

椪柑皮精油微胶囊的制备方法研究

徐 宁^{1,2}, 谭兴和^{1,2,*}, 王 锋^{1,2}, 张 喻^{1,2}, 蔡 文^{1,2}, 黄薪安^{1,2}

(1. 湖南农业大学食品科技学院, 湖南长沙 410128;

2. 柑桔资源综合利用国家地方联合工程实验室, 湖南长沙 410128)

摘 要:以椪柑皮精油为芯材, β -环糊精为壁材, 综合考察了壁芯比、包埋温度、乙醇与精油体积比、包埋时间、 β -环糊精与加水量比等单因素对微胶囊包埋效果的影响, 并用响应面法对工艺条件进行了优化。确定了最佳工艺条件: 壁芯比 5.8:1 (g/mL), 包埋温度 52℃, 乙醇与精油体积比 19:1, 包合时间 2h, 加水量与 β -环糊精比为 8:1 (mL/g), 此条件下制备的微胶囊包埋率达 65.97%, 包埋得率达 90.26%。

关键词: 椪柑皮精油, 微胶囊, β -环糊精

Study on the preparation method of citrus peels essential oil microcapsules

XU Ning^{1,2}, TAN Xing-he^{1,2,*}, WANG Feng^{1,2}, ZHANG Yu^{1,2}, CAI Wen^{1,2}, HUANG Xin-an^{1,2}

(1. College of Food Science and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China;

2. National and Local Joint Engineering Laboratory of Citrus Comprehensive Utilization, Changsha 410128, China)

Abstract: After the single factor experiment, response surface methodology was employed to optimize conditions for affecting the microencapsulation by using citrus peels essential oils as core materials and β -cyclodextrin as wall materials. The effect of wall-to-core material ratio, inclusion temperature, essential ethanol-to-essential oil ratio, inclusion time and β -cyclodextrin-to-water addition ratio on microencapsulation were investigated. The optimal reaction conditions were found to be: inclusion at 52℃ for 2h with wall-to-core material ratio of 5.8:1 (g/mL), ethanol-to-essential oil ratio of 19:1 and water addition-to- β -cyclodextrin ratio of 8:1 (mL/g), resulting in a microcapsules retention rate of 65.97% and the embedding rate of 90.26%.

Key words: citrus peels essential oils; microcapsules; β -cyclodextrin

中图分类号: TS201.1

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2014)14-0321-06

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2014.14.062

椪柑皮精油具有椪柑天然、清新怡人的香气, 其主要成分是萜烯类、高级醇类、醛类、酮类、酯类、酚类以及酸类等组成的含氧化合物^[1-2], 其中以萜烯类的含量最高。然而, 萜烯类容易与氧气和光照接触后发生氧化变质, 致使精油的品质下降, 储存期缩短, 使其应用受到了很大的限制。对精油进行微胶囊化可以使液态的精油转变为固态, 利用壁材的包埋作用提高精油对光、热、氧的稳定性, 以避免其与外界水和空气的接触, 减轻氧化程度, 减少挥发损失, 保留香气, 从而延长精油储藏期和提高使用的稳定性。

β -环糊精具有溶解度低, 容易结晶、分离、提纯, 无毒性、易生物降解, 而且生产成本较低, 已广泛应用于食品、医药、化工、农牧业等领域^[3-4]。本文以椪柑皮精油为芯材, β -环糊精为壁材, 对椪柑皮精油微胶囊化的包埋工艺进行研究, 以期得到一种工艺简单、

包埋效果好、稳定性高的微胶囊产物。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

精油 按照水蒸气蒸馏^[5]的方法, 从椪柑皮中提取精油, 将椪柑皮精油贮藏于-20℃的冰箱中, 备用;
 β -环糊精、无水乙醇 分析纯, 国药集团化学试剂有限公司; **石油醚** 分析纯, 天津市化学试剂研究所; **蒸馏水** 自制。

BS224S型电子天平 北京赛多利斯仪器系统有限公司; **DW-FW351型超低温冷冻储存箱** 中科美菱低温科技有限责任公司; **101A-3ET型电热鼓风干燥箱** 上海实验仪器厂有限公司; **HH-8型数显恒温水浴锅** 上海浦东物理光学仪器厂; **BCD-218型西门子冰箱** 博西华家用电器有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 精油微胶囊的制备 采用包埋法来制备椪柑皮精油- β -环糊精微胶囊^[6]。以椪柑皮精油为芯材, β -环糊精为壁材, 称取一定量的 β -CD, 按一定的加水量 (mL) 与 β -环糊精 (g) 比例加入去离子水, 在一定温度水浴中搅拌, 使其溶解, 得到 β -CD水溶液。取

