

# 超声法制备苘麻籽油微胶囊的工艺优化

李超, 肖佰惠

(徐州工程学院食品工程学院, 江苏 徐州 221000)

**摘要:** 以 $\beta$ -环糊精为壁材, 采用单因素试验和 Box-Behnken 试验对超声法制备苘麻籽油微胶囊的工艺进行优化。结果表明: 最佳工艺条件为超声功率 75W、包埋温度 62.3℃、包埋时间 88min, 在此条件下实际包埋率为 81.35%, 与模型预测值之间具有较好的拟合性; 在 3 个因素中, 包埋温度和包埋时间对包埋率的影响极显著, 超声功率影响显著。该方法简单可行, 是一种制备苘麻籽油微胶囊的较好方法。

**关键词:** 苘麻籽油; 微胶囊;  $\beta$ -环糊精

## Ultrasonic-assisted Extraction and Micro-encapsulation of Essential Oil from *Semen Abutili*

LI Chao, XIAO Bai-hui

(College of Food Engineering, Xuzhou Institute of Technology, Xuzhou 221000, China)

**Abstract:** The essential oil of *Semen Abutili* was extracted by petroleum ether under ultrasonic assistance and microencapsulated using  $\beta$ -cyclodextrin ( $\beta$ -CD) as the wall material. Based on one-factor-at-a-time experiments, Box-Behnken experimental design combined with response surface analysis was applied to optimize process conditions for the extraction and microencapsulation of the oil. The optimal process conditions were determined as follows: 75 W ultrasonic power, 62.3℃ encapsulation temperature and 88 min encapsulation time. Under the optimal conditions, the observed value of encapsulation rate was 81.35%, which was in good agreement with the predicted value. Encapsulation rate was highly significantly affected by encapsulation temperature ( $P < 0.01$ ) and time ( $P < 0.01$ ). Ultrasonic power presented a significant effect ( $P < 0.05$ ).

**Key words:** *Semen Abutili* oil; microencapsulation;  $\beta$ -cyclodextrin ( $\beta$ -CD)

中图分类号: TS202.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)18-0039-05

苘麻籽为锦葵科苘麻 *Abutilon theophrasti* Medic. 的干燥成熟种子<sup>[1]</sup>。始载于《唐本草》, 又名苘实、空麻子、磨盘树子, 主产于四川、河南、江苏、湖北<sup>[2]</sup>。其主要营养成分苘麻籽油中富含油酸和亚油酸等不饱和脂肪酸, 但由于苘麻籽油中不饱和脂肪酸含量很高, 因而其很容易被氧化, 造成营养的损失和品质的下降。

微胶囊技术是利用可以形成胶囊壁或膜的物质对固体、液体或气体等核心物质进行包埋和固化的技术<sup>[3]</sup>。油脂微胶囊化是将油脂包裹在 5~200 $\mu$ m 的封闭的小球状微小胶囊中, 不仅能防止油脂的氧化, 而且使油脂成为粉末状, 更加便于贮存、运输及使用。目前国内外已经成功地对猕猴桃籽油、枳椇籽油、杏仁油和鱼肝油等油脂以及洋葱油、肉桂叶油、大蒜油等香精香料实现了包埋, 但对苘麻籽油微胶囊化的研究尚未见报道<sup>[4-13]</sup>。

本实验以  $\beta$ -环糊精为壁材, 采用单因素试验和 Box-Behnken 试验对超声法制备苘麻籽油微胶囊的工艺进行优化, 旨在为苘麻籽油的有效保存提供强有力的理论依

据和技术支持。

## 1 材料与amp;方法

### 1.1 材料与试剂

苘麻籽 安国市神禾中药材饮片有限责任公司; 石油醚(60℃~90℃)、无水乙醇、无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 和  $\beta$ -环糊精( $\beta$ -CD)皆为分析纯。

### 1.2 仪器与设备

40 目标准检验筛 浙江上虞华美仪器筛厂; WKF-100 型风选中药粉碎机 山东省青州市精诚机械制造有限公司; FA2104N 型电子分析天平 上海精密科学仪器有限公司; SENCO R201L 型旋转蒸发器 上海申生科技有限公司; SHZ-D(III)型循环水式真空泵 巩义市英峪予华仪器厂; XMT-152 型电热恒温干燥箱、HH·S21-4-S 型数显式电热恒温水浴锅 上海跃进医疗器械厂; KBS-250 型数控超声波细胞粉碎机(20KHz, 250W) 昆山市超声仪器有限公司。

