

薄荷香精微胶囊的内乳化凝胶法制备及性能研究

吴艳¹, 张卉沁¹, 高昊峰², 朱虎健², 艾连中³, 王光强³, 夏永军³

(1. 上海交通大学农业与生物学院, 上海 200240) (2. 上海味易香精香料有限公司, 上海 201108)

(3. 上海理工大学医疗器械与食品学院, 上海 200093)

摘要:薄荷香精在食品生产中应用广泛,但是由于其易挥发性和对环境敏感的特性,致使留香时间不长,货架期较短。目前,喷雾干燥是最广泛使用的微胶囊制备方法,但是由于喷雾后的高温干燥处理会导致香精的部分损失,所以需要探索一种在常温下制备香精微胶囊的方法。本文以海藻酸钠为壁材,薄荷香精为芯材,采用内乳化凝聚法来制备薄荷香精微胶囊,在常温下可获得球形好、粒径分布均一的微胶囊。通过傅立叶红外光谱定性验证香精是否被海藻酸钠包埋。由单因素实验和正交实验对包埋率和粒径分布进行考察,得到制备的最佳工艺参数。最佳的工艺条件为:芯材与海藻酸钠质量比 1:3,海藻酸钠质量分数为 4%,Span-80 添加量 2%,冰醋酸与碳酸钙摩尔比 3:1,碳酸钙与海藻酸钠质量比 7:40,乳化时间 15 min。此条件下薄荷香精微胶囊的包埋率为 59.63±0.47%,平均粒径为 290.70 μm。用差示量热扫描仪(DSC)对其热稳定性进行分析,发现微胶囊可以对香精起到部分缓释作用。

关键词:薄荷香精;内乳化凝聚法;微胶囊;热重分析

文章编号:1673-9078(2015)5-150-156

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2015.5.024

Characteristics of Mint Essence Microcapsule Prepared by Emulsification-internal Ionotropic Gelation

WU Yan¹, ZHANG Hui-qin¹, GAO Hao-feng², ZHU Hu-jian², AI Lian-zhong³, WANG Guang-qiang³, XIA Yong-jun³

(1.School of Agriculture and Biology, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China) (2.Shanghai Wee Fragrances & Flavors Co., Ltd, Shanghai 201108, China) (3.School of Medical Instrument and Food Engineering, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China)

Abstract: Mint essence is widely used while preparing food, however, characteristics such as volatility and environmental sensitivity reduce the duration of its aroma and shelf life. Spray drying is the most common method to prepare essence microcapsules, but the heat treatment following spray drying results in partial loss of the essence. Therefore, it is necessary to develop a preparation method that can be carried out at room-temperature. In this study, an emulsification-internal ionotropic gelation method was used to prepare mint essence microcapsules at room temperature, using calcium alginate to coat the core containing mint essence. The resultant product was spherical, with uniform particle size distribution. Fourier transform infrared spectroscopy was used to confirm that the mint essence was adequately embedded within calcium alginate. Embedding ratio and particle size distribution using single factor and orthogonal experiments were carried out to determine optimal conditions, as follows: mass ratio of the core material and sodium alginate was 1:3; mass fraction of sodium alginate was 4%; amount of added Span-80 was 2%; molar ratio of glacial acetic acid and calcium carbonate was 2:1; mass ratio of calcium carbonate and sodium alginate was 7:40; and emulsification time was 15 minutes. Under these optimized conditions, encapsulation efficiency was 59.63 ± 0.47%, and the average particle diameter was 290.70 μm. Thermal stability was measured using differential scanning calorimetry and it was found that the microcapsules contributed to sustained release of the essence.

Key words: mint essence; emulsification-internal ionotropic gelation; microcapsule; thermogravimetric analysis

香精是将各种天然香料与人造香料按适当比例调和而成的具有一定香型及不同用途的产品。薄荷香精
收稿日期: 2014-05-10

基金项目: 2011年上海市闵行区技术创新项目—企校合作专项(2011MH068);
国家农业科技成果转化资金项目 (2013GB2000153)

作者简介: 吴艳(1977-),女,博士,副研究员,主要从事功能食品的研究
通讯作者: 夏永军(1981-),男,博士,讲师,主要从事食品生物技术研究

属于液体香精中的油溶性植物香精,其主要产地为中国、巴西及印度,产量占全球的80%。薄荷香精因为其清凉感是一种常用的食品添加剂,除了增加风味外,还能使消费者口气清新,因此广泛应用于口香糖、糖果、清凉饮料以及冷饮等食品中。薄荷香精中含有多种芳香性成分,其中含量最多的是单萜萜醇-薄荷醇,其次含有许多不稳定单萜萜化合物,如β-松萜、柠檬

