锐孔法制备谷氨酸钠微胶囊及其缓释性的研究

吴玲玲[1]，张 慜[*1]，刘亚萍[2]

（1. 江南大学 食品学院，江苏 无锡 214122；2. 广东嘉豪食品有限公司，广东 中山 528447）

摘要：为提高谷氨酸钠的缓释性，以海藻酸钠为壁材，采用锐孔法对谷氨酸钠进行微胶囊化。通过单因素试验考察了不同因素对谷氨酸钠微胶囊成型效果和包埋率影响，在正交试验的优化作用下，得到谷氨酸钠微胶囊的最佳工艺条件。结果表明：海藻酸钠质量分数 2.0%、$CaCl_2$ 质量分数 3.0%、芯壁质量体积比 2∶10、包埋温度 50 ℃、针头直径 0.70 mm，在该条件下，微胶囊包埋率为 81.86%。最优工艺条件下制备的谷氨酸钠微胶囊呈大小均一的圆球形，无拖尾现象，质地较硬，内部结构完整性和致密性较好。缓释试验和电子鼻测定结果均表明，微胶囊在沸水中具有良好的缓释效果，缓释时间长达 2 h。

关键词：锐孔法；谷氨酸钠；微胶囊；缓释；电子鼻

中图分类号：TS 202.3　**文章编号：**1673-1689(2019)08-0104-08　**DOI：**10.3969/j.issn. 1673-1689.2019.08.015

Microencapsulation of Monosodium Glutamate by Piercing Method and Their Sustained Release in Boiling Water

WU Lingling[1]，*ZHANG Min*[*1]，*LIU Yaping*[2]

（1. School of Food Science and Technology，Jiangnan University，Wuxi 214122，China；2. Guangdong Jiahao Foodstuff Co.，Ltd.，Zhongshan 528400，China）

Abstract：In order to improve the sustained release effect of monosodium glutamate (MSG)，microcapsules were prepared by piercing method with sodium alginate as wall material. The effects of different factors on the forming effect and embedding efficiency were investigated by the single factor test. Under the effect of orthogonal experiment，the optimum conditions of MSG microcapsule were obtained. The best technological conditions were sodium alginate concentration of 2.0%，$CaCl_2$ concentration of 3.0%，core to wall material ratio of 2∶10，embedding temperature 50 ℃，and needle size of 0.70 mm. Under these conditions，the encapsulation efficiency was 81.86%. Microcapsules were spherical and uniform in size，and the structure was hard with no trailing phenomenon. In addition，the internal structure of microcapsules had good integrity and compactness. Both the results of slow release test and the electronic nose test suggested that the microcapsules exhibited a good sustained release effect in boiling water，and the sustained release time was 2 hours.

Keywords：piercing method，monosodium glutamate，microcapsule，sustained release，electronic nose

收稿日期：2017-03-08

基金项目：国家重点研发计划项目(2017YFD0400501)。

***通信作者：**张 慜(1962—)，男，博士，教授，博士研究生导师，主要从事生鲜食品加工、贮藏保鲜机理和工程研究。

E-mail：min@jiangnan.edu.cn

引用本文：吴玲玲，张慜，刘亚萍. 锐孔法制备谷氨酸钠微胶囊及其缓释性的研究[J]. 食品与生物技术学报，2019，38(08)：104-111.

谷氨酸钠（Monosodium glutamate，MSG）是火锅鸡粉中的主要成分和呈鲜物质，由于火锅鸡粉在长时间的高温熬煮过程中，会出现鲜味物质释放过快的不良现象，而一般吃火锅时间都较长，所以研究开发一种耐煮火锅鸡粉具有重大研究意义[1-2]。因此，以谷氨酸钠为包埋对象，采用微胶囊技术可以有效地使其鲜味缓慢释放，避免在熬煮过程中出现鲜味物质释放过快的不良现象，为后续开发耐煮火锅鸡粉提供理论依据，具有现实意义。

微胶囊技术是指利用一定的工艺手段和成膜材料对某些固体、液体或气体等核心物质进行包埋，从而形成微小封闭颗粒的技术[3-5]。微胶囊技术具有保护芯材，控制芯材释放，降低或掩盖不良味道及延长保质期等优势[6-9]。合适壁材的选择是影响微胶囊性能的重要指标之一[10]。而海藻酸钠是一种无毒可降解的天然材料，具有诸多优势，如生物相容性良好、廉价易得等，且成胶机制简单，海藻酸钠在室温条件下，即可与 Ca^{2+} 生成具有“蛋盒”结构的海藻酸钙[11]。

