

野黄桂叶挥发油包合物的制备及评价

Preparation and Evaluation on clathrate compound of volatile oil from leaves of *Cinnamomum Jensenianum*

毛轩睿 邵金华 孔 童 杨开诚

MAO Xuan-rui SHAO Jin-hua KONG Tong YANG Kai-cheng

(湖南科技学院化学与生物工程学院, 湖南 永州 425199)

(School of Chemistry and Bioengineering, Hunan University of Science and Engineering, Yongzhou, Hunan 425199, China)

摘要:以 β -环糊精为壁材,以包埋率为检测指标,以单因素试验结果为基础进行正交试验,确定野黄桂叶挥发油最佳包合工艺;同时通过薄层色谱法(TLC)、紫外分光光度法(UV)、差示扫描量热法(DSC)以及显微成像法对包合物进行评价。试验结果表明,野黄桂叶挥发油包合物最佳制备工艺条件为:超声波处理时间 8 min,芯材与壁材质量比 1:8,超声波功率 150 W, β -环糊精与水质量比 1:9,超声温度 40 $^{\circ}\text{C}$ 。经 TLC、UV、DSC 以及显微成像法表征分析后,结果显示挥发油与 β -环糊精已形成包合物,且包合物性质稳定,颗粒均匀,粉末形态好。

关键词:野黄桂;挥发油; β -环糊精;包合物

Abstract: Taking β -cyclodextrin as the wall material, embedding rate as the detection index, and single factor test results as the basis for orthogonal test, determined the optimal inclusion process of *Cinnamomum jensenianum* leaves volatile oil. Meanwhile, the inclusion compound was evaluated using thin-layer chromatography (TLC), ultraviolet spectroscopy (UV), differential scanning calorimetry (DSC) and micrography. The experiment results indicated that, the optimal preparation process conditions for the inclusion compound of *Cinnamomum jensenianum* volatile oil were as followed: ultrasonication time of 8 min, mass ratio of core material to wall material of 1:8, ultrasonic wave power of 150 W, mass ratio of β -cyclodextrin to water of 1:9, and ultrasonic temperature of 40 $^{\circ}\text{C}$. After characterization analysis through TLC, UV, DSC and micrography, the results suggested that the volatile oil had formed the inclusion compound with β -cyclodextrin. Under such conditions, the inclusion

compound was stable in property, with Uniform particle size, and favorable powder morphology.

Keywords: *Cinnamomum jensenianum*; volatile oil; β -cyclodextrin; inclusion complex

野黄桂(*Cinnamomum jensenianum* Hand.-Mazz)是樟科樟属植物,主要分布于中国湖南西部、湖北、四川、江西和广东等地。野黄桂叶具有行气活血、散寒止痛之功,主治脘腹冷痛、风寒湿痹、跌打损伤等症状,其主要成分为挥发油^[1-3]。挥发油(Volatile oils)又称精油,是存在于植物的花、叶、茎、根或果实中的一类具有挥发性,可以随水蒸气一起蒸馏出来的油状液体的总称,是植物重要的次生代谢物质之一^[4-5]。但是此类成分在氧、光、热的作用下极易分解、变质而致稳定性较差,因此挥发油质量保存较难,常采用微胶囊技术^[6-8]。目前,对野黄桂叶挥发油的研究主要集中在挥发油的提取、成分分析及其活性研究^[1-3],而对野黄桂叶挥发油 β -环糊精包合物制备工艺研究及其包合物评价未见报道。本研究拟以 β -环糊精为材料,用单因素和正交试验优化野黄桂叶挥发油包合工艺,同时通过薄层色谱法(TLC)、紫外分光光度法(UV)、差示扫描量热法(DSC)以及显微成像法对野黄桂叶挥发油包合物进行评价,以期为野黄桂叶挥发油的进一步开发利用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

野黄桂叶:于 2016 年 10 月采自湖南隆回,将野黄桂叶 40 $^{\circ}\text{C}$ 真空干燥箱烘干、粉碎,过 40 目筛,用塑料袋封口,4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存待用;

β -环糊精、无水乙醇、无水硫酸钠、石油醚、乙酸乙酯:分析纯,天津市福晨化学试剂厂;

基金项目:湖南省教育厅重点课题(编号:2016A083);湖南省教育厅科研项目(编号:17C0676)

作者简介:毛轩睿,男,湖南科技学院在读本科生。

通信作者:邵金华(1981—),女,湖南科技学院高级实验师,博士。

E-mail:jinhua0212@163.com

收稿日期:2018-07-24

香兰素:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;
浓硫酸:分析纯,衡阳市凯兴化工试剂有限公司。

