

基于 Vc 和油脂包埋率的特医食品喷雾干燥加工工艺优化及其产品储藏稳定性分析

段映羽^{1,2}, 刘磊³, 高子豪^{1,2}, 张瑞芬², 张名位^{2*}

(1. 长江大学生命科学学院, 湖北荆州 434000) (2. 广东省农业科学院蚕业与农产品加工研究所, 农业农村部功能食品重点实验室, 广东省农产品加工重点实验室, 广东广州 510610)

(3. 五邑大学生物科技与大健康学院, 广东江门 529020)

摘要: 为探究粉剂型全营养特医食品喷雾干燥, 获得粉剂型全营养特医食品喷雾干燥制粉最佳工艺, 以 Vc 包埋率、油脂包埋率作为评价指标, 利用 Box-Behnken 中心组合方法对喷雾干燥工艺条件进行优化, 考察进风温度、进样速度、进样浓度以及风速对粉剂型全营养特医食品的影响, 确定最佳喷雾干燥工艺条件, 并以普通干法混合作为对照, 探究不同加速试验(高温、高湿、开袋)条件下喷雾干燥法制备的全营养特医食品的储藏稳定性。研究表明, 全营养特医食品湿法喷雾干燥加工最佳工艺条件为: 进样浓度 24%、进风温度 132 °C、进样速度 13.5 mL/min、风速 30 Hz。该工艺制备的全营养特医食品 Vc 包埋率和油脂包埋率为 79.72% 和 92.25%, 混合均匀度可高达 99.68%。加速试验结果显示, 该加工工艺较普通干法混合能够有效减缓脂肪氧化和 Vc 含量的损失, 提高粉体的储藏稳定性。该研究结果可为提升粉剂型全营养特医食品品质提供技术支持。

关键词: 全营养特医食品; 喷雾干燥; Vc 包埋率; 油脂包埋率

文章编号: 1673-9078(2022)08-208-217

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2022.8.1323

Spray Drying Optimization of Food for Special Medical Purposes Based on Vc and Oil Encapsulation Rates and Product Storage Stability

DUAN Yingyu^{1,2}, LIU Lei³, GAO Zihao^{1,2}, ZHANG Ruifen², ZHANG Mingwei^{2*}

(1. College of Life Sciences, Yangtze University, Jingzhou 434000, China)

(2. Sericultural & Agri-Food Research Institute Guangdong Academy of Agricultural Sciences, Key Laboratory Foods, Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Guangdong Key Laboratory Processing, Guangzhou 510610, China)

(3. School of Biotechnology and Health Sciences, Wuyi University, Jiangmen 529020, China)

Abstract: The effects of different processing parameters on the quality of powdered total-nutrition food for special medical purposes (FSMP) during the spray drying process were investigated to obtain the optimal preparation process for the spray-dried powder of total-nutrition FSMP. Using vitamin C (Vc) and oil encapsulation rates as evaluation indexes for powder quality, the spray drying processing parameters were optimized based on the Box-Behnken central composite method. The effects of spray drying parameters, such as inlet air temperature, injection speed, injection concentration, and air velocity, on the quality of powdered total-nutrition FSMP were investigated to determine the optimal spray drying process conditions. The storage stability of total-nutrition FSMP prepared by spray drying under different accelerated test conditions (high temperature, high humidity, and bag opening) were studied using the conventional dry mixing method as the control. The

引文格式:

段映羽, 刘磊, 高子豪, 等. 基于 Vc 和油脂包埋率的特医食品喷雾干燥加工工艺优化及其产品储藏稳定性分析[J]. 现代食品科技, 2022, 38(8): 208-217, +126

DUAN Yingyu, LIU Lei, GAO Zihao, et al. Spray drying optimization of food for special medical purposes based on Vc and oil encapsulation rates and product storage stability [J]. Modern Food Science and Technology, 2022, 38(8): 208-217, +126

收稿日期: 2021-11-25

基金项目: 广东特支计划本土创新创业团队项目(2019BT02N112); 广东省重点研发计划项目(2019B020213002); 茂名市科技计划项目(mmkj2020001)

作者简介: 段映羽(1996-), 女, 硕士, 研究方向: 食品加工与安全, E-mail: 503730692@qq.com

通讯作者: 张名位(1966-), 男, 博士, 研究员, 研究方向: 功能食品, E-mail: mwzh@vip.tom.com

results showed that the optimal process conditions for wet spray drying of total-nutrition FSMP were injection concentration at 24%, inlet temperature of 132 °C, injection speed of 13.5 mL/min, and air velocity of 30 Hz. The Vc and oil encapsulation rates of total-nutrition FSMP prepared using this process were 79.72% and 92.25%, respectively, and the blend uniformity was up to 99.68%. The results of accelerated testing demonstrated that compared to conventional dry mixing, this technique could effectively slow down lipid oxidation and the loss of Vc content, while also improving the storage stability of the powder. Therefore, our findings can provide technical support for improving the quality of powdered total-nutrition FSMP.

Key words: total nutrition foods for special medical purpose; spray drying; vitamin C encapsulation rate; oil encapsulation rate

特殊医学用途配方食品 (Food for Special Medical Purpose, FSMP 简称特医食品) 是为了满足进食受限、消化吸收障碍、代谢紊乱或特定疾病状态人群对营养素或膳食的特殊需要, 专门加工配制而成的配方食品^[1], 其具有改善患者的营养状况, 提高患者的免疫力、减少并发症等作用^[2]。特医食品从形态上可以分为粉剂型和乳剂型。粉剂型产品由于存在加工简单、包装运输方便等优点占市面销售产品的 80%, 其工艺主要采用将营养素直接干法混合加工制成^[3]。该工艺的主要缺陷是由于各营养素成分之间粒径不一致而导致存在维生素及矿物质等微量营养素混合不均匀的问题^[4]。湿法喷雾干燥加工工艺可以解决此问题, 具有一定的优势。但由于喷雾干燥在高温条件下进行, 会导致一些热敏性营养素如 Vc 和不饱和脂肪酸的损失^[5]。

