

DOI: 10.12161/j.issn.1005-6521.2025.05.020

生姜香精 β -环糊精微胶囊的制备工艺优化及耐热稳定性

唐冬^{1,2,3}, 赵广山⁴, 杨霞³, 王晓楠¹, 陈树兴^{1,5*}

(1. 中原食品实验室, 河南 漯河 462300; 2. 河南工业大学, 河南 郑州 450001; 3. 漯河食品工程职业大学 营养烹饪学院, 河南 漯河 462300; 4. 河南农业大学 食品科学技术学院, 河南 郑州 450002; 5. 河南科技大学 食品与生物工程学院, 河南 洛阳 471023)

摘要: 以生姜香精为芯材, β -环糊精为壁材, 采用饱和溶液方法, 以包合产率为考察指标, 优化生姜香精 β -环糊精微胶囊产品的制备工艺。得出最佳制备生姜香精 β -环糊精微胶囊条件为生姜香精与 β -环糊精质量比 1:4、固形物浓度 2.0%、包合温度 40 °C。在此工艺下制备的生姜香精 β -环糊精微胶囊产品包合产率为 69.42%。生姜香精 β -环糊精微胶囊产品的粒径呈正态分布, 粒径大小分布相对比较均匀, 通过热稳定性试验得知, 生姜香精微胶囊化可提高生姜香精的热稳定性, 有利于生姜香精的贮藏和延长货架期。

关键词: 微胶囊; 生姜香精; β -环糊精; 包埋; 热稳定性

Preparation Process Optimization and Thermal Stability of Ginger Essence β -Cyclodextrin Microcapsules

TANG Dong^{1,2,3}, ZHAO Guangshan⁴, YANG Xia³, WANG Xiaonan¹, CHEN Shuxing^{1,5*}

(1. Food Laboratory of Zhongyuan, Luohe 462300, Henan, China; 2. Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, Henan, China; 3. Nutrition Culinary Institute, Luohe Food Engineering Vocational University, Luohe 462300, Henan, China; 4. College of Food Science and Technology, Henan Agricultural University, Zhengzhou 450002, Henan, China; 5. College of Food and Bioengineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471023, Henan, China)

Abstract: With ginger essence as core material and β -cyclodextrin as wall material, the preparation process of ginger essence β -cyclodextrin microcapsules was optimized by using the saturated solution method with inclusion yield as an index. The optimum conditions for preparing ginger essence β -cyclodextrin microcapsules were as follows: mass ratio of ginger essence to β -cyclodextrin was 1:4; solid concentration was 2.0%, and inclusion temperature was 40 °C. The inclusion yield of ginger essence β -cyclodextrin microcapsules prepared by this process was 69.42%. The particle size distribution of ginger essence β -cyclodextrin microcapsules was normal, and the particle size distribution was relatively uniform. The thermal stability test showed that ginger essence microencapsulation could improve the thermal stability of ginger essence and was beneficial to the storage and shelf life of ginger essence.

Key words: microcapsules; ginger essence; β -cyclodextrin; embedding; thermal stability

引文格式:

唐冬, 赵广山, 杨霞, 等. 生姜香精 β -环糊精微胶囊的制备工艺优化及耐热稳定性[J]. 食品研究与开发, 2025, 46(5): 155-159.

TANG Dong, ZHAO Guangshan, YANG Xia, et al. Preparation Process Optimization and Thermal Stability of Ginger Essence β -Cyclodextrin Microcapsules[J]. Food Research and Development, 2025, 46(5): 155-159.

环糊精是由淀粉经酶促水解而形成的一种环状低聚葡萄糖, 葡萄糖单体间以 α -1,4 糖苷键结合, 常见的形

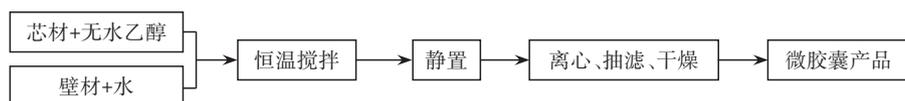
作者简介: 唐冬(1988—), 男(汉), 讲师, 博士研究生, 研究方向: 食品微胶囊技术研究与应用。