收稿日期: 2011-05-05

作者简介: 李超(1978—), 男, 讲师, 博士, 研究方向为天然产物化学和食品加工。E-mail: chaoge002@163.com

### 1.3 方法

#### 1.3.1 超声辅助提取苘麻籽油

精确称取过 40 目筛原料 50g 于 1000mL 烧杯中, 加入 500mL 的石油醚后, 超声辅助提取(提取时间 40min、功率 75W、占空比 2s/5s、超声温度 60℃), 再加入 5g 左右的无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  后抽滤、旋转蒸发、称量, 得率 21.328%。

#### 1.3.2 包埋流程

取 100mL 的热水(80℃), 边搅拌边按一定比例加入  $\beta$ -CD, 待分散后加热使其溶解, 然后加入芯材(1g), 完全溶解后, 将其转移到超声波设备中, 在一定温度下超声一定时间, 放入冰箱中冷藏 24h(4℃), 抽滤得白色粉末, 置烘箱中干燥 5h, 粉碎, 即得微胶囊产品<sup>[14-16]</sup>。

#### 1.3.3 工艺优化设计

##### 1.3.3.1 单因素试验

分别以不同的壁材芯材比(指  $\beta$ -环糊精质量与苘麻籽油质量比, 下同)、超声功率、包埋温度和包埋时间为影响因素考察其对包埋率的影响。

##### 1.3.3.2 Box-Behnken 试验

根据 Box-Behnken 试验设计原理, 在单因素试验的基础上, 选取超声功率、包埋温度和包埋时间 3 个影响因素, 采用 3 因素 3 水平的响应曲面分析方法, 因素与水平见表 1。共 17 个试验点: 其中 12 个为析因点, 5 个为中心点。

表 1 超声法制备苘麻籽油微胶囊工艺优化试验因素水平表  
Table 1 Factors and their coded levels in response surface analysis

因素	代码	水平		
		-1	0	1
超声功率/W	$x_1$	50	75	100
包埋温度/℃	$x_2$	50	60	70
包埋时间/min	$x_3$	60	80	100

设该模型通过最小二乘法拟合的二次多项方程为:

$$ER = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i + \sum_{i < j=1}^3 \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} x_i^2 + \varepsilon$$

式中, ER 为预测响应值,  $x_i$  和  $x_j$  为自变量代码值,  $\beta_0$  为常数项,  $\beta_i$  为线性系数,  $\beta_{ij}$  为交互项系数,  $\beta_{ii}$  为二次项系数,  $\varepsilon$  为随机误差。

#### 1.3.4 微胶囊产品的质量评定

##### 1.3.4.1 微胶囊产品表面油的质量测定

准确称取 2g 微胶囊产品于 250mL 小烧杯中, 用 50mL 石油醚分两次加入, 均匀振荡、过滤, 合并滤液, 浓缩, 用减重法得出微胶囊表面油<sup>[4]</sup>。

##### 1.3.4.2 包埋率(embedding rate, ER)的计算

$$\text{包埋率}/\% = 1 - \left( \frac{\text{微胶囊产品表面油的质量}}{\text{起始加入油的质量}} \right) \times 100$$

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验

#### 2.1.1 壁材芯材比的影响

在超声功率 75W, 包埋温度室温和包埋时间 10min 的条件下, 利用  $\beta$ -环糊精溶液对苘麻籽油进行包埋, 考察不同壁材芯材比[3:1、6:1、9:1、12:1、15:1、18:1(g/g)]对包埋效果的影响, 结果如图 1 所示。

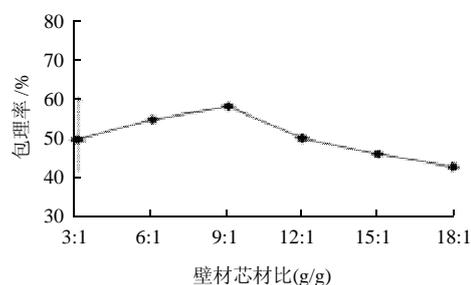


图 1 壁材芯材比对包埋率的影响

Fig.1 Effect of ratio of core material to wall material on the encapsulation rate of *Semen Abutili* oil

