

紫苏油含量对乳清蛋白/花椒麻素乳液性质的影响

潘玥蒙, 王豪缘, 曾志龙, 罗敬, 鲁嫚嫚, 田友明, 薛梅, 刘雄

Effects of Perilla Oil Content on the Characteristics of Whey Protein/ Sanshoamides Emulsion

PAN Yuemeng, WANG Haoyuan, ZENG Zhilong, LUO Jing, LU Manman, TIAN Youming, XUE Mei, and LIU Xiong

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024050228>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

两种不同多糖对油菜籽油体乳液稳定性的影响

Effect of Two Different Polysaccharides on the Stability of Emulsion Formed by Rapeseed Oil Bodies

食品工业科技. 2024, 45(1): 37-45 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2022090199>

米糠蛋白-亚麻籽油乳液体系构建及其稳定性研究

Construction and Stability of Rice Bran Protein-Flaxseed Oil Emulsion System

食品工业科技. 2022, 43(15): 234-243 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021110161>

盐离子对大豆乳清混合蛋白乳液的稳定性及界面特性的影响

Effect of Salt Ion on the Stability and Interfacial Adsorption Characteristics of Soybean-Whey Mixed Protein Emulsion

食品工业科技. 2021, 42(6): 22-28 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020060098>

羧甲基纳米纤维素稳定的低油相Pickering乳液凝胶的制备及性质分析

Preparation and Property Analysis of Carboxymethyl Nanocellulose Stabilized Low Oil Phase Pickering Emulsion Gels

食品工业科技. 2023, 44(10): 70-77 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2022070180>

椰子油纳米乳液制备工艺优化及其稳定性分析

Optimization of Preparation Technology and Stability Analysis of Coconut Oil Nanoemulsion

食品工业科技. 2023, 44(9): 10-19 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2022100110>

基于内源性磷脂-乳清分离蛋白交互作用的磷虾油乳液稳定性研究

The Stability of Krill Oil Emulsion Based on Interaction of Endogenous Phospholipids with Whey Protein Isolate

食品工业科技. 2021, 42(24): 68-76 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021040132>



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

潘玥蒙, 王豪缘, 曾志龙, 等. 紫苏油含量对乳清蛋白/花椒麻素乳液性质的影响 [J]. 食品工业科技, 2025, 46(8): 95–103. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024050228

PAN Yuemeng, WANG Haoyuan, ZENG Zhilong, et al. Effects of Perilla Oil Content on the Characteristics of Whey Protein/Sanshoamides Emulsion[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(8): 95–103. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024050228

· 研究与探讨 ·

紫苏油含量对乳清蛋白/花椒麻素乳液性质的影响

潘玥蒙¹, 王豪缘¹, 曾志龙¹, 罗 敬¹, 鲁嫚嫚¹, 田友明², 薛 梅³, 刘 雄^{1,*}

(1. 西南大学食品科学学院, 重庆 400715;

2. 重庆市江津区农业技术推广中心, 重庆 402260;

3. 重庆市江津区多种经营技术推广中心, 重庆 402260)

摘要:为提高花椒麻素的稳定性和拓展其应用, 本研究采用乳清蛋白(Whey protein, WP)为乳化剂, 制备紫苏油乳液, 用于花椒麻素的负载, 以改善其稳定性。研究 40%~80% 油相体积分数(v/v)对乳液的形成及结构的影响, 分析负载花椒麻素乳液的微观结构、粒径、流变特性和稳定性等。微观结果表明, 乳液具有良好的乳滴特征, 为其稳定性提供了物理基础。添加 70% 紫苏油含量的乳液液滴分布均匀, 粒径较小, Zeta 电位绝对值较高, 乳化能力更强, 同时其表现出优异的离心稳定性和热稳定性。通过流变分析测定发现, 乳液表现出类弹性行为和剪切变稀现象。贮藏 21 d 后, 含 70% 紫苏油的乳液仍未发生分层, 表现出较高的贮藏稳定性和氧化稳定性。与游离花椒麻素相比, WP-紫苏油基乳液负载后的脂质氧化速度减缓, 且花椒麻素的保留率提升, 其中 70% 紫苏油含量乳液随着贮藏时间的延长, 降解率较低。综上所述, 适当增加花椒麻素乳液中的油含量可以提高花椒麻素的稳定性, 同时增强了乳液的稳定性, 并减缓了脂质氧化速率。本研究旨在为花椒麻素的负载和递送提供理论依据, 为构建高稳定性乳液体系提供技术参考。

关键词: 花椒麻素, 紫苏油, 乳液, 稳定性, 油相体积分数

中图分类号: TS201.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2025)08-0095-09

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2024050228



本文网刊:

Effects of Perilla Oil Content on the Characteristics of Whey Protein/Sanshoamides Emulsion

PAN Yuemeng¹, WANG Haoyuan¹, ZENG Zhilong¹, LUO Jing¹, LU Manman¹, TIAN Youming²,

XUE Mei³, LIU Xiong^{1,*}

(1. College of Food Science, Southwest University, Chongqing 400715, China;

2. Chongqing Jiangjin District Agricultural Technology Extension Center, Chongqing 402260, China;

3. Chongqing Jiangjin Diversified Business Technology Promotion Center, Chongqing 402260, China)

Abstract: To enhance the stability and application of sanshoamides by preparing perilla oil emulsions using whey protein (WP) as an emulsifier to enhance their stability. Effects of 40%~80% oil phase volume fractions (v/v) on the formation and structure of the emulsions were investigated, with the microstructure, particle size, rheological properties, and stability of the sanshoamide-loaded emulsions being analyzed. The emulsion-droplet characteristics of the emulsions were confirmed by microscopic analysis to underpin their stability. Uniform droplet distribution, smaller particle size, a higher absolute zeta potential, and improved emulsification ability were observed in the 70% perilla oil emulsion, along with high thermal and centrifugal stability. Elastic-like behavior and shear-thinning properties were observed in the emulsion through rheological

收稿日期: 2024-05-27

基金项目: 重庆市技术创新与应用发展专项重点项目(CSTB2623TIAD-KPX0031)。

作者简介: 潘玥蒙(1999-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品化学与营养学, E-mail: panyuemeng1999@163.com。

* 通信作者: 刘雄(1970-), 男, 博士, 教授, 研究方向: 食品化学与营养学, E-mail: liuxiong848@hotmail.com。

analysis. No phase separation was detected in the 70% perilla oil emulsion after 21 d storage, demonstrating its high storage stability and resistance to oxidation. The degradation rate of the emulsion containing 70% perilla oil decreased over time during storage. In summary, the stability of both sanshoamides and the emulsion system was enhanced by increasing the oil content in the sanshoamide-loaded emulsion, with lipid oxidation also being slowed. A theoretical basis is provided for sanshoamide encapsulation and delivery, along with technical guidance for the construction of highly stable emulsion systems.