1.1.2 主要仪器设备

电子分析天平:AUY-120 型,日本津岛公司;
微波超声波组合合成萃取仪:XH-300B 型,北京祥鹤科技发展有限公司;
台式高速离心机: TG16G 型,湖南凯达科学仪器有限公司;
紫外可见分光光度计:UV-2401PC 型,日本津岛公司;
电子显微镜:PH100-2A41 L-EP 型,江西凤凰生物有限公司;
差示扫描热量仪:DSC-60A 型,日本津岛公司。

1.2 方法

1.2.1 野黄桂叶挥发油的制备 取过 40 目筛的野黄桂叶干燥粉末 100 g,料水比为 1 : 15 (g/mL),25 ℃加水浸泡 24 h,然后将其置于 2 000 mL 圆底烧瓶内,上端连接好冷凝管和挥发油提取器,100 ℃提取 5 h,收集挥发油提取器内油状液体,无水硫酸钠干燥,4 ℃冰箱密封保存备用。

1.2.2 野黄桂叶挥发油包合物的制备 将野黄桂叶挥发油与无水乙醇按 1 : 7 的体积比混合均匀后,取一定量的混合溶液,将其逐滴加入到饱和溶液中(称取一定量的 β -环糊精溶解于蒸馏水中,使之形成过饱和溶液)。利用微波超声波组合合成萃取仪超声作用一定的时间,在 50 ℃水浴锅中保温 30 min,然后冷却至室温后,贮藏于 4 ℃冰箱放置 24 h,抽滤,加入适量的蒸馏水洗去吸附在包合物表面未包合的 β -环糊精,最后放置于 40 ℃干燥箱中干燥至恒重,即得野黄桂叶挥发油包合物^[9]。

1.2.3 野黄桂叶挥发油标准曲线的绘制 用移液管吸取 0.2 mL 野黄桂叶挥发油滴入 25 mL 容量瓶,用无水乙醇定容,上下倒置摇匀,再分别用移液管量取上述溶液 0.2,0.4,0.6,0.8,1.0 mL 于 5 mL 容量瓶中,用无水乙醇分别定容到 5 mL。无水乙醇作为对照品溶液,在 225 nm 波长下测定吸光度值。以野黄桂叶挥发油的质量为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制野黄桂叶挥发油的标准曲线。

1.2.4 包埋率和包合物得率的测定

(1) 包合物表面挥发油的测定:根据彭颖^[10]的方法改进,称取适量的包合物,用适量的无水乙醇充分洗涤、过滤,滤液用无水乙醇定容到 25 mL,然后在 225 nm 下测定吸光度值,并根据标准曲线线性回归方程计算出野黄桂叶挥发油包合物表面挥发油的含量。

(2) 包合物总挥发油的测定:称取适量的包合物,用适量的水溶解,然后加入少量的无水硫酸钠吸尽水分后,冷却,再用适量的无水乙醇萃取包合物里挥发油,过滤,滤液用无水乙醇定容到 25 mL,然后在 225 nm 下测定吸光度值,并根据标准曲线线性回归方程计算出野黄桂叶挥发油包合物总挥发油的含量^[9]。按式(1)计算包埋率。

$$c = (1 - \frac{m_1}{m_2}) \times 100\%,$$

(1)

式中:

c ——包埋率,%;
 m_1 ——包合物表面挥发油,g;
 m_2 ——包合物总挥发油,g。

1.2.5 野黄桂挥发油包合物制备单因素试验

(1) 超声波处理时间的确定:超声波连续超声时间分别设定为 4,6,8,10,12 min, β -环糊精与水质量比为 1 : 10,芯材(野黄桂叶挥发油)与壁材(β -环糊精)质量比为 1 : 7,超声波功率为 120 W,超声温度为 40 ℃,制备包合物,测定包埋率。

(2) 超声波温度的确定:超声波温度为别设定为 30,35,40,45,50 ℃,超声波连续超声时间为 8 min, β -环糊精与水质量比为 1 : 10,芯材(野黄桂叶挥发油)与壁材(β -环糊精)质量比为 1 : 7,超声波功率为 120 W,制备包合物,测定包埋率。

(3) 芯材与壁材质量比的确定:芯材与壁材分别按 1 : 5,1 : 6,1 : 7,1 : 8,1 : 9 的质量比混合,其中 β -环糊精与水质量比为 1 : 10,超声波连续超声时间为 8 min,超声波功率为 120 W,超声温度为 40 ℃,制备包合物,测定包埋率。

(4) 超声波功率的确定:设定数控超声波清洗器的功率分别为 60,90,120,150,180 W,超声波连续超声时间为 8 min, β -环糊精与水质量比为 1 : 10,芯材与壁材质量比为 1 : 8,超声温度为 40 ℃,制备包合物,测定包埋率。