目前制备微胶囊的方法繁多，其中锐孔法因其设备简单、操作简便、投资少、所制得的微胶囊形态和粒径都较为均一等优势而备受关注[12]。它的原理是利用锐孔装置将芯材与壁材的混合液逐滴加入到凝固液中，形成微胶囊产品。本试验选取海藻酸钠为壁材、以氯化钙为凝固剂，采用锐孔法制备谷氨酸钠微胶囊，以成型效果和包埋率为主要考察指标，通过单因素和正交试验得到制备工艺的最佳条件，并对所得的微胶囊进行形貌分析和缓释试验，以及利用电子鼻测定其在沸水熬煮过程中风味的变化，以期获得一种具有良好成型效果、包埋率高，同时具有良好缓释效果的微胶囊产品。

1 材料与方法

1.1 材料

谷氨酸钠：广东嘉豪食品有限公司提供；海藻酸钠，氯化钙，氢氧化钠，甲醛，95%乙醇：均为分析纯，购买于国药集团化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

T18 型高速剪切分散机：德国 IKA 公司产品；注射器：无锡市宇寿医疗器械股份有限公司产品；HH-S 型水浴锅：郑州长城科技工贸有限公司产品；PL203 型电子分析天平：梅特勒-托利多仪器产品；pHS-3C 酸度计：上海精密科学仪器有限公司产品；磁力搅拌器：85-2，江苏省金坛市环宇科学仪器厂制造；KQ3200DE 型超声波清洗器：昆山市超声仪器有限公司产品；Quanta200 扫描电镜：美国 FEI 公司产品；iNose：上海瑞芬贸易有限公司产品。

1.3 试验方法

1.3.1 工艺流程 壁材（海藻酸钠）+ 蒸馏水→混合搅拌→50 ℃加热搅拌至完全溶解 + 芯材（谷氨酸钠）→高速剪切分散→锐孔造粒→凝固浴（氯化钙溶液）固化→清洗→分离→干燥→成品

1.3.2 操作要点

1）海藻酸钠溶液的配制：称取一定质量的海藻酸钠与适量蒸馏水混合并迅速搅拌，在 50 ℃的恒温水浴锅中放置 1~2 h，使海藻酸钠充分吸水溶胀，以待使用[12]。

2）壁材和芯材混合液的配制：向冷却至室温的壁材溶液中按一定质量分数加入谷氨酸钠，搅拌后用高速剪切分散机以转速 5 000 r/min 分散 5~10 min，备用。

3）凝固浴 $CaCl_2$ 溶液的配制：配制不同质量分数的氯化钙溶液，冷却至常温，静置，备用。

4）锐孔造粒：将装有凝固浴溶液的烧杯放在温度可控、以一定转速搅拌的磁力搅拌器上，用 5 mL 注射器匀速推出芯材和壁材混合液的小液滴，并保持其下滴高度为 5 cm 与速度为 1 mL/min，使其匀速滴入已凝固浴溶液中，形成微胶囊。

5）固化、干燥：将微胶囊放在用磁力搅拌器搅拌的凝固浴中使其固化 30 min，获得湿微胶囊，用蒸馏水反复冲洗直至表面无 $CaCl_2$ 残留，随后放置在 38 ℃烘箱中进行干燥，最终得到成品。

1.4 测定指标与方法

1.4.1 微胶囊化包埋率 1）微胶囊产品中总谷氨酸钠含量测定：准确称取 1.00 g 微胶囊化谷氨酸钠，加入少量 95%乙醇，研磨几分钟，使海藻酸钙完全溶解破壁，再加入少量蒸馏水，搅拌，超声 20 min，使谷氨酸钠完全溶解，离心后取上清液。用适量蒸馏水反复洗涤残渣，收集洗涤液并过滤，定容至 100 mL，利用甲醛法测定 MSG 含量。2）微胶囊产品表面谷氨酸钠含量测定：准确称取 1.00 g 微胶囊化谷氨酸钠，加入少量蒸馏水，充分搅拌，使微胶囊表面的谷氨酸钠完全溶解在水中，离心后取上清液。用适量蒸馏水反复洗涤残渣，收集洗涤液并过

滤，定容至 100 mL，利用甲醛法测定 MSG 含量。3）微胶囊化包埋率的计算公式为

$$ER=\frac{W_1-W_2}{W_1}\times 100\%$$

式中：ER 为包埋率，W_1 为微胶囊产品总谷氨酸钠的含量，W_2 为微胶囊产品表面谷氨酸钠的含量。

1.4.2 单因素试验设计 为考察海藻酸钠质量分数、$CaCl_2$ 质量分数、芯壁比、包埋温度以及针头直径 5 个因素对谷氨酸钠微胶囊化效果的影响，分别设定不同水平制备微胶囊，以成型效果和包埋率为评价指标，在固定其他因素的条件下，按照一定秩序分别探究各因素不同水平对微胶囊化效果的影响。