Key words: sanshoamides; perilla oil; emulsion; stability; oil volume fraction

花椒(*Zanthoxylum bungeanum* Maxim.)是著名的芸香科植物,广泛分布于中国大部分地区 and 东南亚部分地区^[1],是一种历史悠久的常用香料和传统中药成分。麻味是花椒的一个重要味道特征。花椒麻素作为花椒的主要麻味物质,由链状不饱和脂肪酸酰胺组成,是一种具有抗菌、抗氧化和抗炎等多种生物活性的天然物质^[2]。而作为一种脂溶性成分含有不饱和和双键,花椒麻素在室温下极不稳定,短暂暴露于空气中即可发生氧化反应,转变成黄色粘稠状态^[3]。同时花椒麻素具有强烈的气味和较低的水溶性,这可能会给水性食品的设计带来困难,并且对温度、pH 等加工条件敏感^[4]。因此,为提高花椒麻素在水中的分散性以及室温下的保藏稳定性,将其负载到乳液中可能是一种减少其刺激性和增加其生物可及性的有效途径。

微乳液和纳米乳液体系广泛用于提高疏水性成分的稳定性和利用度,通常通过高压均质机或超声波结合乳化剂、改变相/溶液条件等方法制备^[5]。水相对乳液的影响较小,而不同油相可能在重力诱导分离中发挥重要作用。油的特性如粘度,对乳液的液滴大小和稳定性有显著影响。FENG 等^[6]探讨了常见油相(包括大豆油、葵花籽油和玉米油等)对乳液稳定性的影响,发现由于葵花籽油粘度较低,其乳液表现出最小的粒径和最佳稳定性。油相的粘度决定了乳化过程的适应性,粘度越低,更有利于抑制油滴的上浮和聚集,从而提高乳液的稳定性^[6]。紫苏油是一种富含营养的食用油,主要由 α -亚麻酸组成,约占总脂肪酸含量的 54%~65%,还含有黄酮、多酚、甾醇、维生素 E 等多种天然成分,具有多种生理功效,如抗炎和心血管保护等^[7],有助于身体健康。与常见乳液油相中的葵花籽油、大豆油和玉米油相比,紫苏油的粘度更低,同时紫苏油的饱和脂肪酸含量也较大豆油和玉米油少,因此采用紫苏油可能更有望提高乳液的稳定性^[7]。此外,花椒麻素负载到紫苏油乳液中可能会与紫苏油发生协同效应,提高花椒麻素的稳定性。而乳液的稳定性也受乳化剂类型和油相体积分数等因素的影响,其中油相体积分数通过影响乳滴粒径分布、氧化稳定性和流变特性,对乳液的理化性质和黏弹性产生较大影响^[8]。HEBISHY 等^[9]以常规乳液为研究对象,发现随着含油量的增加,乳滴粒径增大,同时流变行为从牛顿流体向剪切变稀流体转变。尽管已有研究用紫苏油制备乳液^[10],但将花椒麻素负载到

紫苏油中制备成乳液,探究是否可以提高其稳定性的研究尚缺乏。此外,大多研究都局限在花椒麻素的功效作用和提取分离上^[2],而对于提高其稳定性的研究尚欠缺。

基于此,本研究将乳清蛋白(Whey protein, WP)和紫苏油制备成乳液来负载花椒麻素,研究不同紫苏油含量对乳液的粒径、乳化活性、流变特性和稳定性以及花椒麻素稳定性的影响,以期为花椒麻素乳液产品的制备和应用提供科学参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

乳清蛋白、氯化亚铁 上海源叶生物科技有限公司;紫苏油 长春百工坊科贸有限公司;尼罗红 上海生工生物工程股份有限公司;尼罗蓝 A 荧光染料 上海麦克莱恩生化科技有限公司;花椒油树脂 郑州雪麦龙食品香料有限公司;薄层层析硅胶 GF-254 青岛海洋化工有限公司;无水乙醚 扬州三和化工有限公司;甲醇 成都市科隆化学品有限公司;石油醚 山东科源生化有限公司;十二烷基硫酸钠(SDS) 北京酷来搏科技有限公司;异丙醇、三氯甲烷 重庆川东化工有限公司;硫氰酸钾 成都市科龙化工试剂厂;所用其他化学药品均为分析纯。

XHF-DY 高速分散机 信智生物技术有限公司;DHR-1 流变仪 美国 TA 公司;Nano ZS90 纳米粒度及 Zeta 电位分析仪、Mastersizer 3000 激光粒度仪 英国马尔文公司;LSM800 激光共聚焦显微镜 卡尔蔡司光学(广州)公司;Phenom Pro-17 A0040 型扫描电镜 荷兰 Phenom World 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 花椒麻素的提取 参考任廷远^[11]的方法,并稍作修改。将精密称取的 20 g 花椒油树脂与 40 g 经 110 °C 活化 1 h 的薄层层析硅胶 GF-254 混合,搅拌均匀。再加入无水乙醚 200 mL,静置后磁力搅拌混合 2 h,抽滤,弃去滤液。然后加入 5 倍体积的甲醇,密封后置于 55 °C 水浴锅中搅拌 6 h。加热结束后对提取物进行过滤,并在 50 °C 旋蒸,加入石油醚约 150 mL,再以 45 °C 回流提取约 10 h。最后收集上清液放入-20 °C 冰箱冷冻结晶,即为花椒麻素。

1.2.2 负载花椒麻素的 WP-紫苏油乳液制备 参考 CHEN 等^[12]的方法,并稍作修改。将 WP 溶于去离子水中搅拌 2 h 获得最终浓度为 1.0% 的溶液,并在

4 ℃ 中过夜以确保完全水化。将花椒麻素溶于紫苏油中使其浓度为 0.05%, 然后在超声功率 60% 下超声处理 20 min, 室温下搅拌 30 min。将含花椒麻素的紫苏油缓慢加入到水相中, 在 10000×g 的转速下均质 3 min。根据乳液中含有不同含量的紫苏油(40%、50%、60%、70%、80%), 将样品命名为 WP-40、WP-50、WP-60、WP-70 和 WP-80。

1.2.3 乳液类型 参考 HU 等^[13]的方法, 并稍作修改。通过观察一滴乳液加入到油或水中时发生的情况, 推断乳液的类型。对于 O/W 型乳液, 当滴加到水中时分散, 相反当滴加在油中时乳滴仍然团聚。

1.2.4 乳液的微观结构

1.2.4.1 光学显微镜 参考 DING 等^[14]的方法, 并稍作修改。将 10 μL 乳液滴加到玻璃微玻片上, 然后分别在 0、5、20 d 对这些样品进行观察, 物镜放大倍数为 20×, 标尺为 100 μm。

1.2.4.2 激光共聚焦扫描显微镜 (CLSM) 参考 HU 等^[13]的方法, 并稍作修改。将 0.1% 的尼罗红和 0.1% 的尼罗蓝 A 以 1:1 的比例充分混合。用混合染料对乳液进行温和染色, 配备氩气和 HeAr 激光器 (Ex=488 nm, Em=633 nm) 对这些样品进行观察, 物镜放大倍数为 20×, 标尺为 20 μm。