*通信作者: 陈树兴(1965—), 男(汉), 教授, 博士, 研究方向: 功能性乳制品及干酪加工技术。

式有 α -环糊精、 β -环糊精、 γ -环糊精3种^[1],其中 β -环糊精属于天然原材料,来源广泛,无毒无害^[2-3],价格低廉,已广泛应用在食品、药品生产中^[4-5],其特殊的环形立体结构,内部疏水中空,外表亲水的空间筒状结构,是制备微胶囊的壁材选择。Sha等^[6]通过饱和水溶液法制备了儿茶素/ β -环糊精包合物,并探究了包合物的性质。Zou等^[7]制备了肉桂醛/ β -环糊精包合物,确定了最佳制备工艺。

香精香料一般沸点较低,大都含有不饱和化学键,因此,极易挥发、氧化^[8],为了生姜香精能够被有效利用并长期稳定储存,可改变生姜香精的物理性质,通常会利用微胶囊技术进行包埋以提高其稳定性。

微胶囊技术主要是指单一壁材或者复合壁材等天然或合成高分子成膜材料对芯材(固体、液体或气体)包覆形成微小的颗粒^[9-10]。利用微胶囊技术对生姜香精进行包埋,可以提高生姜香精的热稳定性,更好地保护生姜香精品质。本文以生姜香精为芯材, β -环糊精为壁材,优化生姜香精微胶囊产品的制备工艺,研究生姜香



1)水相:称取一定质量的 β -环糊精,加入去离子水,水温70℃下溶解。

2)油相:取一定质量的芯材,加入无水乙醇,制定油相。

3)搅拌、静置、抽滤:在一定温度下搅拌,充分包合后,静置、抽滤、60℃电热鼓风干燥机干燥4h,收集包合物,即得生姜香精微胶囊产品^[11]。

1.3.2 生姜香精 β -环糊精微胶囊产品的单因素试验

生姜香精 β -环糊精微胶囊的制备主要针对芯材与壁材的质量比、固形物浓度和包合温度3个工艺条件进行设计。

1)在前期试验的基础上,固定条件包合温度为50℃,固形物浓度1.5%的情况下,考察芯材与壁材质量比(1:1、1:2、1:4、1:6、1:8)对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响。

2)在前期试验的基础上,固定条件包合温度为50℃,包合芯材与壁材的质量比1:4的情况下,考察固形物浓度(0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%)对生姜香精 β -环糊精微胶囊包合产率的影响。

3)在前期试验的基础上,固定条件包合芯材与壁材的质量比为1:4,固形物浓度为1.5%的情况下,考察包合温度(30、40、50、60、70℃)对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响。

1.3.3 生姜香精 β -环糊精微胶囊产品的正交优化试验

在单因素试验的基础上,根据正交优化试验原理,选取芯材与壁材质量比、固形物浓度、包合温度3个

因素,以包合产率为考察指标,采用 $L_9(3^4)$ 正交表设计三因素三水平的试验。正交试验设计因素水平如表1所示。

1 材料与方

1.1 材料与试剂

β -环糊精(纯度95%):郁南县永光环糊精有限公司;无水乙醇(99.5%):上海麦克林生化科技股份有限公司;生姜香精:深圳市晨馨香精香料有限公司。

1.2 仪器与设备

DHG-9203A电热鼓风干燥箱:上海福絮实验室仪器设备厂;85-2型恒温磁力搅拌器:上海句乐仪器有限公司;SHB-III循环水式多用真空泵:河南省予华仪器有限公司;Nano-s90马尔文粒度仪:英国马尔文仪器有限公司;METTLER TOLEDO热重分析仪:瑞士梅特勒托利多有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 生姜香精 β -环糊精微胶囊产品制备工艺流程

