

广佛手精油微胶囊制备工艺优化及其品质分析

罗旭洸^{1,2}, 杨慧¹, 刘晓娟^{1,2}, 肖苏尧^{1,2}, 周爱梅^{1,2}, 黄凯信²

(1. 华南农业大学食品学院, 广东广州 510642) (2. 广东展翠食品股份有限公司, 广东潮州 515634)

摘要: 以广佛手精油为原料, 对其微胶囊的制备工艺包括壁材组合、乳化工艺(乳化剂组成及用量、芯壁比)及喷雾干燥条件(进风温度、雾化器频率、进料流量)进行了优化研究, 确定最优的微胶囊化工艺参数, 进而对精油微胶囊产品的品质及微观结构进行分析。结果表明, 最佳的广佛手精油微胶囊制备工艺为: (1) 壁材组合(阿拉伯胶:β-环糊精:麦芽糊精)的最佳配比为9:7:4(g/g/g); (2) 乳化工艺的最佳条件为: 复合乳化剂配比(单甘酯:蔗糖脂肪酯)为3:7(g/g), 用量为0.8%、芯材与壁材配比为3:7(g/g); (3) 喷雾干燥的最佳条件为: 进风温度180℃, 雾化器频率30 Hz, 进料流量55 mL/min。在此工艺条件下所制得的广佛手精油微胶囊具有较好的感官、物化特性及缓释性能, 其包埋率高达85.32%, 溶解度为93.25%, 含水量低至2.65%, 加热15 h挥发率只有12.24%, 比未微胶囊化产品降低了79.47%。扫描电镜结果显示所制备的佛手精油微胶囊颗粒表面连续, 呈较光滑的球形。因此, 在最佳工艺条件下制备的广佛手精油微胶囊化产品具有良好的品质。

关键词: 佛手精油; 微胶囊; 喷雾干燥; 品质

文章编号: 1673-9078(2019)05-198-205

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2019.5.028

Preparation Process Optimization and Quality Analysis of Bergamot Essential Oil Microcapsules

LUO Xu-guang^{1,2}, YANG Hui¹, LIU Xiao-juan^{1,2}, XIAO Su-yao^{1,2}, ZHOU Ai-mei^{1,2}, HUANG Kai-xin²

(1. College of Food Science of South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China)

(2. Guangdong Suntree Food Stuff Co. Ltd., Chaozhou 515634, China)

Abstract: In this study, the preparation process of microcapsules using bergamot essential oil as the raw material was optimized, including wall material combination, emulsification process (emulsifier composition and dosage, core-to-wall material ratio) and spray drying conditions (inlet air temperature, atomizer frequency, feed flow rate). The optimal process parameters for microencapsulation of bergamot essential oil were first determined, and then the quality and microstructure of the resulting essential oil microcapsule products were analyzed. The results showed that the optimal conditions for preparing the bergamot essential oil microcapsules were: (1) The optimum ratio of wall material (arabic gum : β-cyclodextrin : maltodextrin) was 9:7:4 (g:g:g); (2) The optimum conditions for emulsification included the ratio of composite emulsifier (monoglyceride : sucrose ester) as 3:7 (g:g), a dosage of 0.8% for this composite emulsifier, and the core-to-wall material ratio as 3:7 (g/g); (3) The optimized spray drying process was at an inlet air temperature of 180 °C, atomizer frequency of 30 Hz, and feed flow rate of 55 mL/min. Under such optimal microcapsulation conditions, the obtained bergamot essential oil microcapsules possessed good sensory, physico-chemical and sustained release properties. The encapsulation rate and solubility of the products were as high as 85.32% and 93.25%, respectively, with the water content only at 2.65%. After being heated for 15 h, the products had only a volatilization rate of 12.24%, which was 79.47% lower than the unencapsulated products. The results of scanning electron microscopy showed that the obtained bergamot essential oil microcapsules were spherical in shape with smooth and continuous surfaces. Therefore, high-quality bergamot essential oil microcapsules could be produced under the optimized conditions.

Key words: bergamot essential oil; microcapsules; spray-drying; quality

佛手 (*Citrus medica* L. var. *Sarcodactylis* Swingle)

收稿日期: 2018-11-01

基金项目: 广东省“扬帆计划”引进创新创业团队项目(2016YT03S056)

作者简介: 罗旭洸(1994-), 男, 在读硕士, 研究方向: 食品科学

通讯作者: 周爱梅(1971-), 女, 博士, 教授, 研究方向: 食品化学与营养, 水产品及其农产品深加工研究

为芸香科香橼属的干燥果实, 又名蜜罗柑、福寿橘、佛手柑等^[1]。具有镇咳平喘、抗炎、抗癌和胃健脾等诸多生理功效^[2]。佛手精油是佛手的主要活性组分之一, 含有萜烯类、倍半萜烯类、香豆素类等多类生物活性物质^[3,4], 具有祛痰、止咳、平喘、抗焦虑、抗菌消炎等作用^[2,5-8]。此外, 佛手精油作为一种天然香料,