烯、异薄荷酮等^[1]。这些化合物在薄荷香精加工和存储过程中会发生降解而导致香精的感官特性发生改变；薄荷香精的油溶性、易挥发性在其生产应用过程中容易损失，影响产品的货架期；此外，高浓度薄荷精油具有较强刺激性，使用时也需要进行缓释。因此，如何有效安全地提高薄荷香精在生产中的利用效率，成为现今国内外研究的一个热点^[2~3]。

微胶囊技术已广泛应用于食品工业和医药等领域中^[3~4]。选用合适的微胶囊技术及壁材可以有效地改善薄荷香精在生产和应用过程中的损失问题，增强食品中香精的缓释效果^[5]。Soottitawat 等人利用喷雾干燥技术，研究了阿拉伯胶及变性淀粉对 L-薄荷醇的微胶囊化效果，结果显示变性淀粉对 L-薄荷醇就有较好的保留效果^[6]。Sarkar 等人研究表明瓜尔胶水解产物-辛基琥珀酸酐可以作为包埋壁材，有效地提高薄荷香精的保留效果^[7]。

目前，喷雾干燥是最广泛使用的微胶囊制备方法，但是由于喷雾后的高温干燥处理会导致薄荷香精中不稳定和易挥发组分的部分损失，所以需要探索一种在常温下制备香精微胶囊的方法^[8]。1989年，Lencki 等首次提出了内乳化凝胶法的概念，随后许多学者对其进行深入的研究，目前已成功微胶囊化乳酸菌、功能性蛋白、溶菌酶、胰岛素、DNA 等生物活性组分及细胞^[9~10]。与外乳化法相比，内乳化凝胶法克服了外乳化法加入氯化钙引起的微胶囊成簇凝聚现象，使得微胶囊颗粒易于控制，可形成粒径更小的微胶囊，且颗粒粒径比较均一^[11]。本实验拟采用内乳化凝聚法制备薄荷香精微胶囊，通过单因素实验和正交设计实验确定最佳制备工艺，通过分析微胶囊颗粒包埋率、粒径分布、热重分析等指标评估薄荷香精的包埋效果及包埋物性能，从而为薄荷香精的工业化应用奠定基础。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

薄荷香精，购自上海味易香精香料有限公司，食品级；大豆油，购自上海嘉里食品工业有限公司，食品级；海藻酸钠、Tween-80，购自上海国药集团化学试剂有限公司，化学纯；碳酸钙、冰醋酸、无水氯化钙、95%乙醇、无水乙醚，购自上海凌峰化学试剂有限公司，分析纯；Span-80，生工生物（上海）股份有限公司，试剂级。

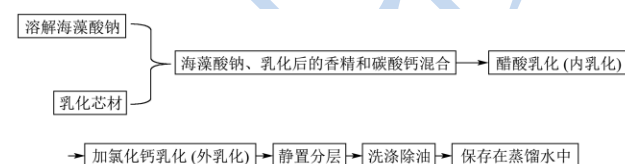
1.2 仪器与设备

S312 数字恒速搅拌器，上海申生科技有限公司；

HWS28 电热恒温水浴锅，上海一恒科技有限公司；S10H 超声波清洗机，厦门致微仪器有限公司；AL204 电子天平，梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司；Nicolet 6700 傅立叶红外光谱仪，赛默飞世尔科技(中国)有限公司；Mastersizer 2000 粒度分析仪，英国马尔文仪器有限公司；UV-1800 紫外分光光度计，日本岛津研究所；GZX-9240 电热鼓风干燥箱，上海博迅实业有限公司医疗设备厂；PT-10-35GT 均质机，瑞士 Kinematica 公司；CT06484 差示量热扫描仪，美国 Perkin Elmer 公司；Q600 同步热分析仪，美国 TA 公司。

1.3 实验方法

1.3.1 内乳化凝聚法制备微胶囊工艺



操作步骤：

- (1) 称取 2.0 g 薄荷香精和 0.4 g Tween-80，加入 4.0 g 去离子水，以 10000 r/min 快速均质乳化 20 min。
- (2) 溶解 4.0 g 海藻酸钠于 200 mL 蒸馏水中，60 °C 恒温搅拌至完全溶解，静置或用超声波做脱气。加入乳化后的香精，混合均匀，用超声波略做脱气。
- (3) 取 20 mL 海藻酸钠与香精混合液，加入 1 mL 5% (m/V) 碳酸钙悬浮液（含 500 mmol Ca²⁺），搅拌均匀。取 21 mL 海藻酸钠、香精与碳酸钙的混合液加入到以 250 r/min 搅拌下 100 mL 含 2 mL Span-80 的大豆油中，反应 15 min。
- (4) 边搅动边用移液管移取 20 mL 80 mmol/L 醋酸的大豆油缓慢滴加，释放碳酸钙中的钙离子，反应 10 min。