1.2.5 乳液的表征

1.2.5.1 粒径和 Zeta (ζ)-电位 参考 DU 等^[15]的方法, 并稍作修改。使用激光粒度仪测量室温 (25 ℃) 下乳滴尺寸分布。水和紫苏油的折射率分别为 1.33 和 1.47, 根据尺寸分布测量值结果, 将平均乳滴尺寸报告为体积平均直径 ($d_{4,3}$) 或表面平均直径 ($d_{3,2}$); 在测量 Zeta 电位之前, 样品用去离子水稀释 20 倍, 在室温下以 90° 的固定散射角进行测量。

1.2.5.2 乳析指数 参照 HAN 等^[16]的方法, 并稍作修改。通过乳析指数 (CI) 分析乳液的乳析稳定性, 根据下列公式计算 CI:

$$CI(\%) = \frac{H_s}{H_t} \times 100 \quad \text{式 (1)}$$

式中, H_s 为乳化层高度 (cm), H_t 为总乳液高度 (cm)。

1.2.5.3 乳化活性指数 参照 MOZAFARPOUR 等^[17]的方法, 并稍作修改。均质后立即从试管底部取 50 μL 乳液, 用 5 mL SDS (1 mg/mL) 稀释, 在 500 nm 波长下测定乳液的吸光度。使用以下公式计算乳化活性指数 (EAI):

$$EAI(m^2/g) = DF \times \frac{2 \times 2.303 \times A_0}{[c \times (1 - \theta) \times 10^4]} \quad \text{式 (2)}$$

式中, A_0 为匀浆后立即稀释乳液的吸光度; DF 为稀释倍数 100; c 为乳液形成前水相中蛋白的含量 (g/mL); θ 为乳化液的油相体积分数。

1.2.5.4 流变特性 参照 CHENG 等^[18]的方法, 并

稍作修改。夹具直径为 25 mm, 测试温度为 25 ℃。间隙高度 1 mm, 在 25 ℃, 0.1~100 Hz 的频率范围内, 固定应变范围为 0.1%, 测量样品的储能模量 (G') 和损耗模量 (G'')。然后在剪切速率范围内 (0.1~100 s^{-1}) 进行剪切扫描, 测定样品的粘度。

1.2.6 乳液的稳定性

1.2.6.1 离心稳定性 参考 HU 等^[13]的方法, 并稍作修改。取 3 mL 乳液于离心管中, 在 8000 r/min 离心 20 min。移出分离的紫苏油, 并记录乳液质量的变化和离心后的 CI。根据公式 (1) 计算 CI, 根据式 (3) 计算 m :

$$m(mg) = m_1 - m_2 \quad \text{式 (3)}$$

式中, m 为离心后上层乳液中析出紫苏油的质量 (mg), m_1 为离心后乳液和离心管的总质量 (mg), m_2 为去除上层乳液中析出紫苏油后乳液和离心管的总质量 (mg)。

1.2.6.2 热稳定性 参照 ARIYAPRAKAI^[19]的方法, 并稍作修改。将乳液在 95 ℃ 水浴中加热 30 min, 观察加热前后的外观, 同时测定乳液的微观结构和粒径。其中微观结构观察物镜放大倍数为 20×, 标尺为 100 μm。

1.2.6.3 贮藏稳定性 参照 WANG 等^[20]的方法, 并稍作修改。在 4 ℃ 条件下贮藏 20 d 测定乳液的 CI。根据公式 (1) 计算 CI。

1.2.6.4 氧化稳定性 参考 DU 等^[15]的方法, 并稍作修改。在第 0、3、7、14 和 21 d, 使用过氧化值 (POV) 方法测量脂质氧化情况。以花椒麻素直接溶解在紫苏油中为对照组, 取 0.5 g 样品于离心管中, 加入 2 mL 石油醚-异丙醇溶剂混合液 (3:1, v:v), 在 3000 r/min 离心 2 min。移取 1 mL 上清液于 10 mL 试管中, 加入 50 μL 硫氰酸钾和 50 μL 氯化亚铁溶液, 再用三氯甲烷-甲醇混合液 (7:3, v:v) 稀释至试管刻度。最后静置 5 min, 以三氯甲烷-甲醇混合液作为空白对照。并根据下式计算 POV:

$$POV(mmol/kg) = \frac{X_1 - X_2}{m \times \frac{V_1}{V_2} \times 55.8 \times 2} \quad \text{式 (4)}$$

式中, X_1 为由标准曲线计算得到的样品中铁的质量 (μg); X_2 为根据标准曲线计算得到的试剂空白中铁的质量 (μg); m 为样品的质量 (g); V_1 为样品体积 (mL); V_2 为稀释后总体积 (mL); 55.8 为铁的相对原子质量; 2 为转换因子。

1.2.7 花椒麻素稳定性

1.2.7.1 花椒麻素标准曲线 将提取的花椒麻素用甲醇稀释成 0、25、50、75、100、125、150、175、200 μg/mL 不同浓度的系列样品溶液, 测定在 254 nm 处的吸光度值。吸光度值为纵坐标, 花椒麻素含量为横坐标绘制标准曲线, 溶剂甲醇作为空白。

1.2.7.2 花椒麻素包埋率 参照 HAN 等^[16]的方法,并稍作修改。在 200 μL 乳液中加入 1 mL 甲醇,随后将混合物在 14000 r/min 下离心 10 min,离心后取上清液 800 μL 与 200 μL 甲醇混匀。采用紫外可见分光光度法($\lambda=254\text{ nm}$)测定花椒麻素浓度。按式(5)计算包埋率(EE):

$$\text{EE}(\%) = \frac{\text{制备成乳液后花椒麻素含量}(\mu\text{mol/L})}{\text{制备成乳液前花椒麻素含量}(\mu\text{mol/L})} \times 100 \quad \text{式(5)}$$

1.2.7.3 花椒麻素保留率 以大豆油和紫苏油中直接溶解花椒麻素为对照,按照 1.2.7.2 提取并测定乳液中花椒麻素的含量。按式(6)计算花椒麻素保留率:

$$\text{保留率}(\%) = \frac{C}{C_0} \times 100 \quad \text{式(6)}$$

式中, C_0 为花椒麻素的初始含量($\mu\text{mol/L}$), C 为储存后花椒麻素的含量($\mu\text{mol/L}$)。

1.3 数据处理

数据采用 Excel 软件进行处理;使用 Origin 2022 软件绘图,同时采用 SPSS 26.0 软件对数据进行差异显著性分析,显著性水平 $P<0.05$,各组实验均进行 3 次平行。

2 结果与分析

2.1 乳液类型的判断

乳液可分为水包油型(O/W)和油包水型(W/O),O/W 乳液通常被认为是良好的油溶性生物活性递送系统,W/O 乳液可作为水溶性化合物的递送系统^[21]。图 1(a)中所有样品均分散在水中,图 1(b)中样品在