在食品及化妆品行业中具有较高的应用价值,市场需求量大,应用前景广阔^[9]。然而,佛手精油的易挥发性导致其在精深加工中极易损失。因此,如何减少佛手精油的有效成分遭受破坏、提高其稳定性是具有重要的研究意义。而微胶囊技术是减小食品中稳定性差的功能成分在生产加工、贮藏、运输等过程中遭受破坏的一种有效方式^[10],它具有控制挥发性物质的释放、保护敏感性物料等特点,已在食品工业中得到广泛应用^[11]。运用微胶囊技术对精油进行包埋可以有效的抑制精油中活性成分的挥发,提高其稳定性且方便运输贮藏;另外,微胶囊技术还可提高精油的防腐、抗氧化等功效作用^[12]。因此,对精油进行微胶囊化研究一直是食品工业的重要研究方向^[13-17]。目前,佛手精油微胶囊化的相关研究报道,许杭琳^[18]以 β -环糊精和阿拉伯胶做单一壁材,采用喷雾干燥法对佛手精油进行微胶囊化包埋,实验所得佛手微胶囊的包埋率仅为10.56%和10.1%,未见有采用复合壁材对佛手精油进行包埋及对微胶囊化产品进行微观结构等品质分析。

喷雾干燥法由于具有操作简单、易于实现大规模生产、成本低、产品中活性成分包埋率高等特点,已成为微胶囊化的重要技术手段^[10,11]。基于此,本文在前期高效萃取广佛手精油的研究基础上^[9],以广佛手精油为原料,对广佛手精油的微胶囊制备工艺进行了优化研究,并对广佛手精油微胶囊产品的包埋率、含水量、溶解度、缓释性、微观结构等品质进行分析,以期广佛手精油在食品中的开发与利用提供数据支撑。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

广佛手精油,采用低温连续相变萃取技术^[19]萃取制备; β -环糊精、麦芽糊精、阿拉伯胶、蔗糖脂肪酸酯(HLB值为13.00)、单甘酯(HLB值为3.80)、石油醚(沸程30~60℃),分析纯,天津市大茂化学试剂厂。

1.2 主要仪器设备

TUS-600数显电热恒温水浴锅,金坛市维诚实验器材;XL-30-ESEM扫描电子显微镜,荷兰FEI公司;SCD500离子溅射仪,瑞士Bal-Tec有限公司;BILON-6000Y喷雾干燥器,上海比郎仪器有限公司;SK2105多功能电磁炉,广东美的生活电器制造有限公司;GJJ-0.03/40高压均质机,江西得利时机械有限公司;DHG-970电热恒温鼓风干燥箱,上海齐心科学仪器有限公司;FJ200-S型数显高速分散仪,上海嫩谷机电设备有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 广佛手精油微胶囊的制备工艺流程

微胶囊壁材→加入适量水→加入亲水乳化剂(蔗糖脂肪酸酯)→加热搅拌溶解(30℃,200r/min,30min)→加入溶有亲油乳化剂(单甘酯)的佛手精油→高速分散混匀→高压均质→稳定乳液→喷雾干燥→成品

微胶囊按照配方要求配制高速分散混匀(10000r/min,3min)后,于45~50℃温度下保温乳化1h后,在压力20MPa条件下,通过高压均质5min获得均匀乳化液,再进行喷雾干燥制备微胶囊。

1.3.2 壁材最佳组合的确定

表1 三因子单形重心设计

Table 1 Three factor single shape barycenter design

实验号	单形坐标			质量分数/%			质量比/(g/g/g)
	X ₁	X ₂	X ₃	阿拉伯胶	β -环糊精	麦芽糊精	m(阿拉伯胶):m(β -环糊精):m(麦芽糊精)
1	1	0	0	55	30	15	11:6:3
2	0	1	0	40	45	15	8:9:3
3	0	0	1	40	30	30	8:6:6
4	1/2	1/2	0	47.5	37.5	15	9.5:7.5:3
5	0	1/2	1/2	40	37.5	22.5	8:7.5:4.5
6	1/2	0	1/2	47.5	30	22.5	9.5:6:4.5
7	1/3	1/3	1/3	45	35	20	9:7:4
8	2/3	1/6	1/6	50	32.5	17.5	10:6.5:3.5
9	1/6	2/3	1/6	42.5	40	17.5	8.5:8:3.5
10	1/6	1/6	2/3	42.5	32.5	25	8.5:6.5:5

选用阿拉伯胶、 β -环糊精、麦芽糊精三种材料进行复配作为广佛手精油微胶囊壁材。根据预实验中所得的最佳值,控制阿拉伯胶用量为40%~55%、 β -环糊精用量为30%~45%、麦芽糊精用量为15%~30%,加入适量芯材(广佛手精油),采用Scheffe三因子单形重心实验^[20]设计(见表1),通过考察乳化液稳定性,确定壁材的最佳组合。

1.3.3 乳化工工艺研究

1.3.3.1 乳化剂HLB值对乳化稳定性的影响

选用单甘酯和蔗糖脂肪酸酯两种乳化剂混合作为制备广佛手精油微胶囊的乳化剂,通过单甘酯和蔗糖脂肪酸酯不同的质量配比制成不同HLB值的复配乳化剂,考察不同的HLB值(3.80、4.72、5.64、6.56、7.48、8.40、9.32、10.24、11.16、12.08、13.00)对乳化液稳定性的影响,确定最佳的HLB值。