(5) 降低搅拌速度至 100 r/min，将搅拌桨提升至上层油相搅拌，边温和搅拌边用滴管逐步滴加 150 mL 50 mmol/L 氯化钙，连续反应 15 min，乳化液发生相转化，凝胶的海藻酸钙微粒逐渐从油相沉入水相。

(6) 静置 1 h，将油相倒于分液漏斗中继续分液，保留水相。用蒸馏水洗涤凝胶粒子 3 次，合并洗涤液和水相得混合溶液，弃去油相，静置待用。制备所得凝胶粒子保存在蒸馏水中即可。

1.3.2 包埋率的测定

以紫外分光光度计法作为本文中包埋率的测定方法^[12]。具体方法是首先将微胶囊内的香精用乙醇萃取出来，并辅助以超声振荡充分萃取；然后测定萃取溶液在 205 nm 处的吸收值；最后与配制的一定浓度

的薄荷香精-乙醇对照, 得到香精浓度, 计算得微胶囊包埋率。

1.3.3 傅立叶红外光谱实验

分别对薄荷香精纯样品、空白微胶囊和包埋香精的微胶囊做傅立叶红外光谱实验^[17], 分析图谱, 验证香精是否被海藻酸钠包埋。

1.3.4 工艺条件实验

1.3.4.1 单因素实验

依次改变海藻酸钠浓度、表面活性剂即 Span-80 添加量和乳化时间的参数制备薄荷香精微胶囊, 研究其对微胶囊包埋率、粒径分布以及表面特征的影响, 确定三者的参数。

1.3.4.2 正交实验

以包埋率为考察指标, 选取芯材与海藻酸钠质量比、碳酸钙的添加量、冰醋酸的添加量和表面活性剂 Span-80 的添加量为考察因素, 分别选取三个水平, 采用 $L_9(3^4)$ 来进行正交实验, 以确定微胶囊最佳的包埋条件。

1.3.5 微胶囊粒径分布的测定

将一定量的微胶囊放入 Mastersizer 2000 粒度分析仪测试容器中, 测定微胶囊粒径分布。

1.3.6 微胶囊特征分析

用滴管吸取一滴含微胶囊的液滴, 滴在载玻片的中间, 制成玻片, 在 NIKON 50i 显微镜下观察微胶囊的形态, 并选取合适的视野进行拍照记录。

1.3.7 微胶囊的热稳定性能分析

采用热重分析法来测定薄荷香精的挥发温度^[13-14]。用 DSC 分别对空白微胶囊和包埋香精的微胶囊从室温到 250 °C 进行扫描, 确定香精释放温度。

1.3.8 数据分析

每组实验设置三个平行样, 实验结果采用 Excell 和 SPSS 处理和统计分析。

2 结果与讨论

2.1 薄荷香精标准曲线

将不同浓度薄荷香精溶解在乙醇中, 配置成标准溶液, 然后在 205 nm 条件下测定器紫外吸收。结果如图 1 所示, 薄荷香精在 0.03~0.1 mg/mL 浓度范围内保持良好线性关系, 相关系数为 0.9991, 可以用来测定分析薄荷香精含量。

2.2 傅立叶红外光谱图

为了定性验证薄荷香精是否被包埋, 将香精、空白微胶囊和包埋香精的微胶囊分别进行傅立叶红外光

谱扫描(图 2 和图 3)。由于微胶囊含有一定量的水分, 完全干燥会造成香精的大量挥发, 所以进行红外光谱实验的微胶囊样品带有一定的水分, 在图 3 中 3400 cm^{-1} 处有较强的羟基峰吸收, 证明微胶囊中含有一定量的水分。对比图 3 中空白微胶囊与包埋微胶囊, 两者在 2143 cm^{-1} 和 1631 cm^{-1} 处都有不同于香精的较大的吸收峰, 应该是壁材海藻酸钠的吸收峰。而包埋微胶囊在 2925 cm^{-1} 和 2854 cm^{-1} 处都有两个不同于空白微胶囊的吸收峰, 与香精红外图谱上的吸收峰正好对应(图 2), 在 1745 cm^{-1} 处和 876 cm^{-1} 处也都有较强的吸收, 由此可以验证香精被海藻酸钠包埋。