收稿日期: 2013-10-25 * 通讯联系人

作者简介: 徐宁 (1988-), 女, 在读硕士研究生, 研究方向: 食品研究与开发。

基金项目: 国家“十二五”科技支撑计划项目 (2012BAD31B02); 2012年湖南省研究生科研创新项目 (CX2012B314)。

2mL的桉柑皮精油,按一定的乙醇与精油体积比例用无水乙醇溶解后,匀速且逐滴加入到 β -CD水溶液中,边加边搅拌。在一定的水浴温度下避光密封包含一定时间后将溶液取出,待溶液冷至室温后,放在4℃冰箱中静置24h,真空抽滤后于50℃干燥箱中干燥至恒重,得白色微胶囊产物。

1.2.2 微胶囊包埋率的测定^[7] 准确称取微胶囊样品 W_1 置于干燥称重的小烧杯中,加20mL热水,搅拌使其溶解后,加入30mL石油醚振荡萃取微胶囊中的桉柑皮精油10min,重复萃取两次,抽滤溶剂后再将剩下样品烘干至恒重(W_2),根据下列公式计算包埋率:

包埋率(%)=微胶囊中被包埋的桉柑皮精油含量(W_1-W_2)/加入精油的总量 $\times 100$

1.2.3 微胶囊包埋得率的测定 精确称取2mL桉柑皮精油质量为 m_1 ,用质量为 m_2 的 β -环糊精包埋,干燥后所得微胶囊包含物质量为 m_3 ,包埋得率计算公式为:

包埋得率(%)=干燥后包含物质量 m_3 /(加入精油质量 m_1 + β -环糊精质量 m_2) $\times 100$

1.2.4 微胶囊工艺条件单因素实验

1.2.4.1 不同芯壁比对包埋效果影响的单因素实验 取2mL桉柑皮精油,在包埋温度50℃,加水量(mL)与 β -环糊精(g)比为8:1,乙醇与精油体积比为20:1,包含2h的条件下,设置壁芯比(g:mL)分别为3:1、4:1、5:1、6:1、7:1,观察不同芯壁比对包埋效果的影响。

1.2.4.2 包埋温度对包埋效果影响的单因素实验 取2mL桉柑皮精油,壁芯比的比值为5:1(g:mL),加水量(mL)与 β -环糊精(g)比为8:1,乙醇与精油体积比为20:1,包埋时间2h,分别在30、40、50、60、70℃的包埋温度条件下用 β -环糊精包埋这2mL桉柑皮精油,研究包埋温度对包埋效果的影响。

1.2.4.3 不同乙醇与精油比对包埋效果影响的单因素实验 取2mL桉柑皮精油,在壁芯比的比值为5:1(g:mL),包含温度50℃,加水量(mL)与 β -环糊精(g)比为8:1,包含2h的条件下,设置乙醇与精油体积比分别为10:1、15:1、20:1、25:1、30:1,考察不同乙醇与精油比对包埋效果的影响。

1.2.4.4 加水量与 β -环糊精比对包埋效果影响的单因素实验 取2mL桉柑皮精油,在壁芯比的比值为5:1(g:mL),温度50℃,乙醇与精油体积比为20:1,包含2h的条件下,使加水量(mL)与 β -环糊精(g)比为分别为5:1、6:1、7:1、8:1和9:1,研究加水量与 β -环糊精比对包埋效果的影响。

1.2.4.5 不同包埋时间对包埋效果影响的单因素实验 取2mL桉柑皮精油,在壁芯比的比值为5:1(g:mL),温度50℃,乙醇与精油体积比为20:1,加水量(mL)与 β -环糊精(g)比为8:1的条件下,设置包含时间分别为0.5、1、1.5、2、2.5h,研究不同包埋时间对包埋效果的影响。

1.2.5 响应面实验设计 根据Box-Behnken的中心组合实验设计原理,结合单因素实验结果,在实验中选择壁芯比(X_1),包埋温度(X_2),乙醇与精油体积比(X_3)作为自变量,分别对以上因素进行编码,并以微胶囊包埋率和包埋得率作为响应值设计响应面实验,因素和水平取值见表1。

表1 响应面法设计因素和水平

Table 1 Factors and levels of response surface design

变量	编码	水平		
		-1	0	1
壁芯比(g:mL)	X_1	5:1	6:1	7:1
包埋温度(℃)	X_2	40	50	60
乙醇与精油比(mL:mL)	X_3	15:1	20:1	25:1