(5) β -环糊精与水质量比的确定: β -环糊精与水分别按 1 : 3,1 : 6,1 : 9,1 : 12,1 : 15 的质量比配置溶液,芯材与壁材质量比为 1 : 8,超声波连续超声时间为 8 min,超声波功率为 150 W,超声温度为 40 ℃,制备包合物,测定包埋率。

1.2.6 野黄桂叶挥发油包合物制备正交试验 根据单因素试验结果,以包埋率为指标,选择超声波处理时间、芯材与壁材质量比、超声波功率和 β -环糊精与水质量比为考察因素,利用 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验。

1.2.7 包合物评价

(1) 薄层色谱法(TLC):称取 100 mg β -环糊精,用 1 mL 无水乙醇超声溶解 15 min,离心,取上清液,即样品溶液 I;用精密移液枪移取包埋前野黄桂挥发油 0.1 mL,用 0.1 mL 无水乙醇稀释溶解,即样品溶液 II;称取 100 mg 包合物,与样品溶液 I 的处理方法相同,即样品溶液 III;将野黄桂挥发油与 β -环糊精物理混合,加入 5 mL 无水乙醇超声溶解15 min,3 000 r/min 离心 10 min,取上清液,即样品溶液 IV。最后用定量毛细管分别吸取上述 4 组样品溶液在硅胶 G 薄层板上点样,置于乙酸乙酯与石油醚按 1 : 25 的体积比配置的展开剂中,跑板,取板,晾干,用 5%香草醛浓硫酸溶液喷雾显色,放置在 105 ℃干燥箱中烘干至条带清晰^[11-13]。

(2) 紫外分光光度法(UV):样品溶液按 1.2.7(1)制备,并在 200~300 nm 内用紫外扫描。

(3) 差示扫描量热法(DSC):对 β -环糊精、野黄桂挥发油和 β -环糊精物理混合物、包合物 3 种样品进行了差示热分析,测定条件:以空氧化铝(Al_2O_3)坩埚为参比,另一 Al_2O_3 坩埚放入样品,升温速度为 10 ℃/min,氮气流动速度为 20 mL/min,扫描范围 0~400 ℃,分别记录样品的 DSC 升温

曲线^[14-15]。

(4) 显微成像法:称取未研磨的 β -环糊精、研磨的 β -环糊精、野黄桂挥发油 β -环糊精包合物各一定量制成溶液,分别滴于载玻片上,用显微镜观察其成像并捕捉照相。

2 结果与分析

2.1 标准曲线的绘制

由图 1 可知,野黄桂叶挥发油质量浓度和吸光度值的标准曲线线性回归方程为 $y=0.099\ 7x+0.029\ 3$, $R^2=0.993\ 8$, 野黄桂叶挥发油质量浓度在 $0.16\sim1.60\text{ mg/mL}$ 时与吸光度呈良好的线性关系。

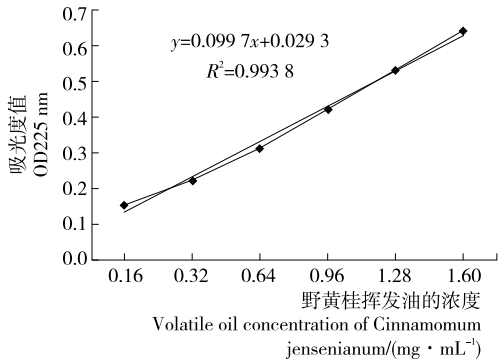


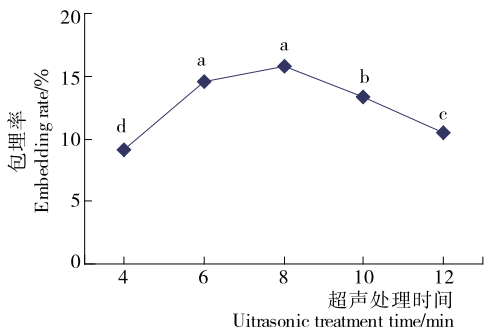
图 1 野黄桂叶挥发油标准曲线

Figure 1 Standard curve of absorbency of volatile oil from *Cinnamomum jensenianum*

2.2 超声波法制备野黄桂叶挥发油包合物工艺优化

2.2.1 超声波处理时间对包埋率的影响 由图 2 可以看出,包埋率随着超声波处理时间的延长,呈先上升再下降的趋势。当超声波处理时间为 8 min 时,野黄桂叶挥发油包埋率最高,为 $(15.80\pm0.19)\%$ 。可能是随着超声作用时间的延长、温度上升,挥发油不断地被包合,使得包埋率上升,当超声的时间为 8 min 时,包埋率最大,继续延长超声时间,处理液会继续变热,过高的温度会使挥发油挥发,此后挥发油包埋率开始有下降的趋势。因此,从挥发油包埋效率和节约能源两方面综合考虑,选择最佳超声波包埋时间为 8 min。

