DOI:10.13652/j.issn.1003-5788.2019.11.038

洋葱精油微胶囊喷雾干燥制备工艺优化及释放性能分析

Optimization of spray drying preparation and release property analysis of onion essential oil microcapsules

王月月[1] 段 续[1,2] 任广跃[1,2] 周四晴[1]

WANG Yue-yue[1] *DUAN Xu*[1,2] *REN Guang-yue*[1,2] *ZHOU Si-qing*[1]

(1. 河南科技大学食品与生物工程学院,河南 洛阳 471023;
2. 粮食储藏安全河南省协同创新中心,河南 洛阳 471023)

(1. *College of Food and Bioengineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang, Henan* 471023, *China*;
2. *Collaborative Innovation Center of Grain Storage Security, Henan Province, Luoyang, Henan* 471023, *China*)

摘要:采用喷雾干燥技术,研究制备条件对洋葱精油微胶囊化的影响,以包埋率为指标,通过响应面分析法,优化微胶囊的制备工艺;对比喷雾干燥前后洋葱精油主要成分硫代亚磺酸酯含量的变化,并测定洋葱精油微胶囊的质量指标,对微胶囊制备工艺进行分析;对微胶囊实施体外模拟试验,同时对不同贮藏温度下精油的挥发率进行研究,分析微胶囊的释放效果及稳定性。结果表明:微胶囊最佳制备工艺为乳化温度 61 ℃、进风温度 177 ℃、进料流量 900 mL/h,该条件下微胶囊的包埋率为 92.06%,喷雾干燥之后洋葱精油硫代亚磺酸酯保留率值与理论值相近;微胶囊的出粉率、含水率、密度、粒径及感官评分分别为 22.34%、3.12%、0.79 g/cm^3、15.3 μm 和 92,出粉率高,含水量低,品质较佳,在胃肠液中的控释效果较好,易于吸收且刺激性小,洋葱精油微胶囊的释放过程与 Avrami's 方程拟合良好,随着温度的升高微胶囊释放速率常数上升,微胶囊应在低温条件下贮藏。

关键词:喷雾干燥;洋葱精油;微胶囊;释放性能

Abstract: Spray drying technology was used to study the effect of different preparation conditions on the microencapsulation of onion essential oil. Taking Arabia gum and beta cyclodextrin as wall materials, the encapsulation rate as the index, the preparation process of microcapsules was optimized by response surface analysis. The content of thiosulfate (TS) in onion essential oil before and after spray drying was compared, and the extraction of onion essential oil microcapsules was also determined. The preparation technology of microcapsules was analyzed. The in vitro simulation experiment was carried out on microcapsules, and the volatilization rate of onion essential oil in microcapsules at different storage temperatures was studied. The release effect and stability of microcapsules were analyzed. The results showed that the best preparation conditions of microcapsule were emulsification temperature 61 ℃, inlet air temperature 177 ℃, feed flow 900 mL/h. Under these conditions, the encapsulation rate of microcapsule was 92.06%, and the TS retention rate of onion essential oil was similar to that of theoretical value after spray drying. The yield, moisture content, density, particle size and sensory score of microcapsule were 22.34%, 3.12%, 0.79 g/cm^3, 15.3 μm, 92, respectively. The release process of onion essential oil microcapsules fitted well with Avrami's formula. With the increase of temperature, the release rate constant ofmicrocapsules increased, and microcapsules should be stored at low temperature.

Keywords: spray drying; onion essential oil; microcapsule; stability

洋葱精油是洋葱中的主要活性成分,具有防治动脉硬化和血栓、降血压等功效[1]。其主要活性成分为硫代亚磺酸酯(Thiosulfinates,TS)[2-3]。由于洋葱精油具有挥发性、刺激性和反应活性强等特点[4],导致洋葱精油在贮藏运输及应用方面存在很大限制。因此,采用微胶囊化方法将洋葱精油转变为固体形态,并利用囊壁膜控制

基金项目:国家自然科学基金面上项目(编号:31671907);河南省高校科技创新团队支持计划项目(编号:16IRTSTHN009);河南省自然科学基金(编号:182300410062)