由图 1 可知, 随着壁材芯材比的增加包埋率先增加后降低, 当壁材芯材比为 9:1(g/g)时包埋率达到最大值 58.81%。这是因为前期随着  $\beta$ -CD 比例的增加, 形成微胶囊的机会增加, 包埋率也随之增加; 但当壁材芯材比超过 9:1(g/g)时, 壁材量过高, 壁材之间碰撞的机会增加, 而壁材芯材之间碰撞的机会减少, 故包埋率降低。因此选择壁材芯材比 9:1(g/g)进行后续实验。

#### 2.1.2 超声功率的影响

在壁材芯材比为 9:1(g/g), 包埋温度室温和包埋时间 10min 的条件下, 考察不同超声功率(25、50、75、100、125、150W)对包埋效果的影响, 结果如图 2 所示。

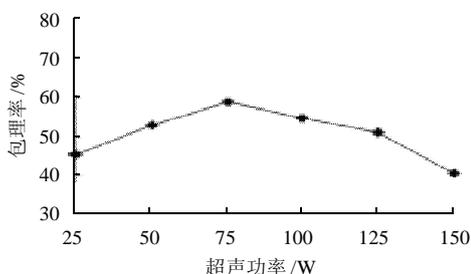


图 2 超声功率对包埋率的影响

Fig.2 Effect of ultrasonic power on the encapsulation rate of *Semen Abutili* oil

由图 2 可知, 苘麻籽油的包埋率随超声功率的增大先增加后降低, 在 75W 时包埋率达到最大值 58.81%。

超声功率是超声波法制备微胶囊的重要因素, 其对微胶囊包埋具有双重作用。前期超声功率不断增大, 分子振动的速度加快, 进而加速了苘麻籽油分子的扩散速度, 最终提高了其包埋率; 但当超声功率超过 75W 时, 功率过大, 其又破坏了已经包埋好的微胶囊。

### 2.1.3 包埋温度的影响

在壁材芯材比 9:1(g/g)、超声功率 75W 和包埋时间 10min 的条件下, 考察不同温度(室温、40、50、60、70、80℃)对包埋效果的影响, 结果如图 3 所示。

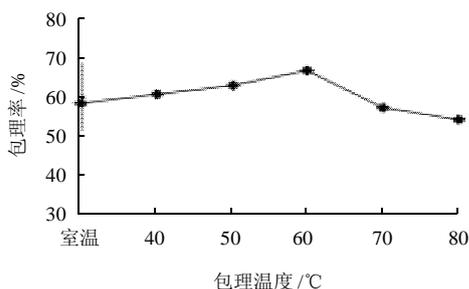


图 3 包埋温度对包埋率的影响

Fig.3 Effect of encapsulation temperature on the encapsulation rate of *Semen Abutili* oil

由图 3 可知, 随着包埋温度升高, 苈麻籽油包埋率也随着升高; 当包埋温度高于 60℃ 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, 苈麻籽油分子能够有较多的机会进入  $\beta$ -CD 的空腔中; 而当包埋温度超过 60℃ 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, 同时包埋温度升高, 苈麻籽油相互聚集, 形成较大颗粒度, 使得  $\beta$ -CD 特定大小的空洞很难吸附这些大颗粒, 故包埋率大大降低<sup>[15-16]</sup>。因此选择包埋温度 60℃ 进行后续实验。

### 2.1.4 包埋时间的影响

在壁材芯材比为 9:1(g/g)、超声功率 75W 和包埋温度 60℃ 的条件下, 考察不同包埋时间(10、20、40、60、80、100min)对包埋效果的影响, 结果如图 4 所示。

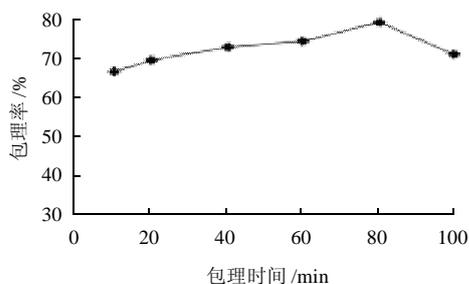


图 4 包埋时间对包埋率的影响

Fig.4 Effect of encapsulation time on the encapsulation rate of *Semen Abutili* oil