1.3.3.2 混合乳化剂添加量对乳化稳定性的影响

选用上述最佳复配的乳化剂,考察混合乳化剂不同的添加量(0.2%、0.4%、0.6%、0.8%、1.0%)对乳化液稳定性的影响,以确定最佳的混合乳化剂的添加量。

1.3.3.3 芯壁比(芯材:壁材)对乳化稳定性的影响

选用上述最佳壁材组合,考察不同芯壁比(1:9、

$$\text{乳化液稳定性}(\%) = \frac{\text{乳化液含水量}(\text{mL}) - \text{游离水含量}(\text{mL})}{\text{乳化液含水量}(\text{mL})} \times 100\% \quad (1)$$

1.3.6 微胶囊包埋率的测定

参考王月月等^[13]方法修改如下:分别称取两份制备的广佛手精油微胶囊样品2.00g,一份加入20mL石油醚(沸程30~60℃)轻微振荡浸提1min,用经石油醚脱脂烘干至恒重的滤纸抽滤取滤液,再重复操作两次,合并滤液,将滤液中的石油醚在60℃的水浴锅中加热挥发蒸干,并在60℃烘箱烘至恒重,以减重法获得微胶囊表面油的质量;另一份用无水乙醚回流提取5~8h,蒸馏回收提取液中的溶剂,以减重法计算微胶囊总含油质量。

$$\text{包埋率}(\%) = (1 - \text{微胶囊表面含油质量} / \text{微胶囊总含油质量}) \times 100\% \quad (2)$$

1.3.7 广佛手精油微胶囊产品质量评定及微观结构分析

1.3.7.1 微胶囊含水量的测定

水分测定采用直接干燥法,参考GB/T 5009.3-2010。

1.3.7.2 微胶囊溶解度的测定

参考赵巍^[22]等方法测定,称取5.00g广佛手精油微胶囊样品,用38mL蒸馏水(25~30℃),分数次加入溶解,4000r/min离心10min倾去上清液,沉淀再

2:8、3:7、4:6、5:5 g/g)对乳化液稳定性的影响,以确定适宜的芯壁比。

1.3.4 喷雾干燥工艺的优化

在前期试验的基础上,采用优化配方后制备的广佛手精油乳化液进行喷雾干燥。选择进风温度、雾化器频率及进料速度3个因素进行 $L_9(3^4)$ 正交试验,通过考察微胶囊包埋率,以确定喷雾干燥的最佳工艺条件,正交试验因素与水平见表2。

表2 喷雾干燥工艺正交实验因素水平

Table 2 Spray drying process orthogonal experimental factor

水平	level		
	A 进风温度/℃	B 雾化器频率/Hz	C 进料流量/(mL/min)
1	170	25	55
2	180	30	60
3	190	35	65

1.3.5 乳化液稳定性的测定

参考廖玉琴^[21]等方法,取制备的乳化液50mL于量筒中(50mL),在40℃的恒温水浴锅中静置24h,观察乳化液的分层现象,并读取相应的体积,按以下公式计算乳化液的稳定性:

加38mL蒸馏水(25~30℃),上下摇动,使沉淀悬浮,再次4000r/min离心10min倾去上清液,将沉淀物转移至称量皿中105℃烘至恒重,重量为 w_2 。溶解度计算公式如下:

$$\text{溶解度}(\%) = 1 - \frac{w_2 - w_1}{(1 - a\%) \times w} \times 100 \quad (3)$$

式中: w -为样品重量(g); w_1 -为称量皿重量(g); w_2 -为称量皿+不溶物重量; $a\%$ -为样品含水量。

1.3.7.3 微胶囊微观结构的扫描电镜观察

根据张泳等^[23]方法,将广佛手精油微胶囊裱在铜桩上,在离子溅射仪中(电流10mA、喷镀1.5min)使微胶囊表面镀上一层铂膜,然后利用扫描电镜(加速电压20kV、温度20℃、相对湿度65%)观察微胶囊形态结构,得到两种倍数的图片($\times 800$ 、 $\times 1500$)。

1.3.7.4 广佛手精油微胶囊及精油缓释性能的测定

参考赵保堂等^[16]方法修改如下:分别称取广佛手精油微胶囊样品和广佛手精油5.00g于培养皿中,并放置于45℃的烘箱中一段时间,每3h取样称重,测定其挥发率。

$$\text{挥发率}(\%) = (\text{初始质量} - \text{某时刻质量}) / \text{初始质量} \times 100\% \quad (4)$$

1.4 数据分析方法

数据结果以平均值±标准差表示，利用 Origin 9.1 作图；采用 SPSS 17.0 统计软件对数据进行方差分析（显著水平 $p < 0.05$ ）；每组实验平行 3 次。