喷雾干燥过程中, 乳液可形成微胶囊结构保护芯材受到环境影响^[6]。国内外已有较多关于喷雾干燥加工工艺对粉体微胶囊理化性质影响的研究。Laohasongkram 等^[7]以酪蛋白酸钠和麦芽糊精作为壁材, 通过喷雾干燥法对澳洲坚果油进行包埋, 经过响应面优化工艺条件后使包埋率达到 88.75%。汪鸿等^[8]以阿拉伯胶、 β -环糊精、Tween 80 作为壁材, 采用喷雾干燥技术对松子油进行包埋, 最优工艺参数为: 总固形物含量 25%、松籽油添加量 14%、进风温度 170 °C, 包埋率可高达 92.84%。李纲等^[9]以羧甲基纤维素钠和明胶作为复合壁材, 运用喷雾干燥法对 Vc 进行包埋, 优化其喷雾干燥工艺, 确定当进风温度为 140 °C, 压缩空气流量为 800 L/h, 进料量为 200 mL/h 时, Vc 包埋率最佳为 65.47%。因此, 需要优化特医食品喷雾干燥的工艺条件, 提高蛋白质和糊精对热敏性营养素的包埋率。

根据食品安全国家标准《特殊医学用途配方食品通则》(GB 29922-2013) 的要求, 全营养特医食品不仅含有蛋白质、油脂、碳水化合物、维生素、矿物质等多种营养成分, 而且对各营养成分的种类及供能比都有严格的要求, 是一个极其复杂的食品体系。目前, 关于包埋维生素或者油脂的研究多是在只含有一种或几种蛋白质或碳水化合物的简单食品体系中进行。然

而, 在全营养特医食品复杂体系下喷雾干燥工艺如何影响 Vc 和油脂包埋率尚未见报道, 更进一步, 湿法喷雾干燥的特医食品在储藏期间 Vc 含量和过氧化值的数据缺乏。为此, 本研究采用喷雾干燥加工工艺制备全营养特医食品, 基于 Vc 和油脂包埋率优化建立喷雾干燥加工工艺, 再比较不同储藏条件下 (高温 60 °C、高湿 RH 90%、开袋 4 °C、开袋 25 °C) 其与普通干法混合制备的产品差异性, 旨在为粉剂型特医食品加工技术的研发提供指导。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

酪蛋白酸钠、复合维生素、复合矿物质, 广州力衡临床营养品有限公司; 大豆油, 金龙鱼粮油食品股份有限公司; 大豆油微囊粉, 陕西赛恩生物科技有限公司; 其他试剂均为国产分析纯, 国药集团化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

IKA T25 高速匀浆机, 德国 IKA 公司; SHP-60 高压均质机, 上海司大均质机电设备有限公司; UV-1800 紫外-可见分光光度计, 日本-岛津仪器有限公司; LEO1530VP 扫描电子显微镜, 德国 Zeiss 公司; BS124S 分析天平, 赛多利斯科学仪器公司; TECAN infinite 200 酶标仪, 瑞士 TECAN 公司; SD-06AG 全自动喷雾干燥仪, 嘉盛 (香港) 科技有限公司; 恒温恒湿培养箱, 上海跃进医疗器械有限公司; V-10 型混合机, 广州旭朗机械有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 全营养特医食品制备工艺流程及操作要点

湿法制备工艺流程: 称取蛋白质 24 g、麦芽糊精 66 g、菊粉 6 g、复合维生素 117 mg、纳米钙 1.2 g、氯化钾 1.2 g、葡萄糖酸镁 288 mg、乳酸亚铁 13.2 mg、乳酸锌 15.6 mg、葡萄糖酸锰 6.6 mg 混合, 加入 430 mL 去离子水, 随后将混合液置于 10000 r/min 的高速匀浆

机中搅拌 5 min, 在搅拌过程中缓慢加入 18 g 油脂。将搅拌均匀的混合液在 25 MPa 的压力下高压均质两次得到均匀的乳液, 再进行喷雾干燥制备全营养特医食品并密封保存备用。本方法制备的样品满足食品安全国家标准《特殊医学用途配方食品通则》(GB 29922-2013) 对特医食品(10 岁以上人群)各营养成分及供能比的限定。

干法制备工艺流程: 将湿法工艺中的原料置于 V-10 型混合机中震荡 30 min 后常温密封保存备用。

1.3.2 喷雾工艺参数单因素实验

1.3.2.1 进样浓度对粉剂型全营养特医食品的影响

参考 1.3.1, 在乳剂制备过程中改变去离子水添加量, 使其浓度在 15%、18%、21%、24%、27%, 探究其对 Vc 包埋率和油脂包埋率的影响。

1.3.2.2 进风温度对粉剂型全营养特医食品的影响

选用喷雾干燥进风温度 110、120、130、140、

150 °C 五个水平实验, 探究其对 Vc 包埋率和油脂包埋率的影响。

1.3.2.3 进样速度对粉剂型全营养特医食品的影响

选用喷雾干燥进样速度 5、7.5、10、12.5、15 mL/min 五个水平实验, 探究其对 Vc 包埋率和油脂包埋率的影响。

1.3.2.4 风速对粉剂型全营养特医食品的影响

选用喷雾干燥风速 20、25、30、35、40 Hz(1 Hz=3.4 m³/min) 五个水平实验, 探究其对 Vc 包埋率和油脂包埋率的影响。

1.3.3 全营养特医食品响应面优化试验

在单因素实验的基础上, 选用进样浓度、进风温度、进样速度、风速四个喷雾干燥工艺参数、以 Vc 包埋率和油脂包埋率作响应值, 采用四因素三水平正交实验优化粉剂型全营养特医食品的喷雾干燥工艺参数。

表 1 响应面试验因素水平表

Table 1 Response surface test factor level table

水平	因素			
	A 进样浓度/%	B 进风温度/°C	C 进样速度/(mL/min)	D 风速/Hz
1	21	120	10	25
2	24	130	12.5	30
3	27	140	15	35

1.3.4 指标测定方法

1.3.4.1 Vc 包埋率的测定

准确称取混合均匀的粉剂型全营养特医配方食品 5 g, 用偏磷酸-乙酸钠溶液定容至 100 mL, Vc 标准曲线的制作参考 GB 5413.18-2010, 样品采取与标准溶液同样的处理方法得到试样溶液及空白溶液, 在激发波长 350 nm, 发射波长 430 nm 条件下测定荧光值, 试样溶液荧光值减去空白溶液荧光值代入标准曲线计算得出 Vc 含量, 粉剂型全营养特医食品 Vc 包埋率计算公式:

$$\text{Vc包埋率} / \% = \frac{m}{M} \times 100\%$$

式中:

m ——样品中 Vc 含量, mg;