所有实验均做三个平行样,取平均值为记录结果。

1.2.6 数据统计与分析 采用Excel及Design-Expert 8.0软件进行数据整理和回归分析。

2 结果与分析

2.1 单因素实验

2.1.1 壁芯比对包埋效果的影响 由图1可知,壁芯比的比例大小直接影响到包埋效果。芯材添加量过多,就会导致包埋率下降,包埋效果变差,储藏期变短^[8]。随着壁材含量的增加,包埋率呈现先上升后下降的趋势;在壁芯比3:1~6:1范围内,增加壁材含量可以提高包埋率,但壁材含量过高,壁芯比>6:1后,包埋率反而下降,这可能是当 β -环糊精的空洞部位被精油充满后,将不再包埋多余的精油,再增加 β -环糊精含量,包埋率就会出现下降。壁芯比对包埋得率有影响,在壁芯比3:1~5:1范围内,提高壁芯比,对包埋得率有明显促进作用,在壁芯比为5:1时包埋得率达到最大,此后继续提高壁芯比,包埋得率下降。

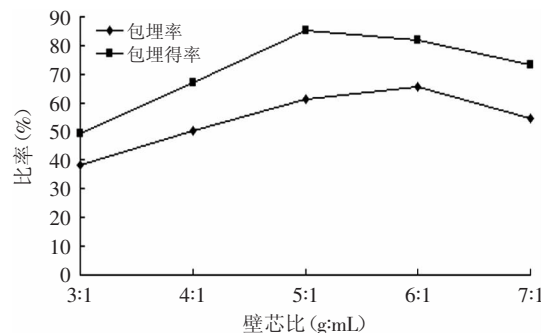


图1 不同壁芯比对微胶囊包埋效果的影响

Fig.1 Effect of wall-to-core ratio on microcapsules embedding

2.1.2 包埋温度对包埋效果的影响 由图2可知,在温度处于30~50℃的范围时,随着温度的升高,包埋率

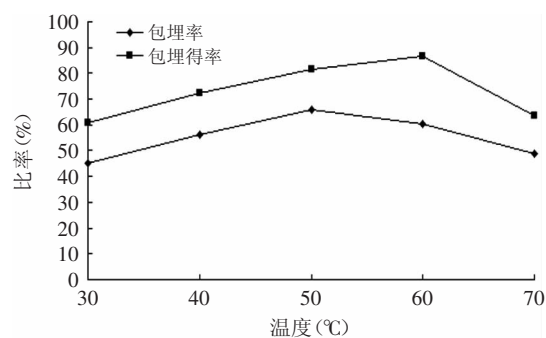


图2 包埋温度对微胶囊包埋效果的影响

Fig.2 Effect of inclusion temperature on microcapsules embedding

增加;这是因为在30℃时,包埋温度过低,造成 β -CD析出,难以提供足够多分子状态的 β -CD参与包埋反应,因此适当提高温度有利于精油的包埋反应形成微胶囊^[9]。但当温度超过60℃时,包埋得率开始下降,主要原因是温度过高,精油的挥发性会增大,难以进入 β -CD的空洞中,还会使结晶难以完成,不利于微胶囊的形成。因此微胶囊的包埋温度选在50~60℃为宜。

2.1.3 乙醇与精油比对包埋效果的影响 由图3可知,乙醇与精油比对微胶囊的包埋效果影响较明显,其机理是乙醇的极性环境影响精油进入 β -环糊精空洞中的驱动力,乙醇有助于 β -环糊精和精油的溶解,适合的比例可以促进二者之间微胶囊的形成^[10]。在乙醇与精油体积比为20:1时包埋率达到最大,微胶囊中所包埋的精油含量最多,继续增加乙醇与精油比,包埋率开始下降。这可能是精油不溶于水而溶解于乙醇, β -环糊精不溶于乙醇溶解于水,不同的体积比导致极性大小不同进而进入空洞中的驱动力不同。当乙醇与精油体积比>15:1时,包埋得率开始下降,当乙醇与精油体积比为30:1时,严重影响微胶囊的形成效果,因此选用乙醇与精油体积比为15:1~20:1为较为适合微胶囊形成的比例。

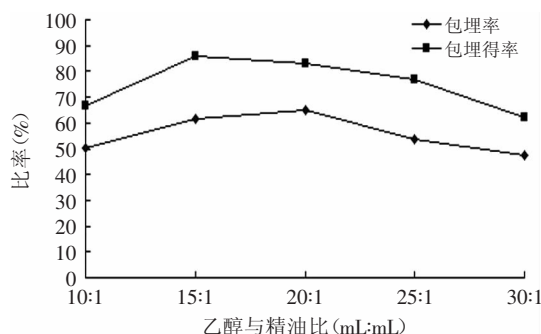


图3 乙醇与精油比对微胶囊包埋效果的影响
Fig.3 Effect of ethanol-to-essential oil ratio on microcapsules embedding

2.1.4 加水量与 β -环糊精比对包埋效果的影响 由图4可知,在加水量与 β -环糊精比为5:1~8:1范围内,随着加水量的增加,包埋率和包埋得率都增大,但当加水量与 β -环糊精比超过8:1后,包埋率和包埋得率都开始下降。这是因为 β -环糊精对精油的包埋只有在水存