1.4.3 正交优化试验 在单因素试验的基础上，通过方差分析选择出对包埋率有显著影响的因素，以此来探究制备微胶囊的最佳工艺条件。采用正交试验对谷氨酸钠微胶囊工艺进一步优化，考察 A（海藻酸钠质量分数）、B（$CaCl_2$ 质量分数）、C（芯壁比）以及 D（针头直径）对微胶囊制备的影响，选择 L9（3^4）正交试验，因素水平如表 1 所示。

表 1 L9（3^4）正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of L9 （3^4） orthogonal experiment

水平	因素			
	A/%	B/%	C(m:V)	D/mm
1	1.5	2.5	1:10	0.55
2	2.0	3.0	1.5:10	0.60
3	2.5	3.5	2:10	0.70

1.4.4 微胶囊的微观形态观察 按照 1.3.2 节的方法制备样品，使用扫描电子显微镜观察微胶囊的表面和内部切面微观结构。

1.4.5 微胶囊在沸水中的释放 称取等质量的微胶囊分别放入 8 个 250 mL 烧杯中，再按照 1:50（m/V）加入等体积的沸水，用双层保鲜膜封口，再将装有微胶囊的烧杯放入沸水锅中进行熬煮 140 min，每隔 20 min 取出一个烧杯进行流动水冷却，再利用甲醛法测定谷氨酸钠质量分数，并计算出释放率，绘制释放曲线。

1.4.6 电子鼻测定 将熬煮过后的样品溶液 30 mL，平均分为 3 份，置于电子鼻专用样品测试瓶中，室温下密封放置 1 h，待样品挥发性成分积累到一定的质量分数并充满样品测试瓶上部的顶空空间，然后将电子鼻检测探头插入样品测试瓶中采集检测信号。电子鼻使用前预热 0.5 h，并进行清洗，每测试一个样品后，都对电子鼻检测探头进行清洗，清洗结束后进行下次的扫描。测试参数为气体流量 1 L/min，测试时间 120 s，清洗时间 120 s，每个样品平行做 3 次。结果用主成分分析图（PCA 图）和雷达图表示。在传感器阵列系统中有 14 个传感器，所代表的成分如表 2 所示。

表 2 电子鼻中不同传感器代表的风味成分

Table 2 Flavor components represented by different sensors in electronic nose

传感器	敏感成份
S1	芳香族化合物类、醚类及酚醚，多有香辛料香气
S2	硫化物类、硫醇、硫醚、二丙烯基二硫化合物、异硫氰酸酯等
S3	氢气
S4	有机酸酯和萜类为主，其次是醇，酮、酸等
S5	生物合成（萜类、酯类）加热、烘烤等，如美拉德反应生成吡嗪类香气成分、类胡萝卜素氧化降解产生茶叶香气
S6	香菇精
S7	脂肪烃含氧衍生物类
S8	氮氧化合物、氨类，低分子胺类
S9	氢类
S10	碳氢化合物
S11	挥发性有机化合物类（烷类、芳烃类、烯类、卤烃类、醛类、酮类和其他类）
S12	酒精、有机溶剂
S13	食物烹调中的挥发的气体
S14	乙烯

试验数据用 Origin9.1 软件和 SPSS22.0 软件进行统计分析。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 海藻酸钠质量分数对微胶囊化效果的影响 海藻酸钠质量分数不仅影响微胶囊的包埋率，而且关乎微胶囊的形状、机械强度及成球难易程度[12-13]。由表 3 可知，海藻酸钠质量分数对微胶囊化效果影响较为显著（$p<0.05$）。当海藻酸钠质量分数较低时，与氯化钙不能充分反应，致使形成较薄的微胶囊膜，且质地柔软，形状不规则，易破损，从而导致微胶囊包埋率较低。随着海藻酸钠质量分数的升高，

微胶囊拖尾现象减弱，成型效果逐渐变好，包埋率也随之增加。当其质量分达到 2.0%时，微胶囊的成型效果较好，且包埋率最高。但当海藻酸钠质量分数超过 2.0%时，由于质量分数升高导致溶液黏度增加，难以通过针孔，挤压成型越来越困难，拖尾现象加剧，质地硬度增加，包埋率下降。综合上述考虑，海藻酸钠质量分数为 1.5%~2.5%范围内较适宜。

表 3　海藻酸钠质量分数对微胶囊化效果的影响

Table 3　Effect of sodium alginate concentration on microcapsule

海藻酸钠质量分数/%	成型效果	包埋率/%
1.0	易于成型，有拖尾现象，质地柔软	59.47±0.76[a]
1.5	较容易成型，无拖尾，质地较软	66.88±1.21[c]
2.0	成型难度适中，无拖尾，颗粒弹性好	78.29±0.94[e]
2.5	需压力较大，无拖尾，质地较硬	73.38±1.01[d]
3.0	较难成型，拖尾严重，质地硬	64.09±1.64[b]