2 结果与讨论

2.1 壁材最佳组合的确定

选用阿拉伯胶、 β -环糊精、麦芽糊精三种材料进行复配作为微胶囊壁材，可以相互弥补成膜的缺陷，有利于提高微胶囊的包埋效果^[13]。由图 1 可知，由不同质量配比的阿拉伯胶、 β -环糊精和麦芽糊精作为复合微胶囊壁材形成的乳化液稳定性均在 74% 以上，当壁材组合阿拉伯胶： β -环糊精：麦芽糊精的质量比为 9:7:4 时，乳化液的稳定性最好，高达 92.40%。麦芽糊精的价格便宜，成膜性好，增加其比例可以降低成本，提高微胶囊包埋率^[24]。但比较第一组和第三组实验可知，随着麦芽糊精比例的增加以及阿拉伯胶比例的降低，乳化液稳定性显著下降 ($p < 0.05$)，这会降低佛手精油的微胶囊化效率。因此从乳化液稳定性考虑，选择第七组作为最佳的壁材组合，即阿拉伯胶： β -环糊精：麦芽糊精的质量比为 9:7:4。

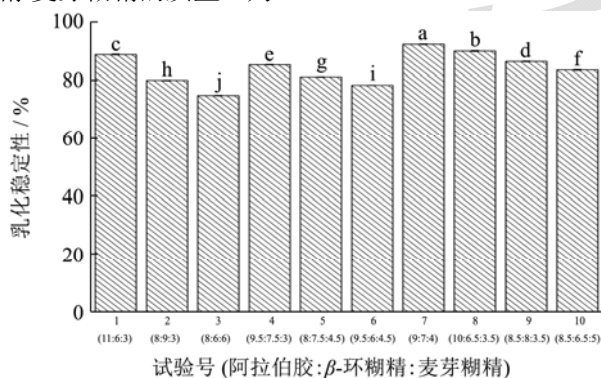


图 1 三因素单形重心设计实测值

Fig.1 Test results of three factor single shape barycenter method

注：图中不同小写字母表示差异显著性 ($p < 0.05$)。

2.2 乳化工工艺研究

2.2.1 乳化剂 HLB 值对乳化稳定性的影响

不同 HLB 值的乳化剂用于制备乳化液的类型是不同的，常选用两种或两种以上的乳化剂复合配置来改变 HLB 值，筛选出符合特定乳化体系的复合乳化剂^[25]。由图 2 可知，在乳化剂用量为 0.4% 的前提下，单独使用单甘酯或蔗糖脂肪酸酯时，乳化液稳定性明显低于复配时的效果。而将单甘酯和蔗糖脂肪酸酯按

不同的质量配比制成一系列不同 HLB 值的复合乳化剂时，随着乳化剂 HLB 值的增加，乳化液稳定性先增加再减少。当 HLB 值为 10.24 (单甘酯:蔗糖脂肪酸酯为 3:7) 时乳化稳定性最好，高达 94.40%。综上所述，选择 HLB 值为 10.24。

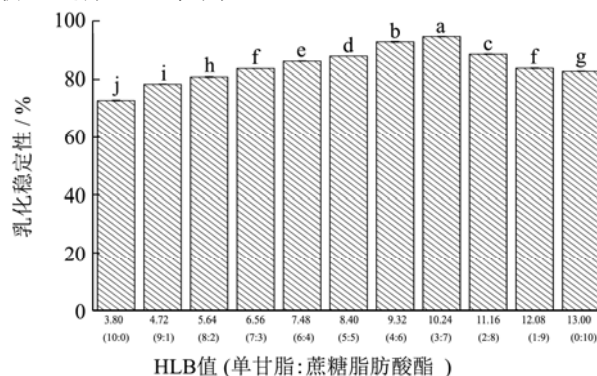


图 2 复配乳化剂的 HBL 值对乳化液稳定性的影响

Fig.2 Effect of HBL value of mixed emulsifier on emulsion stability

注：图中不同小写字母表示差异显著性 ($p < 0.05$)。

2.2.2 乳化剂添加量对乳化稳定性的影响

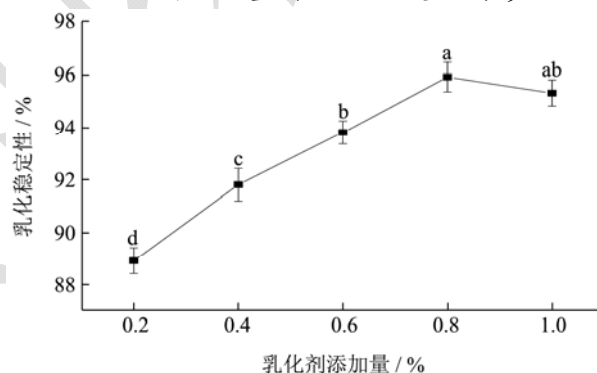


图 3 乳化剂添加量对乳化稳定性的影响

Fig.3 Effect of emulsifier addition on emulsion stability

注：图中不同小写字母表示差异显著性 ($p < 0.05$)。

由图 3 中可看出，在乳化剂添加量在 0.2%~0.8% 区间时，乳化液的稳定性随乳化剂添加量的增加而明显增强 ($p < 0.05$)，当添加量达 0.8% 后，继续加大乳化剂的用量，乳化稳定性基本不变 ($p > 0.05$)。当乳化剂添加量较少时，增加乳化剂的用量，有利于增加界面上吸附乳化剂的分子数量，增强界面膜的强度，提高乳化稳定性。当界面上吸附的乳化剂分子数量达到饱和状态后，继续添加乳化剂对乳化稳定性并没有显著提高，而且过大的乳化剂用量会使乳化液粘度增大，产生絮凝现象，不利于喷雾干燥的顺利进行^[22,25]。综上所述，选择 0.8% 的添加量，此时乳化液的稳定性可达到 95.90%。