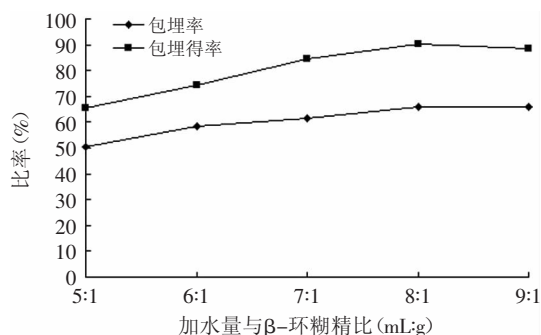


图4 加水量与 β -环糊精比对微胶囊包埋效果的影响
Fig.4 Effect of water addition-to- β -cyclodextrin ratio on microcapsules embedding

在时反应才能进行,适当的加水量有利于包埋过程的进行,并能形成比较稳定的微胶囊包埋物。当加水量与 β -环糊精比为8:1时,此时的包埋率和包埋得率最高,由此确定最适宜的加水量与 β -环糊精比例为8:1。

2.1.5 包埋时间对包埋效果的影响 由图5可知,在包埋时间0.5~1.0h时,由于包埋时间短,包埋不充分,精油还没有完全进入 β -环糊精空洞内,因而包埋率和包埋得率相对较低。包埋率在1.5h达到最大值,而2.0~2.5h时包埋率降低,这是因为 β -环糊精包埋反应是一种平衡反应,当反应达到平衡时,再延长反应时间不会加速反应进行。在0.5~2.0h范围内,包埋得率随着包埋时间的增大而增大,在2.0h包埋得率达到最大值,随后趋于平缓。因此微胶囊的包埋时间适宜范围为1.5~2.0h。

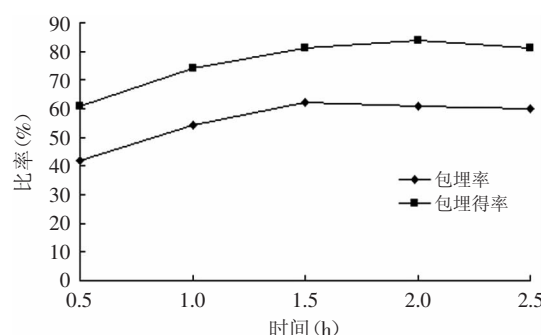


图5 包埋时间对微胶囊包埋效果的影响
Fig.5 Effect of inclusion time on microcapsules embedding

2.2 响应面法确定 β -环糊精包埋桉柑皮精油的最佳条件

2.2.1 响应面实验设计及结果 综合单因素实验结果发现壁芯比、包埋温度和乙醇与精油比对微胶囊包埋率和包埋得率的影响最大,现选取包埋时间2h,加水量(mL)与 β -环糊精(g)比为8:1,利用响应曲面法研究壁芯比、包埋温度和乙醇与精油比对微胶囊包埋率和包埋得率的影响,并优化提取工艺。

根据Box-Behnken的中心组合设计原理,设计了3因素3水平共17个实验点的响应面分析实验,以壁芯比(X_1)、包埋温度(X_2)和乙醇与精油比(X_3)为自变量,以微胶囊包埋率(Y_1)和包埋得率(Y_2)作为响应值,实验设计及结果见表2。

2.2.2 包埋率回归模型建立及结果分析 应用Design-Expert对实验数据进行多元回归拟合,得到微胶囊包埋率与所选3个因素的二次多项回归模型方程为:

$$Y_1 = 65.53 - 0.91X_1 + 1.83X_2 - 1.29X_3 - 1.16X_1X_2 - 0.14X_1X_3 + 0.28X_2X_3 - 2.82X_1^2 - 5.13X_2^2 - 1.74X_3^2$$

对回归方程进行方差分析和显著性检验,结果见表3。

以微胶囊包埋率为响应值,根据上表的实验结果进行多元回归分析,由表3可知,总回归模型 $p < 0.0001$,表明该二次方程模型极显著。失拟项 $p > 0.05$,不显著,说明实验误差小,该回归模型方程对实验结果拟合较好,可代替实验真实点对响应结果进行分析和预测。相关系数 R^2 为0.9814,校正相关系数 R^2_{Adj} 为

表2 响应面实验设计及结果

Table 2 Scheme and results of response surface design

实验号	X ₁	X ₂	X ₃	Y ₁ 包埋率(%)	Y ₂ 包埋得率(%)
1	0	1	1	59.12	80.21
2	1	1	0	57.73	76.41
3	0	0	0	64.86	89.48
4	1	-1	0	55.67	74.12
5	0	0	0	65.89	90.25
6	-1	0	-1	63.08	83.23
7	0	-1	-1	58.74	77.82
8	0	0	0	65.48	89.85
9	0	1	-1	61.11	82.52
10	-1	-1	0	55.10	73.71
11	-1	1	0	61.82	81.28
12	1	0	1	58.57	78.46
13	-1	0	1	60.73	80.61
14	0	0	0	66.02	90.38
15	0	-1	1	55.65	72.15
16	0	0	0	65.34	89.22
17	1	0	-1	61.49	80.86