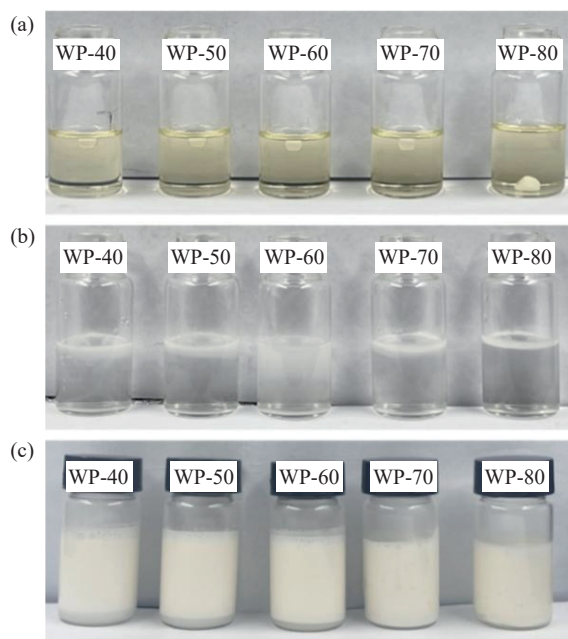


图 1 乳液的宏观照片

Fig.1 Macroscopic photographs of emulsions

注: (a): 乳液在油中的分散情况; (b): 乳液在去离子水中的分散情况; (c): 乳液的外观状态。

油中仍保持稳定状态。因此,所有样品均为水包油型。图 1(c)可看出乳液外观均呈现均一状态。

2.2 乳液的微观结构分析

2.2.1 光学显微镜分析 如图 2 所示,0 d 时,随着含油量的增加,乳滴先变大后变小,并呈现均一大小。而 WP-80 表现出不均匀的乳滴分布,当含油量超过 74% 时,乳液为高内相乳液,部分乳滴呈现不规则的椭圆形,这是由于乳清蛋白浓度不足以完全包裹乳滴,乳滴之间出现团聚行为^[22]。5 d 时所有乳滴仍保持相对完整,难以观察到明显的乳滴聚集行为。与其他组相比,20 d 时 WP-80 出现絮凝现象,这可能是由于含油量过高导致乳清蛋白难以稳定界面。

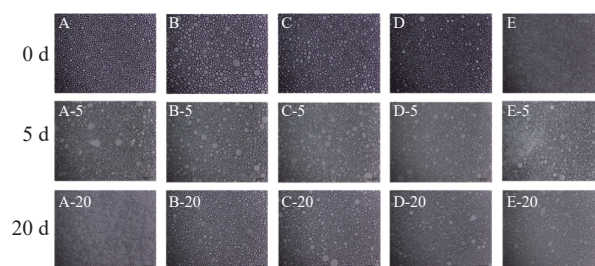


图 2 乳液储藏 0、5、20 d 时的微观照片

Fig.2 Micrographs of emulsion storage at 0, 5 and 20 d
注: A: WP-40, B: WP-50, C: WP-60, D: WP-70, E: WP-80。

2.2.2 CLSM 分析 对不同含油量的乳液进行 CLSM 观察,观察到乳滴上覆盖有蛋白(图 3(c)),且乳滴呈球形,表明乳液为 O/W 型乳液(图 1(a)~图 1(b))。WP-80 显示大量乳滴的聚集,并呈现出不规则形状,这可能是高含油量导致乳液变得不稳定^[23]。总的来说,乳液的微观结构和稳定性会受到油含量和乳滴上蛋白质覆盖有效性的影响。

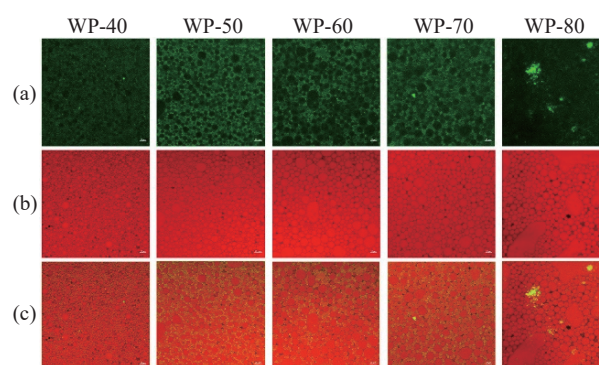


图 3 乳液的激光共聚焦显微镜图像

Fig.3 Laser confocal microscope images of emulsions
注: (a): 蛋白相观察图; (b): 油相观察图; (c): 复合相观察图。

2.3 乳液的表征分析

2.3.1 粒径和 Zeta 电位分析 图 4(a)显示所有乳液的粒径均呈现双峰分布,说明所有乳液的分散均一性较低。平均体积直径 $d_{4,3}$ 主要用来衡量乳液的稳定性,一般来说 $d_{4,3}$ 值较小的颗粒更稳定。由图 4(b)可知,WP-40 的粒径 $d_{4,3}$ 为 $13.37 \pm 0.38\text{ }\mu\text{m}$,可能是水相含量太大,乳液呈现很稀的状态,使其粒径变

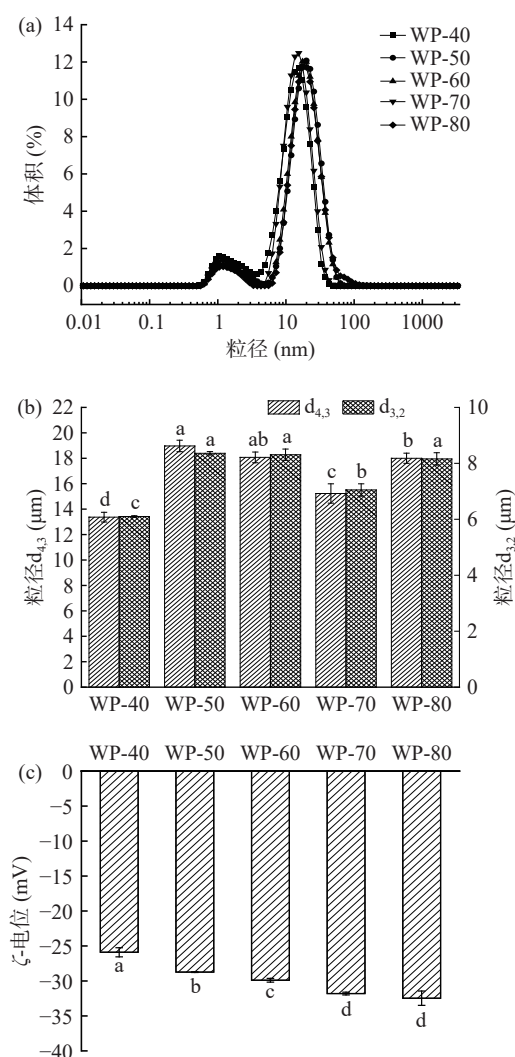


图4 乳液的粒径分布(a, b)和Zeta 电位(c)