2.1.2　$CaCl_2$ 质量分数对微胶囊化效果的影响　锐孔法制备微胶囊过程中的 Ca^{2+}起了交联剂的作用，使原本独立的线性分子相互连接缠绕以此形成空间网状结构，从而增大了体系的黏性，有利于微胶囊的形成。因此 $CaCl_2$ 凝固浴溶液的质量分数对微胶囊化效果有重要影响。从表 4 可以看出，当 $CaCl_2$ 质量分数较低时，凝固浴中没有足够的 Ca^{2+}与海藻酸钠中的 Na^+进行交联，所以微胶囊成型较慢，有拖尾现象，且形成的微胶囊膜表面黏性大，易粘连，质地柔软，从而使得微胶囊包埋率也比较低。随着 $CaCl_2$ 质量分数的升高，微胶囊表面迅速固化形成致密的海藻酸钙层，有利于谷氨酸钠的有效包埋，成型效果和硬度逐渐增强，对谷氨酸钠的释放起到减缓作用。当 $CaCl_2$ 质量分数为 3.0%时，微胶囊包埋率最高。但当 $CaCl_2$ 质量分数过高时，包埋率又呈下降趋势。这是因为 $CaCl_2$ 与海藻酸钠外层迅速凝固，在内层固化前形成致密的交联结构，使囊壁变厚、变脆，阻碍了 Ca^{2+}向微胶囊内层的继续扩散和内层的充分包埋，由此形成的谷氨酸钠微胶囊质地坚硬，在干燥过程中容易发生破碎[14]。综合上述考虑，$CaCl_2$ 质量分数为 2%~4%范围内较适宜。

2.1.3　芯壁比对微胶囊化效果的影响　由表 5 可知，芯壁比较低时，微胶囊成型效果较差；随着芯壁比的增加，成型效果越来越好，而包埋率变化并不明显，这可能是由于芯材用量少、壁材用量多，所形成的微胶囊囊壁厚而致密，不利于干燥，且微胶囊中的有效成分质量分数低。当芯壁比为 1.5:10 时，微胶囊的成型效果和包埋率都较好。此后，即使芯壁比升高，由于芯材的增加，壁材不能将谷氨酸钠完全包埋，部分谷氨酸钠暴露在壁材表面，且壁材用量的减少使得形成的微胶囊膜较薄，质地硬度有所下降，不能很好的地保护内部的谷氨酸钠，导致包埋率明显下降。综合上述考虑，芯材与壁材溶液的质量体积比为 1:10~2:10 范围内较适宜。

表 4　$CaCl_2$ 质量分数对微胶囊化效果的影响

Table 4　Effect of calcium chloride concentration on microcapsule

$CaCl_2$ 质量分数/%	成型效果	包埋率/%
1.0	成型较慢易粘连，有拖尾，质地柔软	56.67±0.87[a]
2.0	成型较快，不拖尾，质地较硬	63.09±1.14[b]
3.0	成型较快，不拖尾，质地较硬	73.75±0.95[d]
4.0	成型快，不拖尾，质地硬	67.03±0.84[c]
5.0	成型快，不拖尾，质地硬	61.52±0.75[b]

表 5　芯壁比对微胶囊化的影响

Table 5　Effect of the core to wall material ratio on microcapsule

芯壁比(m:V)	成型效果	包埋率/%
0.5:10	成型很快，小部分拖尾，质地柔软	65.53±1.29[b]
1:10	易成型，不拖尾，质地较软	66.22±0.98[b]
1.5:10	较容易成型，不拖尾，质地较硬	68.51±0.68[c]
2:10	成型难度适中，不拖尾，质地硬	66.40±1.16[b]
2.5:10	难成型，不拖尾，质地较硬	62.24±0.82[a]

2.1.4　包埋温度对微胶囊化效果的影响　由表 6 可知，包埋温度较低时，包埋率也比较低。导致这个的原因是海藻酸钠在温度比较低时的黏度较大，对锐孔法造粒有不良影响。随着包埋温度的升高，微胶囊硬度有所增强，包埋率也缓慢升高。这可能是由于温度的升高，海藻酸钠分子间链段缠结得到一定程度的舒展，导致其与 Ca^{2+}结合成网状结构的阻力变小。当包埋温度为 50 ℃时，微胶囊的成型效果和包埋率都比较好。但温度过高时，由于过度受热容易导致海藻酸钠分子中的 G 段与 M 段的结构单元断裂，较难与 Ca^{2+}交联成网状结构，使其凝胶性能降低[12,15]。方差分析结果表明，包埋温度对微胶囊化效果影响不显著($p>0.05$)，所以在正交优化试验中不再考虑包埋温度，包埋温度最终确定为 50 ℃。

