

超声法制备花椒精油微胶囊的研究

樊振江¹, 纵伟²

(1. 漯河市食品工业学校, 河南 漯河 462000) (2. 郑州轻工业学院食品与生物工程学院, 河南 郑州 450002)

摘要: 以 β -环糊精为壁材, 对超声法制备花椒精油微胶囊进行了研究。通过正交实验得微胶囊最佳工艺条件为: 超声功率为 200 W、包埋温度为 35 °C、包埋时间为 30 min、 $m_{\text{精油}}:m_{\beta\text{-CD}}=1:5$ 。在此条件下包埋, 微胶囊的包埋率为 80.1%, 方法简单可行, 是一种制备 β -环糊精花椒精油微胶囊的较好方法。

关键词: 花椒精油; β -环糊精; 包埋物

中图分类号: TS22; 文献标识码: A; 文章篇号: 1673-9078(2008)05-0469-03

Microencapsulation of Zanthoxylum Essential Oil by Ultrasonic Wave

FAN Zheng-jiang¹, ZONG Wei²

(1. Luohe Food Industry School, Luohe 462000, China)

(2. School of Food and Biological Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

Abstract: The microencapsulation of zanthoxylum essential oil was studied by ultrasonic wave using β -cyclodextrin (β -CD) as wall materials. Orthogonal design showed that the best ultrasonic power, temperature, ultrasonic time and the ratio of essential oil to β -CD were 200 W, 35 °C, 30 min, and 1:5, respectively. Under those conditions, the encapsulation rate reached 80.1%. This method was simple and efficient, suitable for the microencapsulation of essential oil using β -cyclodextrin.

Key words: zanthoxylum, essential oil, β -cyclodextrin, inclusion complex

花椒 (*Zanthoxylum bungeanum*) 是芸香科植物, 具有温中助阳, 散寒燥湿, 行气止痛, 杀虫止痒, 抗氧调味之功效。不仅可以作为中药材, 而且是一种具有特殊香味的食用香料, 在食品添加剂领域有广阔的应用^[1]。

花椒的香气成分来自于其组织中所含的精油, 精油是由萜烯等有机化合物及其含氧衍生物醇、醛、酮、酯等成份组成, 是一种挥发性油, 在有氧、光照、湿度及温度较高时化学性质不太稳定, 使其在食品中的应用受到限制^[2-3]。为了提高花椒精油的稳定性, 并使其粉末化以便于制备各种产品, 因此, 本文采用 β -环糊精 (β -CD) 对花椒精油采用超声包埋进行微胶囊研究, 考察超声功率、花椒精油、 β -CD、温度和超声时间对微胶囊包埋效果的影响, 以期对花椒精油的开发利用奠定基础。

1 材料与方法

1.1 材料

大红袍花椒, 市售, 果皮粉碎后过 60 目筛; β -CD,

收稿日期: 2008-01-21

作者简介: 樊振江(1981-), 男, 助讲, 主要研究方向为农产品加工与贮藏

通讯作者: 纵伟

中国医药上海化学试剂公司, 纯度为 99.0%, 其他试剂均为分析纯。

超声仪, 上海超声波仪器厂; 电热鼓风干燥箱, 上海实验仪器厂。

1.2 方法

1.2.1 花椒精油的制备

称取 300 g 花椒粉置于 2000 mL 烧瓶中, 加 1000 mL 沸水进行水蒸汽蒸馏, 收集水蒸汽馏出液, 用乙醚萃取馏出液 3 次 (馏出液与乙醚的体积比为 1:1), 将 3 次乙醚萃取液合并, 在 55 °C 的水浴中回收乙醚, 加入适量无水硫酸钠脱水备用^[4]。

1.2.2 微胶囊制备

按一定比例将适量 β -CD 粉末溶于水 ($m_{\beta\text{-CD}}:V_{\text{水}}=1:15$), 在一定温度下超声形成无色透明溶液, 滴加无水乙醇溶解的挥发油, 一定温度下超声一定时间, 放入冰箱中冷藏 12 h (4 °C), 抽滤得白色粉末, 用少量乙醇洗涤滤饼, 置烘箱中干燥 5 h, 粉碎, 即得精油微胶囊^[5]。

1.2.3 微胶囊包埋率的测定

将所制得的干燥微胶囊精密称重, 置装有沸石的圆底烧瓶中, 加蒸馏水, 连接挥发油测定器, 沸腾 1~2 h, 至油量不再增加时停止加热。放置 1 h 后, 至油呈

清亮或亮黄色时读数。折算成微胶囊中实际含油率。按下式计算包埋率：

$$\text{包埋率}/\% = \frac{\text{微胶囊中精油质量}(g)}{\text{投入精油质量}(g)} \times 100\%$$

1.2.4 显微观察

将 β -CD空白与以 β -CD为壁材所制的微胶囊用缓冲丙三醇液(pH 7.4)稀释,伊红显色,制片,置显微镜下观察。

1.2.5 薄层检验(TLC)

