

两相剪切流法制备玉米胚芽油微胶囊的研究

王庆亮, 侯丽雅, 朱丽, 章维一

(南京理工大学机械工程学院, 江苏南京 210094)

摘要: 基于气液两相剪切流, 提出了一种结构简单、成本低、控制方便的微胶囊制备方法, 设计了基于冷热加工工艺的玻璃微喷嘴为核心器件的微胶囊制备系统。研究了微胶囊制备工艺参数和芯、壁材配方对微胶囊有效直径 D_{eff} 的影响规律, 利用混合正交实验确定了最优的系统微胶囊制备工艺参数, 并在最优的微胶囊制备工艺参数条件下确定了微胶囊芯、壁材的最佳配方。试验结果表明: 表征微胶囊制备系统稳定性的液体含量 l 变化平缓, 变异系数 $C_v < 6.38\%$, 系统具有较好的稳定性; 在最优的微胶囊制备工艺参数和芯、壁材配方条件下即微喷嘴直径 $1000 \mu\text{m}$ 、微喷嘴不含平行端部、喷射压力 0.04 MPa 、海藻酸钠浓度 1% 、氯化钙浓度 1% 、壁材与芯材的比值为 $2:1$ 时微胶囊的包埋率可达 56.44% ; 干燥后玉米胚芽油微胶囊微观结构较规则, 表面致密, 可以有效完成对玉米胚芽油的包埋。

关键词: 两相剪切流; 玉米胚芽油; 微喷嘴; 微胶囊制备

文章编号: 1673-9078(2013)9-2218-2224

Preparation of Corn Germ Oil Microcapsules Based on Two-phase Shear Flow

WANG Qing-liang, HOU Li-ya, ZHU Li, ZHANG Wei-yi

(School of Mechanical Engineering, Nanjing University of Science and Technology, Nanjing 210094, China)

Abstract: A new method for preparing microcapsules was proposed based on the shear flow of the gas-liquid two phase. An atomization system was designed, in which the micro-nozzle was the core device. The influence law caused by the preparation process parameters and the formula were studied. The optimum preparation process parameters and the optimum formula were determined through orthogonal experiments. Experiments showed that, the content of liquid changed smoothly and the relative standard deviation C_v was smaller than 6.38% , and the atomization system showed high stability. The optimum conditions were determined as follows: diameter of the micro-nozzle $1000 \mu\text{m}$, spray pressure 0.04 MPa , alginate concentration 1% , CaCl_2 concentration 1% , ratio of the wall material to the core material $1:2$ and micro-nozzle without parallel ends, under which the embedding rate could reach 56.44% . The corn germ oil microcapsules had good microstructure and dense surface, which may prolong the storage stage of the corn germ oil.

Key words: shear flow of two-phase; corn germ oil; micro-nozzle; preparation of microcapsules

玉米胚芽油含高达 $80\sim 85\%$ 的不饱和脂肪酸, 它对于血液中胆固醇具有一定的溶解作用, 可防止血管硬化。对老年性疾病如动脉硬化、糖尿病等有积极的防治作用。由于天然复合维生素 E 的功能, 对心脏疾病、血栓性静脉炎、肌肉萎缩症等均有明显的疗效和预防作用^[1]。但是由于其不溶于水, 与食品原料不易混合均匀, 工业使用极为不便, 且极易氧化, 使其应用受到

收稿日期: 2013-05-27

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (51175268、11102090); 教育部博士学科点专项科研基金资助项目 (20113219110004)

作者简介: 王庆亮(1989-), 男, 硕士, 主要从事精密仪器制作、生物制造工程等方面研究

通讯作者: 侯丽雅(1954-), 女, 教授, 主要从事微系统与纳米系统、微流体数字化技术、生物制造工程等方面研究

很大的限制^[2]。

微胶囊技术是一种把固体、液体或气体包覆成具有核壳结构微粒的技术^[3]。玉米胚芽油的微胶囊化可以强化对油脂和其他易氧化成分的保护, 增强稳定性, 改善其分散性和组织状态, 使其应用于更加广泛的场合^[2]。对于食品物料微胶囊化, 目前研究较多的是喷雾法制备微胶囊, 主要包括: 喷雾干燥法、喷雾造粒法、冷冻干燥法等。喷雾干燥法^[4], 通过较高的出口温度 ($200 \text{ }^\circ\text{C}$) 使得壁材迅速干燥实现芯材的包埋, 但是过高的温度会使芯材受到破坏, 并且不能对一些温度敏感的芯材进行包埋; 喷雾造粒法^[5]是在 $50\sim 70 \text{ }^\circ\text{C}$ 条件下对芯材不断的喷涂壁材, 这种方法制备微胶囊时间长, 不易制备小粒径微胶囊; 冷冻干燥法^[6]在比较低的温度 (约 $-170 \text{ }^\circ\text{C}$) 环境中, 通过溶液的冷冻升华实