表3 包埋率回归模型方差分析表

Table 3 Variance analysis of the established regression equation for retention ratios

方差来源	总平方和	自由度	均方	F值	p	显著性
包埋率模型	223.72	9	24.86	89.92	<0.0001	**
X ₁	6.61	1	6.61	23.90	0.0018	**
X ₂	26.72	1	26.72	96.65	<0.0001	**
X ₃	13.39	1	13.39	48.44	0.0002	**
X ₁ X ₂	5.43	1	5.43	19.64	0.0030	**
X ₁ X ₃	0.081	1	0.081	0.29	0.6046	
X ₂ X ₃	0.30	1	0.30	1.09	0.3303	
X ₁ ²	33.41	1	33.41	120.85	<0.0001	**
X ₂ ²	110.78	1	110.78	400.72	<0.0001	**
X ₃ ²	12.77	1	12.77	46.21	0.0003	**
残差	1.94	7	0.28			
失拟项	1.09	3	0.36	1.73	0.2993	不显著
纯误差	0.84	4	0.21			
总和	225.65	16				

$$R^2=0.9814 \quad R^2_{Adj}=0.9704$$

注:*差异显著, $p<0.05$; **差异极显著, $p<0.01$; 表4同。

0.9704, 该模型可以解释97.04%的实验数据, 方程拟合程度较高。离散系数CV表示实验的精确度, CV值越低, 实验的可靠性越高, 本实验CV=0.87%, 说明实验操作可信度较高^[11]。由此可见该模型方程能够很好地预测和分析柑桔皮精油微胶囊包埋工艺条件。

2.2.2.1 响应面交互作用分析 根据回归模型, 将任一因素固定在零水平, 可以得到体现另外两个因素及其交互作用影响的响应曲面图^[12], 见图6~图8。

图6~图8直观反映了各因素对包埋率的影响以及各因素之间的交互作用。由图6可知, 壁芯比与包埋温度的相互作用对包埋率的影响极显著($p<0.01$),

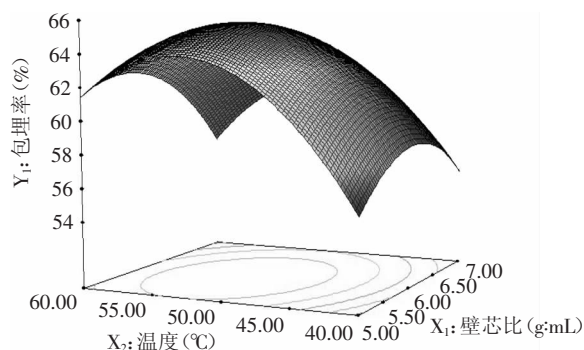


图6 壁芯比与包埋温度对包埋率的响应曲面图

Fig.6 Responsive surface of the effect of wall-to-core material ratio and inclusion temperature on the retention rate

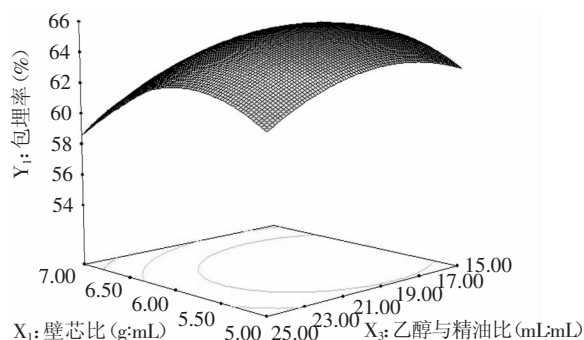


图7 壁芯比和乙醇与精油体积比对包埋率的响应曲面图

Fig.7 Responsive surface of the effect of wall-to-core material ratio and ethanol-to-essential oil ratio on the retention rate

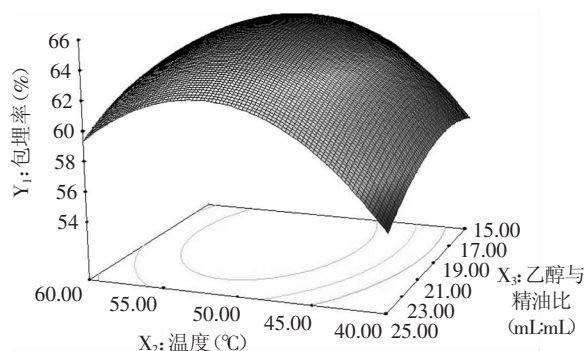


图8 包埋温度和乙醇与精油体积比对包埋率的响应曲面图

Fig.8 Responsive surface of the effect of inclusion temperature and ethanol-to-essential oil ratio on the retention rate