表 6　包埋温度对包埋率的影响

Table 6　Effect of embedding temperature on microcapsule

包埋温度/℃	成型效果	包埋率/%
20	较难成型，有拖尾，质地柔软	67.97±1.19[a]
30	成型难度适中，无拖尾，质地较软	68.24±0.83[a]
40	成型难度适中，无拖尾，质地硬	68.53±0.79[a]
50	易成型，无拖尾，质地硬	68.86±0.69[a]
60	易成型，出现拖尾，质地较软	68.38±1.07[a]

2.1.5　针头直径对微胶囊化效果的影响　针头直径的大小不同，会直接导致锐孔法造粒过程挤出的液滴体积也不同。从表 7 可以看出，随着注射器针头直径的增大，微胶囊颗粒大小也逐渐增大，所以制得的微胶囊产品总表面积变小，从而导致微胶囊包埋的谷氨酸钠质量分数减少，因此产品的包埋率呈下降趋势。当针头直径小于 0.60 mm 时，针头挤出溶液所需压力较大，这是因为海藻酸钠溶液黏度较大，使得造粒困难，并且此时对微胶囊的形态影响较小。综合上述考虑，针头直径为 0.55~0.70 mm 范围内较适宜。

表 7　针头直径对微胶囊化效果的影响

Table 7　Effect of needle size on microencapsulation

针头直径/mm	成型效果	包埋率/%
0.50	需压力较大，颗粒小，质地硬	75.17±0.96[d]
0.55	成型难度适中，颗粒较小，质地硬	73.08±0.97[c]
0.60	较易成型，颗粒适中，质地硬	72.68±0.84[c]
0.70	易成型，颗粒适中，质地硬	69.79±1.03[b]
0.80	易成型，颗粒较大，质地硬	65.19±1.09[a]

2.2　正交优化试验

根据单因素试验结果，确定包埋温度为 50 ℃，采用正交试验对谷氨酸钠微胶囊工艺进一步优化，考察 *A*（海藻酸钠质量分数）、*B*（$CaCl_2$ 质量分数）、*C*（芯壁比）以及 *D*（针头直径）对微胶囊包埋率的影响，设计 L9(3^4)正交试验。正交试验结果及极差分析见表 8。

由表 8 可知，各因素的影响顺序为：*A*>*B*>*C*>*D*，即海藻酸钠质量分数>$CaCl_2$ 质量分数>芯壁比>针头直径。锐孔法制备谷氨酸钠微胶囊的最佳工艺条件组合为：$A_2B_2C_3D_3$。采用正交优化后所得的最优工艺条件，即海藻酸钠质量分数 2.0%、$CaCl_2$ 质量分数 3.0%、芯壁比 2:10、针头直径 0.70 mm，进行验证试验，制备 3 批微胶囊，测定包埋率依次为 82.45%、81.22%和 81.91%，平均包埋率为 81.86%，且成型难度适中，不拖尾，微胶囊质地较硬，结果验证了该优化工艺的可行性。

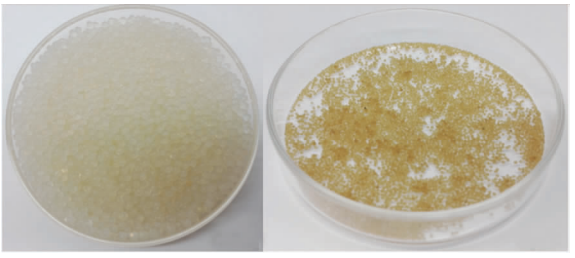
表 8　正交试验结果及极差分析

Table 8　Orthogonal experiment results and analysis of range

序号	*A*/%	*B*/%	*C*(m:V)	*D*/mm	包埋率/%
1	1	1	1	1	69.29
2	1	2	2	2	73.56
3	1	3	3	3	72.31
4	2	1	2	3	78.58
5	2	2	3	1	81.59
6	2	3	1	2	77.06
7	3	1	3	2	71.28
8	3	2	1	3	72.55
9	3	3	2	1	67.48
K_1	71.720	73.050	72.967	72.787	
K_2	79.077	75.900	73.207	73.967	
K_3	70.437	72.283	75.060	74.480	
R	8.640	3.617	2.093	1.693	