在硅胶G薄层板(0.5% CMC-Na为粘合剂,105℃活化1h)上,分别点花椒精油、从微胶囊中回收后的花椒精油、 β -CD空白样、微胶囊,以正己烷-氯仿(体积比为9:5)为展开剂,展开后,以5%香草醛-浓硫酸喷雾,于105℃烘10min显色^[6]。

2 结果与讨论

2.1 单因素实验

2.1.1 超声功率对微胶囊包埋率的影响

在 $m_{\text{精油}}:m_{\beta\text{-CD}}=1:5$ 、包埋温度为30℃、包埋时间为30min的条件下考查180~300W的超声功率对微胶囊包埋率的影响,结果见图1。

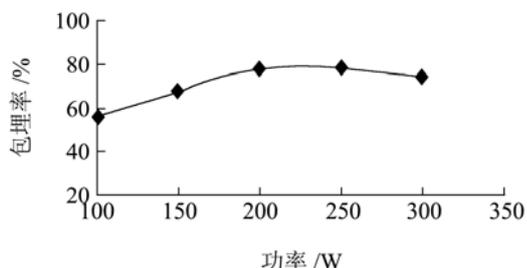


图1 不同超声功率对包埋率的影响

Fig.1 Effect of ultrasound power on inclusion rate

从图1中可见,随着超声功率增大,微胶囊的包埋率升高,当超声功率大于200W时,包埋率开始略有下降,因此,包埋功率在200W左右为宜。

2.1.2 包埋时间对微胶囊包埋率的影响

在 $m_{\text{精油}}:m_{\beta\text{-CD}}=1:5$ 、包埋温度为30℃、超声功率为200W的条件下考查10~50min的包埋时间对微胶囊的包埋率的影响,结果见图2。

从图2可见,随着反应时间增长,微胶囊的包埋率升高,当反应时间大于30min时,包埋率开始下降。微胶囊形成是精油分子进入 β -环糊精空穴形成疏水键的结合过程,刚开始反应时,随着反应时间的延长,精油分子能有充足的机会进入 β -CD的空腔中,但当精油分子进入 β -CD的空腔后,随着时间的延长,已经包埋的精油会脱离包埋。因此,30min为适宜的反

应时间。

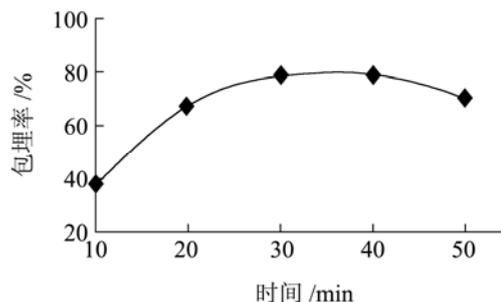


图2 不同时间对包埋率的影响

Fig.2 Effect of time on inclusion rate

2.1.3 包埋温度对微胶囊包埋率的影响

在 $m_{\text{精油}}:m_{\beta\text{-CD}}=1:5$ 、超声功率为200W、包埋时间为30min的条件下考查20~50℃的包埋温度对微胶囊包埋率的影响,结果见图3。

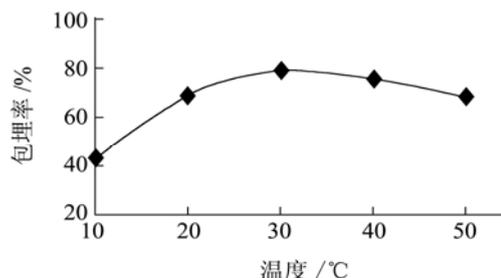


图3 不同温度对包埋率的影响

Fig.3 Effect of temperature on inclusion rate

从图3可见,随着温度升高,微胶囊的包埋率也随着升高,当温度高于30℃时,包埋率开始下降。这可能是因为当温度刚开始升高时,分子运动加快,精油分子能有较多的机会进入 β -CD的空腔中,而当温度超过30℃时,由于包埋反应是放热反应,温度增加反而导致包埋反应向反方向进行,因此,包埋的最佳温度为30℃左右。

2.1.4 精油与 β -CD的不同质量比对微胶囊包埋率的影响

在包埋温度为30℃、超声功率为200W、包埋时间为30min的条件下考查 $m_{\text{精油}}:m_{\beta\text{-CD}}=1:3\sim 1:6$ 对微胶囊包埋率的影响,结果见图4。

从图4可见,随着 β -CD比例升高,微胶囊的包埋率也随着升高,当精油与 β -CD的质量比为1:5后,再增加 β -CD,微胶囊的包埋率基本保持不变,这可能是因为溶液中已经有了足够的 β -CD,有了较充足供精油分子进入的空间,故再增加 β -CD的含量对包埋率影响不大。另精油与 β -CD的质量比对包埋率不存在互交现象,故没有必要对其进行正交实验。