现壁材对芯材的包埋, 但制备得到的微胶囊粒径比较小、形态不规则、表面多孔, 这样的表面结构使得芯材易受损与氧化。由于制备条件苛刻, 导致这3种微胶囊制备系统成本高、操作繁琐。

本文基于两相剪切流原理, 利用高速气流将液体在微喷嘴出口处破碎成微小液滴, 设计了基于冷热加工工艺的玻璃喷嘴^[7]为核心器件的微胶囊制备系统。试验研究了微胶囊制备系统的稳定性, 系统制备工艺参数和微胶囊芯、壁材的配方对微胶囊粒径与包埋率的影响, 为两相剪切流法制备微胶囊的工业化应用提供了一定的理论基础。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料

海藻酸钠, 化学纯, 国药集团化学试剂公司; 氯化钙, 分析纯, 广东汕头市西陇化工厂; 玉米胚芽油, 益海粮油工业有限公司; 吐温-80, 化学纯, 国药集团化学试剂有限公司; 去离子水。

1.1.2 仪器

云滴探测器 (CDP-2), 美国 Droplet Measurement Technologies 公司; 扫描电子显微镜, JSM-6380LV, 日本日立公司; 电子微量天平 (精度 0.1 mg), 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司; 光学显微镜, XTL-1, 南京向日葵光学仪器公司; 增力电动搅拌器, JJ-1 型, 金伟试验仪器厂; 数显恒温水浴锅, HH-S 型, 金伟试验仪器厂。

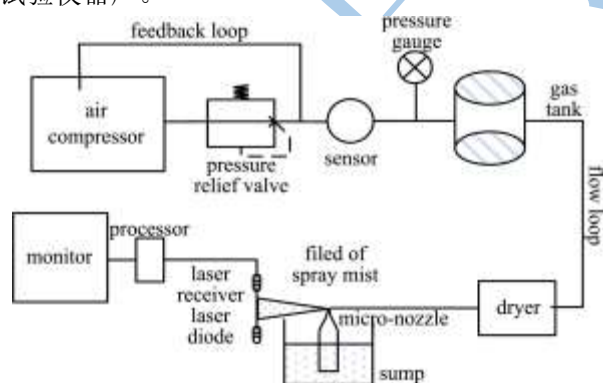


图1 微液滴发生与检测系统

Fig.1 Occurrence and detection system of micro-droplet

两相剪切流雾化系统如图1所示, 利用减压阀、传感器和压力表组成的监控系统将气相压力控制为一定值, 将稳压气流送至微喷嘴管口处, 形成负压, 利用压力差将储液池中的液体压至微喷嘴管口处, 利用气相对液相的剪切作用将处于微喷嘴管口处连续液体碎裂成微液滴。

微喷嘴是两相剪切流雾化系统的关键器件, 选用硼硅酸盐玻璃管 (内径5.5 mm, 外径8.0 mm), 经自制微针控制仪控制而成, 图2是出口内径为200 μm的微喷嘴显微照片。试验采用了两种类型的微喷嘴进行了对比试验, 如图3所示, I类型微喷嘴不含平行端部, II类型微喷嘴含平行端部2~5 mm。

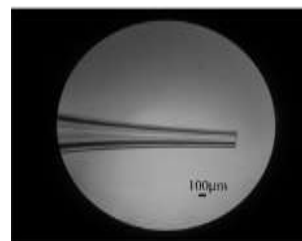


图2 微喷嘴显微照片

Fig.2 Micro photograph of micro-nozzle



图3 两种微喷嘴实物图

Fig.3 Physical map of the two micro-nozzles

1.2 试验方法

1.2.1 制备工艺

在 60 °C 恒温水浴条件下, 称取定量的海藻酸钠固体缓慢加入到去离子水中, 以 800 r/min 的速度匀速搅拌 30 min 并静置过夜, 加入定量的玉米胚芽油、吐温-80 并均匀搅拌 20 min。将配置好的混合乳化液放置于两相剪切流雾化系统的储液池中并喷入一定浓度的氯化钙溶液中, 形成微胶囊。