M ——添加到产品中的 Vc 含量, mg。

1.3.4.2 油脂包埋率的测定

参照文献的方法并略作改进^[10], 表面油测定方法: 称取 2 g 粉剂型全营养特医配方食品, 采用石油醚快速冲洗过滤两次, 将滤液脱溶后在 50 °C 烘箱干燥至恒重, 称量即为表面油 (m_1)。将经过石油醚快速冲洗后的粉剂型全营养特医食品放入锥形瓶, 采用索氏抽提仪测定其中脂肪含量, 即为包埋油含量 (m_2)。

$$\text{油脂包埋率} / \% = \frac{m_2}{m_1 + m_2} \times 100\%$$

式中:

m_1 ——表面油含量, g;

m_2 ——包埋油含量, g。

1.3.4.3 混合均匀性的测定

参照 GB/T 5918-2008 饲料产品混合均匀度的测定中“甲基紫法”测量, 以变异系数 CV 值表示产品的混合均匀程度, M 为混合均匀度。

$$CV / \% = \frac{S}{\bar{X}} \times 100\%$$

$$M = 100 - CV$$

式中:

S ——标准差;

\bar{X} ——吸光度平均值;

M ——混合均匀度。

1.3.4.4 微观结构的测定

采用 Merlin 高分辨率场发射扫描电子显微镜系统测定样品的微观结构, 图片扫描倍数选取 500 倍。

1.3.4.5 过氧化值的测定

过氧化值的方法参照李红艳等^[11]的方法并略作修改, 取 0.3 g 样品于离心管中, 加入 1.5 mL 异辛烷

和异丙醇 (3:1, *V/V*) 混合物, 涡流混合 3 次, 每次 10 s, 然后取有机层 (上层清液) 200 μL , 加入 2.8 mL 甲醇+丁醇 (2:1, *V/V*) 混合物, 再分别加入 15 μL 硫氰酸铵 (3.94 mol/L) 和 15 μL 二价铁离子溶液 (0.132 mol/L 氯化钡和 0.144 mol/L 硫酸亚铁以 1:1 的比例混合, 过 0.22 μm 滤膜), 反应 20 min 后, 于 510 nm 波长下测定吸光度值, 通过异丙苯氢过氧化物标准曲线计算样品中过氧化物浓度。

1.3.4.6 Vc 的测定方法

参照 GB 5413.18-2010 测定。

1.3.5 实验数据的处理

采用 SPSS 24.0 统计软件中单因素方差分析进行组间差异比较采用, Duncan 检验, 显著性水平为 $p < 0.05$, 应用 Origin 对数据进行基本作图, 采用 Design-Expert 8.0 对响应面结果进行分析和作图。

2 结果与讨论

2.1 单因素试验

2.1.1 进样浓度对全营养特医食品 Vc 包埋率和油脂包埋率的影响

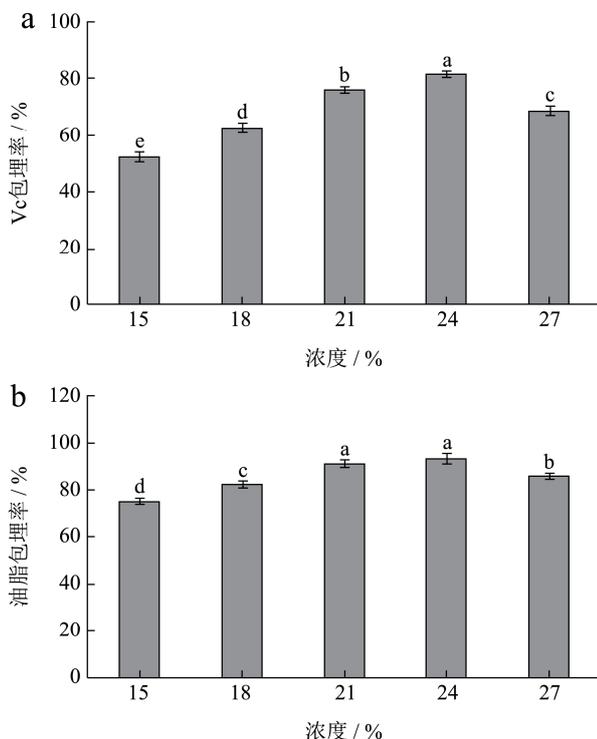


图 1 进样浓度对 Vc (a) 和油脂包埋率 (b) 的影响

Fig.1 Effect of sample concentration on Vc embedding rate and oil embedding rate

注: 图中竖线表示标准误差 ($\pm\text{SD}$); 不同字母代表显著性 ($p < 0.05$)。图 2~4 同。

进样浓度对全营养特医食品 Vc 包埋率和油脂包

埋率的影响如图 1a 和 1b 所示, 随着进样浓度的上升, Vc 包埋率和油脂包埋率均呈现先上升后下降的趋势, 在进样浓度为 24% 时 Vc 包埋率最高达到 81.84%, 油脂包埋率最高可到 93.71%。当进样浓度较小时, 料液中水分含量较大, 干燥过程需要大量的蒸发热, 蒸发不完全, 粉体易呈半湿状态粘在干燥室内导致出粉率下降^[12]。同时由于水分的存在, 会导致蛋白质与麦芽糊精形成的膜结构不紧密使维生素和油脂的包埋率低。随着进样浓度的增大, 乳液黏度升高, 可在较短的时间内形成“外壳”, 芯材难以扩散到干燥的颗粒表面, 包埋效果增强^[8]。但浓度过大会导致表面粉体形成的壁囊破裂, 从而减弱对维生素和油脂的包埋效果。