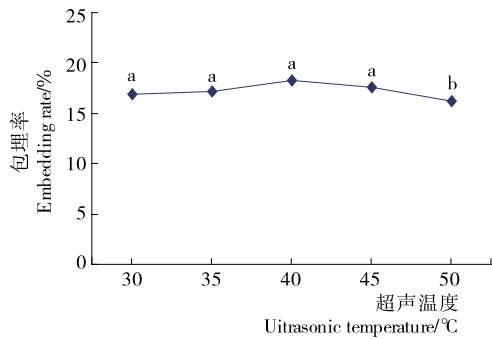
2.2.2 超声波温度对包埋率的影响 由图 3 可以看出,包埋率随着超声温度的提高,呈先上升再下降的趋势,但差异不



不同小写字母代表差异显著 ($P<0.05$)

图 2 超声波处理时间对包埋率的影响

Figure 2 Influence of different ultrasonic treatment time on the embedding rate



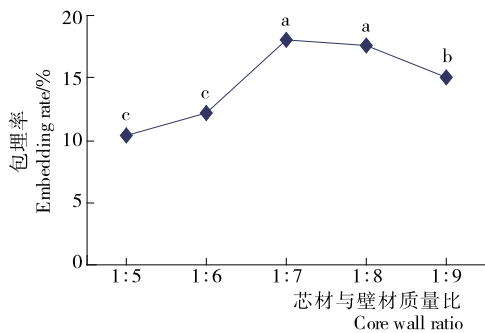
不同小写字母代表差异显著 ($P<0.05$)

图 3 超声波温度对包埋率的影响

Figure 3 Influence of different ultrasonic treatment temperature on the embedding rate

显著。当超声温度为 40 °C 时,野黄桂叶挥发油包埋率最高,为 $(18.39\pm0.26)\%$ 。可能是随着超声温度升高,挥发油不断地被包合,使得包埋率上升,当超声温度为 40 °C 时,包埋率最大,提高超声温度,挥发油稍有挥发,当温度超过 50 °C,挥发油挥发的速度加快。因此,最佳超声温度为 40 °C。

2.2.3 芯材与壁材质量比对包埋率的影响 由图 4 可看出,包埋率随着芯壁比的减小先上升再下降。在芯壁比为 1:7 时,野黄桂挥发油 β -环糊精包埋率最高,达到了 $(18.04\pm0.22)\%$ 。在一定壁材使用范围内,壁材含量增加有利于其包裹能力增强,在芯壁比为 1:7 时, β -环糊精溶液能很好地包埋野黄桂挥发油,形成了稳定的包埋体系,继续增加壁材的使用量,包埋率下降。因此,最佳的芯材与壁材质量比为 1:7。

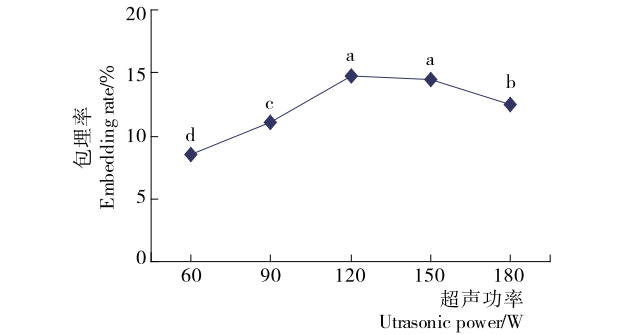


不同小写字母代表差异显著 ($P<0.05$)

图 4 芯材与壁材质量比对包埋率的影响

Figure 4 Influence of different core wall ratio on embedding rate

2.2.4 超声波功率对包埋率的影响 由图 5 可以看出,包埋率随着超声波功率的增加,呈平稳上升的趋势,在超声波功率为 120 W 时,野黄桂挥发油包埋率最高,包埋效果最好,达到了 $(14.72\pm0.11)\%$,继续增加超声波功率,包埋率反而下降。包埋率变化的原因可能是在一定的时间内,超声波功率越大,物质分散越均匀,而溶液则越热,由于 β -环糊精制备野黄桂挥发油包合物是分子包合过程,温度过高,会促使 β -环糊精分解,同时包埋的挥发油也可能会挥发,所以包埋率有所下降。因此,最佳的超声功率为 120 W。