Fig.4 Size distribution (a, b) and Zeta potential (c) of emulsions

注: 不同字母表示差异具有统计学意义($P < 0.05$), 图 5、图 6、图 10、图 12 同。

小。随着含油量从 50% 增加到 70%, 乳液的粒径 $d_{4,3}$ 从 $18.97 \pm 0.45 \mu\text{m}$ 减小到 $15.23 \pm 0.76 \mu\text{m}$, 表明当油浓度减小时, 由于水相浓度的增加, 乳液液滴之间的碰撞次数和速度增加, 从而增加了乳液的不稳定性, 因此乳液粒径增大^[24]。而 WP-80 高内相乳液粒径较大, 原因是当含油量达到 80% 时, 高含油量导致乳化聚集, 为了保证所有乳滴有足够的表面覆盖率, 因此乳滴较大^[22]。大豆分离蛋白作为乳化剂也有类似的发现^[25]。表面平均直径 $d_{3,2}$ 能较好地反映乳化能力, 其变化趋势与 $d_{4,3}$ 基本一致。此外, 乳滴尺寸结果与微观结果基本一致(图 2)。

乳液的 Zeta 电位如图 4(c) 所示, 所有样品均为负值。乳液的 Zeta 电位绝对值随着含油量的增加而显著增大($P < 0.05$)。WP-70 的 Zeta 电位可达到 -31.80 mV , 说明随着含油量的增加, 到达油水界面的 WP 越多, WP 表面带负电荷的氨基酸数量会增加, 因此 Zeta 电位绝对值增大。同时乳滴之间的静电排斥力增强, 可以防止乳滴发生聚集等失稳现象,

乳液稳定性会提高^[12]。这些结果表明, 较高含油量 70%~80% 的乳液具有更强的静电相互作用。

2.3.2 CI 分析 乳液的 CI 值如图 5 所示, 随着油含量的增加, CI 值也增加, 表明较高的油含量有利于提高乳液的物理分层稳定性。WP-40 的 CI 最低, 说明其稳定性较低。造成上述结果的原因是体系中油相乳滴中分子较少, 水相中 WP 的数量远远超过稳定油相乳滴所需量。因此, 过量的 WP 悬浮在水相中, 导致 CI 较低。与 WP-40 相比, WP-70 显示出更高的 CI, 同时没有观察到两相分离, 这可能是因为乳液黏度增大, 界面张力下降, 乳滴聚集程度下降^[26]。结果表明较高油含量 70%~80% 的乳液具有更好的稳定性。

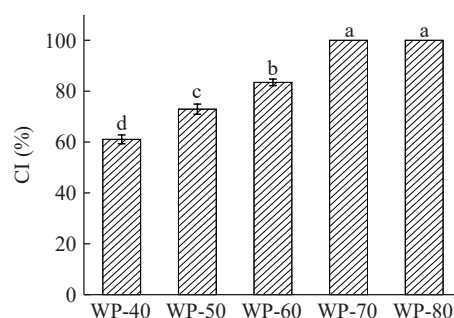


图5 乳液的乳析指数

Fig.5 Creaming index of emulsions

2.3.3 EAI 分析 乳化活性用来表征乳化能力的大小。从图 6 可以看出, 随着含油量的增加, 乳液的 EAI 逐渐增加。WP-70 和 WP-80 的 EAI 分别达 $11.76 \text{ m}^2/\text{g}$ 和 $13.63 \text{ m}^2/\text{g}$, 这说明随着含油量的增加, 蛋白质颗粒更容易吸附在界面上, 界面张力降低的速率更快, 从而改善了蛋白质的乳化性能。同时乳液较高的 Zeta 电位绝对值对应较高的乳化能力, 这之前 Zeta 电位结果一致(图 4(c))。

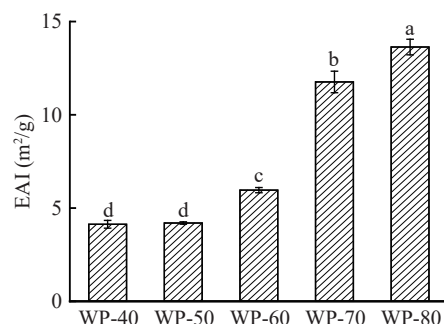


图6 乳液的乳化活性指数

Fig.6 Emulsifying activity index of emulsions

2.3.4 流变学分析 如图 7(a) 所示, 在整个频率范围内, WP-40 的 G' 明显高于 G'' , 表明其更倾向于黏弹性液体。而随着含油量的增加, G' 逐渐高于 G'' 。尤其是 WP-80, 其 G' 完全大于 G'' , 说明乳液主要表现出类弹性行为, 且乳液系统为弱凝胶分散系统, 提高了乳液的粘度。同时所有乳液的 G' 和 G'' 均随着油相体积分数的增加而增加, 表明高油相体积分数有

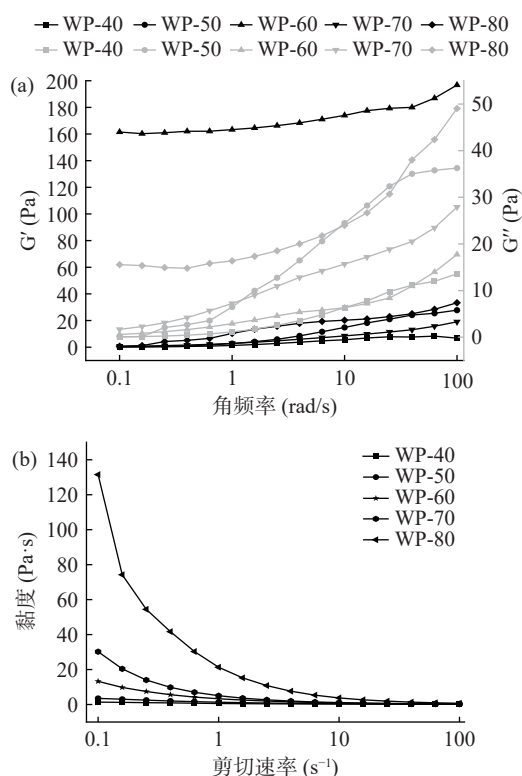


图7 乳液流变特性

Fig.7 Rheological properties of emulsions

注: (a): G' 和 G'' 随角频率的变化曲线; (b): 黏度随剪切速率的变化曲线。

助于乳液油水界面张力的降低和界面膜结构的改善, 从而粘弹性得到增强。

由图7(b)可看出, 所有乳液具有明显的假塑性流体剪切稀化行为, 这种现象可能是由于剪切过程中乳液中乳滴群的崩解和变形造成的, 高粱醇溶蛋白稳定的乳液也有类似的结果^[27]。样品表观黏度均随剪切速率的增加而迅速降低并趋于稳定, 此时乳液呈弱关联交互作用, 表明乳液形成了弱乳滴网状结构^[28]。在相同剪切速率下, WP-40组乳液黏度最低, 而WP-80组黏度最高^[29]。黏度均随着油相体积分数的增加而增加, 这是由于乳液中的高含油量使乳滴堆积更紧密, 然后导致黏度增加。