2.1.2 进风温度对全营养特医食品 Vc 包埋率和油脂包埋率的影响

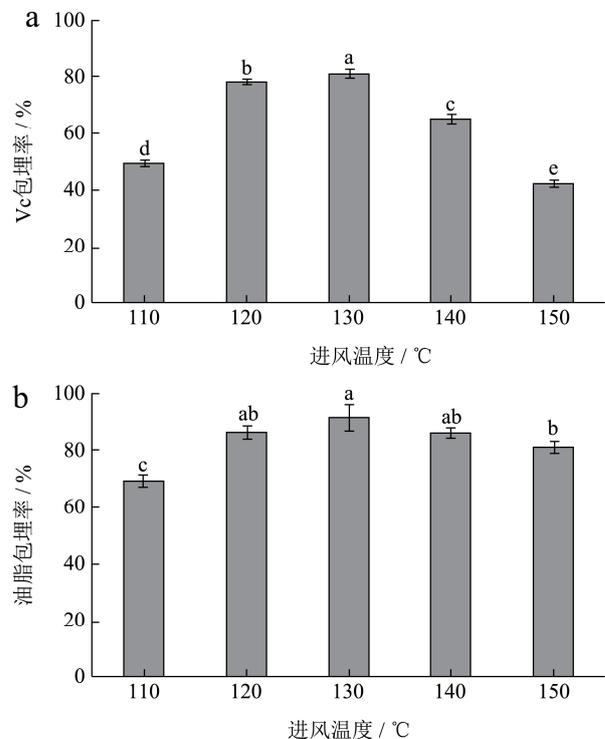


图 2 进风温度对 Vc (a) 和油脂包埋率 (b) 的影响

Fig.2 Effect of inlet temperature on Vc embedding rate and oil embedding rate

由图 2 可知, 当进风温度由 110 $^{\circ}\text{C}$ 升高至 150 $^{\circ}\text{C}$ 时, 全营养特医食品 Vc 和油脂包埋率均呈现先增加后减小的过程, 130 $^{\circ}\text{C}$ 时 Vc 包埋率达到 80.99%, 油脂包埋率可高达 94.21%。当进风温度较低时, 液滴中的水分蒸发速度慢, 不能形成紧密的壁囊^[13], 这与马云标^[14]探究喷雾干燥进风温度影响维生素 E 包埋率的趋势一致。进风温度过高, 粉体内水分蒸发速度加快, 壁囊产生裂纹以及凹陷, 壁材的成膜性降低, 导致芯材从内部扩散到表面, 使 Vc 和油脂包埋率下降^[15], 且暴露在外的维 C 属于热敏性维生素, 高温易使其流

失^[16]。

2.1.3 进样速度对全营养特医食品 Vc 包埋率和油脂包埋率的影响

由图3可知,进样速度从5 mL/min升高至15 mL/min时,全营养特医食品Vc包埋率和油脂包埋率均呈现先增加后减少的趋势。进样速度为12.5 mL/min时, Vc包埋率高达79.96%, 油脂包埋率为92.97%。当进样速度缓慢时,由于液滴直径小,液滴表面迅速干燥形成硬壳,内部水分向外扩散的阻力增大,粉体表面破裂, Vc和油脂的包埋率下降^[17]。当进样速度过快时,液滴直径变大,水分难以干燥完全,蛋白质与麦芽糊精结合形成的壁囊紧密性和强度不够,使维生素和油脂的包埋效果变差。

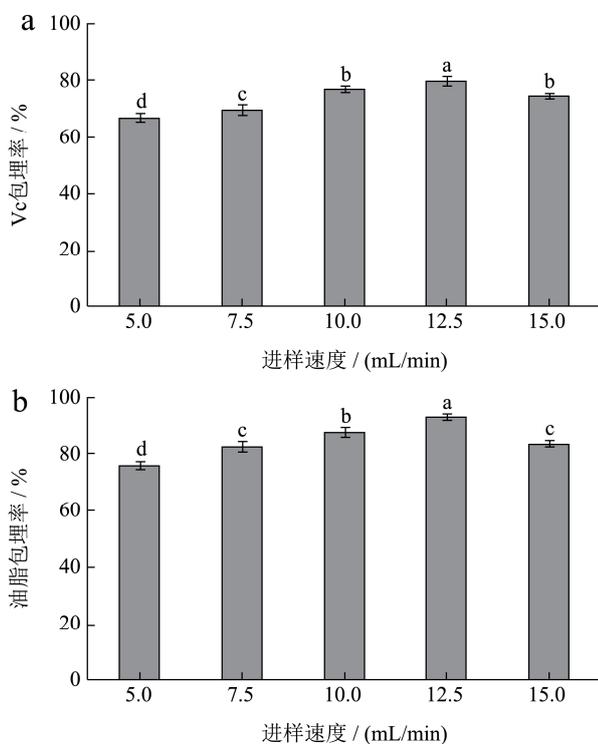


图3 进样速度对 Vc (a) 和油脂包埋率 (b) 的影响

Fig.3 Effect of feed speed on Vc embedding rate and oil embedding rate

2.1.4 风速对全营养特医食品 Vc 包埋率和油脂包埋率的影响

风速表示单位时间内通入干燥腔的风量,风速较低时,粉体在干燥腔中停留时间较长,容易造成粉体表面干燥过度形成硬壳,油脂包埋率较低。当风速为30 Hz时,油脂包埋率为93.22%,超过30 Hz时,液滴在干燥腔内的时间变短,不能干燥充分,导致其大量粘附在蒸发瓶内壁上^[12],粉体壁囊紧密性差,使油脂的包埋率下降。由于维生素的芯壁比远小于油脂的芯壁比,故风速对全营养特医食品 Vc 包埋率的影响不显著,但对油脂包埋率的影响显著。

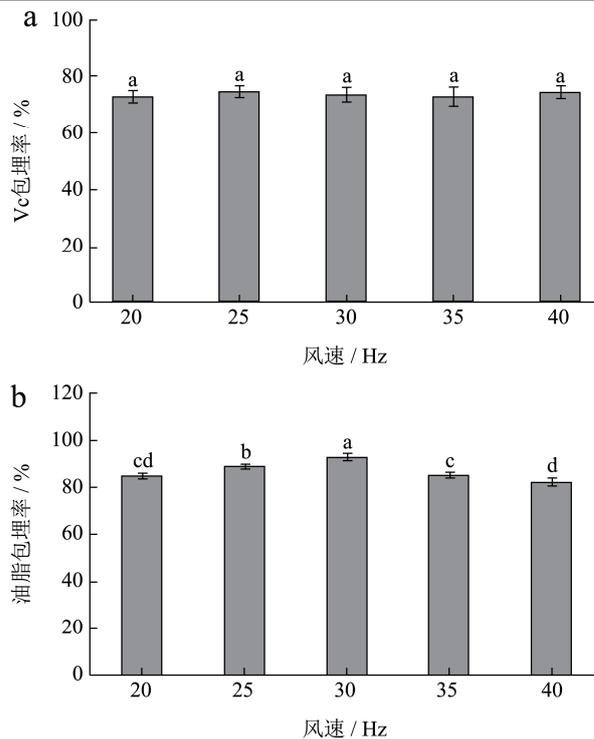


图4 风速对 Vc (a) 和油脂包埋率 (b) 的影响

Fig.4 Effect of air speed on Vc embedding rate and oil embedding rate

2.2 响应面试验结果

在单因素实验结果的基础上,以 Vc 包埋率和油脂包埋率为指标,根据 Box-Behnken 设计方案,对粉剂型全营养特医食品进行四因素三水平响应面分析试验,结果见表2。