1.2.2 微胶囊制备的评价指标

(1) 微胶囊制备稳定性

微胶囊制备稳定性是指单位时间内, 微胶囊的制备量是否稳定, 可以有效反应整个微胶囊制备系统的性能, 主要以液体含量 l ^[8]与变异系数 C_v ^[9-10]为评价指标。

$$l = m_0 / Vc \quad (1)$$

注: m_0 为监测区域液体质量、 Vc 为监测区域体积。

$$C_v = \frac{1}{\bar{l}} \sqrt{\frac{\sum (l_i - \bar{l})^2}{n}} \quad (2)$$

注: n 是液体含量数组中数值的个数; l_i 是分析区域液体含量数组中第 i 个数值; \bar{l} 是分析区域的液体含量数组的平均值。

将红外检测装置置于微胶囊制备系统出口处, 对

喷射液体进行实时的监控,在不同的制备工艺参数条件下检测液体含量*l*并计算出相应的变异系数*C_v*。

(2) 微胶囊有效直径

不同应用领域对微胶囊粒径的要求是不同的,医药领域对微胶囊粒径的要求比较严格,而在食品加工领域更加注重对食材的保护,对微胶囊的粒径要求并不是非常严格。因此,对微胶囊有效直径 $D_{eff}^{[1]}$ 的研究可为此方法制备微胶囊在不同领域的应用提供一定试验依据。

$$D_{eff} = 2 \times \frac{\langle r^3 \rangle}{\langle r^2 \rangle} = 2 \times \frac{\int_0^\infty r^3 dN/drdr}{\int_0^\infty r^2 dN/drdr} \quad (3)$$

注: *N* 是半径为 *r* 的液滴数目。

在单一的系统制备工艺参数(喷射压力 *P*、微喷嘴直径 *D*、喷嘴类型 *S*)和芯、壁材配方(海藻酸钠浓度、氯化钙浓度、壁材与芯材的比值)条件下收集微胶囊样品,在光学显微镜下,准确测量 300 个未经干燥的微胶囊的粒径,计算微胶囊的整体有效直径,确定在微胶囊有效直径与系统单一参量之间的相对变化关系。

(3) 微胶囊包埋率

以微胶囊成型效果为依据,通过单因素试验确定微喷嘴直径 *D*、喷射压力 *P*、海藻酸钠浓度、氯化钙浓度、壁材与芯材的比值的适宜范围。在单因素试验中选择微喷嘴直径: 100 μm、300 μm……2700 μm、2900 μm; 喷射压力: 0.01 MPa、0.02 MPa……0.14 MPa、0.15 MPa; 海藻酸钠浓度分别为: 0.5%、1.0%、2.0%、2.5%、3%; 氯化钙浓度: 1.0%、2.0%、2.5%、3%、4%; 壁材与芯材的比值: 2:1、1:1、1:2、1:3、1:4。

以包埋率为依据 $R^{[2]}$, 依照制备工艺中单因素试验, 采用 $L_8(4^1 \times 2^4)$ 混合正交试验, 对两相剪切流法微胶囊制备工艺参数进行优化试验; 依照芯、壁材配方中单因素试验, 在最优制备工艺条件下, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验, 对两相剪切流法制备微胶囊芯、壁材配方进行优化试验。

$$R = \left(1 - \frac{Q}{G} \right) \times 100\% \quad (4)$$

注: *Q* 是微胶囊的表面含油量, *G* 是微胶囊的总含油量。

称取质量为 *m_L* 的微胶囊化产品, 置于质量为 *m₂* 的烧瓶中, 加入一定量的石油醚, 提取 30 min, 用质量为 *m₃* 的滤纸过滤样品, 将烧瓶和滤纸移入 100 °C 的恒温箱中, 过 30 min 后取出, 置于干燥器中冷却后称量为 *m₄*, $Q = m_1 + m_2 + m_3 - m_4$ 。将微胶囊充分破碎并利用滤纸包裹, 用石油醚作为溶剂, 采用 GB5009.6-85 索式抽提法测定微胶囊的总含油量 *G*。

(4) 微胶囊表面形态

将微胶囊在 105 °C 的恒温箱中干燥 2 h, 将干燥后的微胶囊置于样品台上, 吹去多余的粉末, 喷金后用扫描电镜观察微胶囊的表面结构, 加速电压为 30 kV^[12]。