因素,以包合产率为考察指标,采用 $L_9(3^4)$ 正交表设计三因素三水平的试验。正交试验设计因素水平如表1所示。

表1 正交试验因素水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal test

水平	因素		
	芯材与壁材质量比	固形物浓度/%	包合温度/℃
1	1:2	1.0	40
2	1:4	1.5	50
3	1:6	2.0	60

1.3.4 生姜香精 β -环糊精粒径测定

采用马尔文粒度仪对生姜香精 β -环糊精微胶囊产品粒径分布进行测定。

1.3.5 生姜香精 β -环糊精热稳定性测定

准确称取2.0g芯材和与芯材含量相当的生姜香精 β -环糊精微胶囊粉末,分别置于培养皿中,设置一定的温度在电热鼓风干燥箱中放置一定时间,分别于0、2、4、6、8、10、12d取样称其质量^[12-13],计算微胶囊的保留率,微胶囊的保留率公式如下。

$$W_1 = \frac{m_2}{m_1} \times 100$$

式中: W_1 为微胶囊的保留率,%; m_1 为微胶囊初始质量,g; m_2 为挥发一定时间后微胶囊的剩余质量,g。

1.3.6 微胶囊包合产率计算方法

微胶囊包合产率是指微胶囊包合后,固体微胶囊的

质量与初始加入芯材和壁材总质量之比^[14-15],该指标反映了微胶囊制备过程中芯材和壁材的利用率。

包合产率的计算公式如下。

$$W_2 = \frac{m_4}{m_5 + m_6} \times 100$$

式中: W_2 为包合产率,%; m_4 为包合物质量,g; m_5 为 β -环糊精质量,g; m_6 为芯材的质量,g。

1.4 数据处理

每组数据均为3次独立重复试验的结果,结果以平均值 \pm 标准差表示。利用 OriginPro 2019、SPSS 20.0 软件处理数据和制图。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果分析

2.1.1 芯材与壁材质量比对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响

芯材与壁材质量比对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响见图1。

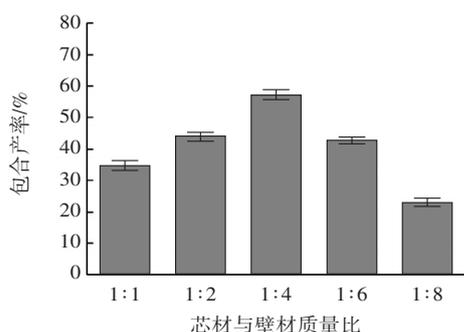


图1 芯材与壁材质量比对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响

Fig.1 Effect of mass ratio of different core and wall materials on yield of ginger essence β -cyclodextrin microcapsules

由图1可知,生姜香精 β -环糊精微胶囊产品的包合产率随着壁材比例的增加呈现先上升后下降趋势,主要是源于 β -环糊精疏水基团的亲合力与生姜香精的结合^[16]。当芯材与壁材质量比为1:4时,包合产率最高(59.54%),因此,选择芯材与壁材质量比为1:2、1:4、1:6进行后续试验。

2.1.2 固形物浓度对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响

固形物浓度对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响见图2。

由图2可知,生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率,随着固形物浓度变化,呈现先增大后降低的趋势,在固形物浓度1.5%时,包合产率最高,为49.0%,浓度过高时, β -环糊精易出现结晶而析出,导致包合效率较低^[17]。因此,选择固形物浓度为1.0%、1.5%、2.0%进行后续试验。

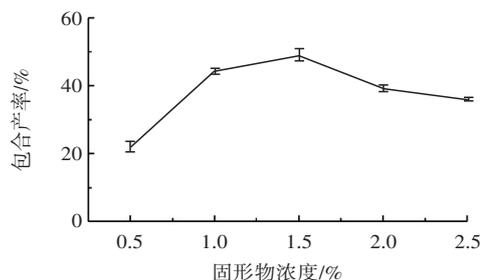


图2 固形物浓度对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响
Fig.2 Effect of solid concentration on yield of ginger essence β -cyclodextrin microcapsules

2.1.3 包合温度对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响

包合温度对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响见图3。

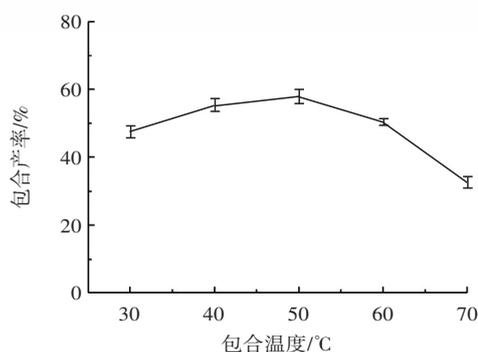


图3 包合温度对生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率的影响
Fig.3 Effect of inclusion temperature on yield of ginger essence β -cyclodextrin microcapsules