2.2.1 Vc 包埋率和油脂包埋率回归方程及方差分析

采用 Design Expert 8.0.6 对表2的结果进行响应面分析,得出 Vc 包埋率 (Y_1) 对进样浓度 (A)、进风温度 (B)、进样速度 (C)、风速 (D) 的二次多项回归方程 $Y_1=79.30-4.90A+1.72B+3.48C+0.10D+3.70AB+2.32AC+0.38AD-4.23BC-2.23BD+0.99CD-2.95A^2-5.74B^2-2.73C^2-2.47D^2$ 。

由方差分析表3可知,二次多项回归方程模型极显著 ($p<0.0001$),失拟项无显著性差异 ($p=0.4428$),说明该模型能充分拟合,与粉剂型全营养特医食品的 Vc 包埋率的实际拟合程度无显著差异。因此可以采用该回归方程预测粉剂型全营养特医食品喷雾干燥的最佳工艺参数。由显著性分析可知,四个因素对粉剂型全营养特医食品 Vc 包埋率的影响程度为:进样浓度>进样速度>进风温度>风速。

采用 Design Expert 8.0.6 对表2的结果进行响应面分析,得出油脂包埋率 (Y_2) 对进样浓度 (A)、进风

温度 (B)、进样速度 (C)、风速 (D) 的二次多项回归方程 $Y_2=91.94+3.02A+2.55B+1.76C+1.96D+2.51AB+2.38AC-4.86AD+2.37BC+3.53BD+2.62CD-6.32A^2-4.47B^2-5.15C^2-6.26D^2$ 。

由方差分析表 4 可知, 二次多项回归方程模型极显著 ($p<0.0001$), 失拟项无显著性差异 ($p=0.2250$), 说明该模型能充分拟合, 与粉剂型全营养特医食品的油脂包埋率的实际拟合程度无显著差异。因此可以采用该回归方程预测粉剂型全营养特医食品喷雾干燥的最佳工艺参数。四个因素对粉剂型全营养特医食品油脂包埋率的影响程度为: 进样浓度>进风温度>风速>进样速度。

2.2.2 优化条件验证试验

利用软件 Design-Expert 10.0.4 对模型回归方程对 Y1、Y2 进行计算, 得到粉剂型全营养特医食品的最佳喷雾干燥工艺参数为: 进样浓度 24%、进风温度 132 °C、进样速度 13.5 mL/min、风速 31 Hz。该工艺制备的全营养特医食品 Vc 包埋率和油脂包埋率为 79.98%和 92.82%。考虑到实际操作的局限, 修正为: 进样浓度 24%、进风温度 132 °C、进样速度 13.5 mL/min、风速 30 Hz。在此条件下进行三次喷雾干燥平行试验, 该工艺制备的全营养特医食品 Vc 包埋率和油脂包埋率为 79.72%和 92.25%。该结果与预测值误差较小, 因此, 此响应模型及相关参数准确可靠, 能够预测试验的最佳条件, 可用于粉剂型全营养特医食品的喷雾干燥实验中。

表 2 Vc 和油脂包埋率正交实验结果

Table 2 The result of experiment on Vc embedding rate and oil embedding rate

实验号	进样浓度/%	进风温度/°C	进样速度/(mL/min)	风速/Hz	Vc 包埋率/%	油脂包埋率/%
1	1	2	3	2	78.11	78.22
2	2	2	1	1	70.46	81.15
3	2	1	3	2	77.76	77.55
4	2	2	3	3	77.92	88.08
5	2	3	2	1	76.40	78.61
6	3	2	3	2	76.91	88.52
7	2	3	3	2	72.27	87.38
8	1	3	2	2	75.37	79.45
9	1	2	2	1	78.33	68.38
10	2	2	2	2	79.84	92.46
11	1	2	1	2	77.93	78.53
12	3	2	2	3	69.07	76.35
13	2	2	2	2	80.47	90.14
14	2	2	2	2	75.01	89.94
15	2	1	1	2	59.82	77.75
16	2	3	1	2	71.24	78.08
17	2	2	2	2	80.82	93.47
18	1	1	2	2	77.67	79.71
19	2	3	2	3	71.00	90.58
20	2	2	1	3	69.37	81.29
21	1	2	2	3	78.22	79.57
22	2	1	2	1	69.67	80.25
23	3	2	2	1	67.66	84.59
24	2	2	2	2	80.37	93.69
25	3	1	2	2	56.62	80.76
26	2	2	3	1	75.03	77.45
27	2	1	2	3	73.17	78.08
28	3	2	1	2	67.44	79.32
29	3	3	2	2	69.13	90.56

表3 Vc 包埋率回归模型及方差分析表

Table 3 The regression model and variance analysis table on Vc embedding rate

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	896.87	14	64.06	9.16	<0.0001	**
进样浓度 (A)	288.12	1	288.12	41.21	<0.0001	**
进风温度 (B)	35.71	1	35.71	5.11	0.0403	*
进样速度 (C)	145.14	1	145.14	20.76	0.0004	**
风速 (D)	0.12	1	0.12	0.017	0.8976	
AB	54.83	1	54.83	7.84	0.0142	*
AC	21.58	1	21.58	3.09	0.1008	
AD	0.58	1	0.58	0.083	0.7780	
BC	71.49	1	71.49	10.22	0.0665	**
BD	19.80	1	19.80	2.83	0.1146	
CD	3.96	1	3.96	0.57	0.4642	
A ²	56.47	1	56.47	8.08	0.0131	
B ²	213.94	1	213.94	30.60	<0.000	
C ²	48.19	1	48.19	56.89	0.0200	
D ²	39.59	1	39.59	5.66	0.0321	
残差	97.89	14	6.99			
失拟	74.37	10	7.44	1.26	0.4428	
误差	23.52	4	5.88			
总和	994.76	28				