2.2.3 芯壁比 (芯材:壁材) 对乳化稳定性的影响

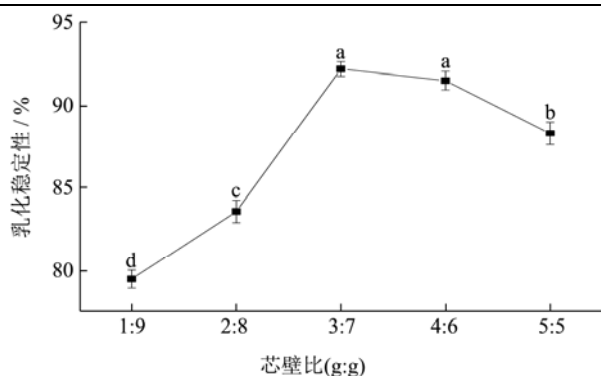


图4 芯壁比对微胶囊乳化稳定性的影响

Fig.4 Effect of the ratio of core to wall on emulsion stability of microcapsules

注：图中不同小写字母表示差异显著性($p < 0.05$)。

由图4可以看出，在一定的范围内，随芯壁比的增大，乳化液的稳定性显著增加 ($p < 0.05$)；当芯壁比达到3:7时，乳化液的稳定性最高，为92.20%；继续增加佛手精油的添加量，则乳化液的稳定性显著下降 ($p < 0.05$)。这说明当芯壁比为3:7时，乳化液能很好地包埋佛手精油，形成较稳定的体系。当芯壁比过大时，佛手精油的载量过高会使壁材与佛手精油之间的乳化不充分，乳化液中会有不同程度的油滴上浮，影响乳化液的稳定性。当芯壁比过小时，壁材用量远大于芯材用量，会增大乳液粘度，延长喷雾干燥时间增

长，使部分微胶囊因高温而发生氧化，造成热不稳定的佛手精油功效成分的损失。综上分析，选择芯壁为3:7 (g/g) 作为最佳芯壁比。

2.3 喷雾干燥工艺的优化

根据表3极差R直观分析，可知影响广佛手精油微胶囊喷雾干燥的各因素的主次排序为：A（进风温度）>C（进料流量）>B（雾化器频率），即进风温度的影响最大，进料流量次之，雾化器频率最小。进风口温度对微胶囊包埋率影响最大，可能是因为进风口温度会影响微胶囊成型的快慢，而微胶囊膜成型越快越有利于抑制广佛手精油的损失，从而提高包埋率。从表4方差分析中可以看出，进风温度、雾化器频率和进料流量对广佛手精油包埋率的影响均不显著 ($p > 0.05$)，但是进风温度对广佛手精油包埋率的贡献率最大^[26]，为0.83。确定最佳喷雾工艺为：A₂B₂C₁，即进风温度 180 °C，雾化器频率 30 Hz，进料流量 55 mL/min。由于这个组合不在正交表的9个实验中，因此进行验证性试验，结果表明其包埋率可达85.32%，显著高于正交表中的最优实验组合即5号实验（包埋率为83.43%）。因此，A₂B₂C₁组合是喷雾干燥法制备广佛手精油微胶囊化的最佳工艺参数。

表3 喷雾干燥正交试验结果分析

Table 3 Analysis of orthogonal test results of spray drying

试验号	因素				包埋率/%
	A 进风温度/°C	B 雾化器频率/Hz	C 进料流量/(mL/min)	D 空列	
1	1	1	1	1	78.52±0.12
2	1	2	2	2	72.21±0.14
3	1	3	3	3	70.45±0.09
4	2	1	2	3	81.70±0.15
5	2	2	3	1	83.43±0.08
6	2	3	1	2	79.68±0.13
7	3	1	3	2	69.50±0.07
8	3	2	1	3	75.35±0.16
9	3	3	2	1	72.80±0.15
K ₁	221.18	229.72	233.55		
K ₂	244.81	230.99	226.71		
K ₃	217.65	222.93	223.38		
k ₁	73.73	76.57	77.85		
k ₂	81.60	77.00	75.57		
k ₃	72.55	74.31	74.46		
R	9.05	2.69	3.39		

表4 喷雾干燥正交试验结果方差分析

Table 4 Analysis of variance of orthogonal experimental results of spray drying

因素	平方和 (SS)	自由度 (df)	均方 (MS)	F 值	P	贡献率
A(进风温度)	145.39	2	72.70	4.88	0.17	0.83
B(雾化器频率)	12.52	2	6.26	0.42	0.70	0.07
C(进料流量)	17.92	2	8.96	0.60	0.63	0.10
误差	29.82	2	14.91			
总和	205.65	8				