曲面最陡。从图7和图8中可以看出, 壁芯比和乙醇与精油体积比、包埋温度和乙醇与精油体积比之间交互作用不强, 对包埋率的影响都不显著($p>0.05$)。图6和图7中代表壁芯比的响应面曲线较陡, 说明壁芯比对包埋率有极显著影响, 可从方差分析表3中一次项X₁对包埋率模型的影响极显著($p<0.01$)得到验证; 图6和图8中代表包埋温度的响应面曲线极陡, 说明包埋温度对包埋率有极显著影响。

2.2.3 包埋得率回归模型建立及结果分析 应用Design-Expert对实验数据进行多元回归拟合, 得到微胶囊包埋得率与所选3个因素的二次多项回归模型方程为:

$$Y_2 = 89.84 - 1.12X_1 + 2.83X_2 - 1.63X_3 - 1.32X_1X_2 +$$

$$0.055X_1X_3+0.84X_2X_3-5.42X_1^2-8.04X_2^2-3.63X_3^2。$$

对回归方程进行方差分析和显著性检验,结果见表4。

表4 包埋得率回归模型方差分析表

Table 4 Variance analysis of the established regression equation for embedding rate

方差来源	总平方和	自由度	均方	F值	p	显著性
包埋得率模型	602.00	9	66.89	150.04	<0.0001	**
X_1	10.08	1	10.08	22.61	0.0021	**
X_2	63.96	1	63.96	143.47	<0.0001	**
X_3	21.12	1	21.12	47.39	0.0002	**
X_1X_2	6.97	1	6.97	15.63	0.0055	**
X_1X_3	0.012	1	0.012	0.027	0.8738	
X_2X_3	2.82	1	2.82	6.33	0.0400	*
X_1^2	123.71	1	123.71	277.51	<0.0001	**
X_2^2	271.87	1	271.87	609.84	<0.0001	**
X_3^2	55.34	1	55.34	124.15	<0.0001	**
残差	3.12	7	0.45			
失拟项	2.15	3	0.72	2.94	0.1623	不显著
纯误差	0.97	4	0.24			
总和	605.12	16				
$R^2=0.9848$ $R^2_{Adj}=0.9782$						

从回归模拟方程中可以看出, X_1 、 X_2 、 X_3 前的拟合系数绝对值分别为1.12、2.83、1.63,即各因素对微胶囊包埋得率的影响表现为:包埋温度>乙醇与精油比>壁芯比,且均作用极显著。交互项 X_1X_2 存在极显著交互作用, X_2X_3 之间显著, X_1X_3 不显著。以微胶囊包埋得率为响应值,对回归模型进行方差分析,由表4结果可知,总回归模型 $p<0.0001$,表明该二次方程模型达到极显著水平。失拟项 $p>0.05$,不显著,说明该回归模型方程能较好地描述各因素与响应值之间的真实关系,拟合程度良好。相关系数 R^2 为0.9848,校正相关系数 R^2_{Adj} 为0.9782,说明响应值的变化有97.82%来源于所选变量,即包埋温度、乙醇与精油比和壁芯比。

2.2.3.1 响应面交互作用分析 两两因素及其交互作用对微胶囊包埋得率影响的响应曲面图,见图9~图11。

三组图中,每个响应曲面均为开口向下的凸形曲面,说明响应值包埋得率在3个因素设计范围内存在最大值^[13]。比较三组图可看出,壁芯比、包埋温度和乙醇与精油体积比对包埋得率都有影响,尤其是包埋温度比较明显;壁芯比与包埋温度的交互作用较强,影响极显著($p<0.01$),在图9中表现为曲面坡度较陡,表明响应值对壁芯比与包埋温度的改变较敏感;乙醇与精油体积比和包埋温度对包埋得率的交互作用也达到显著水平($p<0.05$);而乙醇与精油体积比和壁芯比对包埋得率的交互作用不显著($p>0.05$),表现为曲线较为平滑。

2.2.4 验证实验 在选取的各因素范围内,通过Design-Expert 8.0软件分析得到最佳包埋工艺条件为:壁芯比5.8:1(g/mL),包埋温度51.83℃,乙醇与精油体积比18.66:1,预测最佳包埋率为65.99%,最佳包