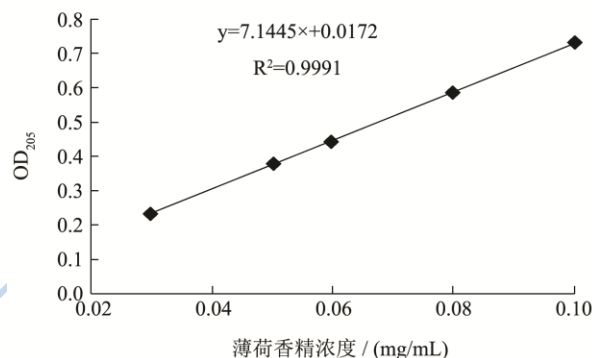


图 1 薄荷香精标准曲线分析

Fig.1 Standard curve of mint oil concentration

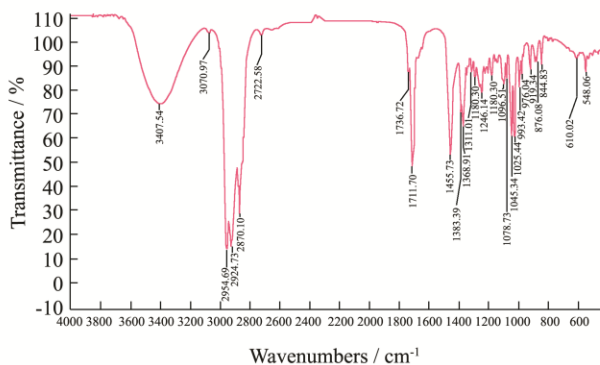


图 2 薄荷香精红外光谱图

Fig.2 Infrared spectrum of mint essence

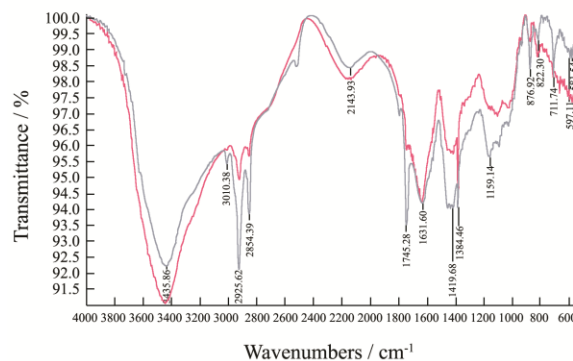


图 3 空白微胶囊与包埋微胶囊红外光谱图
Fig.3 Infrared spectra of the microcapsule and mint essence microcapsule

注：红色线为空白微胶囊，蓝色线为包埋了薄荷香精的微胶囊。

2.3 单因素实验

2.3.1 海藻酸钠浓度对微胶囊包埋率和粒径分布的影响

选取芯材（香精）与海藻酸钠质量比 1:2，碳酸钙浓度 5% (m/V)，Span-80 添加量 2%，冰醋酸浓度 80 mmol/L，选取海藻酸钠浓度分别为 3%、4%、5%，分别对微胶囊包埋率和粒径分布进行考察。

2.3.1.1 包埋率

超声振荡辅助提取微胶囊中的薄荷香精，通过测定在 205 nm 处的溶液的吸光度并与标准曲线对比来得到香精浓度，从而计算得出微胶囊的包埋率。三种不同海藻酸钠浓度的微胶囊包埋率如下表 1 所示。

表 1 不同浓度海藻酸钠的微胶囊包埋率

Table 1 Embedding ratio of mint essence microcapsule using

different concentrations of sodium alginate	
海藻酸钠浓度%	包埋率%
3	37.22±0.62
4	48.64±1.15
5	47.07±0.91

由上表 1 可以看出，随着海藻酸钠浓度增大，包埋率增大，当海藻酸钠浓度为 4% 时，包埋率最大值为 48.64±1.15%，继续增加浓度后，包埋率略有减小。因为海藻酸钠浓度增大后包埋成形效果更好，减少了在搅拌时微胶囊破碎的可能性，同时粒径增大，相对表面积减小，包埋香精的能力增强。但是当海藻酸钠浓度达到 5% 时，溶液的黏度太高，加入香精后不利于其在溶液中的均匀分散，无法进一步提高包埋率。另外，5% 的海藻酸钠溶液需要水浴加热很长时间才能搅拌均匀，黏度高，流动性很差，不利于较大规模的操作。