2 结果与讨论

2.1 微胶囊制备的稳定性

表1 喷射系统参量

Table 1 The parameters of injection system

编号	喷射压力/MPa	微喷嘴直径/μm	喷嘴类型
No.1	0.08	1400	I
No.2	0.08	1400	II
No.3	0.06	1000	I
No.4	0.06	1600	I
No.5	0.05	600	I
No.6	0.05	1000	I
No.7	0.03	800	I
No.8	0.03	1200	I

微胶囊制备的稳定性试验的8组系统参量按表1设置。任意抽取30 s测量数据中的8组数据, 测出8组不同系统参量下的液体含量*l*如表2所示。在文献^[10]中指出, 变异系数*C_v*值小于15%为可接受的变异偏离范围, 在表2中可以看出变异系数*C_v*的最大值为6.38%, 远小于可接受的变异偏离范围。图4是不同时间内, 在不同参数条件下*l*的变化情况, 结合表2中较小的变异系数以及图4中*l*较平缓的变化规律可以看出整个系统具有良好的微胶囊制备稳定性。

表2 喷射系统稳定性试验数据

Table 2 Data of stability experiments of injection system (g/m³)

Samples	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6	No.7	No.8
1	4.3096	6.7321	1.7215	2.0986	2.6141	1.4252	1.6324	3.2666
2	4.2384	6.3846	1.9323	2.1657	2.6301	1.5817	1.8375	3.5232
3	4.5273	6.4102	1.6583	2.2027	2.5391	1.6668	1.7136	3.2481
4	4.3445	6.2282	1.8806	2.0191	2.4155	1.7261	1.8207	3.5130

转下页

接上页

5	4.0494	6.0380	1.9618	2.2884	2.4089	1.7139	1.8748	3.4616
6	4.2829	6.1699	1.8060	2.0877	2.4295	1.7493	1.8247	3.5025
7	4.2821	6.4354	1.8721	2.0406	2.4841	1.6497	1.8564	3.2962
8	4.2015	6.6803	1.7325	2.3343	2.7305	1.6033	1.8253	3.4625
STD	0.1348	0.2396	0.1087	0.1144	0.1179	0.1045	0.0823	0.1178
\bar{x}	4.2795	6.3849	1.8207	2.1547	2.5315	1.6395	1.7982	3.409
C_v	3.15%	3.75%	5.97%	5.31%	4.66%	6.38%	4.58%	3.46%

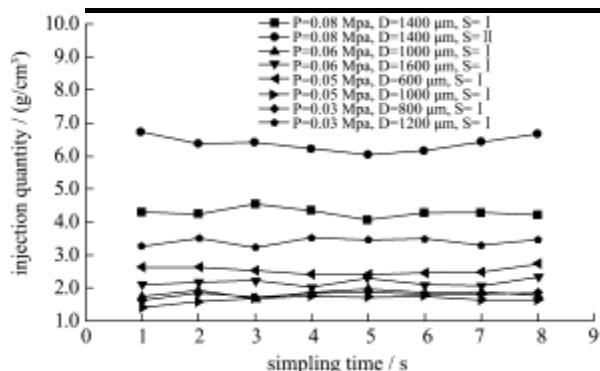


图4 不同系统参量的喷射稳定性曲线

Fig.4 A series of stability curves for injection system using different system parameters

2.2 微胶囊粒径的分布

2.2.1 微胶囊制备工艺参数对微胶囊有效直径的影响规律

图5是未经干燥的玉米胚芽油微胶囊在光学显微镜下的显微照片。



图5 玉米胚芽油微胶囊显微照片

Fig.5 Microphotograph of corn germ oil microcapsule

图6与图7是在海藻酸钠与氯化钙浓度为1.5%、壁材与芯材的比例为1:1的条件下两种不同微喷嘴,在不同喷射压力P条件下,微胶囊有效直径 D_{eff} 随微喷嘴出口直径D变化的曲线。从图中可以看出微喷嘴出口直径相同时,随着喷射压力的减小, D_{eff} 增大。相同喷射压力时,随着微喷嘴出口直径的增大, D_{eff} 增大。相同喷射压力和微喷嘴出口直径时,利用含平行端部的微喷嘴制备得到的微胶囊有效直径 D_{eff} 比利用不含平行端部的微喷嘴小。