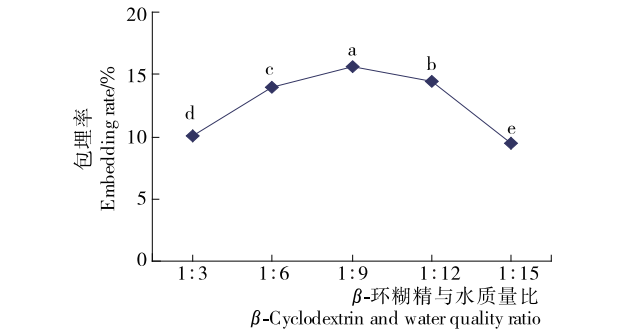


不同小写字母代表差异显著(P<0.05)

图 5 超声波功率对包埋率的影响

Figure 5 Influence of different ultrasonic power on embedding rate

2.2.5 β -环糊精与水质量比对包埋率的影响 由图 6 可以看出,包埋率随水的增加呈先上升再下降的趋势。当 β -环糊精与水质量比为 1 : 9 时,野黄桂挥发油包埋效果最佳,包埋率最高为 $(15.68\pm0.07)\%$ 。可能是无极性的外来分子迅速被 β -环糊精分子的非极性基团占据的水分子置换,由此,水量适量增加利于包埋进行,形成的包埋物比较稳定;当水分过多时, β -环糊精的非极性部位与水分子结合,阻碍挥发油进入环形部位,降低了野黄桂挥发油的包埋率^[16]。因此, β -环糊精与水最佳的质量比为 1 : 9。



不同小写字母代表差异显著(P<0.05)

图 6 β -环糊精与水质量比对包埋率的影响

Figure 6 Influence of different β -cyclodextrin and water quality ratio on embedding rate

2.2.6 超声波法制备野黄桂叶挥发油包合物正交试验 由于超声温度影响不显著,本试验以超声波处理时间、芯材(野黄桂叶挥发油)与壁材(β -环糊精)质量比、超声波功率、 β -环糊精与水质量比进行四因素三水平正交试验。正交试验因素水平表见表 1,结果见表 2,方差分析见表 3。由表 2 可知,各因素对包埋率影响的主次顺序依次为 $B>A>D>C$,包合物的最佳制备工艺条件为 $A_2B_3C_3D_2$,即超声波处理时间为 8 min,芯材(野黄桂挥发油)与壁材(β -环糊精)质量比为 1 : 8,超声波功率为 150 W, β -环糊精与水质量比为 1 : 9。由表 3 可知,在试验范围内,因素 B 对包埋率有显著性影响;因素 A、C 和 D 对包埋率都有不同程度的影响,但不显著。

2.2.7 工艺验证实验 按照优选出的最佳工艺 $A_2B_3C_3D_2$,即超声波处理时间 8 min,芯材与壁材质量比 1 : 8,超声波

表 1 正交试验因素水平表				
Table 1 Level table of orthogonal test factors				
水平	A 超声波处 理时间/min	B 芯材(野黄桂叶挥发油)与壁材(β -环糊精)质量比	C 超声波 功率/W	D β -环糊精 与水质量比
1	7	1 : 6	90	1 : 8
2	8	1 : 7	120	1 : 9
3	9	1 : 8	150	1 : 10

表 2 正交试验设计及结果					
Table 2 Orthogonal test design and results					
试验号	A	B	C	D	包埋率/%
1	1	1	1	1	4.22
2	1	2	2	2	12.63
3	1	3	3	3	15.05
4	2	1	2	2	3.76
5	2	2	3	1	11.95
6	2	3	1	2	19.66
7	3	1	3	2	4.12
8	3	2	1	3	7.13
9	3	3	2	1	9.59
k_1	10.63	4.03	10.34	8.59	
k_2	11.79	10.57	8.66	12.14	
k_3	6.95	14.77	10.37	8.65	
R	4.84	10.74	1.71	3.55	

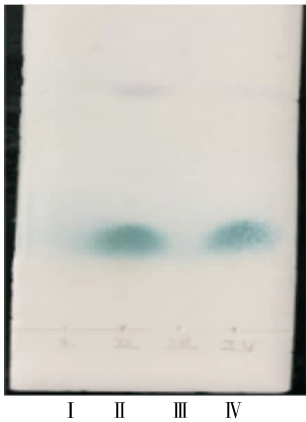
表 3 方差分析表 [†]					
Table 3 Anova table					
方差来源	离差平方和	自由度	均方 MS	F 值	显著性
A	38.387 3	2	19.193 7	6.768 2	
B	175.544 5	2	87.772 3	30.539 1	*
C	5.748 1	2	2.874 1	1.000 0	
D	24.786 2	2	12.393 1	4.312 0	
误差	5.748 1	2	2.874 1	1.000 0	