2.3.1.2 粒径分布

用激光粒度分析仪分别测定三种不同浓度海藻酸钠制备的微胶囊的平均粒径和粒径分布，结果见下表 2 和图 4。

由表 2 可以看出，海藻酸钠浓度增加，微胶囊粒径增加，当浓度增大到 5% 时，粒径又略有减小。因为海藻酸钠浓度越大，溶液的黏度也越大，而低黏度的溶液易于分散成小液滴从而形成较小的凝胶粒子，高黏度的溶液不容易分散成小液滴。当黏度过高时，加入香精后可能会搅拌不均造成流动性强黏度略低的部分更易倒出，对实验结果有一定影响。图 4 显示了不同浓度海藻酸钠的微胶囊粒径分布情况。浓度为 3%

时，微胶囊粒径大部分分布在 100~400 μm 之间，相比另外两组粒径略分散；浓度为 4% 和 5% 时，微胶囊粒径大部分分布在 200~500 μm 之间，粒径稍大且分布相对集中。

表 2 不同浓度海藻酸钠的微胶囊平均粒径

Table 2 Average particle size of mint essence microcapsule using

different concentrations of sodium alginate	
海藻酸钠浓度%	平均粒径/μm
3	254.27±7.93
4	409.05±10.67
5	366.50±1.59

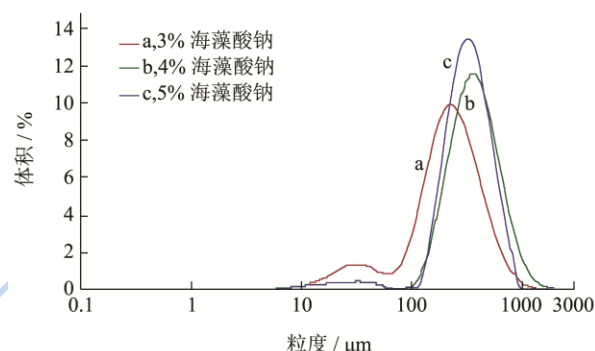


图 4 不同浓度海藻酸钠的微胶囊粒径分布曲线

Fig.4 Effect of different concentrations of sodium alginate on the particle size distribution

综上所述，浓度为 4% 的海藻酸钠微胶囊成形效果好，粒径适中且分布相对集中，包埋率也是最高的，所以选择 4% 的海藻酸钠作为后续实验的工艺参数。

2.3.2 乳化剂对微胶囊包埋率和粒径分布的影响

选取海藻酸钠浓度为 4%，芯材（香精）与海藻酸钠质量比 1:2，碳酸钙浓度 5% (m/V)，冰醋酸浓度 80 mmol/L，考察 Span-80 的添加量为 0%、1%、2%、3% 时对微胶囊包埋率和粒径分布的影响。

表 3 不同添加量乳化剂的微胶囊包埋率

Table 3 Embedding ratio of mint essence microcapsule using

different concentrations of added emulsifier	
乳化剂 Span-80 添加量%	包埋率%
0	48.64±0.68
1	44.57±1.25
2	48.62±0.74
3	23.18±0.39

由表 3 可知，当乳化剂的添加量在 3% 以下时，对包埋率的影响不大，当达到 3% 时，包埋率明显下降，可能是因为乳化剂量很大时微胶囊粒径较小，相对表面积增大，导致包埋率减小，所以乳化剂的添加量要控制在 3% 以下。虽然不添加表面活性剂包埋率

也很高,但是在实验的过程中可以看到 Span-80 添加量为 0% 的微胶囊结成一团的现象比较严重,如图 5 所示,并且有一些颗粒粒径达到 3~4 mm, 粒度非常不均。在添加 Span-80 作为表面活性剂后,体系稳定,不会出现特别大的液滴,添加量为 1% 时平均粒径超过了 500 μm , 与要求不相符,而添加量为 2% 和 3% 时粒径都在要求范围之内。综上,乳化剂的添加是必须的,但是添加量不宜超过 3%, 这对微胶囊的质量尤其是粒径影响很大。

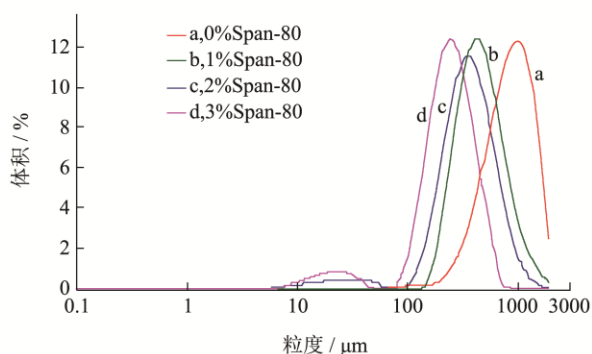


图 5 不同添加量乳化剂的微胶囊粒径分布曲线

Fig.5 Effect of different concentrations of added emulsifier on the particle size distribution