相同的微喷嘴出口直径下,气体的动力作用决定了雾化的最大液滴尺寸,气流压力的增大会提高液膜

破碎力,导致 D_{eff} 减小。相同喷射压力下,微喷嘴出口直径的增大会导致通过微喷嘴的质量流动率提高,阻碍气流对液膜的破碎,导致 D_{eff} 增大。

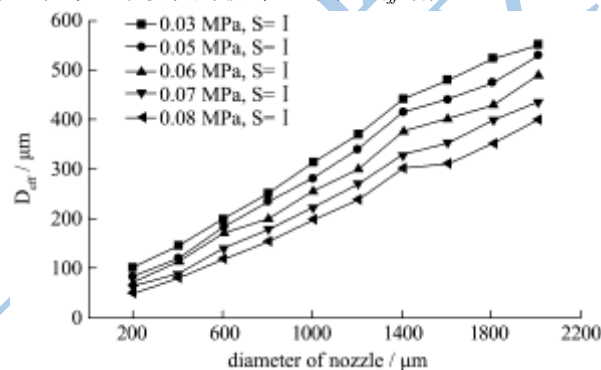


图6 使用不含平行端部微喷嘴时喷射压力和出口管径对 D_{eff} 影响规律

Fig.6 Effects of outlet diameters and injection pressures on D_{eff} using the micro-nozzle without parallel

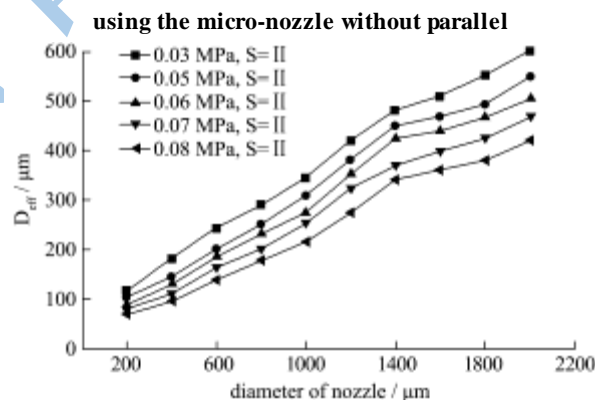


图7 使用含平行端部微喷嘴时喷射压力和出口管径对 D_{eff} 影响规律

Fig.7 Effects of outlet diameters and injection pressures on D_{eff} using the micro-nozzle with parallel

而当液体经过微喷嘴平行端部后,使射流进入到充分发展湍流阶段,减小液体射流与气流的相对速度,即减小气流对射流的剪切作用^[3],导致 D_{eff} 偏大。

2.2.2 微胶囊芯、壁材配方对微胶囊有效直径的影响规律

图8是在微喷嘴直径为1500 μm,微喷嘴不含平行端部,喷射压力为0.05 MPa条件下,在不同氯化钙浓度条件下,微胶囊有效直径 D_{eff} 随海藻酸钠浓度变

化的曲线。从图中可以看出，在氯化钙浓度相同的条件下，随着海藻酸钠浓度的增大，微胶囊有效直径 D_{eff} 是不断增大的，在海藻酸钠浓度相同的条件下，随着氯化钙浓度的增大，微胶囊有效直径 D_{eff} 是不断增大的。

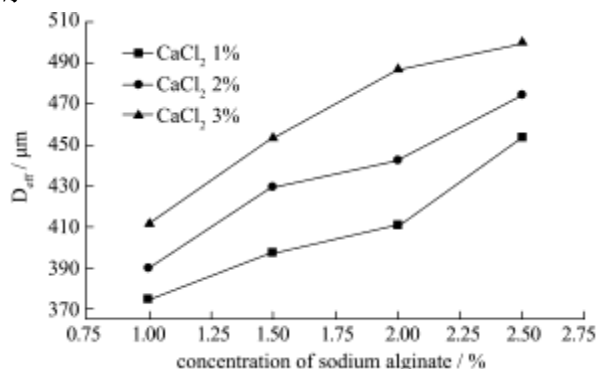


图8 海藻酸钠与氯化钙浓度对 D_{eff} 的影响规律

Fig.8 Effects of sodium alginate and chloral calcium concentrations on D_{eff}

随着海藻酸钠与玉米油乳化液浓度的增大，液体粘度增大，雷诺数 Re 减小，阻碍了液膜的破碎，导致微胶囊整体有效直径 D_{eff} 偏大，但海藻酸钠浓度过高，会导致液体难以喷射且挤出后易变性^[14]。

当海藻酸钠与玉米油乳化液喷射到氯化钙溶液中时，海藻酸钠可与钙离子形成不溶于水的海藻酸钙沉淀，在芯材表面形成一层致密的保护膜，随着氯化钙浓度的增大保护膜的厚度就会增大，导致微胶囊的整体有效直径 D_{eff} 增大，但是氯化钙浓度过高时会导致保护膜厚度过大，而导致芯材难以释放并且成型效果较差^[14]。