[†] 因为 C 因素影响较小,所以将 C 因素作为方差分析中的误差项来处理; $F_{0.05}(2,2)=19$; * 表示差异显著, $P<0.05$ 。

功率 150 W, β -环糊精与水质量比 1 : 9,超声温度 40 ℃,利用超声波法对野黄桂叶挥发油进行 3 次重复性包埋实验,包合物的平均包埋率为 $(20.45\pm0.03)\%$,均高于正交试验,由此判断正交试验得出的制备工艺条件为最佳制备工艺条件。

2.3 包合物结构表征结果

2.3.1 薄层色谱 由图 7 可看出,样品 II 和 IV 溶液在相同的位置上出现了一个相同颜色的斑点,且 Rf 值基本相同,野黄桂叶挥发油有一个主要的化学成分是芳樟醇(相对含量达到 94.449%),与薄层色谱结果相一致;样品 I 和 III 溶液中没有斑点出现,表明野黄桂叶挥发油包合物已经形成,其表面并无挥发油残留,而且包合前后野黄桂叶挥发油主要的化学成分未见明显的变化,所以包合物质量较好,说明包埋过程对挥发油成分无影响。

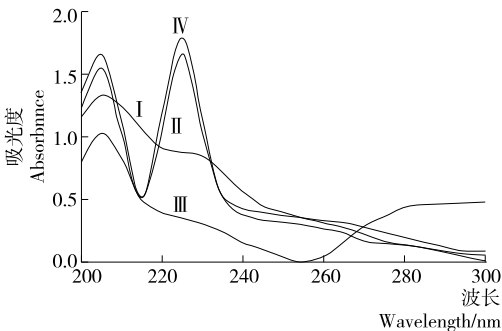


I. β -环糊精 II. 包合前所提野黄桂叶挥发油 III. 包合物 IV. 野黄桂叶挥发油与 β -环糊精物理混合物

图 7 不同样品的 TLC 色谱图

Figure 7 β -cyclodextrin, The extracted volatile oil of *Cinnamomum jensenianum* before wrapped, Clathrate, The physical mixture of volatile oil of *Cinnamomum jensenianum* and β -cyclodextrin

2.3.2 紫外分光光度 由图 8 可看出,样品 I 和 III 溶液无野黄桂叶挥发油的特征吸收峰,而样品 II 和 IV 溶液在相同位置上有野黄桂叶挥发油类似的吸收峰,说明野黄桂叶挥发油已经被 β -环糊精包埋在疏水性空腔结构中,且已经构成一种新的物质。

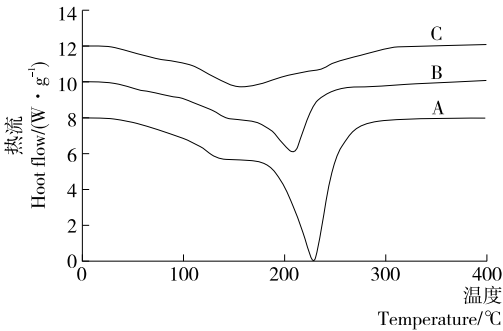


I. β -环糊精 II. 包合前所提野黄桂叶挥发油 III. 包合物 IV. 野黄桂叶挥发油与 β -环糊精物理混合物

图 8 不同样品的 UV 谱图

Figure 8 β -cyclodextrin, The extracted volatile oil of *Cinnamomum jensenianum* before wrapped, Clathrate, The physical mixture of volatile oil of *Cinnamomum jensenianum* and β -cyclodextrin

2.3.3 差示扫描量热 由图 9 可看出,样品 A 中 β -环糊精在 225.27 $^{\circ}\text{C}$ 有吸热峰;样品 B 中野黄桂叶挥发油与 β -环糊精进行了简单的物理包含,还是显示出了 β -环糊精的特征波峰,这是因为野黄桂叶挥发油中有较多的低沸点挥发性成分存在,致使 β -环糊精的特征波峰由 225.27 $^{\circ}\text{C}$ 降低至 212.61 $^{\circ}\text{C}$;而样品 C 即包合物中没有 β -环糊精特征波峰存在,而是出现了新的特征波峰,开始与结束之间的温差跨度大,热焓值明显减小,可见二者图谱有显著的差别,以此推测野黄桂叶挥发油与 β -环糊精之间并不是简单吸附作用,而是



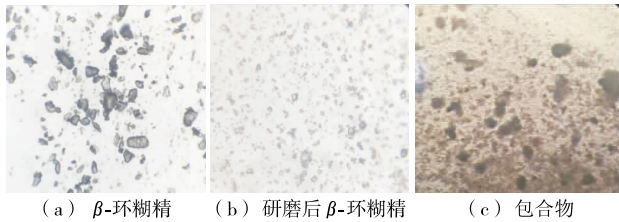
A. β -环糊精 B. 野黄桂叶挥发油与 β -环糊精物理混合物 C. 包合物