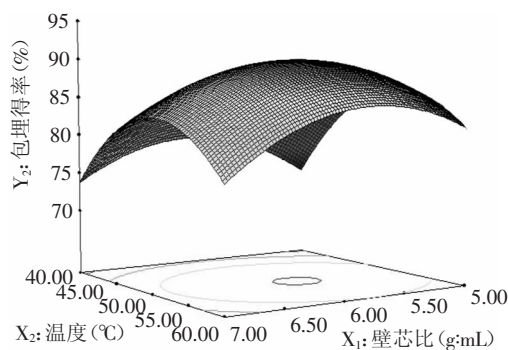


图9 壁芯比与包埋温度对包埋得率的响应曲面图

Fig.9 Responsive surface of the effect of wall-to-core material ratio and inclusion temperature on the embedding rate

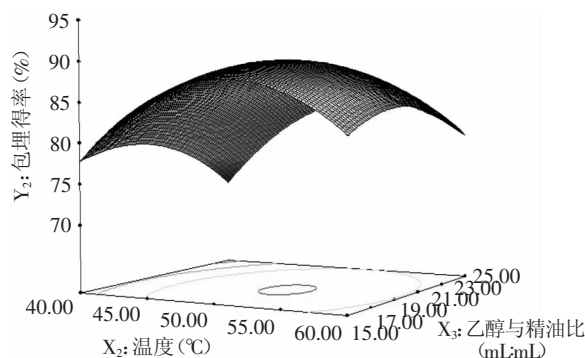


图10 乙醇与精油体积比和包埋温度对包埋得率的响应曲面图

Fig.10 Responsive surface of the effect of ethanol-to-essential oil ratio and inclusion temperature on the embedding rate

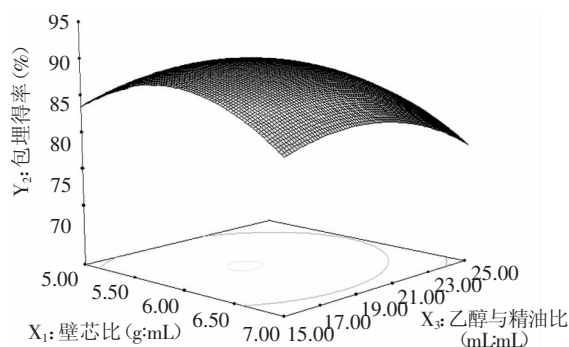


图11 乙醇与精油体积比和壁芯比对包埋得率的响应曲面图

Fig.11 Responsive surface of the effect of ethanol-to-essential oil ratio and wall-to-core material ratio on the embedding rate

埋得率为90.30%。根据实际情况,为了方便操作,将微胶囊包埋工艺条件修正为:壁芯比5.8:1(g/mL),包埋温度52℃,乙醇与精油体积比19:1。采用此工艺条件进行验证实验,重复实验三次,取平均值,实际微胶囊包埋率为65.97%,包埋得率为90.26%,近似理论预测值,说明该回归方程与实际情况拟合很好,检验了响应面法预测结果的可靠性,从而也说明了运用响应面法对微胶囊包埋工艺条件进行优化是可行。

3 结论

本文在单因素实验基础上,采用Box-Behnken实(下转第329页)

表10 不同方法提取滇重楼多糖的比较 (n=3)
Table 10 Comparison among different methods of extracting polysaccharide from *P. polyphylla* var. *yunnanensis* (n=3)

提取方法	料液比 (g:mL)	提取时间 (h)	提取温度 (°C)	多糖提取率 (mg/g)
回流提取法	1:60	3	95	18.72±0.13
热水浸提法	1:80	3	85	23.84±0.08
超声波辅助提取法	1:50	3	50	24.32±0.11

3 结论与讨论

本实验比较了3种不同提取方法,从测定的滇重楼多糖含量来看,差异性不显著。运用回流提取法需要综合考虑经济成本,同时其提取率较低。该法所得工艺的最优组合是在95℃水浴条件下,以料液比1:60(g:mL),提取时间1h,提取3次,滇重楼多糖的平均提取率为18.72mg/g。热水浸提法是最能进行工业生产所用方法之一,实验所得工艺参数为在85℃水浴条件下,以1:80(g:mL)的料液比,提取2次,每次提取1.5h。滇重楼多糖提取率为23.84mg/g,且成本较低、操作方便,适宜于工业化生产。超声波辅助提取法的最优工艺参数为在50℃水温条件下,以1:50(g:mL)的料液比,提取2次,每次提取1.5h,滇重楼多糖的平均提取率为24.32mg/g,该法具有提取率高和适合于滇重楼多糖含量测定的样品前处理方法,可作为实验室科学研究的首选方法之一。综上所述,不同的提取工艺各具优势,在今后的研究和生产中可根据具体条件选择合适提取工艺进行。