2.3 微胶囊的包埋率

2.3.1 微胶囊制备单因素试验

两相剪切流法微胶囊制备单因素试验结果见表3。

表3 微胶囊制备单因素试验结果

Table 3 Result of the single factor experiment for microencapsulation

微胶囊制备参量	参量变化范围	微胶囊成型效果
微喷嘴直径/μm	500~1900	成型好、无拖尾
喷射压力/MPa	0.04~0.08	成型好、无拖尾
海藻酸钠浓度/%	2~2.5	成型好、无拖尾
氯化钙浓度/%	2~2.5	成型好、无拖尾
壁材与芯材浓度比值	1:1	成型好、无拖尾

依据微胶囊制备工艺参数单因素试验结果，确定了制备工艺因素和水平如下表4，在海藻酸钠浓度和氯化钙浓度为1.5%，壁材与芯材的比值为1:1的条件下，

两相剪切流法微胶囊制备工艺参数优化试验结果见表5，两相剪切流法微胶囊制备工艺参数优化试验极差分析结果见表6。

2.3.2 微胶囊制备工艺参数优化试验

表4 微胶囊制备工艺因素和水平

Table 4 The factors and levels of the preparation process parameters

水平	因素		
	A(微喷嘴出口直径/μm)	B(微喷嘴类型)	C(喷射压力/MPa)
1	500	I	0.04
2	1000	II	0.08
3	1500		
4	2000		

表5 微胶囊制备工艺参数优化试验结果

Table 5 Result of the orthogonal test for the technological parameters for microencapsulation

试验号	因素					包埋率 /%
	A	B	C	4	5	
1	1	1	1	1	1	49.65
2	1	2	2	2	2	47.32
3	2	1	1	2	2	55.29
4	2	2	2	1	1	53.48
5	3	1	2	1	2	46.21
6	3	2	1	2	1	48.28
7	4	1	2	2	1	47.67
8	4	2	1	1	2	49.35
\bar{k}_1	48.485	49.7025	50.6425	49.67	49.77	
\bar{k}_2	54.385	49.6075	48.6675	49.64	49.54	
\bar{k}_3	47.24					
\bar{k}_4	48.51					
R	7.145	0.095	1.975	0.03	0.23	

从微胶囊制备工艺参数优化试验极差分析可以看出，影响玉米胚芽油微胶囊包埋率的制备工艺参数主次因素为A>C>B。微喷嘴直径对微胶囊的包埋率影响最大，其次是喷射压力，最后是微喷嘴类型。

从微胶囊制备工艺参数优化试验方差分析可以看出，A因素影响极显著，B因素影响不显著，C因素影响极显著，即在试验所选择的微胶囊制备工艺参数因素和水平范围内，微喷嘴出口直径和喷射压力对微胶囊的包埋率影响达极显著水平，微喷嘴类型对微胶囊包埋率影响不显著。

结合正交试验的方差和极差分析，试验得出的两相剪切流法微胶囊制备工艺参数最优组合为A₂B₁C₁，

即微喷嘴直径 1000 μm、微喷嘴不含平行端部、喷射压力 0.04 MPa 时微胶囊的包埋率为 55.29%。

表 6 微胶囊制备工艺参数优化试验极差分析结果

Table 6 The range analysis for the technological parameters for microencapsulation

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值	显著性
A	61.749	3	765.17	F(0.0025)=399	极显著
B	0.009	1	0.336	F(0.5)=0.67	不显著
C	3.901	1	145.21	F(0.01)=98.5	极显著
误差	0.054	2			

2.3.3 微胶囊芯、壁材配方优化试验

表 7 微胶囊制备配方的因素和水平

Table 7 The factors and levels of the formula

因素水平	A 海藻酸钠浓度/%	B 氯化钙浓度/%	C 壁材与芯材比
1	1	1	0.5:1
2	2	2	1:1
3	3	3	2:1

依据微胶囊制备芯、壁材配方单因素试验结果，微胶囊配方的因素和水平如下表 7。在最优的微胶囊制备工艺参数条件下，即微喷嘴直径 1000 μm，微喷嘴不含平行端部，喷射压力 0.04 MPa 条件下，进行两相剪切流法制备微胶囊芯、壁材配方优化试验结果见表 8，两相剪切流法制备微胶囊芯、壁材配方优化试验极差分析结果见表 9。