2.3　微胶囊的微观形态

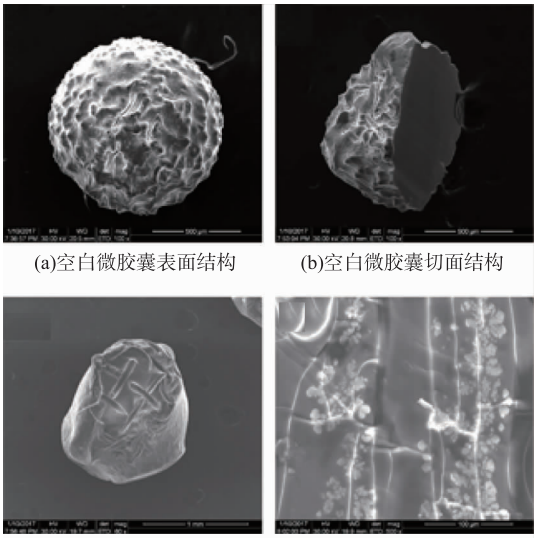
如图 1 所示为锐孔法优化工艺下制得的微胶囊干燥前后的表面形态图，从图中可以看出，谷氨酸钠微胶囊干燥前呈大小均匀的圆球形，干燥后的产品形态仍保持较好。由图 2(a)和图 2(b)可以看出表面有凸起，这可能是干燥过程中失水导致的，而内部结构完整性和致密性都很好。由图 2(c)和图 2(d)可以看出微胶囊表面无明显变形现象，结构仍保持完整，内部包含了芯材，表明锐孔法对芯材进行了很好的包埋保护作用，可以实现芯材的缓慢释放。



(a)干燥前　　(b)干燥后

图 1　微胶囊产品干燥前后的表面形态

Fig. 1　Surface Morphology of anterior and posterior drying microcapsules products



(a)空白微胶囊表面结构　(b)空白微胶囊切面结构

(c)谷氨酸钠微胶囊表面结构　(d)谷氨酸钠微胶囊切面结构

图 2　微胶囊产品干燥后的扫描电镜图

Fig. 2　SEM of posterior drying microcapsules products

2.4　微胶囊在沸水中的释放

由图 3 可知，未经包埋的谷氨酸钠在沸水熬煮过程中，开始释放很快，谷氨酸钠释放率高达 99.58%，随着时间的延长，谷氨酸钠含量几乎不变，140 min 后释放率为 99.96%。而谷氨酸钠微胶囊在熬煮初期释放率仅为 1.54%，这是由于壁材的作用，较好地保护了芯材；随着时间的延长，谷氨酸钠微胶囊的释放率增加较为明显，在 120 min 时释放率达到 94.62%；120 min 后基本保持平稳趋势变化较小。这说明锐孔法制备微胶囊过程中形成的坚固的海藻酸钙对芯材有良好的缓释作用，在沸水中缓释时间长达 2 h。

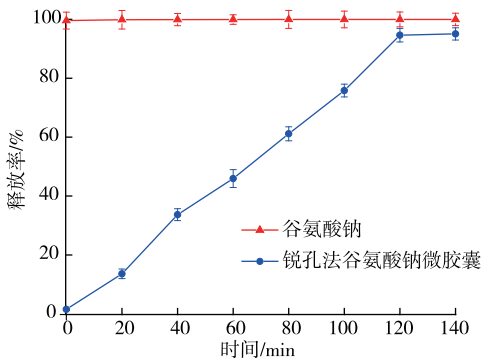


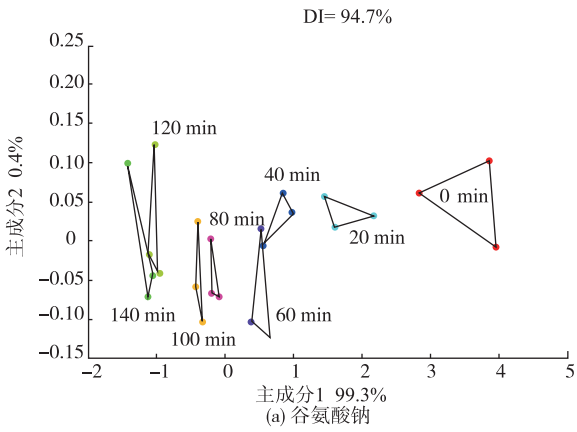
图 3　谷氨酸钠和谷氨酸钠微胶囊在沸水中的释放曲线

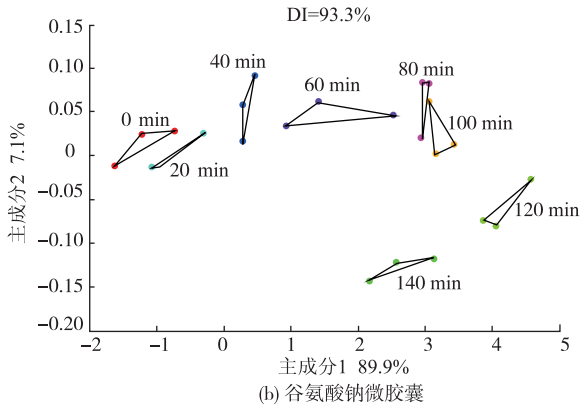
Fig. 3　Release curve of MSG and MSG microcapsule in boiling water