由图3可知,包合温度对包合产率具有很大的影响。随着包合温度的升高,生姜香精 β -环糊精微胶囊化包合产率先升高后下降,最佳包合温度为50 $^{\circ}$ C,包合产率最高,为58.03%。这与杨小葵等^[18]试验研究相似。升温的过程中,各体系的扩散能力越大,越有利于包合产率的提升,但是温度越高,分子运动越剧烈,不利于生姜香精与 β -环糊精的包合作用,因此,选择包合温度为40、50、60 $^{\circ}$ C进行后续试验。

2.2 正交试验优化生姜香精 β -环糊精微胶囊制备条件正交试验设计及结果见表2。

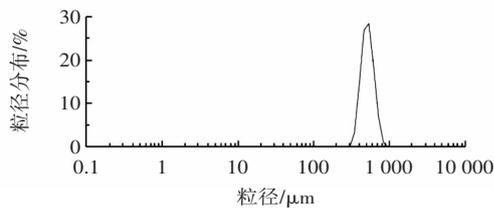
由表2可知,影响生姜香精 β -环糊精微胶囊制备的各因素主次顺序为C>B>A,即包合温度>固形物浓度>芯材与壁材质量比,生姜香精 β -环糊精微胶囊的制备最优组合为A₂B₂C₁。在此条件下进行验证试验,包合产率为(55.95 \pm 1.02)% ,小于试验中最优组合(69.42%),即生姜香精 β -环糊精微胶囊的制备最优组合为A₂B₃C₁。因此,选择A₂B₃C₁组合进行后续试验,生姜香精 β -环糊精微胶囊的制备最优条件为芯材与壁材质量比1:4、固形物浓度2.0%、包合温度40 $^{\circ}$ C。

表2 生姜香精 β -环糊精微胶囊制备正交试验设计与结果Table 2 Design and results of orthogonal test for preparation of ginger essence β -cyclodextrin microcapsules

水平	A 芯材与壁材 质量比	B 固形物 浓度	C 包合温度	包合产 率/%
1	1	1	1	45.48
2	1	2	2	44.44
3	1	3	3	29.79
4	2	1	2	24.64
5	2	2	3	46.69
6	2	3	1	69.42
7	3	1	3	29.40
8	3	2	1	47.42
9	3	3	2	33.64
k_1	39.90	33.17	54.11	
k_2	46.92	46.18	34.24	
k_3	36.82	44.28	35.29	
极差 R	10.10	13.01	19.87	

2.3 生姜香精 β -环糊精微胶囊产品粒径分布

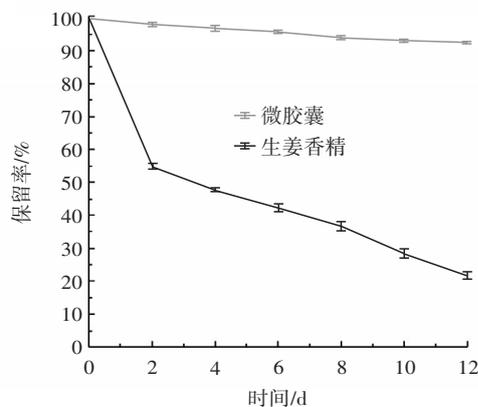
生姜香精 β -环糊精微胶囊产品粒径分布见图4。

图4 生姜香精 β -环糊精微胶囊产品粒径分布Fig.4 Particle size distribution of ginger essence β -cyclodextrin microcapsules

由图4可知,生姜香精 β -环糊精微胶囊产品粒径呈现正态分布情况,粒径分布相对比较集中,说明粒径分布比较均匀。

2.4 生姜香精 β -环糊精热稳定性分析

生姜香精 β -环糊精热稳定性见图5。

图5 生姜香精及生姜香精 β -环糊精微胶囊产品的热稳定性Fig.5 Thermal stability of ginger essence and ginger essence β -cyclodextrin microcapsules