2.4 乳液的稳定性分析

2.4.1 离心稳定性分析 图8显示离心后乳液的外观状态和CI的变化。所有乳液在离心作用下均出现不同程度的分层现象, 其中WP-40的乳化层高度最小。随着含油量的增加, 乳化层高度呈现增加的趋势, 表明乳液的稳定性增强, 可能由于乳液的黏度增大。如图8(b)所示, 除WP-80析出一层薄薄的油层外, 其他乳液没有观察到明显的油析出。因此, WP-70对离心引发的聚结具有很高的稳定性。

2.4.2 热稳定性分析 图9显示加热前后乳液外观状态的变化。含油量为40%~60%的乳液在加热后出现明显的分层现象, 表明热处理条件下蛋白质分子间作用力较弱, 导致乳液稳定性降低。含油量达

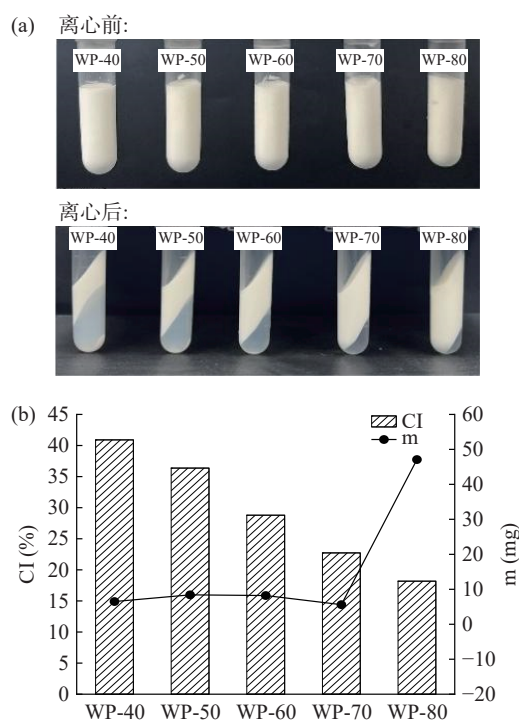


图8 离心处理后乳液的外观(a)和CI, m(b)

Fig.8 Appearance (a) and CI, m (b) of emulsions after centrifugation treatment

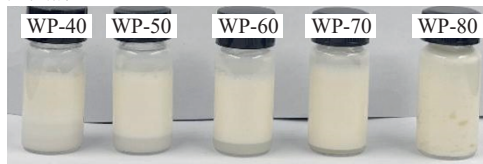
70%时, 乳液没有发生团聚, 也未观察到乳滴漂浮。此外, 乳液均匀分布, 界面膜仍保持完整, 表明其在加热条件下具有良好的稳定性。

图9中的显微镜观察表明, 加热前后的乳液中乳滴特征与初始乳液相似, 没有观察到明显乳滴絮凝现象。加热30 min前后, 乳液的粒径分布几乎保持不变。

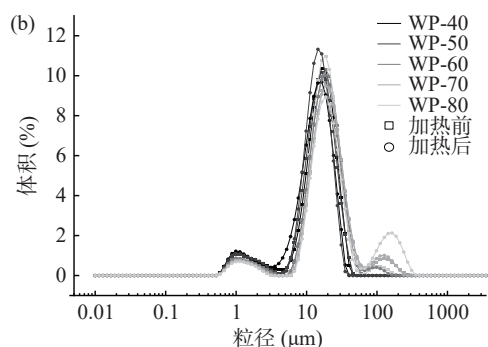
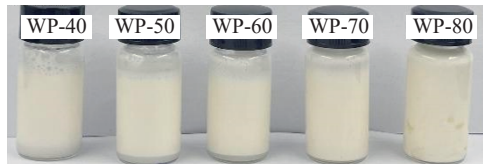
2.4.3 贮藏稳定性分析 贮藏稳定性是评价乳液体系优良性能的重要指标^[30]。将乳液保存在4℃并测定CI, 考察乳液在食品工业中应用的可能性。如图10所示, 含油量较高的乳液(70%~80%)在20 d内未出现分层现象, 乳液体系均一稳定。含油量在40%~60%时, 随着含油量的增加, 大乳滴之间的距离变小, 颗粒的尺寸增大, 导致很容易发生聚集。因此, 发生快速沉降, 导致下层有明显的水层析出, 这与离心稳定性实验结果一致(图8)。因此WP-70在贮藏过程中表现出优异的物理稳定性。同时, 乳滴较小且分布均匀, Zeta电位绝对值也较高(图4(c))。

2.4.4 氧化稳定性分析 测量氢过氧化物是为了确定最初的氧化速率, 因为氢过氧化物通常被认为是氧化作用形成的第一种产物, 易受油相体积分数的显著影响^[31]。通过对铁标准溶液的测定, 得到线性回归方程为 $y=0.016x+0.0853$ ($R^2=0.9998$, 其中: x 为铁含量(μg); y 为吸光度)。如图11所示, 与含花椒麻素的紫苏油相比, 乳液的氧化稳定性得到改善。所有样品的POV值在整个贮藏过程中逐渐增加, 表明乳化脂质被氧化。所有样品的POV在前7 d迅速上升, 其中紫苏油组的POV值较乳液增长速度极快, 这可能

(a) 加热前:



加热后:



(c)

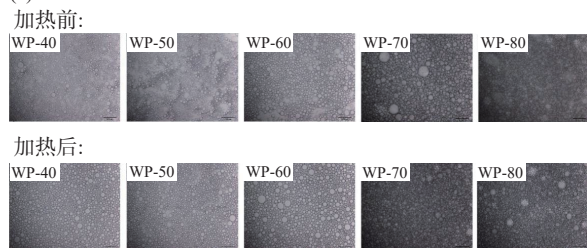


图 9 乳液的热稳定性

Fig.9 Heat stability of emulsions

注: (a): 乳液加热前后的外观; (b): 乳液加热前后的乳滴粒径分布; (c): 乳液加热前后的显微观察。

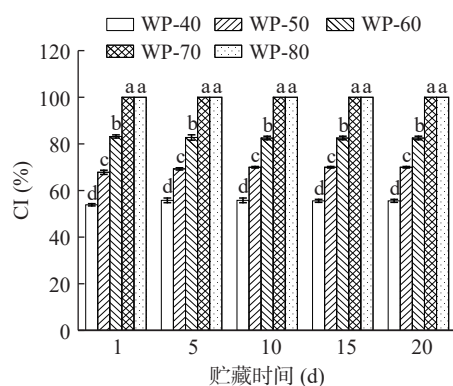


图 10 贮藏期间乳液 CI 的变化

Fig.10 Changes of emulsion CI during storage

是由于水包油乳液明显可减少油和空气的接触,从而减少油脂的氧化。而在贮藏过程中,随着紫苏油含量的增高,WP-80 组表现出 POV 值最高,而 WP-40 组的 POV 值则始终较低。这可能是因为 WP-80 乳液中油脂析出,导致乳液分层,使得油脂更易与空气接触并发生氧化。相比之下,WP-40 组的油含量较少,