表 8 微胶囊芯、壁材配方优化试验结果

Table 8 Result of the orthogonal test for choosing formulas of microcapsule

试验号	因素				包埋率/%
	A	B	C		
	1	2	3	4	
1	1	1	1	1	53.26
2	1	2	2	2	55.28
3	1	3	3	3	56.44
4	2	1	2	3	54.81
5	2	2	3	1	52.87
6	2	3	1	2	54.29
7	3	1	3	2	50.33
8	3	2	1	3	51.64
9	3	3	2	1	50.39
\bar{k}_1	54.99	52.80	53.06	52.17	
\bar{k}_2	53.99	53.26	53.49	53.30	
\bar{k}_3	50.79	53.71	53.21	54.30	
R	4.206	0.907	0.430	2.124	

表 9 微胶囊芯、壁材配方优化试验极差分析结果

Table 9 The range analysis for the formulas of microcapsule

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值	显著性
A	28.964	2	101.273	F(0.01)=99	极显著
B	1.233	2	4.311	F(0.05)=19	不显著
C	6.771	2	23.675	F(0.05)=19	显著
误差	0.29	2			

从微胶囊芯、壁材配方优化试验极差分析可以看出，影响玉米胚芽油微胶囊包埋率的微胶囊芯、壁材配方主次因素为 A>C>B。海藻酸钠浓度对微胶囊的包埋率影响最大，其次是壁材与芯材的比值，最后是氯化钙的浓度。

从微胶囊芯、壁材配方优化试验方差分析可以看出，A 因素影响极显著，B 因素影响不显著，C 因素影响显著，即在试验所选择的微胶囊芯、壁材配方因素和水平范围内，海藻酸钠浓度和对微胶囊的包埋率影响达极显著水平，壁材与芯材的比值影响达显著水平，氯化钙浓度对微胶囊包埋率影响不显著。结合正交试验的方差和极差分析，试验得出的两相剪切流法微胶囊制备工艺参数最优组合为 A₁B₃C₃，即海藻酸钠浓度 1%、氯化钙浓度 1%、壁材与芯材的比值为 2:1 时微胶囊的包埋率为 56.44%。

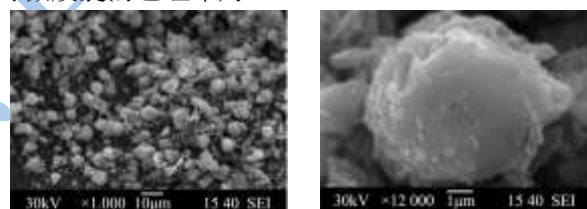


图 9 玉米胚芽油微胶囊显微照片

Fig.9 Microphotograph of corn germ oil microcapsule

图 9 是在不同放大倍数下，干燥后玉米胚芽油微胶囊的扫描电镜照片，从图中可以看出微胶囊形状比较规则，近似球形。微胶囊表面存在一定的凹陷，但整体结构不存在裂纹，表明壁材可以对芯材实现比较好的包埋，这种致密的球形结构可以有效防止空气与玉米胚芽油直接接触，阻碍芯材的氧化，延长其使用时间。

3 结论

3.1 利用基于冷热加工工艺的玻璃微喷嘴为核心器件的两相剪切流雾化系统进行了玉米胚芽油微胶囊的制备，此系统结构简单、成本低，可以稳定制备不同有效直径 D_{eff} 的微胶囊。

3.2 研究了微胶囊制备工艺参数和芯、壁材配方对微

胶囊有效直径 D_{eff} 的影响规律, 微胶囊有效直径 D_{eff} 随着喷射压力 P 的增大而增大, 随着微喷嘴直径 D 的减小而减小, 利用含平行端部的微喷嘴制备得到的微胶囊有效直径 D_{eff} 比不含平行端部的微喷嘴大, 微胶囊的有效直径 D_{eff} 随着海藻酸钠浓度和氯化钙浓度的增大而增大。

3.3 经混合正交实验得出两相剪切流法制备微胶囊的最佳工艺参数为微喷嘴直径 1000 μm 、微喷嘴不含平行端部、喷射压力 0.04 MPa, 在最优的工艺制备参数条件下, 经正交实验得出最佳芯、壁材配方为海藻酸钠浓度 1%、氯化钙浓度 1%、壁材与芯材的比值为 2:1, 此时微胶囊的包埋率可达 56.44%。