作者简介:王月月,女,河南科技大学在读硕士研究生。

通信作者:段续(1973—),男,河南科技大学教授,博士。E-mail:duanxu_dx@163.com

收稿日期:2019-06-02

精油的释放,能够有效延长洋葱精油的使用寿命,扩大其应用范围[5]。

微胶囊的释放特性是衡量其耐贮藏性的重要指标[6-7]。理想条件下的微胶囊释放过程符合零级动力学方程,即微胶囊的释放过程为恒速释放,但受诸多因素的影响,其实际释放过程很难实现零级释放[8-9]。近年来,关于微胶囊释放特性的研究很多,刘斯博等[10]研究了亚麻籽油微胶囊的释放条件及模拟缓释行为,研究结果表明 Avrami's 方程与不同贮藏条件下芯材保留率拟合良好,微胶囊在模拟胃液中有缓释行为;王芳等[11]制备了橘皮精油微胶囊并对比了 20 ℃和 80 ℃条件下微胶囊的挥发率,发现在 20 ℃条件下微胶囊的精油挥发率比液态精油挥发率降低了 65.9%,而 80 ℃条件下其挥发率仅为液态精油的 42.2%,具有良好的控释效果。虽然洋葱精油微胶囊的制备工艺已有深入的研究报道,但是未见关于其稳定性及释放特性的研究。

试验拟优化洋葱精油微胶囊喷雾干燥制备工艺,并通过模拟体外释放试验及 Avrami's 方程对洋葱精油微胶囊的缓释特性进行分析,以期为洋葱精油微胶囊的开发与利用提供理论依据和技术支持。

1　材料与方法

1.1　材料与试剂

洋葱精油:采用溶剂浸提法[12]自制;

阿拉伯胶、HCl、NaCl:分析纯,天津市科密欧化学试剂有限公司;

β-环糊精:纯度 99%,上海源叶生物科技有限公司;

分子蒸馏单甘酯:分析纯,广州嘉德乐生化科技有限公司;

L-半胱氨酸:生化试剂,上海源叶生物科技有限公司;

5,5-二硫二硝基苯甲酸:分析纯,上海翊圣生物科技有限公司。

1.2　仪器与设备

喷雾干燥机:SP-1500 型,上海顺仪实验设备有限公司;

分析天平:FA-B 型,上海佑科仪器仪表有限公司;

紫外—可见分光光度计:UV-2600 型,龙尼柯(上海)仪器有限公司;

电热恒温鼓风干燥箱:101 型,北京科伟永兴仪器有限公司;

差示扫描量热仪:DSC1 型,瑞士 Mettler-Toledo 公司。

1.3　方法

1.3.1　单因素试验设计　以阿拉伯胶+β-环糊精为壁材,芯壁比 1∶4 (mL/g),采用喷雾干燥法制备洋葱精油微胶囊。以包埋率为指标,研究乳化温度、进风温度、进料量、固形物用量对洋葱精油微胶囊制备的影响。

(1) 乳化温度:设置进风温度 180 ℃,进料量 900 mL/h,固形物用量 20%,考察乳化温度(50,55,60,65,70 ℃)对包埋率的影响。

(2) 进风温度:设置乳化温度 60 ℃,进料量 900 mL/h,固形物用量 20%,考察进风温度(160,170,180,190,200 ℃)对包埋率的影响。

(3) 进料量:设置乳化温度 60 ℃,进风温度 180 ℃,固形物用量 20%,考察进料量(700,800,900,1 000,1 100 mL/h)对包埋率的影响。

(4) 固形物用量:设置乳化温度 60 ℃,进风温度 180 ℃,进料量 900 mL/h,考察固形物用量(10%,15%,20%,25%,30%)对包埋率的影响。

1.3.2　响应面试验设计　根据 Box-Behnken 试验设计原理,综合单因素试验的结果,选取主要影响洋葱精油微胶囊喷雾干燥包埋率的因素,以微胶囊包埋率为指标,采用 Box-Behnken 试验设计进行三因素三水平响应面分析试验。