其不稳定性主要体现在析出水层,而非油层,因此其油脂与空气接触的机会较少。WP-70 的 POV 值在 21 d 内增长较低,可归因于在贮藏期间乳液稳定,不会析出水层和油层。此外 WP-70 具有较小的粒径,较小的液滴尺寸赋予乳液更高的稳定性,从而阻止氧气的扩散,这与 HUANG 等^[32]的研究结果相似。同时,由于紫苏油含有多酚等活性成分可延缓脂质氧化^[7],因此油量较高的 WP-70 表现出较高的氧化稳定性。

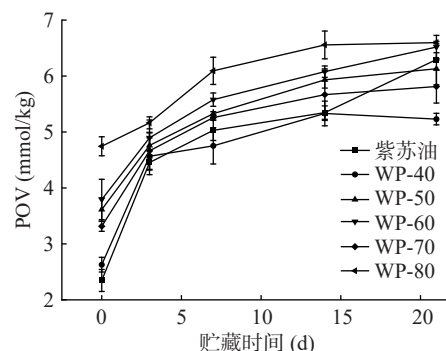


图 11 贮藏期间乳液的氧化稳定性

Fig.11 Oxidative stability of emulsions during storage

2.5 花椒麻素的稳定性分析

2.5.1 花椒麻素包埋率分析 通过对花椒麻素标准曲线进行拟合,得到线性回归方程为 $y=0.0179x$ ($R^2=0.9989$)。WP 乳液对花椒麻素包埋率如图 12 所示,不同含油量乳液的包埋率具有显著性差异 ($P<0.05$)。随着含油量的增加,包埋率上升,可能是乳液在 20 d 内没有析出水层,导致其具有高包封率。当含油量大于 70% 时,乳液具有较高的负载能力,保证花椒麻素在油相中的稳定存在。

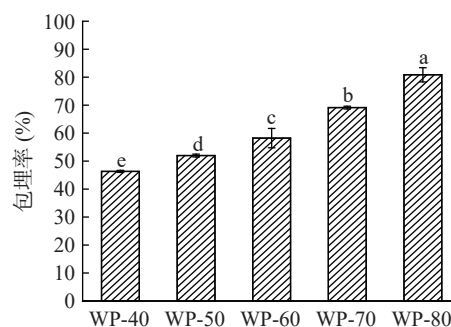


图 12 乳液的包埋率

Fig.12 Encapsulation rate of emulsions

2.5.2 花椒麻素保留率分析 保留率是指乳液对活性成分的包裹和保留能力。从图 13 中可以看出,花椒麻素的保留率随着贮藏时间的延长而降低。此外,保留率随着油含量的增加先上升后下降。WP-80 在贮藏过程中,由于含油量较高,油相发生氧化的可能性较大。这可能会导致乳滴界面结构的破坏,从而对花椒麻素的保护不足。WP-60 对花椒麻素的保留率较高,14 d 后仍有 0.68。可能是由于 WP-60 的粒径

较大,比表面积较小,若花椒麻素的降解发生在油水界面处,则由于比表面积较小,反应速率较快。WP-70 前 10 d 花椒麻素降解速率快,随着贮藏时间的增加,降解速率较其他样品明显下降。同时乳液整体的保留率是大于仅溶解在紫苏油和大豆油中的,说明制备成乳液能有效保护花椒麻素,防止发生降解,而紫苏油由于含有多酚等活性成分会比大豆油更好地保护花椒麻素^[7]。因此采用紫苏油制备乳液体系会更好地提高花椒麻素稳定性。

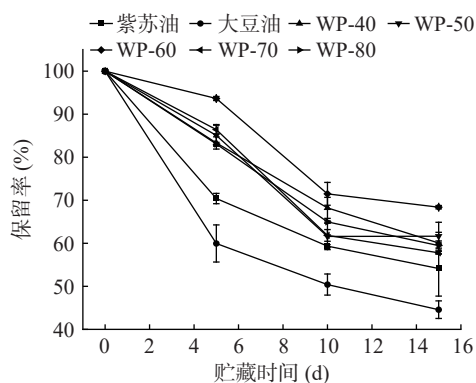


图 13 乳液在贮藏过程中的花椒麻素保留率

Fig.13 Shanshoamides retention rates of emulsions during storage

3 结论

本文以 WP 为乳化剂,制备了系列负载花椒麻素的 O/W 型乳液。结果表明,随含紫苏油量的增加,乳液粒径先增大后减小,Zeta 电位、CI 值、EAI 值、离心稳定性、贮藏稳定性以及花椒麻素包埋率都呈现上升趋势,同时 G'和 G''明显提高。此外,紫苏油含量 70% 时,Zeta 电位绝对值较强,CI 值最强,离心稳定性最好,贮藏稳定性最好,同时对花椒麻素的负载具有较好的包埋效果。WP-紫苏油乳液负载花椒麻素后,油脂的氧化稳定性和花椒麻素的稳定性明显高于仅在油中的稳定性,并且选择合适的油含量可能会同时提高乳液和花椒麻素的稳定性。由此表明,制备花椒麻素乳液能有效地改善花椒麻素易氧化、稳定性差等问题。综上所述,可以通过调节油含量来获得不同乳液性能的产品,同时本研究也为花椒麻素包埋提供一定的理论参考。然而,本研究仅表征了负载花椒麻素后乳液的特性,针对是否因为紫苏油中含有多酚等天然成分会更有利于花椒麻素的稳定性等问题相关研究还值得进一步探讨。