注: **表示极显著 ($p<0.01$); *表示显著 ($p<0.05$)。表4同。

表4 油脂包埋率回归模型及方差分析表

Table 4 The regression model and variance analysis table on oil embedding rate

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	p值	显著性
模型	1041.87	14	74.42	12.15	<0.0001	**
进样浓度 (A)	109.44	1	109.44	17.87	0.0008	**
进风温度 (B)	77.83	1	77.83	12.71	0.0031	**
进样速度 (C)	37.03	1	37.03	6.05	0.0276	*
风速 (D)	46.10	1	46.10	7.53	0.0158	*
AB	25.30	1	25.30	4.13	0.0615	
AC	22.61	1	22.61	3.69	0.0753	
AD	94.38	1	94.38	15.41	0.0015	**
BC	22.56	1	22.56	3.68	0.0756	
BD	49.98	1	49.98	8.16	0.0127	*
CD	27.51	1	27.51	4.49	0.0524	
A ²	258.85	1	258.85	42.27	<0.0001	
B ²	129.44	1	129.44	21.13	0.0004	
C ²	171.84	1	171.84	28.06	0.0001	
D ²	254.56	1	254.56	41.57	<0.0001	
残差	85.74	14	6.12			
失拟	72.83	10	7.28	2.26	0.2250	
误差	12.91	4	3.23			
总和	1127.61	28				

表5 本加工工艺对混合均匀度的影响

Table 5 Influence of spray drying on uniformity

加工工艺	吸光度平均值 \bar{X}	标准差 S	变异系数 CV/%	混合均匀度 M/%
本加工工艺	0.0914	0.0007	0.7237	99.6762
普通干法混合 (ck)	0.1037	0.0086	8.2733	91.7367

2.3 本加工工艺条件下特医食品产品的分析

2.3.1 混合均匀性

本加工工艺和普通干法混合对全营养特医食品混合均匀性的影响如表5所示,采用V型混料机干法混合制备的全营养特医食品,其变异系数CV为8.27%,混合均匀度达到91.74%;本加工工艺条件下的粉剂型全营养特医食品其变异系数CV仅为0.72%,混合均匀度可高达99.68%。这表明本加工工艺条件下的特医食品具有更好的混合均匀性。

2.3.2 微观结构

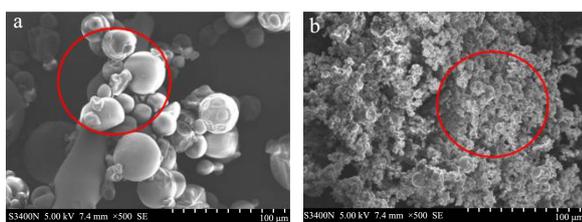


图5 不同加工工艺特医食品产品扫描电镜图

Fig.5 Scanning electron microscopy of special medical food products with different processing techniques

注: a: 普通干法混合 (ck); b: 本加工工艺。

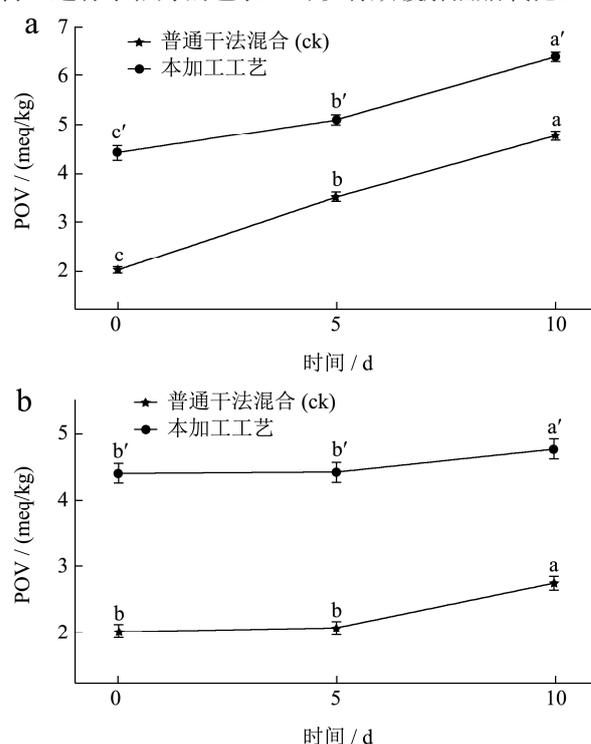
普通干法混合和本加工工艺条件下的特医食品粉体微观结构如图5所示,由图5a可以看出干法加工的粉体大小颗粒混杂,分布不均匀,这是由于干法加工是将单体营养素直接混合制成,各营养素原料在粒度大小、密度等性质上存在差异,且加工过程中混料机的型号、原料添加顺序、混料时间的不同,导致其在扫描电镜下呈现粒子大小不一的状态。与干法加工不同,本加工工艺是将预剪切、均质混合均匀的全营养乳剂进行喷雾干燥,所制得的粉剂型全营养特医食品如图5b所示,粉体粒径较小、大小一致、分布均匀,但由于水在喷雾干燥过程中快速蒸发,颗粒表面形成皱缩现象。Santos^[18]用喷雾干燥工艺制备蓝莓粉,其扫描电镜图中粉体外观呈无定形和不规则的形状,有不同大小的团聚体和皱缩现象,与本研究结果一致。