由图5可知,在一定的温度下,随着时间的延长,生姜香精的保留率呈现下降趋势,但是生姜香精经过包埋之后,生姜香精难以挥发,保留率变化趋势较缓慢^[19-20]。生姜香精 β -环糊精微胶囊产品保留率变化的趋势明显高于未包埋的生姜香精,这说明生姜香精经过 β -环糊精包埋之后,提高了生姜香精的热稳定性、保留了生姜香精中的有效成分。

3 结论

本文以生姜香精为芯材, β -环糊精为壁材,制备出生姜香精 β -环糊精微胶囊产品,优化了生姜香精 β -环糊精微胶囊产品制备工艺,最终确定最优制备工艺为芯材与壁材质量比1:4、固形物浓度2.0%、包合温度40 $^{\circ}$ C,在此条件下包合产率最高,为69.42%。生姜香精 β -环糊精微胶囊产品粒径呈正态分布,粒径分布比较均匀。通过热稳定性试验得知,生姜香精经过包埋后提高了生姜香精的热稳定性,说明包埋技术可以提高生姜香精的稳定性,有利于生姜香精的贮藏和货架期的延长,为下一步研究生姜香精微胶囊产品缓释效果与应用提供依据。

参考文献:

- [1] DAHABRA L, BROADBERRY G, LE GRESLEY A, et al. Sunscreens containing cyclodextrin inclusion complexes for enhanced efficiency: A strategy for skin cancer prevention[J]. *Molecules*, 2021, 26(6): 1698.
- [2] 田亚超. 环糊精及环糊精包合物稳定的皮克林乳液的制备、表征及应用[D]. 济宁: 齐鲁工业大学, 2022.
TIAN Yachao. Preparation, characterization and application of Pickering emulsion stabilized by cyclodextrin and cyclodextrin inclusion complexes[D]. Jinan: Qilu University of Technology, 2022.
- [3] 周伟成, 岳鹏飞, 雷方方, 等. 环糊精包合物脂质体技术及其在药物递送中的应用进展[J]. *中国医药工业杂志*, 2022, 53(7): 943-952.
ZHOU Weicheng, YUE Pengfei, LEI Fangfang, et al. Drug-in-CD-liposome and its application in drug delivery system[J]. *Chinese Journal of Pharmaceuticals*, 2022, 53(7): 943-952.
- [4] 张婉萍, 盖厚辰, 张冬梅, 等. 环糊精包埋技术研究进展及其在化妆品原料包埋中的应用[J]. *日用化学工业(中英文)*, 2023, 53(7): 808-815.
ZHANG Wanping, GAI Houchen, ZHANG Dongmei, et al. Research progress of cyclodextrin encapsulation technology and its application on cosmetic ingredients[J]. *China Surfactant Detergent & Cosmetics*, 2023, 53(7): 808-815.
- [5] 郑佳成, 李瑞雪, 史博, 等. 功能化 β -环糊精的制备及其应用研究进展[J]. *化工刊*, 2021, 35(6): 21-24.
ZHENG Jiacheng, LI Ruixue, SHI Bo, et al. Progress in preparation and application of functionalized β -cyclodextrin[J]. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 2021, 35(6): 21-24.
- [6] SHA H J, CUI B, YUAN C, et al. Catechin/ β -cyclodextrin complex modulates physicochemical properties of pre-gelatinized starch-based orally disintegrating films[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2022, 195: 124-131.