表5 广佛手精油微胶囊化产品的感官及理化性质测定结果

Table 5 Sensory and physicochemical properties of bergamot essential oil microencapsulated products

气味	色泽	组织状态	含水量/%	溶解度/%	包埋率/%
具有佛手清香, 无异常气味	黄色	颗粒细小、较均匀, 具有一定的流散性	2.65±0.37	93.25±0.52	85.32±0.72

2.4 广佛手精油微胶囊产品质量评定及扫描电镜分析

2.4.1 广佛手精油微胶囊品质评价

按照最优配方和工艺条件下制备出的广佛手精油微胶囊化产品的外观如图5所示, 其感官质量以及水分含量、溶解度和包埋率等理化指标结果如表5所示。从图5和表5可知, 广佛手精油微胶囊化产品外观呈黄色, 具有较好的佛手清香气味, 且颗粒细小均一, 具有良好的流散性。广佛手精油微胶囊化产品具有较高的包埋率, 为85.32%, 高于时慧等^[17]制备的茴香精油微胶囊(84.70%); 且广佛手精油微胶囊化产品具有良好的溶解度, 其溶解度高达93.25%, 与王月月等^[13]制备洋葱精油微胶囊(97.56%)差别不大, 而溶解度的大小主要与壁材的材料有关; 另一方面, 广佛手精油微胶囊化产品的含水量较低, 仅为2.65%, 与郑义^[14]等制备的桂花精油微胶囊(2.56%)相当。含水量不超5%, 广佛手精油微胶囊在贮藏中不易发霉和吸湿结块, 这有利于广佛手精油微胶囊化产品的储存。



图5 广佛手精油微胶囊化产品

Fig.5 Bergamot essential oil microencapsulated product

2.4.2 广佛手精油微胶囊产品结构的电镜观察

由图6可以看出, 所制备的广佛手精油微胶囊样品外观较为圆整, 除存在一定程度的凹痕外, 大部分

颗粒饱满充实, 分散度较好, 表面光滑连续性好, 无裂痕, 基本呈均匀分布。此外, 在扫描电镜下未看到破裂的微胶囊, 表明微胶囊壁材对广佛手精油具有良好的包埋效果。凹痕是喷雾干燥产品普遍具有的特征, 对微胶囊化包埋效果影响不大^[22], 如王月月等^[13]喷雾干燥制备的洋葱精油微胶囊也存在凹痕的现象。造成微粒发生凹痕的可能原因是干燥过程中囊壁水分迅速蒸发, 造成收缩不均匀; 其次可能是由于乳液液滴内存在一定的空气, 在干燥时由于表面干燥形成致密的囊壁膜, 使密封在内部的空气排不出去, 而在冷却过程, 由于微胶囊内部压力小于外部气压, 从而造成凹痕的现象^[22]。

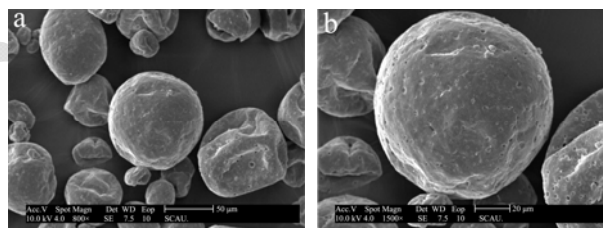


图6 采用扫描电镜观察广佛手精油形态结构

Fig.6 Electron microscopic observation of bergamot essential oil microcapsule morphology and structure

2.4.3 微胶囊缓释性能研究

由图7可知, 随着加热时间延长, 未微胶囊化广佛手精油和微胶囊化广佛手精油都有部分精油挥发, 但是二者的挥发速率明显不同。相同时间下, 未微胶囊化广佛手精油的挥发率显著大于微胶囊化广佛手精油 ($p < 0.05$)。在加热15 h时, 未微胶囊化广佛手精油的挥发率高达59.61%, 而微胶囊化广佛手精油的挥发率只有12.24%, 远远低于未微胶囊化产品 ($p < 0.05$), 下降幅度高达79.47%。这是因为复合壁材中的阿拉伯胶和麦芽糊精具有良好的成膜性, 能形成致密的膜防止精油的渗漏和挥发^[27,28]。由此可见, 精油微胶囊化可以有效的降低精油的挥发速率。

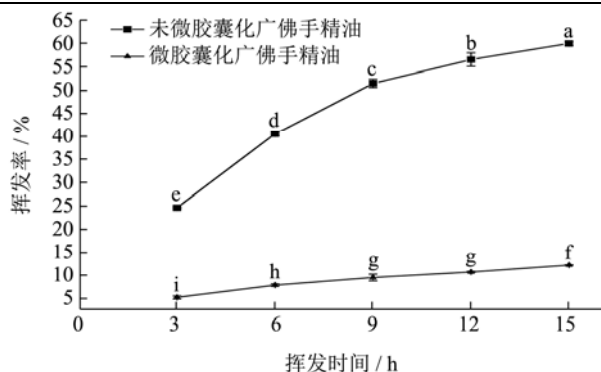


图7 微胶囊化对广佛手精油挥发率的影响

Fig.7 Effect of microencapsulation on volatilization rate of bergamot essential oil