由图 4 可知, 随包埋时间的增加, 苈麻籽油的包埋率增大, 当包埋时间达到 80min 时, 包埋率达到最大值 79.77%, 之后苈麻籽油的包埋率开始下降。这是因为微胶囊形成是苈麻籽油分子进入  $\beta$ -CD 空穴形成疏水键的结合过程, 刚开始时, 随着包埋时间的增加, 苈麻籽油分子能够有充足的机会进入  $\beta$ -CD 的空腔中, 但当苈麻籽油分子进入  $\beta$ -CD 的空腔后, 随着包埋时间的延长, 已经包埋的油会脱离包埋<sup>[16]</sup>。因此, 选择 80min 为适宜的包埋时间。

## 2.2 Box-Behnken 试验

### 2.2.1 模型的建立及其显著性检验

表 2 超声法制备苈麻籽油微胶囊工艺优化响应曲面试验结果

Table 2 Experimental design and results for response surface analysis

试验号	$x_1$	$x_2$	$x_3$	Y 包埋率 /%
1	50	50	80	63.17
2	100	50	80	73.07
3	50	70	80	75.04
4	100	70	80	76.71
5	50	60	60	71.89
6	100	60	60	67.06
7	50	60	100	68.79
8	100	60	100	78.87
9	75	50	60	66.39
10	75	70	60	74.65
11	75	50	100	76.07
12	75	70	100	76.50
13	75	60	80	82.94
14	75	60	80	82.23
15	75	60	80	78.89
16	75	60	80	79.78
17	75	60	80	80.63

试验结果见表 2, 利用 Design Expert V7.0.0 统计软件对表 2 试验结果进行回归拟合, 得到包埋率对以上 3 个因素的 2 次多项回归方程为:

$$Y = -232.21 + 1.26x_1 + 5.99x_2 + 1.72x_3 - 8.23 \times 10^{-3}x_1x_2 + 7.455 \times 10^{-3}x_1x_3 - 9.79 \times 10^{-3}x_2x_3 - 8.52 \times 10^{-3}x_1^2 - 3.57 \times 10^{-2}x_2^2 - 9.80 \times 10^{-3}x_3^2$$

对该回归方程进行方差分析, 结果见表 3。

由表 3 可知, 模型( $P = 0.0006 < 0.01$ )具有高度的显著性, 失拟项( $P = 0.3669 > 0.05$ )不显著以及  $R^2_{Adj} = 0.9013$  和  $R_{SS}$ (信噪比)等于 11.543, 远大于 4, 可知回归方程拟合度和可信度均很高, 误差较小, 可以用此模型对超声波制备苈麻籽油微胶囊的工艺结果进行分析和预测。同时由回归方程系数显著性检验可知: 模型中一次项  $x_1$ ( $P < 0.05$ )显著,  $x_2$ ( $P < 0.01$ )和  $x_3$ ( $P < 0.01$ )极显著, 并且对包埋率的影响由大到小依次为  $x_2 > x_3 > x_1$ ; 交互项  $x_1x_3$ ( $P < 0.01$ )极显著,  $x_1x_2$ ( $P > 0.05$ )和  $x_2x_3$ ( $P >$

0.05)不显著;二次项  $x_1^2(P < 0.01)$ ,  $x_2^2(P < 0.01)$ 和  $x_3^2(P < 0.01)$ 都极显著,表明各影响因素对包埋率的影响不是简单的线性关系,而是二次项式关系。

表3 回归方程方差分析结果

Table 3 Analysis of variance (ANOVA) of the established quadratic regression equation for the encapsulation rate of Semen Abutili oil

方差来源	SS	df	MS	F 值	P 值	显著性
模型	512.08	9	56.90	17.24	0.0006	**
$x_1$	35.36	1	35.36	10.72	0.0136	*
$x_2$	73.20	1	73.20	22.18	0.0022	**
$x_3$	51.21	1	51.21	15.52	0.0056	**
$x_1x_2$	16.93	1	16.93	5.13	0.0579	
$x_1x_3$	55.58	1	55.58	16.84	0.0046	**
$x_2x_3$	15.33	1	15.33	4.64	0.0681	
$x_1^2$	119.31	1	119.31	36.16	0.0005	**
$x_2^2$	53.76	1	53.76	16.29	0.0050	**
$x_3^2$	64.64	1	64.64	19.59	0.0031	**
残差	23.10	7	3.30			
失拟项	11.80	3	3.93	1.39	0.3669	
误差项	11.30	4	2.82			
总和	535.18	16				