2.5　电子鼻结果分析

主成分分析属于多元统计分析方法的一种，指将多个变量通过线性变换，选出较少个数重要变量的一种方法，用于区分不同样品之间的差异[16]。由图 4 可知，各样品之间没有交叉重叠部分，图 4(a)和图 4(b)中的识别指数 DI 值均高于 90%，说明谷氨酸钠和谷氨酸钠微胶囊在沸水中熬煮不同时间的差异变化都很显著，因此电子鼻能很好地将不同时间的样品进行区分。图 4(a)中第一主成分贡献率达到 99.3%，且随着时间的延长，样品主成分值依次减小；第二主成分贡献率占 0.4%，累积方差贡献率高达 99.7%，说明主成分 1 和 2 包含了谷氨酸钠在沸水熬煮过程中不同时间下所对应样品的大量信息。图 4(b)中第一主成分贡献率为 89.9%，且样品主成分值在 0~120 min 内随着时间的延长依次增大，140 min 时有所下降；第二主成分贡献率为 7.1%，累积方差贡献率高达 97.0%，说明所选择的不同时间下所对应的样品能很好地反映谷氨酸钠微胶囊在沸水熬煮过程中总体的信息。

雷达图是图形综合评价方法之一，能够给人以形象、直观的评价依据。由图 5 可知，传感器 S2、S5、S8 和 S11 响应值较大，说明谷氨酸钠和谷氨酸钠微胶囊在熬煮过程中，变化较大的风味物质主要有硫化物类、吡嗪类香气成分、氮氧化合物和挥发性有机化合物。图 5(a)中谷氨酸钠在沸水熬煮过程中，各传感器的响应值随着时间的延长逐渐减小，说明原谷氨酸钠在熬煮过程中风味物质不断降低；而图 5(b)中谷氨酸钠微胶囊在沸水中熬煮的 0~120 min 内，各传感器响应值不断增加，140 min 时有所下降。这也充分说明了锐孔法制备的谷氨酸钠微胶囊具有良好的缓释效果，在沸水中缓释时间可长达 2 h。

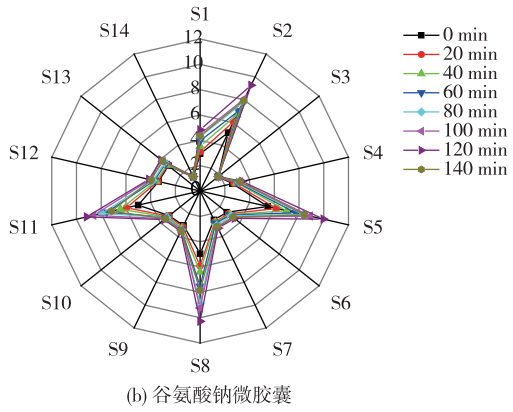




(b) 谷氨酸钠微胶囊

图 4 在沸水中熬煮不同时间的样品电子鼻主成分分析图

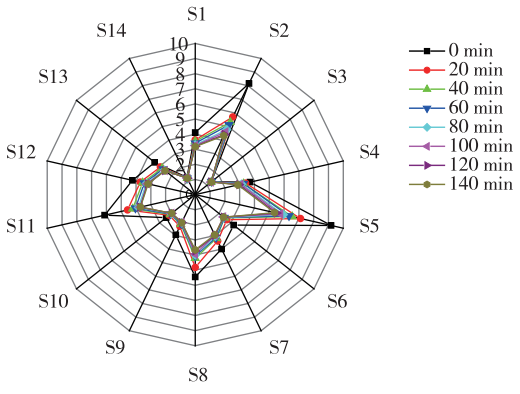
Fig. 4 Principal component analysis of samples at different time in boiling water using electronic nose



(b) 谷氨酸钠微胶囊

图 5 在沸水中熬煮不同时间的样品电子鼻分析的雷达图

Fig. 5 Radar chart of samples at different time in boiling water using electronic nose



(a) 谷氨酸钠

3 结 语

本试验以海藻酸钠为壁材，采用锐孔法对谷氨酸钠微胶囊的制备进行了研究。最优的工艺条件为海藻酸钠质量分数 2.0%、$CaCl_2$ 质量分数 3.0%、芯壁质量体积比 2:10、包埋温度 50 ℃、针头直径 0.70 mm，在该条件下，所制得的微胶囊平均包埋率为 81.86%。优化之后的最佳工艺条件下制备的微胶囊呈大小均一的圆球形，成型难度适中，不拖尾，质地较硬。干燥前后的微胶囊表面无明显变形现象，内部结构完整性和致密性较好，对芯材实现了包埋。电子鼻能较好地区分不同熬煮时间下的样品，且缓释试验和电子鼻测定结果均表明该法制备微胶囊过程中形成的坚固的海藻酸钙对芯材有良好的缓释作用，在沸水中缓释时间可以长达 2 h。因此，锐孔法制备的谷氨酸钠微胶囊可更好地满足人们对火锅鸡粉中鲜味物质缓慢释放的要求，具有广阔的市场应用前景。