本实验建立的3种提取工艺稳定可靠,定量分析方法灵敏、准确、重复性好,可为滇重楼多糖的工业

化生产提供基础性技术资料,为滇重楼的精深加工提供技术支撑。

参考文献

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:243-244.
- [2] 武珊珊,高文远,段宏泉,等. 重楼化学成分和药理作用研究进展[J]. 中草药,2004,35(4):344-347.
- [3] 安晓娟,冯淋,宋红平,等. 植物多糖的结构分析及药理活性研究进展[J]. 中国药理学杂志,2012,47(16):1271-1275.
- [4] 徐先祥,刁勇,许瑞安,等. 植物多糖干预细胞黏附研究进展[J]. 药学报,2012,47(7):844-849.
- [5] 李晓冰,赵宏艳,郭栋. 灵芝多糖药理学研究进展[J]. 中成药,2012,34(2):332-335.
- [6] 王世林,赵永灵,李晓玉,等. 粉质和胶质滇重楼的研究[J]. 云南植物研究,1996,18(3):345-348.
- [7] 刘芳,赵声兰,李玲,等. 皂荚多糖提取工艺及其抗氧化活性的初步研究[J]. 食品工业科技,2011,32(8):255-258.
- [8] 赵盈,张海生,王立霞,等. 石榴皮多糖的水浸提工艺优化[J]. 食品工业科技,2010,31(6):232-234.
- [9] 洪胜,潘利华,罗建平. 生物多糖超声波辅助提取研究进展[J]. 食品工业科技,2011,32(8):481-484.
- [10] 郝博慧,杨鑫,马莺. 蕨麻Sevage法脱蛋白工艺研究[J]. 食品工业科技,2011,32(2):254-256.
- [11] 张红,王腾,李翠清. 响应面分析优化蒽酮-硫酸法测定桑叶中多糖的含量[J]. 食品工业科技,2012,33(24):62-65.
- [12] 高丹丹,安文强,陈红. 响应面法优化兰州百合多糖的提取工艺[J]. 食品工业科技,2013,34(5):226-229.

(上接第325页)

验设计进行了响应面优化分析,建立了微胶囊包埋率回归模型及包埋得率回归模型。考虑实际操作的便利性,确定了最佳工艺条件为:壁芯比5.8:1(g:mL),包埋温度52℃,乙醇与精油体积比19:1,提取时间2h,加水量(mL)与β-环糊精(g)比为8:1,此时微胶囊包埋率为65.97%,包埋得率为90.26%,与预测值相近,该模型能够较好的反映桉柑皮精油微胶囊的实际情况,响应面法优化工艺具有一定的实际应用价值。

参考文献

- [1] 苏东林,单杨. 柑桔果皮中功能性成分的作用概述[J]. 现代食品科技,2006,22(2):260-262.
- [2] Carbow JR, Libos JJ, Schroeder SA. Structure, dynamics, and stability of β-cyclodextrin inclusion complexes of aspartame and neotame[J]. Journal of Agriculture and Food Chemistry, 2001, 49(4):2053-2060.
- [3] Dall'Asta C, Faccini A, Galaverna G, et al. Complexation of the mycotoxin zearalenone with β-cyclodextrin: Study of the interaction and first promising applications[J]. Mycotoxin Research, 2008, 24(1):14-18.
- [4] Marcolino VA, Zanin GM, Durrant LR, et al. Interaction of curcumin and bixin with β-cyclodextrin: complexation methods, stability, and applications in food[J]. Journal of Agricultural and

- Food Chemistry, 2011, 59(7):3348-3357.
- [5] 郭润霞,谭兴和,蔡文,等. 柑橘皮精油成分分析[J]. 粮油食品科技,2011(6):25-30.
- [6] 王芳,淡小艳,邓刚,等. 橘皮精油微胶囊的制备及其稳定性研究[J]. 中国粮油学报,2012,27(12):78-82.
- [7] 屈小媛,罗爱平. 大蒜精油微胶囊化工艺优化[J]. 山地农业生物学报,2011,30(6):523-529.
- [8] 吴克刚,柴向华编著. 食品微胶囊技术. 北京:中国轻工业出版社,2006.
- [9] Favrelle A, Bonnet V, Sarazin C, et al. Novel chemo-enzymatic access to amphiphilic cyclodextrins[J]. Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry, 2007, 57(1-4):15-20.
- [10] Centini M, Maggiore M, Casolaro M, et al. Cyclodextrins as cosmetic delivery systems[J]. Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry, 2007, 57(1-4):109-112.
- [11] He Jin, Zhen Quanwei, Qiu Ning, et al. Medium optimization for the production of a novel bioflocculant from Halomonasp. V3a' using response surface methodology[J]. Bioresource Technology, 2009, 100:5922-5927.
- [12] 董发明,白喜婷. 响应面法优化超声提取杜仲雄花中黄酮类化合物的工艺参数[J]. 食品科学,2008,29(8):227-231.
- [13] 赵磊,程琰,王成涛. 响应面法优化无溶剂体系酶法合成己酸乙酯[J]. 食品科学,2012,33(12):12-17.