1.3.3　洋葱精油微胶囊质量指标测定

(1) 微胶囊包埋率的测定:洋葱精油的主要成分为硫代亚磺酸酯(TS),占洋葱精油总量的 71.3%[13],因此洋葱精油质量以 TS 含量表示,根据参考文献[13]的方法测定 TS 含量。微胶囊总油含量测定参考李成忠等[14]的方法以减重法计算。表面含油量通过石油醚提取法[15]测定。按式(1)计算微胶囊包埋率。

$$w_1 = (1 - w_2/w_3) \times 100\% , \tag{1}$$

式中:

w_1——包埋率,%;

w_2——微胶囊表面含油量,%;

w_3——微胶囊总含油量,%。

(2) 洋葱精油微胶囊出粉率计算:

$$w_4 = \frac{M_1 - M_2}{M_0} \times 100\% , \tag{2}$$

式中:

w_4——出粉率,%;

M_1——洋葱精油微胶囊样品质量,g;

M_2——水分含量,g;

M_0——固形物含量,g。

(3) 洋葱精油微胶囊密度的测定:根据文献[16]进行测定,将洋葱精油微胶囊加入 5 mL 量筒中,震动量筒使其均匀充实,添加微胶囊直至刻度线处,记录微胶囊体积及添加的微胶囊质量。按式(3)计算微胶囊密度。

$$d = \frac{M}{V} , \tag{3}$$

式中:

d——微胶囊密度，g/mL；

M——微胶囊质量，g；

V——微胶囊体积，mL。

(4) 洋葱精油微胶囊粒径的测定：精确称取 0.5 g 样品于 100 mL 烧杯，加入 60 mL 乙醇，超声振荡 10 min 后取 5 mL 上清液，置于粒度分布仪中进行测定[17]。

(5) 洋葱精油微胶囊水分含量的测定：采用烘干法，设置烘箱温度 105 ℃，将微胶囊烘干至恒质量[18]。

(6) 感官评定：随机选 10 名经过培训的专业人士组成感官评定小组，对微胶囊样品进行感官评价[19]。要求评价员根据洋葱精油微胶囊的色泽、外观、质地、风味和可接受性的指标来对样品进行评价。得分等级分别为：9～10“非常喜欢”，7～8“喜欢”，5～6“中等喜欢”，3～4“不喜欢”，1～2 表示“非常不喜欢”。

1.3.4　洋葱精油微胶囊缓释性试验

(1) 洋葱精油保留率的测定：精确称取洋葱精油微胶囊 20.0 g 于干净的培养皿中，置于恒定温度的热风干燥箱中，每隔 1 h 取样称重，按式(4)计算洋葱精油挥发量[20]。