3.4 干燥微胶囊产品呈球形或者椭球形, 表面致密无裂纹, 可以有效的对玉米胚芽油进行包埋, 提高其抗氧化能力, 延长贮存期。

3.5 对微胶囊制备工艺参数和芯、壁材配方对微胶囊有效直径 D_{eff} 和包埋率 R 的影响规律研究以及微观结构的观察结果可为两相剪切流法制备微胶囊的工业化应用提供了一定的理论基础。

参考文献

- [1] 何东平,张世宏,方立中等.玉米胚芽油微胶囊化研究[J].粮食与油脂,2003,11:22-23
He Dongping, Zhang Shihong, Fang Lizhong, et al. Research of Microencapsulation of Corn Germ Oil [J]. Cereals & Oils, 2003, 11: 22-23
- [2] 刘福斌,张根生,刘广,等.微胶囊玉米胚芽油粉的研制[J].现代食品科技,2011,27(2):173-177
Liu Fubin, Zhang Gensheng, Liu Guang, et al. Preparation of Microencapsulation of Corn Germ Oil [J]. Modern Food Science and Technology, 2011, 27(2): 173-177
- [3] 林书乐,王坤,程江,等.微胶囊技术新进展[J].高分子材料科学与工程,2012,28(5):179-182
Ling Shule, Wang Kun, Cheng Jiang, et al. The new progress of microencapsulation technology [J]. Science and Engineering of polymer materials, 2012, 28(5): 179-182
- [4] C Thomasin, H Nam-Tran, H P Merkle, et al. Drug Microencapsulation by PLA/PLGA Coacervation in the Light of Thermodynamics. 1. Overview and Theoretical Considerations [J]. Journal of Pharmaceutical Sciences, 1998, 87(3): 259-268
- [5] Sri Haryani Anwar, Benno Kunz. The influence of drying methods on the stabilization of fish oil microcapsules: CoMParison of spray granulation, spray drying, and freeze drying [J]. Journal of Food Engineering, 2011, 105: 367-378
- [6] Heidebach T, Foerst P, Kulzik U. Influence of casein-based microencapsulation on freeze-drying and storage of probiotic cells [J]. Journal of Food Engineering, 2010, 98(3): 309-16
- [7] 穆莉莉,侯丽雅,章维一.基于玻璃精细加工的数字化微流体器件的制备[J].华中科技大学学报,2007,3(35):64-67
Mu Lili, Hou Liya, Zhang Weiyi. The fabrication of digital microfluidic devices based on glass elaborated treatment [J]. Huazhong Univ. of Sci. & Tech, 2007, 3(35): 64-67
- [8] John M Wallace. Atmospheric Science, 2e: An Introductory Survey [M]. Academic Press, 2006
- [9] Y Lardoux, C Sinfort, P Enfalt, et al. Test Method for Boom Suspension Influence on Spray Distribution, Part I: Experimental Study of Pesticide Application under a Moving Boom [J]. ScienceDirect, 2007, 96(1): 29-39
- [10] Y Lardoux, C Sinfort, P Enfalt, et al. Test Method for Boom Suspension Influence on Spray Distribution, Part II: Validation and Use of a Spray Distribution Model [J]. ScienceDirect, 2007, 96(2): 161-168.
- [11] Luc R Bissonnette, Daniel L Hutt. Multiply scattered aerosol lidar returns: inversion method and comparison with in situ measurements [J]. APPLIED OPTICS, 1995, 34(30): 6959-6975
- [12] 吴彩娥,许克勇,李元瑞,等.气流式锐孔法制作猕猴桃籽油微胶囊的研究[J].农业工程学报,2006,22(3):133-137
Wu Cai'e, Xu Keyong, Li Yuanrui, et al. Processing technology for micro-encapsulation of kiwi fruit seed oil by using air-flow piercing device [J]. Transactions of the CSAE, 2006, 22 (3): 133-137
- [13] 王雄辉,黄勇,王方,等.横向气流中液体圆柱射流的破碎特性和表面波现象[J].航空动力学报,2012,27(9):1979-1987
Wang Xionghui, Huang Yong, Wang Fang, et al. Breakup characteristics and surface wave phenomenon of round liquid jets in crossflows [J]. Journal of Aerospace Power, 2012, 27(9): 1979-1987
- [14] 李强,吴彩娥.壳聚糖/海藻酸钠制备八角茴香油微胶囊的研究[J].农业机械学报,2007,38(1):96-99
Li Qiang, Wu Cai'e. Study on the Productive Technology of Star Aniseed Oil Microcapsulation with Chitosan and Alginate [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2007, 38(1): 96-99