2.3.3 乳化时间对微胶囊包埋率和粒径分布的影响

选取海藻酸钠浓度 4%, 芯材(香精)与海藻酸钠质量比 1:2, 碳酸钙浓度 5% (m/V), Span-80 的添加量为 2%, 冰醋酸浓度 80 mmol/L, 考察乳化时间分别为 5 min、10 min、15 min、20 min 时对微胶囊包埋率和粒径分布的影响。

表 4 不同乳化时间的微胶囊包埋率

Table 4 Embedding ratio of mint essence microcapsule after

different emulsification time periods	
乳化时间/min	包埋率%
5	38.16±0.55
10	38.03±0.67
15	48.69±1.12
20	45.14±0.94

由上表 4 可知, 乳化时间为 5 min 和 10 min 时包埋率大小没有差别, 乳化时间增长后包埋率有所增加, 但是增加到 20 min 后略有下降, 乳化时间可以选择在 15 min 左右, 能够充分乳化。而且微胶囊粒径随着乳化时间变长而变大。理论上应该乳化时间越长液滴分散越均匀, 粒径越小, 出现这种结果可能与搅拌时搅拌桨的张角有关系, 造成搅拌时的接触面积不同, 对实验结果有一定影响。综合包埋率和粒径分布的结果, 选择乳化时间 15 min 较好。

表 5 不同乳化时间的微胶囊平均粒径

Table 5 Average particle size of mint essence microcapsule after different emulsification time periods

乳化时间/min	粒径/ μm
5	304.59±6.22
10	263.87±7.97
15	409.05±6.86
20	446.20±4.28

2.4 正交实验设计

表 6 正交实验设计与结果

Table 6 Experimental design and corresponding results for orthogonal test

实验编号	芯材与壁材质量比	碳酸钙与海藻酸钠质量比	冰醋酸与碳酸钙摩尔比	Span80 添加量 D%	包埋率 /%
	A	B	C		
1	1:1	4:40	3:1	3	23.62±0.34
2	1:1	7:40	4:1	1	20.95±0.43
3	1:1	10:40	2:1	2	16.58±0.37
4	1:2	4:40	4:1	2	49.80±0.59
5	1:2	7:40	2:1	3	41.74±0.92
6	1:2	10:40	3:1	1	27.77±0.58
7	1:3	4:40	2:1	1	44.61±0.74
8	1:3	7:40	3:1	2	59.63±0.47
9	1:3	10:40	4:1	3	34.48±0.65
K1	20.3	39.3	34.3	31.1	
K2	39.7	40.7	40.0	42.0	
K3	46.2	26.2	35.0	33.2	
R	25.9	14.5	5.7	10.9	

微胶囊化薄荷香精的包埋率是评价香精包埋效果的重要指标, 直接影响到底物的利用效率及微胶囊产物在产品中的应用效果。因此, 本实验选取包埋率作为指标进行正交优化实验。根据正交实验表进行 9 组实验, 得到各组合的包埋率结果并进行极差分析。极差 R 越大则说明该因素对实验结果的影响越大, 由表 6 可知, 各个因素对微胶囊的包埋率影响程度由大到小依次是 A (芯材与壁材质量比) > B (碳酸钙添加量) > D (Span-80 添加量) > C (冰醋酸添加量)。分别比较四个因素的包埋率平均值 K1、K2、K3, A 因素下以 A3 最佳, B 因素下以 B2 最佳, C 因素下以 C2 最佳, D 因素下以 D2 最佳, 因此最佳组合为 A3B2C2D2, 即芯材与壁材质量比 1:3, 碳酸钙与海藻酸钠质量比 7:40, 冰醋酸与碳酸钙摩尔比 3:1, Span80 添加量 2%, 即 8 号正交实验, 测得包埋率为 59.63±0.47%, 按照此最佳组合经过再次实验验证, 包

埋率结果基本一致。

2.5 对最优条件下制备的微胶囊进行分析

2.5.1 粒径分布

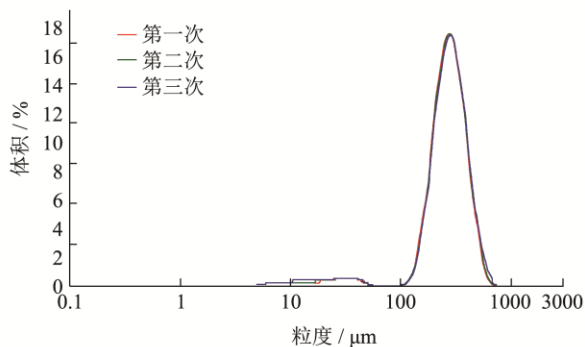


图6 最佳组合制备的微胶囊粒径分布

Fig.6 Particle size distribution of essence microcapsule embedded under the optimized conditions