$R^2_{Adj} = 0.9013$       $R_{SN} = 11.543$

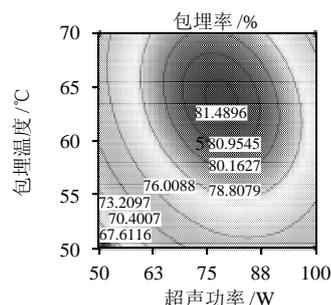
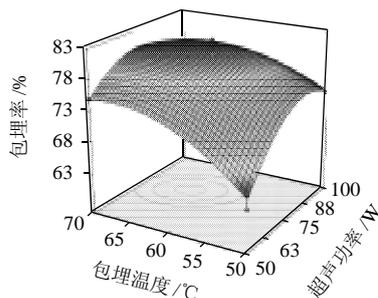
注: \*\*.影响极显著,  $P < 0.01$ ; \*.影响显著,  $P < 0.05$ 。

2.2.2 响应曲面分析与优化

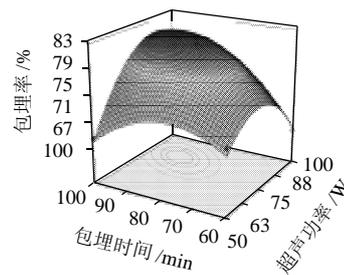
根据回归方程,做出响应面和等高线,考察所拟合响应曲面的形状,分析超声功率、包埋温度和包埋时间对包埋率的影响。响应面和等高线如图5所示,3组图直观地反映了各因素对包埋率的影响。等高线的形状可以反映交互效应的强弱,椭圆形表示两因素交互作用显著,而圆形则与之相反,同时有闭合的椭圆或圆表示有最大值。

为确定最佳工艺条件,对所得方程进行逐步回归,删除不显著项,然后求一阶偏导,并令其为0,再结合数控超声波细胞粉碎机设备本身特点,最终确定最佳工艺条件为超声功率75W、包埋温度62.3℃和包埋时间88min,此时包埋率达到最大值81.61%。

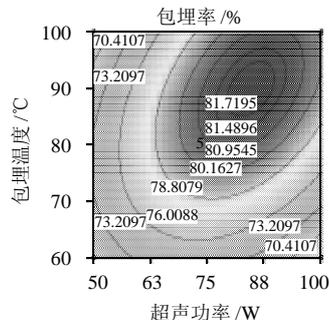
2.2.3 验证实验



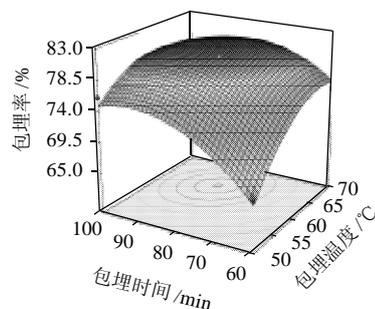
a.超声功率与包埋温度



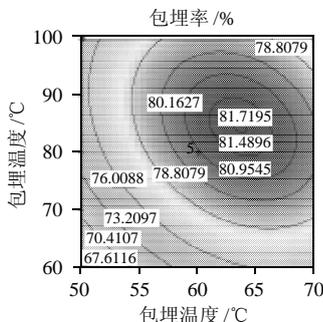
b.超声功率与包埋时间



b.超声功率与包埋时间



c.包埋温度与包埋时间



c.包埋温度与包埋时间

图5 各两因素相互作用对包埋率影响的响应面和等高线图  
Fig.5 Response surface and contour plots showing the effects of ultrasonic power and encapsulation temperature and time on the encapsulation rate of Semen Abutili oil

为检验实验结果的可靠性,上述条件下进行3次实验,得出苘麻籽油微胶囊的实际平均包埋率为81.35%,与理论预测值基本一致,说明该方程与实际情况拟合很好,充分验证了所建模型的正确性。因此,利用Box-Behnken试验设计与分析得到的超声法制备苈麻籽油微胶囊的工艺条件真实可靠,具有实用价值。