参考文献：

[1] LU Hongke, LI Yao, XU Yibin. Pure chicken powder apply in food[J]. **China Condiment**, 2012, 37(1): 39-41. (in Chinese)

[2] ZHANG Miao, LI Xiexin. Application of chicken essence paste and chicken powder in hot pot ingredients [J]. **China Condiment**, 2014(11): 62-65. (in Chinese)

[3] DING Baomiao, YUAN Wuhua. Preparation of proanthocyanidin microcapsules by piercing method [J]. **Food and Machinery**, 2012, 28(6): 214-217. (in Chinese)

[4] NIU Huaxin, GUO Shidong, XIE Zhongguo, et al. Optimization of technology for microencapsulation of methionine by

spray-drying[J]. **Journal of Food Science & Biotechnology**，2010，29(5)：681-686.(in Chinese)
[5] ZHU Weihong，XU Shiying，JIANG Bo. Preparation of microencapsulated mint oil using starch octenylsuccinate [J]. **Journal of Food Science & Biotechnology**，2006，25(2)：60-65.(in Chinese)
[6] LI Y，HUANG Y Q，FAN H F，et al. Heat-resistant sustained-release fragrance microcapsules [J]. **Journal of Applied Polymer Science**，2014，131(7)：40053.
[7] 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.
[8] LI R R，ZHANG X X，SHI H F. Effect of manufacturing parameters on the release profiles of casein-loaded alginate microspheres prepared by emulsification/internal gelation[J]. **Journal of Controlled Release**，2011，152(1)：154-155.
[9] WANG Liang，ZHANG Min，ZHANG Shaoning，et al. Effect of microapsule's wall material's seolection on the quality of oil and fat powder[J]. **Journal of Wuxi University of Light Industry**，2003，22(2)：83-87.(in Chinese)
[10] BHUSARI S N，MUZAFFAR K，KUMAR P. Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder[J]. **Powder Technology**，2014，266：354-364.
[11] ZHU A M，CHEN J，LIU Q L，et al. Controlled release of berberine hydrochloride from alginate microspheres embedded within carboxymethyl chitosan hydrogels[J]. **Journal of Applied Polymer Science**，2011，120(4)：2374-2380.
[12] CHEN Li，ZHANG Yu，TAN Yicheng，et al. Response surface methodology for the optimization of preparation process for rice antioxidant peptide microcapsules by piercing method[J]. **Food Science**，2014，35(22)：97-103.(in Chinese)
[13] XU Liping，YAO Pengcheng. Preparation of corn germ tiny hole in microcapsules of reduced glutathione [J]. **Journal of Harbin University of Commerce**，2011，27(1)：47-50.(in Chinese)
[14] SHAO Xinru，SUN Haitao，JIANG Ruiping，et al. Preparation of anthocyanins microspheres from acanthopanax sessiliflorus (Rupr.Et Maxim.) seem fruits and evaluation of their sustained release performance[J]. **Food Science**，2015，36(22)：40-45.(in Chinese)
[15] BAO Yonghua，LU Zhijuan，LIU Li，et al. Optimization of preparation conditions in producing calcium alginate bead gels using box-behnken[J]. **Food Industry**，2012(7)：28-30.(in Chinese)
[16] CHE Junyan，HE Xiaolong，ZHOU Xiaoyan. Electronic nose analysis and sensory evaluation of condiments with different brands [J]. **China Condiment**，2013，38(12)：60-62.(in Chinese)

会　议　消　息

会议名称：中国化学会全国二氧化碳资源化利用学术会议

会议时间：2019 年 11 月 8–10 日
会议地点：天津市
主 办 方：中国化学会绿色化学专业委员会、南开大学
协 办 方：清华大学
会议主题：面向可持续发展的二氧化碳化学研究
大会主席：何良年
预计规模：200 人
联 系 人：王婵
电子邮箱：wangchan@nankai.edu.cn
电　　话：15922037899
地　　址：天津市卫津路 94 号 300071

会议内容：全国二氧化碳化学大会作为交流平台，将围绕二氧化碳化学领域的基础、应用和前沿问题，以二氧化碳分子的催化活化、反应机理与催化剂设计、二氧化碳化学转化新反应/新途径/新方法、光化学催化反应、电催化方法、CO_2 制备化学品/能源产品/聚合物等为主题，全面展示我国二氧化碳化学领域所取得的最新研究进展和成果，深入探讨二氧化碳化学领域所面临的机遇、挑战和未来发展方向，以推动学科的发展和进步，贡献于实现可持续发展。会议将采取大会报告、邀请报告、口头报告和墙报展示等交流方式。