2.4 本加工工艺条件下特医食品产品储藏期

间分析

2.4.1 过氧化值变化

本加工工艺和普通干法混合制备的特医食品产品在不同储藏条件下过氧化值的变化如图6所示。过氧化值表示脂肪氧化的初级程度,是衡量脂肪以及氧化产物的指标。由6a可知,高温对过氧化值影响最为显著,干法和湿法加工的样品在高温环境下储藏10d后,过氧化值分别升高137.00%和45.31%,而在高湿环境下(6b)储藏10d后,过氧化值分别升高35.50%和9.15%;开袋使用后,特医食品过氧化值在4℃和25℃条件下储藏的变化趋势如6c和6d所示,开封后在4℃条件下储藏10d,干法和湿法加工的特医食品过氧化值分别升高15.00%和5.95%,而在25℃条件下储藏10d后,过氧化值分别升高了100.00%和14.87%。以上结果表明,样品在四种不同储藏条件下储藏10d后,干法混合加工样品的过氧化值升高程度均高于本加工工艺,这表明本加工工艺相比于干法混合能有效抑制特医食品的脂肪氧化。黄兴旺^[19]曾探究婴幼儿配方奶粉在储藏过程中脂肪氧化情况,发现脂肪的氧化程度随温度的上升而增加,这与本研究结果一致。喷雾干燥的高温使液滴在短时间内形成“外壳”,对“芯材”进行了很好的包裹,可以有效缓解油脂氧化。



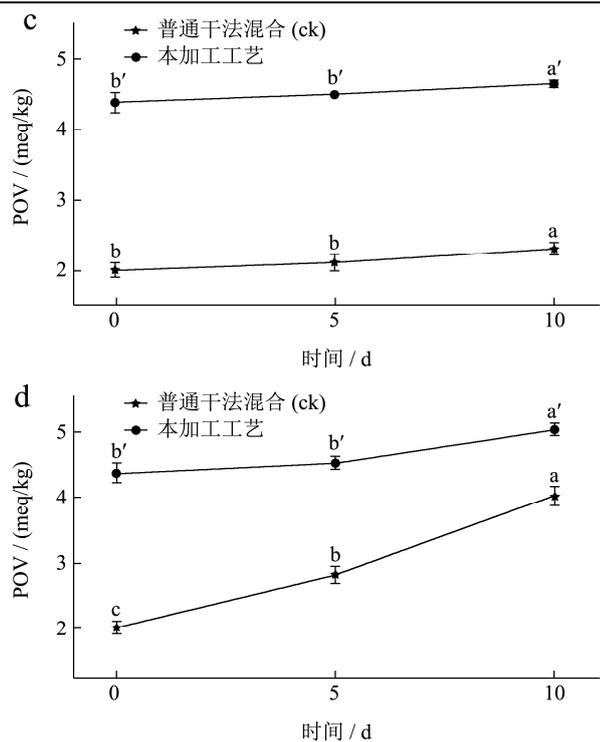


图6 不同储藏条件下样品过氧化值的变化

Fig.6 Variation of POV during storage under different storage condition

注: a: 高温条件下储藏产品 POV 值变化图; b: 高湿条件下储藏产品 POV 值变化图; c: 开袋下 4 °C 条件下储藏产品 POV 值变化图; d: 开袋下 25 °C 条件下储藏产品 POV 值变化图。图中竖线表示标准误差 (±SD); 不同字母代表显著性 (p < 0.05)。

2.4.2 Vc 变化

本加工工艺和普通干法混合制备的特医食品在不同储藏条件下 Vc 含量的影响如图 7 所示。由 7a 和 7b 可知, 普通干法混合和本加工工艺条件下的特医食品在高温环境下储藏 10 d 后, Vc 损失率可高达 34.49% 和 20.01%, 在高湿环境下储藏 10 d 后, Vc 损失率为 18.36% 和 4.28%; Vc 是热敏性物质, 温度对其影响较大。开袋使用后, 特医食品的 Vc 损失率在 4 °C 和 25 °C 条件下储藏的变化趋势如 7c 和 7d 所示, 开封后在 4 °C 条件下储藏 10 d, 普通干法混合和本加工工艺条件下的特医食品 Vc 损失率分别为 2.60% 和 2.77%, 而在 25 °C 条件下储藏 10 d 后, Vc 损失率为 24.32% 和 5.29%。以上结果表明, 在不同储藏条件下, 本加工工艺比干法混合更能有效抑制特医食品 Vc 的损失。王冬梅等^[20]曾对婴幼儿奶粉中 Vc 稳定性进行研究, 发现 60 °C 的条件会使奶粉中的 Vc 迅速降低, 1 个月 后仅为原 Vc 含量的 46.11%, 且开封后奶粉中的 Vc 衰减率显著升高, 这与本研究结果一致。喷雾干燥法是将芯材 Vc 分散到壁材溶液中, 通过均质形成乳液, 然后在高温气流中将乳液雾化、使溶解壁材的

