提供了有效方法,具有工业化应用潜力,但需进一步验证其在工业生产中的可行性和稳定性,并探索其体内消化吸收行为及生物利用度。

参考文献

[1] YUAN Q, XIE F, HUANG W, et al. The review of alpha-linolenic acid: sources, metabolism, and pharmacology [J]. *Phytotherapy Research*, 2022, 36(1): 164-188.

[2] YAN H, ZHANG S, YANG L, et al. The antitumor effects of α -linolenic acid [J]. *Journal of Personalized Medicine*, 2024, 14(3): 260.

[3] HUANG Y, LIU W, LUO X, et al. Synthesis and characterization of medium- and long-chain structural lipid rich in α -linolenic acid and lauric acid [J]. *Food Bioscience*, 2023, 52: 102363.

[4] ZHU P, FAN L, YAN X, et al. Advances of α -linolenic acid: sources, extraction, biological activity and its carrier [J]. *Trends in Food Science & Technology*, 2024, 152: 104676.

[5] BONDIOLO P, FOLEGATTI L, ROVELLINI P. Oils rich in alpha linolenic acid: chemical composition of *Perilla* (*Perilla frutescens*)

seed oil [J]. *OCL*, 2020, 27: 67.

[6] 李金环,孔德创,郑瑞丽,等. α -亚麻酸乙酯鱼油软胶囊对小鼠免疫功能增强作用[J].*中央民族大学学报(自然科学版)*,2021,30(4):72-75,96.

[7] 宋秋枫,侯东园,施佩影,等.富含多不饱和脂肪酸的油脂微囊化研究进展[J].*中国食品学报*,2022,22(9):376-385.

[8] HUSSAIN S M, ALI S, YILMAZ E, et al. Microencapsulation: an innovative technology in modern science [J]. *Polymers for Advanced Technologies*, 2025, 36(1): e70066.

[9] 陈君玉,陈琨,刘竞阳,等.微胶囊技术包埋不饱和脂肪酸的研究进展[J].*食品工业科技*,2023,44(14):16-27.

[10] OZKAN G, FRANCO P, DEMARCO I, et al. A review of microencapsulation methods for food antioxidants: principles, advantages, drawbacks and applications [J]. *Food Chemistry*, 2019, 272: 494-506.

[11] 肖志刚,邱天昊,王鹏,等.喷雾干燥技术在油脂粉末中应用的研究进展[J].*沈阳师范大学学报(自然科学版)*,2022,40(1):54-58.

[12] ZHANG X, WANG D, LIU L, et al. Microencapsulation of *Zanthoxylum schinifolium* essential oil through emulsification followed by spray drying: microcapsule characterization and functional evaluation [J]. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2024, 687: 133484.

[13] XIAO Z, XIA J, ZHAO Q, et al. Maltodextrin as wall material for microcapsules: a review [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2022, 298: 120113.

[14] MA D, YANG B, ZHAO J, et al. Advances in protein-based microcapsules and their applications: a review [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2024, 263: 129742.

[15] ZHAO M, CAO W, LI L, et al. Effects of different proteins and maltodextrin combinations as wall material on the characteristics of *Cornus officinalis* flavonoids microcapsules [J]. *Frontiers in Nutrition*, 2022, 9: 1007863.

[16] 赵洪源,杨倩倩,冯歆怡,等.不同壁材组成对文冠果油微胶囊理化性质与稳定性的影响[J].*食品与发酵工业*,2025,51(18):143-149.

[17] 张文超.紫苏油 α -亚麻酸的分离纯化及其活性研究[D].太原:中北大学,2021.

[18] 李晓君,韩飞燕,张志军,等.紫苏籽油微囊粉的制备[J].*食品科技*, 2018,43(12):212-217.

[19] ZHANG L, WEI Y, LIAO W, et al. Impact of trehalose on physicochemical stability of β -carotene high loaded microcapsules fabricated by wet-milling coupled with spray drying [J]. *Food Hydrocolloids*, 2021, 121: 106977.

[20] CHEN Q, ZHAO C, MA X, et al. Preparation and characterization of walnut oil microcapsules by complex coacervation with sodium alginate and chitosan [J]. *LWT*, 2025, 222: 117630.

[21] LI Q, LIU M, LIU M, et al. Preparation, characterization and in vitro digestion of jujube polysaccharide microcapsules [J]. *Food and Bioproducts Processing*, 2024, 145: 97-104.

[22] 张嘉莉,郑洁洵,阮方,等.花青素微胶囊体外消化特性研究及饮料的研制[J].*食品与发酵科技*,2024,60(6):109-114.

[23] 常馨月.奇亚籽油微胶囊的制备及其性质研究[D].重庆:西南大学,2021.

- [24] 岳鑫颖,王冠,吕春茂,等.天然榛香物质微囊粉表征及稳定性与缓释性能分析[J].现代食品科技,2023,39(8):171-180.
- [25] NING J, YUE S. Optimization of preparation conditions of eucalyptus essential oil microcapsules by response surface methodology [J]. Journal of Food Processing and Preservation, 2019, 43(11): e14188.
- [26] 付红军,李亚萍,王艳,等.响应面法优化山苍子精油微胶囊的制备工艺及其缓释性能研究[J].中国粮油学报,2024,39(12):133-138.
- [27] CHEW S C, TAN C P, NYAM K L. Microencapsulation of refined kenaf (*Hibiscus cannabinus* L.) seed oil by spray drying using β -cyclodextrin/gum arabic/sodium caseinate [J]. Journal of Food Engineering, 2018, 237: 78-85.
- [28] YUE H, QIU B, JIA M, et al. Development and optimization of spray-dried functional oil microcapsules: oxidation stability and release kinetics [J]. Food Science & Nutrition, 2020, 8(9): 4730-4738.
- [29] CEVIK K, YALCIN H, KONCA Y. Elucidating the influence of coating materials in the microencapsulation process of Hempseed oil via spray drying: a comprehensive analysis of physicochemical attributes, oxidation stability, and thermal properties [J]. Food Biophysics, 2024, 19(3): 795-805.
- [30] HU X, LIU L, ZHONG J, et al. Improved physicochemical properties and in vitro digestion of walnut oil microcapsules with soy protein isolate and highly oxidized konjac glucomannan as wall materials [J]. Food Chemistry, 2024, 444: 138640.
- [31] AKRAM S, BAO Y, BUTT M S, et al. Fabrication and characterization of gum arabic-and maltodextrin-based microcapsules containing polyunsaturated oils [J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2021, 101(15): 6384-6394.
- [32] WANG M, MU H, PENG L, et al. Effect and application of spray drying and freeze drying on characterization of walnut oil microcapsules [J]. Journal of Food Engineering, 2024, 376: 112083.
- [33] 李会珍,王琴琴,张志军.紫苏精油微囊粉的生物活性及结构表征[J].现代食品科技,2021,37(11):281-287,249.
- [34] 戚登斐,张润光,潘建龙,等.核桃油微胶囊制备及其生理功能评价[J].中国油脂,2021,46(1):24-31,47.
- [35] 葛耀进,黎雨浩,彭盛峰,等.均质压力对亚麻籽油体乳液稳定性及体外消化的影响[J].食品工业科技,2023,44(3):84-94.