注：图中不同小写字母表示差异显著性($p < 0.05$)。

3 结论

确定了广佛手精油最优的微胶囊制备工艺参数,包括壁材组合、乳化剂组成及用量、芯材与壁材比例及喷雾干燥条件。用阿拉伯胶、 β -环糊精和麦芽糊精三种材料作为微胶囊壁材时的最佳配比为 9:7:4 (g/g/g); 以单甘酯与蔗糖脂肪酸酯作为复配乳化剂时两者的最佳配比为 3:7 (g/g), 用量为 0.8%; 芯材广佛手精油与壁材的最佳比例为 3:7 (g/g); 喷雾干燥确定的最佳条件为:进风温度 180 °C, 雾化器频率 30 Hz, 进料流量 55 mL/min。所制备的广佛手精油微胶囊化产品外观呈黄色, 佛手风味浓郁, 颗粒细小均一, 流散性好; 且产品包埋率 (85.32%) 和溶解度高 (93.25%), 而含水量低 (2.65%), 同时具有良好的缓释性, 在加热 15 h 时佛手精油的挥发率只有 12.24%, 比未包埋产品下降 79.47%。扫描电镜结果显示所制备的广佛手精油微胶囊表面光滑连续, 颗粒饱满, 呈球形。综上可知, 在最佳工艺条件下制备的广佛手精油微胶囊化产品具有良好的品质。

参考文献

- 张思荻, 杨海燕, 曾俊, 等. 佛手的研究进展[J]. 中华中医药杂志, 2018, 33(8): 3510-3514
ZHANG Si-di, YANG Hai-yan, ZENG Jun, et al. Research progress on citri sarcodactylis fructus [J]. China Journal of Traditional Chinese Medicine and Pharmacy, 2018, 33(8): 3510-3514
- 赵秀玲. 佛手生理活性成分的研究进展[J]. 食品工业科技, 2012, 33(21): 393-399
ZHAO Xiu-ling. Research progress of physiologically active compounds of bergamot [J]. Science and Technology of Food Industry, 2012, 33(21): 393-399
- 钟艳梅, 田庆龙, 肖海文, 等. 不同产地佛手药材的化学成分比较研究[J]. 中南药学, 2014, 1: 63-66
ZHONG Yan-mei, TIAN Qing-long, XIAO Hai-wen, et al. Chemical constituents of fructus citri sarcodactylis from different places [J]. Central South Pharmacy, 2014, 1: 63-66
- 魏玉君, 邵邻相, 麻艳芳, 等. 佛手叶挥发油的成分分析及生物活性研究[J]. 浙江师范大学学报(自然科学版), 2014, 3: 329-333
WEI Yu-jun, SHAO Lin-xiang, MA Yan-fang, et al. Study on constituents and biological activity of volatile oil from fingered citron leaves [J]. Journal of Zhejiang Normal University(Nat.Sci.), 2014, 3: 329-333
- Bagetta G, Morrone L A, Rombola L, et al. Neuropharmacology of the essential oil of bergamot [J]. Fitoterapia, 2010, 81(6): 453-461
- Peng C H, Ker Y B, Weng C F. Insulin secretagogue bioactivity of finger citron fruit (*Citrus medica* L. var. *Sarcodactylis* Hort, Rutaceae) [J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2009, 57(19): 8812-8819
- Saiyudthong S, Marsden C A. Acute effects of bergamot oil on anxiety-related behaviour and corticosterone level in rats [J]. Phytotherapy Research, 2011, 25(6): 858-862
- 施长春, 王建英, 朱婉萍, 等. 佛手挥发油对哮喘的治疗作用[J]. 中华实用儿科临床杂志, 2010, 25(4): 287-288
SHI Chang-chun, WANG Jian-ying, ZHU Wan-ping, et al. Therapeutic effect of bergamots volatile oil on asthma [J]. Chinese Journal of Applied Clinical Pediatrics, 2010, 25(4): 287-288
- 何云芳, 金晓玲. 佛手的研究现状及发展前景[J]. 经济林研究, 2001, 4: 41-43
HE Yun-fang, JIN Xiao-ling. Review of research progress in citrus medica with reference to prediction of development prospects [J]. Economic Forest Researches, 2001, 4: 41-43
- 吕沛峰, 高彦祥, 毛立科, 等. 微胶囊技术及其在食品中的应用[J]. 中国食品添加剂, 2017, 12: 166-174
LYU Pei-feng, GAO Yan-xiang, MAO Li-ke, et al. Microencapsulation technology and its application in food [J]. China Food Additives, 2017, 12: 166-174
- 张永清, 贾燕冉, 王德国. 微胶囊技术及其在食品中的应用[J]. 许昌学院学报, 2017, 36(5): 89-92
ZHANG Yong-qing, JIA Yan-ran, WANG De-guo. Microcapsulating techniques and application in food [J]. Journal of Xuchang University, 2017, 36(5): 89-92
- 王延圣, 苏平. 微胶囊技术在植物精油中的应用及研究进展[J]. 食品工业科技, 2012, 33(10): 453-456