用 Mastersizer 2000 粒度分析仪对微胶囊进行三次测定,如图6所示结果,微胶囊的平均粒径为290.70 μm,大部分颗粒在200~400 μm之间,粒度分布集中均一,符合企业生产要求。

2.5.2 热稳定性能

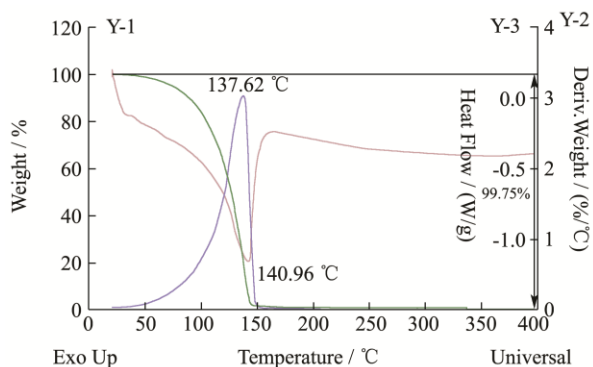


图7 薄荷香精的热重分析曲线

Fig.7 Thermogravimetric curve of essence microcapsule

大多数情况下,精油类香精的微胶囊化是为了提高客体分子的热稳定性,以控制其在食品中的释放,减小其损失,并达到缓释的效果。利用热重分析技术,可以准确的分析微胶囊产物的热稳定性能、热释放速率以及其挥发温度等参数。本实验用同步热分析仪(SDT)来确定薄荷香精的挥发温度。以10 °C/min的加热速度对香精进行加热,得到失重曲线(图7)。如图7所示,Y1曲线为薄荷香精的热失重曲线,Y2曲线为失重速率曲线,Y3曲线为热流量曲线。香精失重速率随温度的升高而加快,在137 °C达到最快,大约在142 °C左右基本完全失重。可见,薄荷香精不能经受高温处理。

由于制备得到的香精微胶囊中水分含量很高,将

其完全干燥又会影响到微胶囊的组织结构,如果采用热重分析,水分蒸发引起的大量失重会干扰对于香精失重的判断,所以采用DSC对不完全干燥的空白微胶囊和包埋香精的微胶囊进行分析(图8)。

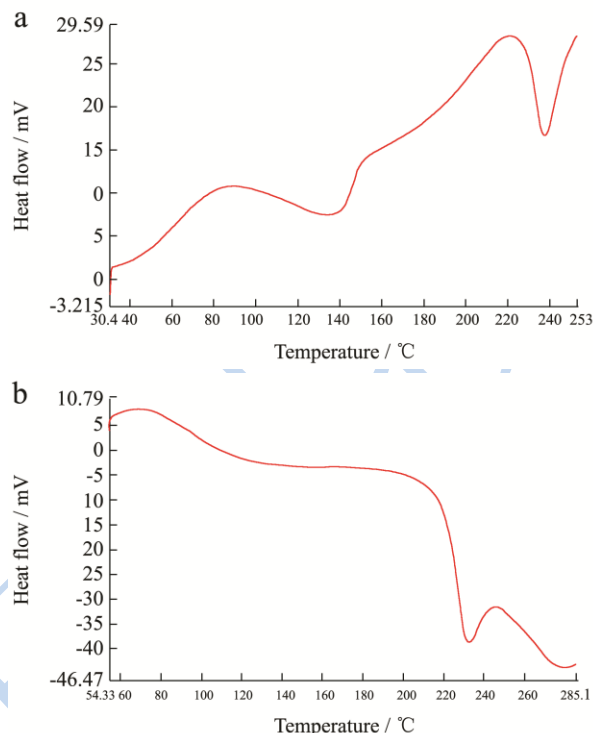


图8 香精微胶囊(a)和空白微胶囊(b)的DSC曲线

Fig.8 Differential scanning calorimetry curves of essence microcapsule (a) and blank microcapsule (b)

对比图8a和8b,在80 °C左右两者都有一个吸热峰,说明从60 °C开始微胶囊中所含的游离水大量挥发,在140 °C开始包埋微胶囊出现第二个小的峰,是微胶囊中的结合水挥发,在空白微胶囊中这一变化趋势不明显,说明在结合水挥发的同时还带出了一定量的香精,使得包埋微胶囊此峰较明显,这与在热重分析曲线中香精大量失重的温度一致。在200 °C时,又出现一个更强的吸热峰,这是在空白微胶囊中所没有的,是大部分薄荷香精吸热挥发所致,随即一个明显的放热峰为壁材海藻酸钙自身氧化分解所致,可以看到实验结束后铝坩埚中的固体呈黑色。由于海藻酸钙为多孔结构的薄膜,含水率高,而且微胶囊的粒径较大,所以海藻酸钙的壁材对芯材的挥发不能起到完全阻留的效果,因此在香精的挥发温度前后,由于结合水依然会带出部分香精,对香精起到的是部分缓释的效果。