图 9 不同样品的 DSC 图

Figure 9 β -cyclodextrin, The physical mixture of volatile oil of *Cinnamomum jensenianum* and β -cyclodextrin, Clathrate

发生了分子间作用^[17-18],表明挥发油包合物已经形成了一种新的物质。

2.3.4 显微成像 β -环糊精(A)、研磨后 β -环糊精(B)及包合物(C)的显微成像图如图 10 所示。由图 10 可看出,未研磨 β -环糊精和研磨后 β -环糊精为无色半透明立方体状结晶颗粒,颗粒粒度相对较大且清晰可辨,而野黄桂叶挥发油 β -环糊精包合物为黑色不透明不规则团状物质。试验表明 β -环糊精仅在外力作用下并未发生变化,而 β -环糊精包合野黄桂叶挥发油后,其形态颜色均发生改变,显示新物质已经形成。



(a) β -环糊精 (b) 研磨后 β -环糊精 (c) 包合物

图 10 不同样品的显微成像图

Figure 10 β -cyclodextrin, The β -cyclodextrin after grinded, Clathrate

3 结论

(1) 野黄桂叶挥发油包合物最佳制备工艺条件为:超声波处理时间为 8 min,芯材(野黄桂挥发油)与壁材(β -环糊精)质量比为 1 : 8,超声波功率为 150 W, β -环糊精与水质量比为 1 : 9,超声温度为 40 $^{\circ}\text{C}$ 时,包合物的包埋率和包埋得率指标达到最佳,分别为(20.45 $\pm$ 0.03)%和(87.63 $\pm$ 0.15)%。该工艺制备的野黄桂挥发油 β -环糊精包合物的包埋率和包埋得率高,方法简单、可靠、稳定性强。

(2) 野黄桂叶挥发油与 β -环糊精已经形成包合物,野黄桂叶挥发油在包合前后化学成分没有发生明显变化,包合物性质较为稳定,颗粒大小形状均匀,粉末形态好。包合物的形成可提高野黄桂挥发油的时效性和缓释性,为野黄桂挥发油在日化、食品、医药领域的应用提供科学依据。

(3) 野黄桂叶挥发油在包合的过程中还有部分未被包

埋或者吸附在包合物的表面,在包埋过程中造成损失。因此,如何进一步提高挥发油的包埋率和包埋得率,还需深入探讨。

参考文献

[1] 王岳峰, 范静娴, 许冬强. 野黄桂叶挥发性成分色谱-质谱联用分析[J]. 时珍国医国药, 2007, 18(12): 2 923-2 924.

[2] 王岳峰, 曲方圆, 朱利平. 野黄桂叶油抗菌活性的实验研究[J]. 新中医, 2007, 39(5): 105-106.

[3] JUN Tian, BO Huang, XIU Li-luo, et al. The control of *Aspergillus flavus* with *Cinnamomum jensenianum* Hand-Mazz essential oil and its potential use as a food preservative[J]. Food Chemistry, 2012, 130(3): 520-527.

[4] LALLY J Y, VILHOEN A M, VAN S V. Potential interaction between the volatile and non-volatile fractions on the in vitro antimicrobial activity of three South African Pelargonium (Geraniaceae) species [J]. Natural Product Communications, 2010, 5 (9): 1 395-1 400.

[5] 李凤清. 植物精油的抑菌评价及其应用[D]. 南京: 南京师范大学, 2014: 1-10.

[6] ORLANDA J F F, NASCIMENTO A R. Chemical composition and antibacterial activity of *Ruta graveolens* L. (Rutaceae) volatile oils, from São Luís, Maranhão, Brazil [J]. South African Journal of Botany, 2015, 99: 103-106.

[7] YANG Yuan, ZHI Yan-kong, YING En-sun, et al. Complex coacervation of soy protein with chitosan: Constructing antioxidant microcapsule for algal oil delivery [J]. LWT-Food Science and

Technology, 2017, 75: 171-179.

[8] 相聪坤, 张静宜, 李佳佳, 等. 白术、桂枝挥发油 β -环糊精包合工艺研究及其包合物评价[J]. 天然产物研究与开发, 2017, 29 (1): 46-51.

[9] 韩春然, 张静, 李煜. 超声波法制备丁香精油- β -环糊精微胶囊[J]. 食品科学, 2013, 34(22): 97-100.

[10] 彭颖. 肉桂精油的提取及其微胶囊化的研究[D]. 天津: 天津商业大学, 2012: 1-10.