- [7] ZOU Y Y, YUAN C, CUI B, et al. High-amylose corn starch/konjac glucomannan composite film: Reinforced by incorporating β -cyclodextrin[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2021, 69(8): 2493-2500.
- [8] 姚瑞雄. 我国香精香料工业的现状与分析[J]. 食品安全导刊, 2017(18): 121-122.
YAO Ruixiong. Status and analysis of flavor and fragrance industry in China[J]. Food Safety Guide, 2017(18): 121-122.
- [9] 卢艳慧, 李迎秋. 微胶囊技术的研究进展及在食品行业中的应用[J]. 中国调味品, 2021, 46(3): 171-174.
LU Yanhui, LI Yingqiu. Research progress of microcapsule technology and its application in food industry[J]. China Condiment, 2021, 46(3): 171-174.
- [10] 李亚萍. 山苍子精油微胶囊的制备及其在牛肉保鲜中的应用[D]. 长沙: 中南林业科技大学, 2021.
LI Yaping. Preparation of Litsea cubeba essential oil microcapsules and its application in beef preservation[D]. Changsha: Central South University of Forestry & Technology, 2021.
- [11] 邓娟. 基于 β -环糊精空腔结构的缓释香精的制备及表征[D]. 上海: 上海应用技术学院, 2019.
DENG Juan. Preparation and characterization of sustained-release flavor based on β -cyclodextrin cavity structure[D]. Shanghai: Shanghai Institute of Applied Technology, 2019.
- [12] 王娣, 许晖, 汪张贵, 等. 百里香精油的微胶囊制备及其缓释性能[J]. 食品科学, 2013, 34(6): 60-63.
WANG Di, XU Hui, WANG Zhanggui, et al. Microencapsulation and controlled-release properties of Thymus oil[J]. Food Science, 2013, 34(6): 60-63.
- [13] 陈计峦, 宋丽军, 张云, 等. β -环糊精包合薰衣草精油工艺的研究[J]. 食品科技, 2009, 34(4): 105-108.
CHEN Jiluan, SONG Lijun, ZHANG Yun, et al. Study on β -cyclodextrin inclusion technology of lavender essential oil[J]. Food Science and Technology, 2009, 34(4): 105-108.
- [14] 李扬. 薰衣草精油微胶囊化研究[J]. 纺织科技进展, 2017(3): 15-17.
LI Yang. Research on microcapsules of the lavender essential oil[J]. Progress in Textile Science & Technology, 2017(3): 15-17.
- [15] 胡庚昊, 杨群, 崔进, 等. 双囊壁香精微胶囊的制备及应用稳定性[J]. 印染, 2023, 49(6): 1-6.
HU Genghao, YANG Qun, CUI Jin, et al. Preparation and stability of fragrance microcapsules with double capsule walls[J]. China Dyeing and Finishing, 2023, 49(6): 1-6.
- [16] 王无畏. 生姜精油 β -环糊精包合物制备工艺及性质研究[D]. 天津: 天津科技大学, 2017.
WANG Wuwei. Study on preparation and properties of β -cyclodextrin inclusion compound of ginger essential oil[D]. Tianjin: Tianjin University of Science and Technology, 2017.
- [17] 王倩. 响应面优化壳聚糖包裹白豆蔻精油微胶囊的制备[J]. 食品工业, 2016, 37(3): 128-131.
WANG Qian. Study on preparation technology of white nutmeg essential oil microcapsule with chitosan by response surface methodology[J]. The Food Industry, 2016, 37(3): 128-131.
- [18] 杨小葵, 王卉, 曹温馨. 肉桂油环糊精微胶囊的制备及性能研究[J]. 海南热带海洋学院学报, 2016, 23(5): 97-100, 128.
YANG Xiaokui, WANG Hui, CAO Wenxin. Preparation and properties of cinnamon oil ring paste microcapsules[J]. Journal of Hainan University of Tropical Oceanography, 2016, 23(5): 97-100, 128.
- [19] 叶景鹏, Md Yamin Hossain, 张国庆, 等. 玫瑰香精/壳聚糖芳香微球的制备及其应用研究[J]. 丝绸, 2021, 58(9): 14-20.
YE Jingpeng, HOSSAIN M Y, ZHANG Guoqing, et al. Preparation of rose flavor/chitosan aromatic microspheres and study of its application[J]. Journal of Silk, 2021, 58(9): 14-20.
- [20] 谭少聪, 邱梦辉, 黄德金, 等. 基于稳定剂和微胶囊化联用技术制备姜黄素纳米颗粒[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(15): 112-118.
TAN Shaocong, QIU Menghui, HUANG Dejin, et al. Preparation of curcumin nanoparticles based on combination of stabilizer and microencapsulation[J]. Food Research and Development, 2021, 42(15): 112-118.

责任编辑:王艳

收稿日期:2024-01-30