$$w_5 = (m_t/m_0) \times 100\% , \tag{4}$$

式中：

w_5——洋葱精油保留率，%；

m_t——t 时刻洋葱精油微胶囊的质量，g；

m_0——初始洋葱精油微胶囊质量，g。

(2) 洋葱精油微胶囊模拟胃液释放：根据文献[21]测定，按式(5)计算精油释放率。

$$w_6 = \frac{M_3}{M_4 \times w_0} \times 100\% , \tag{5}$$

式中：

w_6——模拟胃液中精油释放率，%；

M_3——模拟胃液中释放的洋葱精油质量，g；

M_4——加入的洋葱精油质量，g；

w_0——TS 含量，%。

(3) 洋葱精油微胶囊模拟肠液释放：根据文献[22]测定，按式(6)计算。

$$w_7 = \frac{M_5}{M_4 \times w_0} \times 100\% + w_6 , \tag{6}$$

式中：

w_7——模拟肠液中精油释放率，%；

w_6——模拟胃液中精油释放率，%；

M_5——模拟肠液中释放的洋葱精油质量，g；

M_4——加入的洋葱精油质量，g；

w_0——TS 含量，%。

(4) 对洋葱精油释放速率的分析：参照文献[23]，采用 Avrami's 方程[式(7)]对洋葱精油微胶囊释放进行分析。

$$R = \exp[-(kt)^n] , \tag{7}$$

式中：

R——t 时刻洋葱精油保留率，%；

t——贮存时间，d；

n——释放机理参数；

k——释放速率常数。

当 $n=0.45$ 时，方程表示扩散限制动力学反应；当 $n=1$ 时，方程表示一级动力学反应[24]。

方程两边同时取两次对数可得：

$$\ln(-\ln R) = n\ln t + n\ln k 。 \tag{8}$$

以 $\ln t$ 为横坐标，$\ln(-\ln R)$ 为纵坐标作图，进行线性回归。根据回归方程可以得到释放机理参数 n 和释放速率常数 k。

1.4　数据统计

采用 Origin pro 8.5 对试验数据进行分析；采用 Design-Expert 8.06 对试验数据进行方差分析(显著水平 $P<0.05$)；每组试验平行进行 3 次。

2　结果与分析

2.1　单因素试验

2.1.1　乳化温度对洋葱精油微胶囊包埋率的影响　在参考文献[25]及预试验的基础上选取了 50～70 ℃作为考察范围，如图 1 所示，洋葱精油微胶囊包埋率随乳化温度的升高先增大后减小，60 ℃时达到最高，乳化温度过低时(50 ℃)，微胶囊壁材溶解不充分，影响微胶囊的包埋效果。乳化温度太高(70 ℃)原料之间的亲和力被破坏，使乳化也不稳定，从而导致包埋效果不佳。因此选取乳化温度为 60 ℃。

2.1.2　进风温度对洋葱精油微胶囊包埋率的影响　如图 2 所示，在 160～200 ℃范围内，微胶囊包埋率随温度的升高而逐渐增大，进风温度为 180 ℃时包埋率最高，随

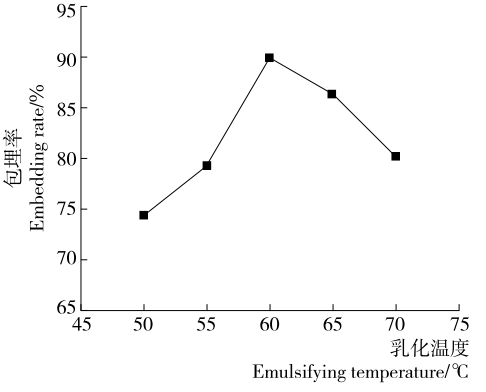


图 1　乳化温度对洋葱精油微胶囊包埋率的影响

Figure 1　Effect of emulsification temperature on encapsulation rate of onion essential oil microcapsules

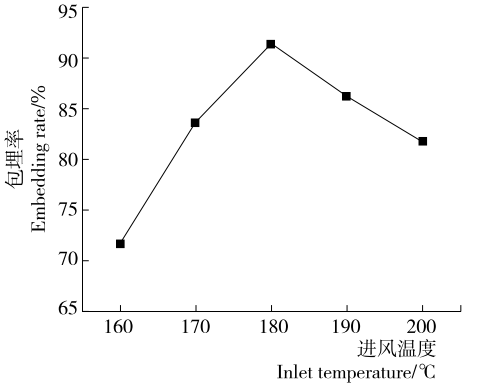


图 2　进风温度对洋葱精油微胶囊包埋率的影响

Figure 2　Effect of air temperature on encapsulation rate of onion essential oil microcapsules

着温度继续升高,由于喷雾干燥过程中温度较高,水分快速蒸发,微胶囊表面出现硬化开裂现象,严重影响微胶囊的包埋率,综合考虑,进风温度应控制在 160～180 ℃。

2.1.3　进料量对洋葱精油微胶囊包埋率的影响　如图 3 所示,随进料量的增大,微胶囊包埋率快速增大,达到 900 mL/h 时包埋率最大,进料量继续增大,包埋率反而下降,因为进料量过大,导致出风温度降低[26],产品水分含量较大,粘壁现象严重,造成出粉率低,因此控制进料量在 800～1 000 mL/h。

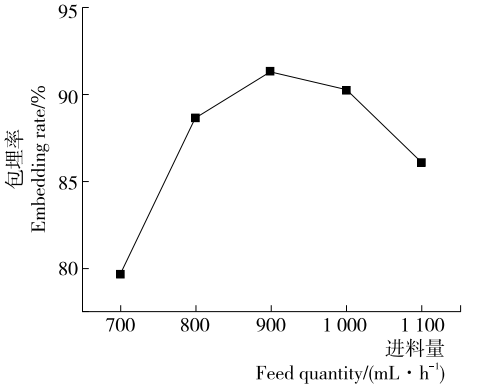


图 3　进料量对洋葱精油微胶囊包埋率的影响

Figure 3　Effect of charging rate on encapsulation rate of onion essential oil microcapsules