- WANG Yan-sheng, SU Ping. Application and research development of microencapsulation in plant essential oil [J]. Science and Technology of Food Industry, 2012, 33(10): 453-456
- [13] 王月月,段续,任广跃,等.洋葱精油微胶囊制备工艺优化及其品质分析[J].食品科学,2018,39(12):232-238
WANG Yue-yue, DUAN Xu, REN Guang-yue, et al. Optimization of preparation technology and quality of onion essential oil microcapsules [J]. Food Science, 2018, 39(12): 232-238
- [14] 郑义,俞益芹,黄陈,等.桂花精油微胶囊制备工艺优化[J].食品工业科技,2018,39(10):216-221
ZHENG Yi, YU Yi-qin, HUANG Chen, et al. Optimum processing of osmanthus essential oil microcapsule [J]. Science and Technology of Food Industry, 2018, 39(10): 216-221
- [15] 刘双双,张彦军,徐飞,等.香草兰精油微胶囊的制备工艺优化及缓释性分析[J].热带作物学报,2018,39(7):1423-1430
LIU Shuang-shuang, ZHANG Yan-jun, XU Fei, et al. Process optimization and slow release analysis of vanilla oil microencapsulated [J]. Chinese Journal of Tropical Crops, 2018, 39(7): 1423-1430
- [16] 赵保堂,蔡苗苗,刘京,等.沙枣花精油微胶囊制备工艺优化及缓释性能[J].食品工业科技,2018,39(15):158-164
ZHAO Bao-tang, CAI Miao-miao, LIU Jing, et al. Optimization of microencapsulation preparation process and controlled-release properties of *Elaeagnus angustifolia* flowers essential oil [J]. Science and Technology of Food Industry, 2018, 39(15): 158-164
- [17] 时慧,敬思群.茴香精油微胶囊制备工艺优化[J].中国酿造,2012,31(8):112-116
SHI Hui, JING Si-qun. Optimization of preparation technology of fennel essential oil microcapsules [J]. China Brewing, 2012, 31(8): 112-116
- [18] 许杭琳.佛手精油的加工及综合利用技术的研发[D].金华:浙江师范大学,2013
XU Hang-lin. Finger citron essential oil processing and comprehensive utilization techniques [D]. Jinhua: Zhejiang Normal University, 2013
- [19] 杨慧,周爱梅,夏旭,等.低温连续相变萃取广佛手精油及其组成分析[J].食品工业科技,2015,36(16):289-293
YANG Hui, ZHOU Ai-mei, XIA Xu, et al. Study on the extract technology and component analysis of bergamot essential oil by low-temperature continuous phase transition [J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(16): 289-293
- [20] 王玉杰.单形格子和单形重心设计统计模型的优化分析方法[J].生物数学学报,1998,1:124-128
WANG Yu-jie. The optimization method for statistical models in experiment designs of simplex lattice and simplex centre [J]. Journal of Biomathematics, 1998, 1: 124-128
- [21] 廖玉琴.柠檬果皮精油提取、微胶囊化工艺及抑菌性研究[D].成都:西华大学,2013
LIAO Yu-qin. Study on extraction, microcapsule technology and antibacterial of lemon essential oil [D]. Chengdu: Xihua University, 2013
- [22] 赵巍,王军,段长青,等.喷雾干燥法制备微胶囊化山葡萄籽油粉末油脂[J].中国粮油学报,2009,24(12):77-83
ZHAO Wei, WANG Jun, DUAN Chang-qing, et al. Manufacturing microcapsules of amur grape seed oil by spray-drying [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2009, 24(12): 77-83
- [23] 张泳,赵力超,贺丽苹,等.低温连续相变制备酱油渣膳食纤维及其特性研究[J].现代食品科技,2014,30(5):185-190
ZHANG Yong, ZHAO Li-chao, HE Li-ping, et al. Preparation and characterization of soy sauce residue dietary fiber using low temperature continuous phase transition extraction [J]. Modern Food Science and Technology, 2014, 30(5): 185-190
- [24] 万婷婷,罗爱平,张小永,等.乳化包埋法制备花椒精油微胶囊的研究[J].中国调味品,2011,36(2):34-39
WAN Ting-ting, LUO Ai-ping, ZHANG Xiao-yong, et al. Preparation of microcapsulation *Zanthoxylum* essential oil with emulsion inclusion method [J]. China Condiment, 2011, 36(2): 34-39
- [25] 杨军君,陈振林,陈光斌,等.红瓜子油微胶囊化的乳化工艺研究[J].食品工业,2018,39(2):47-50
YANG Jun-jun, CHEN Zhen-lin, CHEN Guang-bin, et al. Study on emulsification technology of red melon seed oil microencapsulation [J]. The Food Industry, 2018, 39(2): 47-50
- [26] 胡建军,周冀衡,柴家荣,等.多指标正交试验数据的优化分析及应用[J].中国烟草学报,2008,14(2):9-14
HU Jian-jun, ZHOU Ji-heng, CHAI Jia-rong, et al. Analysis and optimization of data from orthogonal experiments [J]. Acta Tabacaria Sinica, 2008, 14(2): 9-14

(下转第 67 页)