[11] 陈琳皓, 单杨, 李高阳, 等. 复凝聚法制作甜橙香精微胶囊工艺研究[J]. 食品与机械, 2016, 32(3): 198-202.

[12] 刘光宪, 周巾英, 祝水兰, 等. 沙棘籽油微胶囊的制备及其性质研究[J]. 食品与机械, 2017, 33(8): 194-197.

[13] 强军锋. 壁材比例对复合凝聚法天然 V_E 微胶囊包埋效果的影响[J]. 食品与机械, 2017, 33(2): 175-178.

[14] 方宇, 蒋生旺, 曹颖, 等. 复凝聚法制备茶油微胶囊[J]. 食品与机械, 2016, 32(7): 181-185.

[15] JANG S H, JANG S R, LEE G M, et al. Halloysite nanocapsules containing thyme essential oil: preparation, characterization, and application in packaging materials [J]. J Food Sci, 2017, 82(9): 2 113-2 120.

[16] 陈发河, 吴光斌, 陈志辉. 天然胡萝卜素 β -环糊精微胶囊制备工艺的研究[J]. 中国食品学报, 2006(1): 110-115.

[17] REGIANE V B F, DIEGO A B, ERIC K S, et al. Cashew gum and inulin: New alternative for ginger essential oil microencapsulation[J]. Carbohydrate Polymers, 2016, 153: 133-142.

[18] 袁超, 祁鲲, 朱新亮, 等. 茉莉精油/羟丙基- β -环糊精包合物的制备及表征[J]. 中国粮油学报, 2017, 32(10): 85-89.

(上接第 175 页)

[42] LIN Jia-jiang, SU Bin-lin, SUN Meng-qiang, et al. Biosynthesized iron oxide nanoparticles used for optimized removal of cadmium with response surface methodology [J]. The Science of Total Environment, 2018, 627(1): 314-321.

[43] 周歆, 周航, 曾敏, 等. 石灰石和海泡石组配对水稻糙米重金属积累的影响[J]. 土壤学报, 2014(3): 555-563.

[44] 谢运河, 纪雄辉, 吴家梅, 等. 不同有机肥对土壤镉锌生物有效性的影响[J]. 应用生态学报, 2015, 26(3): 826-832.

[45] HUANG Bai-fei, XIN Jun-liang, DAI Hong-wen, et al. Effects of interaction between cadmium (Cd) and selenium (Se) on grain yield and Cd and Se accumulation in a hybrid rice (*Oryza*

sativa) system [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2017, 65(43): 9 537-9 546.

[46] 袁知洋, 项剑桥, 吴冬妹, 等. 恩施富硒土壤区主要农作物硒镉特征以及和根系土硒镉关系研究[J]. 资源环境与工程, 2017, 31(6): 706-712.

[47] 梁程, 林匡飞, 张雯, 等. 不同浓度硫处理下硒镉交互胁迫对水稻幼苗的生理特性影响[J]. 农业环境科学学报, 2012, 31(5): 857-866.

[48] 庞晓辰, 王辉, 吴泽赢, 等. 硒对水稻镉毒性的影响及其机制的研究[J]. 农业环境科学学报, 2014, 33(9): 1 679-1 685.

[49] 李虹颖, 唐杉, 王允青, 等. 硒对水稻镉含量及其在亚细胞中的分布的影响[J]. 生态环境学, 2016, 25(2): 320-326.

(上接第 204 页)

[9] 刘江生, 赖伟玲, 蔡国华, 等. KLD2-3 滚筒烘丝机筒壁温度不同控制模式对化学成分的影响[J]. 安徽农业学报, 2013, 41 (2): 824-826, 829.

[10] 胡建军, 周冀衡, 熊燕, 等. 烘丝工艺参数对烘后叶丝质量影响的研究[J]. 中国烟草学报, 2007, 13(6): 24-29.

[11] 段鹏. 烟丝变温干燥特性研究[D]. 郑州: 郑州烟草研究院, 2014: 28-45.

[12] 王岩. 叶丝滚筒分段变温干燥特性研究[D]. 郑州: 郑州烟草研

究院, 2015.

[13] 国家烟草专卖局. YC/T 31—1996 烟草及烟草制品试样的制备和水分的测定烘箱法[S]. 郑州: 国家烟草质量监督检验中心, 1996: 1-3.

[14] 国家烟草专卖局. YC/T 138—1998 烟草及烟草制品 感官评价方法[S]. 郑州: 国家烟草质量监督检验中心, 1998: 3-5.

[15] 王瑞新. 烟草化学[M]. 郑州: 中国农业出版社, 2003: 67-69.

[16] 明宁宁, 郭俊成, 刘强, 等. 烟草中生物碱的提取和分析方法研究进展[J]. 中国烟草学报, 2007, 13(3): 64-70.