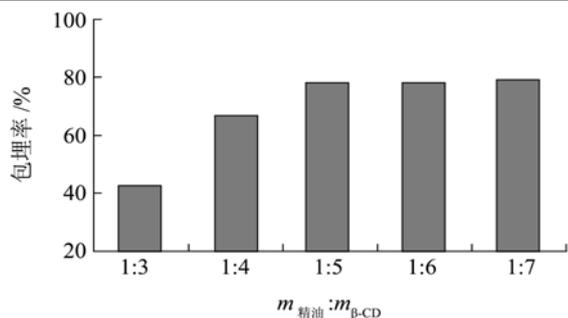


图4 精油与 β -CD的不同质量比对包埋率的影响

Fig.4 Effect of the ratio of essential oil to β -CD ratio on inclusion rate

2.2 正交实验结果

为确定微胶囊的最佳包埋条件,在单因素实验的基础上进行正交实验。因素水平见表1,结果见表2。

表1 正交试验因素水平表

水平	A (功率/W)	B (温度/ $^{\circ}$ C)	C (时间/min)
1	180	25	25
2	200	30	30
3	220	35	35

注: $m_{精油}:m_{\beta-CD}=1:5$

表2 正交实验结果

实验号	A	B	C	包埋率/%
1	180	25	25	60.1
2	180	30	30	76.6
3	180	35	35	75.8
4	200	25	30	76.4
5	200	30	35	58.5
6	200	35	25	78.1
7	220	25	35	74.4
8	220	30	25	61.7
9	220	35	30	66.3
k_1	70.833	70.300	66.633	
k_2	71.000	65.600	73.100	
k_3	64.467	73.400	69.567	
R	6.533	7.8	6.467	

表2 极差分析结果可知,从各因素对包埋综合评价值的影响来看,影响程度依次为: $B>A>C$,即包埋温度 $>$ 超声功率 $>$ 包埋时间。最佳提取条件为 $A_2B_3C_2$,即:超声功率 200 W、包埋温度 35 $^{\circ}$ C、包埋时间 30 min。

对表2的试验结果进行方差分析和 F 检验,结果

见表3。从各因素对包埋率的影响来看,包埋温度、包埋时间、超声功率对包埋率在所考察的范围内的影响均不显著。

表3 各因素对包埋率的方差分析结果

因素	偏差平方和	自由度	$F/F_{0.05}$	显著性
A	23.847	2	0.185	不显著
B	92.540	2	0.718	不显著
C	62.907	2	0.488	不显著
误差	515.48	8		

按上述最佳条件进行实验,得到包埋率 80.1%。

按上述最佳条件进行放大实验,得到包埋率 79.8%。

2.3 微胶囊的定性验证

2.3.1 显微观察

将 β -CD 空白与微胶囊在显微镜下观察, β -CD 空白为规则板状结构, β -CD 挥发油包埋物为不规则粉末状。

2.3.2 TLC 检验

分别对花椒精油、从微胶囊中回收的花椒精油、 β -CD 空白样、微胶囊点样,展开后结果表明,从 β -CD 中回收的精油与未进行过包埋的精油斑点一致,微胶囊和 β -CD 空白样无斑点,说明精油与 β -CD 形成了微胶囊,并且精油在包埋前后成分无变化。

3 结论

根据实验结果,从包埋率指标为评价,以 β -环糊精为壁材制备的花椒精油微胶囊的最佳包埋工艺为:超声功率 200 W、包埋温度 35 $^{\circ}$ C、包埋时间 30 min、 $m_{精油}:m_{\beta-CD}=1:5$ 。所得微胶囊外观为白色粉末,无味,包埋率 80.1%,并且精油在包埋前后成分无变化。

参考文献

- [1] 欧阳玉祝,石爱华,陈小东,等.花椒油的超声提取及其成分分析[J].食品与发酵工业,2007,33(3):131-135
- [2] 路纯明,张小麟,赵英杰,等.花椒挥发油提取方法及其组分研究[J].中国粮油学报,1996,11(4):12-17
- [3] 赵群莉,邓修,王远明.微胶囊化花椒油的研究[J].化学世界,2006,10:583-585
- [4] 郭红祥,张慧珍,袁超,等.花椒精油萃取方法比较研究[J].中国农学通报,2005,21(5):141-142
- [5] 易军,李晓芳,苏建湘,等.超声法制备石菖蒲挥发油 β -环糊精包埋物[J].时珍国医国药,2006 17(3):381-383
- [6] 王晓颖,叶梦屏.陈皮挥发油-环糊精包埋工艺研究[J].福建中医学院学报,2005,15(2):28-29.