### 3 结 论

以 $\beta$ -环糊精为壁材,采用单因素试验和Box-Behnken试验对超声法制备苈麻籽油微胶囊的工艺进行优化。结果表明:最佳工艺条件为超声功率75W、包埋温度62.3℃和包埋时间88min,在此条件下实际包埋率为81.35%,与模型预测值之间具有较好的拟合性;在3个因素中,包埋温度和包埋时间对包埋率的影响极显著,超声功率影响显著。该方法简单可行,是一种制备苈麻籽油微胶囊的较好方法。

### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社, 2010: 189.
- [2] 中国医学科学院药物研究所. 中药志: 第二册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1959: 86.
- [3] 朱明. 食品工业分离技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 37-39.
- [4] 冯卫华, 刘邻渭, 许克勇, 等. 猕猴桃籽油微胶囊化技术研究[J]. 农业工程学报, 2004, 20(1): 234-237.
- [5] 赵虹桥, 卢成瑛, 陈功锡, 等. 枳椇籽油的微胶囊化研究[J]. 食品科学, 2008, 29(8): 391-393.
- [6] 孙兰萍, 马龙, 张斌, 等. 杏仁油微胶囊制备工艺的优化[J]. 农业工程学报, 2008, 24(9): 253-257.
- [7] DRUSCH S, SERFERT Y, SCHWARZ K. Microencapsulation of fish oil with n-octenylsuccinate-derivatised starch: Flow properties and oxidative stability[J]. European Journal of Lipid Science and Technology, 2006, 108(6): 501-512.
- [8] KOLANOWSKI W, ZIOLKOWSKI M, WEISSBRODT J, et al. Microencapsulation of fish oil by spray drying-impact on oxidative stability [J]. European Food Research and Technology, 2006, 222(3/4): 336-342.
- [9] TUOMASJUKKA S, KALLIO H, FORSELL P. Effect of microencapsulation of dietary oil on postprandial lipemia[J]. Journal of Food Science, 2006, 71(3): 225-230.
- [10] AHN J H, KIM Y P, LEE Y M, et al. Optimization of microencapsulation of seed oil by response surface methodology[J]. Food Chemistry, 2008, 107(1): 98-105.
- [11] AYALA-ZAVALA J F, SOTO-VALDEZ H, GONZALEZ-LEON A. Microencapsulation of cinnamon leaf (*Cinnamomum zeylanicum*) and garlic (*Allium sativum*) oils in  $\beta$ -cyclodextrin[J]. Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry, 2008, 60(3/4): 359-368.
- [12] RUSLI J K, SANGUANSRI L, AUGUSTIN M A. Stabilization of oils by microencapsulation with heated protein-glucose syrup mixtures[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2006, 83(11): 965-972.
- [13] 杨植. 洋葱油微胶囊试验研究[J]. 食品与机械, 1999, 18(2): 36.
- [14] 易军, 李晓芳, 苏建湘, 等. 超声法制备石菖蒲挥发油 $\beta$ -环糊精包埋物[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(3): 381-383.
- [15] 樊振江, 纵伟. 超声法制备花椒精油微胶囊的研究[J]. 现代食品科技, 2008, 24(5): 469-471.
- [16] 皮钰珍, 刘长江, 岳喜庆, 等.  $\beta$ -环糊精鹿胎盘肽微胶囊的制备[J]. 食品科学, 2009, 30(4): 69-71.

### 欢迎订阅 2012 年《粮食与油脂》杂志

中文核心期刊《粮食与油脂》系为有关粮食、油脂及相关食品等专业的科技综合性期刊。主要内容: 粮油新产品开发、粮油加工、粮油资源利用、粮油生物工程、粮油检测、功能性食品、食品添加剂、粮油市场、行情分析、市场评论、国际粮油食品信息等。本刊为月刊, 标准大 16 开本, 每月 10 日出版。每期定价 6.00 元, 全年 72.00 元。公开发售, 邮发代码: 4-675, 国内刊号 CN 31-1235/TS, 国际统一刊号 ISSN 1008-9578, E-mail: SLYZHS@163.com SLYZHS@sohu.com, 欢迎新老读者到当地邮局订阅, 也可以直接汇款到本刊编辑部订阅, 每本需加邮费 2 元。

地址: 上海市居家桥路 955 弄 2 号 邮编: 200136

电话(传真): (021) 50766085, 50766086