溶剂迅速蒸发, 壁材固化并最终将 Vc 微胶囊化, 从而减缓 Vc 的损失^[14]。

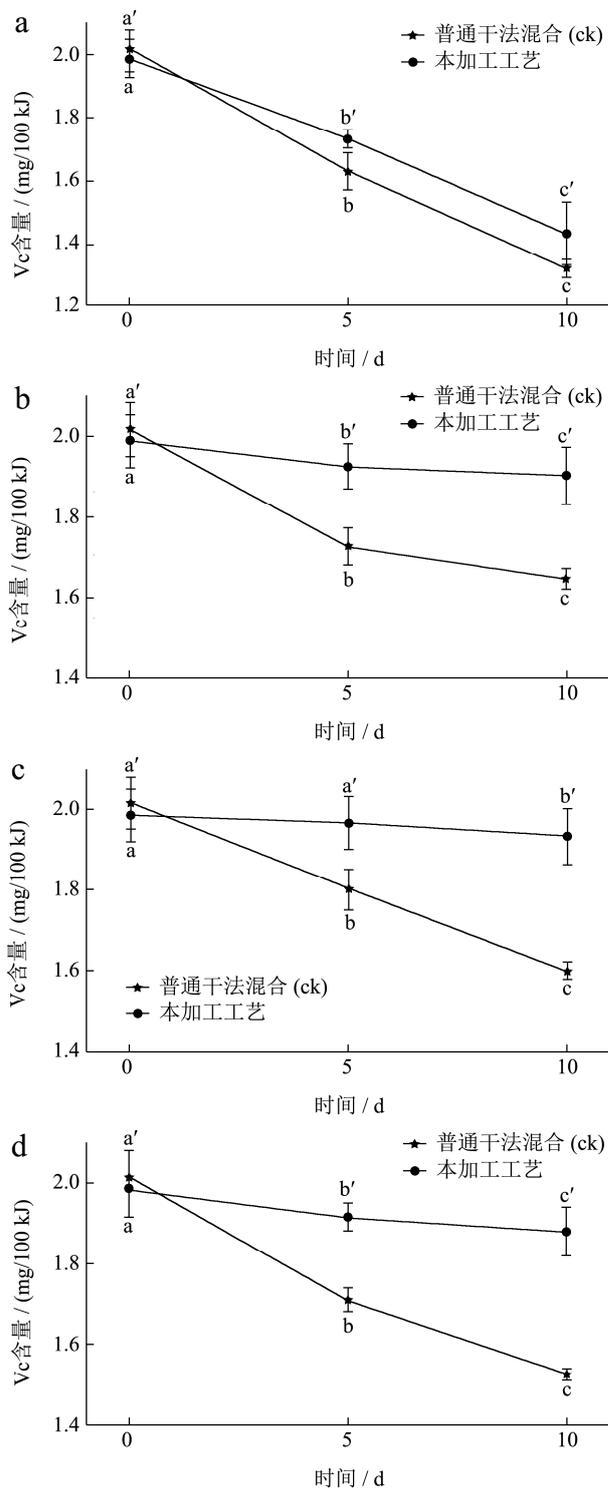


图7 不同储藏条件下样品 Vc 含量的变化

Fig.7 Variation of vitamin C during storage under different storage condition

注: a: 高温条件下储藏产品 Vc 含量变化图; b: 高湿条件下储藏产品 Vc 含量变化图; c: 开袋 4 °C 条件下储藏产品 Vc 含量变化图; d: 开袋 25 °C 条件下储藏产品 Vc 含量变化图。图中竖线表示标准误差 (±SD); 不同字母代表显著性 (p < 0.05)。

3 结论

采用单因素试验和响应面试验,确定了粉剂型全营养特医食品的最佳喷雾干燥工艺参数为:进样浓度24%、进风温度132℃、进样速度13.5 mL/min、风速30 Hz。该工艺制备的全营养特医食品Vc包埋率和油脂包埋率为79.72%和92.25%。相较于普通干法混合,本加工工艺条件下制备的粉体混合均匀性更佳,粉体粒径较小、大小一致,在不同加速储藏试验(高温、高湿、开袋)条件下油脂不易氧化,Vc具有更好的稳定性。本研究结果可为粉剂型全营养特医食品加工制备提供技术支持。

参考文献

- [1] GB 29922-2013,特殊医学用途配方食品通则[S]
GB 29922-2013, General Rules for Formula Foods for Special Medical Purposes [S]
- [2] Koronowicz A A, Mariola D, Barbara W, et al. The effect of "NutramilTM Complex," food for special medical purpose, on breast and prostate carcinoma cells [J]. PloS One, 2018, 13(2): e0192860
- [3] Cordier J L, Farber J M, Forsythe S J. Production of Powdered Infant Formulae and Microbiological Control Measures [M]. 2008
- [4] 麻开香,张美萍,吴帅,等.特殊医学用途配方食品干法混合工艺研究及其与湿法工艺的对比[J].现代食品科技,2019, 35(1):215-220
MA Kaixiang, ZHANG Meiping, WU Shuai, et al. Dry mixing process of foods for special medical purposes and its comparison with wet process and dry-wet process [J]. Modern Food Science and Technology, 2019, 35(1): 215-220
- [5] Yan B, Davachi S M, Ravanfar R, et al. Improvement of vitamin C stability in vitamin gummies by encapsulation in casein gel [J]. Food Hydrocolloids, 2021, 113: 106414
- [6] 姚翮,陶宁萍,王锡昌.喷雾干燥法制取油脂微胶囊技术研究进展[J].现代食品科技,2007,(23)12:85-89
RAO Xuan, TAO Ningping, WANG Xichang. Progress of lipid microencapsulation by spray-drying [J]. Modern Food Science and Technology, 2007, (23)12: 85-89
- [7] Laohasongkram K, Mahamaktudsanee T, Chaiwanichsiri S. Microencapsulation of macadamia oil by spray drying [J]. Procedia Food Science, 2011, 1: 1660-1665
- [8] 汪鸿,张亮,赵晶,等.喷雾干燥法制备微胶囊化松籽油粉末油脂[J].粮食与油脂,2020,295(11):74-77
WANG Hong, ZHANG Liang, ZHAO Jing, et al. Preparation of microencapsulated powder oil of pine seed oil by spray drying [J]. Grain and Oil, 2020, 295(11): 74-77
- [9] 李纲,孟宪刚,康燕莉.Vc 微胶囊化包埋工艺研究[J].应用化工,2013,42(3):404-409
LI Gang, MENG Xiangang, KANG Yanli. The research of vitamin C microencapsulation embedding technology [J]. Applied Chemical Industry, 2013, 42(3): 404-409
- [10] Shamaei S, Seie D, Lou S S, Aghbashlo M, et al. Microencapsulation of walnut oil by spray drying: effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules [J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2017, 39: 101-112
- [11] 李红艳,邓泽元,李静,等.不同脂肪酸组成的植物油氧化稳定性的研究[J].食品工业科技,2010,1:173-175
LI Hongyan, DENG Zeyuan, LI Jing, et al. Study on oxidative stability of plant oils with different fatty acid composition [J]. Science and Technology of Food Industry, 2010, 1: 173-175
- [12] 于倩楠.山药粉喷雾干燥加工关键技术研究[D].保定:河北农业大学,2018
YU Qiannan. Research on the key technology of spray drying of yam powder [D]. Baoding: Agricultural University of Hebei, 2018
- [13] 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
WU Longkun, XIAO Zhigang. Preparation of microencapsulated soybean germ oil powder oil by spray drying [J]. Science and Technology of Food Industry, 2017, 38(24): 159-164
- [14] 马云标.维生素 E 微胶囊的制备及其性质的研究[D].无锡:江南大学,2009
MA Yunbiao. Study on preparation and properties of vitamin E microcapsules [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2009
- [15] Tuyen C, Nguyen M H, Roach P D, et al. Microencapsulation of gac oil: optimisation of spray drying conditions using response surface methodology [J]. Powder Technology, 2014, 264: 298-309
- [16] Habtegebriel H, Wawire M, Sila D. The effect of pretreatment (spray drying) on the yield and selected nutritional components of whole camel milk powder [J]. Journal of Food Science, 2018, 83(10-12): 2983-2991

(下转第 126 页)