© The Author(s) 2025. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

参考文献

- [1] MA Y, WANG Y, LI X, et al. Sensory characteristics and antioxidant activity of *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. pericarps[J]. Chemistry & Biodiversity, 2019, 16(2): e1800238.
- [2] TOMITA T, KAWANO Y, KASSAI M, et al. Hydroxy- β -santhool isolated from *Zanthoxylum piperitum* (Japanese pepper) shortens the period of the circadian clock[J]. Food & Function, 2022, 13(18): 9407–9418.
- [3] GREGER H. Alkamides: Structural relationships, distribution and biological activity¹[J]. Planta Medica, 1984, 50(5): 366–375.
- [4] HE J, WU X, XIE Y, et al. Capsaicin encapsulated in W/O/W double emulsions fabricated via ethanol-induced pectin gelling: Improvement of bioaccessibility and reduction of irritation[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2023, 235: 123899.
- [5] RAYEES R, GANI A, NOOR N, et al. General approaches to biopolymer-based Pickering emulsions[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2024, 267: 131430.
- [6] FENG X, SUN Y, TAN H, et al. Effect of oil phases on the stability of myofibrillar protein microgel particles stabilized Pickering emulsions: The leading role of viscosity[J]. Food Chemistry, 2023, 413: 135653.
- [7] LEE K Y, RAHMAN M S, KIM A N, et al. Effect of freeze-thaw pretreatment on yield and quality of perilla seed oil[J]. LWT, 2020, 122: 109026.
- [8] SOLEIMANPOUR M, KOOCHKEI A, KADKHODAEI R. Influence of main emulsion components on the physical properties of corn oil in water emulsion: Effect of oil volume fraction, whey protein concentrate and *Lepidium perfoliatum* seed gum[J]. Food Research International, 2013, 50(1): 457–466.
- [9] HEBISHY E, ZAMORA A, BUFFA M, et al. Characterization of whey protein oil-in-water emulsions with different oil concentrations stabilized by ultra-high pressure homogenization[J]. Processes, 2017, 5(1): 6.
- [10] HAN L, LU K, ZHOU S, et al. Development of an oil-in-water emulsion stabilized by a black bean protein-based nanocomplex for co-delivery of quercetin and perilla oil[J]. LWT, 2021, 138: 110644.
- [11] 任廷远. 花椒麻素对试验大鼠蛋白质合成与分解代谢影响的机制研究[D]. 重庆: 西南大学, 2017. [REN Tingyuan. Mechanistic study on the effects of peppermint on protein synthesis and catabolism in experimental rats[D]. Chongqing: Southwest University, 2017.]
- [12] CHEN H, SHENG Y, SHAO J, et al. Thermal stability and interfacial rheology of whey protein-corn oil emulsions: The effect of L-arginine fortification[J]. Journal of Food Science, 2023, 88(7): 2996–3006.
- [13] HU Y, YIN S, ZHU J, et al. Fabrication and characterization of novel Pickering emulsions and Pickering high internal emulsions stabilized by gliadin colloidal particles[J]. Food Hydrocolloids, 2016, 61: 300–310.
- [14] DING M, ZHANG T, ZHANG H, et al. Gelatin molecular structures affect behaviors of fish oil-loaded traditional and Pickering emulsions[J]. Food Chemistry, 2020, 309: 125642.
- [15] DU X, HU M, LIU G, et al. Development and evaluation of delivery systems for quercetin: A comparative study between coarse emulsion, nano-emulsion, high internal phase emulsion, and emulsion gel[J]. Journal of Food Engineering, 2022, 314: 110784.
- [16] HAN J, CHEN F, GAO C, et al. Environmental stability and curcumin release properties of Pickering emulsion stabilized by chitosan/gum arabic nanoparticles[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2020, 157: 202–211.
- [17] MOZAFARPOUR R, KOOCHKEI A, MILANI E, et al. Extruded soy protein as a novel emulsifier: Structure, interfacial activi-

- ty and emulsifying property[J]. *Food Hydrocolloids*, 2019, 93: 361–373.
- [18] CHENG L, YE A, YANG Z, et al. Formation and properties of highly concentrated oil-in-water emulsions stabilised by emulsion droplets[J]. *Food Hydrocolloids*, 2023, 145: 109059.
- [19] ARIYAPRAKAI S. Freeze thaw stability and heat stability of coconut oil-in-water emulsions and coconut milk emulsions stabilized by enzyme-modified soy lecithin[J]. *Food Biophysics*, 2022, 17(4): 557–567.
- [20] WANG C, FU Y, CAO Y, et al. Enhancement of lycopene bioaccessibility in tomatoes using excipient emulsions: Effect of dark tea polysaccharides[J]. *Food Research International*, 2023, 163: 112123.
- [21] ZHENG H, MAO L, YANG J, et al. Effect of oil content and emulsifier type on the properties and antioxidant activity of sea buckthorn oil-in-water emulsions[J]. *Journal of Food Quality*, 2020, 2020: e1540925.
- [22] MIKULCOVÁ V, BORDES R, KAŠPÁRKOVÁ V. On the preparation and antibacterial activity of emulsions stabilized with nanocellulose particles[J]. *Food Hydrocolloids*, 2016, 61: 780–792.
- [23] MA P, ZENG Q, TAI K, et al. Preparation of curcumin-loaded emulsion using high pressure homogenization: Impact of oil phase and concentration on physicochemical stability[J]. *LWT*, 2017, 84: 34–46.
- [24] WANG Y, GUO Y, DONG P, et al. Water-in-oil Pickering emulsion using ergosterol as an emulsifier solely[J]. *Food Research International*, 2024, 186: 114374.
- [25] LIU F, TANG C H. Emulsifying properties of soy protein nanoparticles: Influence of the protein concentration and/or emulsification process[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2014, 62(12): 2644–2654.
- [26] 高飞, 余海霞, 张小军, 等. 热处理对金枪鱼蛋白乳液稳定性的影响[J]. *食品工业科技*, 2024, 45(11): 86–92. [GAO Fei, YU Haixia, ZHANG Xiaojun, et al. Effect of heat treatment on the stability of tuna protein emulsion[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2024, 45(11): 86–92.]
- [27] XIAO J, WANG X, PEREZ G A J, et al. Kafirin nanoparticles-stabilized Pickering emulsions: Microstructure and rheological behavior[J]. *Food Hydrocolloids*, 2016, 54: 30–39.
- [28] 冯潇, 陈龙薇, 狄雨, 等. 基于藜麦蛋白 Pickering 乳液模拟牛油[J]. *食品科学*, 2024, 45(7): 28–34. [FENG Xiao, CHEN Longwei, DI Yu, et al. Simulating tallow based on quinoa protein Pickering emulsion[J]. *Food Science*, 2024, 45(7): 28–34.]
- [29] 宿华林, 吴迪, 孙爽, 等. 超声辅助乳化对金鲳鱼蛋白-茶皂苷复合稳定 O/W 乳液乳化和流变特性的影响[J]. *中国油脂*, 2024, 49(1): 1–16. [SU Hualin, WU Di, SUN Shuang, et al. Effects of ultrasound-assisted emulsification on emulsification and rheological properties of gold pomfret protein-tea saponin composite stabilized O/W emulsion[J]. *Chinese oil*, 2024, 49(1): 1–16.]
- [30] HUANG X, TU R, SONG H, et al. Gelatin-EGCG-high methoxyl pectin ternary complex stabilized W1/O/W2 double emulsions loaded with vitamin C: Formation, structure, stability, *in vitro* gastrointestinal digestion[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2022, 216: 891–905.
- [31] 王震霄, 廖一, 于佳晔, 等. 超声处理制备大豆油体复合乳液及运载 β -胡萝卜素研究[J]. *食品工业科技*, 2024, 45(21): 45–53. [WANG Zhenxiao, LIAO Yi, YU Jiaye, et al. Study on preparation of soybean oil body composite emulsion by ultrasonic treatment and delivery of β -carotene[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2024, 45(21): 45–53.]
- [32] HUANG X, LIU B, LI Y, et al. Influence mechanism of components and characteristics on structural and oxidative stability of emulsion gel[J]. *Food Hydrocolloids*, 2024, 151: 109852.