3 结论

傅立叶红外光谱分析实验表明薄荷香精能被海藻酸钠所包埋。海藻酸钠的浓度、表面活性剂的添加量

和乳化时间对微胶囊包埋率和粒径分布有显著影响。通过正交实验能确定薄荷香精制备的最优工艺参数。在最优工艺条件下所制得的微胶囊呈球形, 粒径大小合适, 分布均一。粒度分析的结果显示, 微胶囊的平均粒径是 290.70 μm , 绝大部分的颗粒分布在 200~400 μm 之间。纯薄荷香精在 142 $^{\circ}\text{C}$ 基本完全挥发, 经过微胶囊包埋的香精在 142 $^{\circ}\text{C}$ 挥发部分, 在 220 $^{\circ}\text{C}$ 左右挥发完全, 微胶囊包埋对香精起到了部分缓释的作用。

参考文献

- [1] Duriyaprapan S, Britten E. The effect of age and location of leaf on quantity and quality of Japanese mint oil production [J]. *Journal of Experimental Botany*, 1982, 33: 810-814
- [2] Dong Z J, Toure A, Jia C S, et al. Effect of processing parameters on the formation of spherical multinuclear microcapsules encapsulating peppermint oil by coacervation [J]. *Microencapsulation*, 2007, 24(7): 634-646
- [3] 张碳, 谭天伟, 凌沛学. 微胶囊壁材在食品工业中的研究进展 [J]. *食品与发酵工业*, 2011, 37(5): 132-138
ZHANG Tan, TAN Tian-wei, LING Pei-xue. Research progress of microcapsule wall-materials in food industry extracts [J]. *Food and Fermentation Industries*, 2011, 37(5): 132-138
- [4] 王庆亮, 侯丽雅, 朱丽, 等. 两相剪切流法制备玉米胚芽油微胶囊的研究 [J]. *现代食品科技*, 2013, 29(9): 2218-2224
WANG Qing-liang, HOU Li-ya, ZHU Li, et al. Preparation of corn germ oil microcapsules based on two-phase shear flow [J]. *Modern Food Science and Technology*, 2013, 29(9): 2218-2224
- [5] Zhong F, Yu M, Luo C, et al. Formation and characterisation of mint oil S and CS/water microemulsions [J]. *Food Chemistry*, 2009, 115: 539-544
- [6] Sootitawat A, Takayama K, Okamura K, et al. Microencapsulation of l-menthol by spray drying and its release characteristics [J]. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 2005, 6: 163-170
- [7] Sarkara S, Guptab S, Variyar P S, et al. Hydrophobic derivatives of guar gum hydrolyzate and gum Arabic as matrices for microencapsulation of mint oil [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2013, 95: 177-182
- [8] Nazzaro F, Orlando P, Fratianni F, et al. Microencapsulation in food science and biotechnology [J]. *Current Opinion in Biotechnology*, 2012, 23(2): 182-186
- [9] Lencki R W J, Neufeld R J, Spinney T. Method of producing microspheres [P]. US: 4822534, 1989
- [10] Poncelet D, Lencki R, Beaulieu C, et al. Production of alginate beads by emulsification/internal gelation I methodology [J]. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 1992, 38: 39-45
- [11] Liu X D, Yu W Y, Zhang Y, et al. Characterization of structure and diffusion behaviour of Ca-alginate beads prepared with external or internal calcium sources [J]. *Journal of Microencapsulation*, 2002, 19: 775-782
- [12] Wang Y C, Li P W, Peng Z, et al. Microencapsulation of nanoparticles with enhanced drug loading for pH-sensitive oral drug delivery for the treatment of colon cancer. *Journal of Applied Polymer Science*, 2013, 129(2): 714-720
- [13] van Hoogmoed C G, Busscher H J, de Vos P. Fourier transform infrared spectroscopy studies of alginate-PLL capsules with varying compositions. *Journal of Biomedical Materials Research. Part A*, 2003, 67(1): 172-178
- [14] Luo Y, Zhang B, Whent M, et al. Preparation and characterization of zein/chitosan complex for encapsulation of α -tocopherol, and its in vitro controlled release study [J]. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 2011, 85(2): 145-152