2.1.4　固形物含量对洋葱精油微胶囊包埋率的影响　如图 4 所示,洋葱精油微胶囊包埋率随固形物用量的升高呈先增大后减小的趋势,固形物用量较低时,物料含湿量较大,粘附在壁上降低出粉率,还会造成表面含油量增大,影响包埋率。固形物用量较高时,物料黏度较高,导致粘壁现象严重,出粉率低。因此,固形物用量为 20%比较合适。

2.2　响应面试验

2.2.1　工艺参数的分析　在单因素试验基础上,确定固

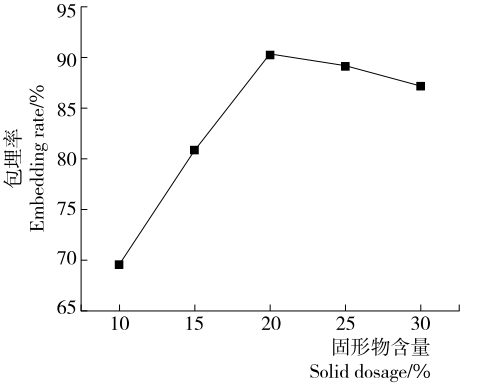


图 4　固形物含量对洋葱精油微胶囊包埋率的影响

Figure 4　Effect of solid content on encapsulation rate of onion essential oil microcapsules

形物含量为 20%,选取乳化温度、进风温度、进料量为自变量,包埋率为因变量,建立洋葱精油微胶囊制备工艺参数回归模型,采用 Design-Expert 8.06 软件进行响应面设计。试验因素水平及编码见表 1,结果见表 2。

表 1　响应面试验因素水平编码表

Table 1　Factors and levels in response surface design

水平	A 乳化温度/℃	B 进风温度/℃	C 进料量/(mL・h⁻¹)
−1	55	170	800
0	60	180	900
1	65	190	1 000

表 2　响应面试验结果

Table 2　Experimental design and results of response surface methodology

序号	A	B	C	Y 包埋率/%
1	−1	−1	0	77.56
2	1	−1	0	85.35
3	−1	1	0	71.66
4	1	1	0	78.56
5	−1	0	−1	80.21
6	1	0	−1	78.28
7	−1	0	1	75.62
8	1	0	1	88.65
9	0	−1	−1	80.32
10	0	1	−1	77.56
11	0	−1	1	86.61
12	0	1	1	75.32
13	0	0	0	91.35
14	0	0	0	91.67
15	0	0	0	92.03
16	0	0	0	91.65
17	0	0	0	90.89

2.2.2　方差分析　对表 2 的数据进行二次多项式回归分析，得回归方程为：

$$Y = 91.52 + 3.22A - 3.34B + 1.23C - 0.22AB + 3.74AC - 2.13BC - 6.25A^2 - 6.99B^2 - 4.58C^2。\quad (9)$$

由一次项系数的绝对值可知，该模型对微胶囊包埋率影响大小次序为 B＞A＞C，即进风温度＞乳化温度＞进料量。从表 3 可以看出，回归模型 P＜0.000 1，说明该模型显著。失拟项 P＝0.104 1＞0.05，失拟不显著，说明该模型与实际数据拟合良好。一次项 A、B、C 的 P＜0.01，说明乳化温度、进风温度和进料量对包埋率影响都极显著，交互作用项 AC、BC 和二次项 A^2、B^2、C^2 的 P＜0.01，说明对包埋率影响极显著。剔除影响不显著项后，得到标准回归模型为：

$$Y = 91.52 + 3.22A - 3.34B + 1.23C + 3.74AC - 2.13BC - 6.25A^2 - 6.99B^2 - 4.58C^2。\quad (10)$$

2.2.3　响应面分析　试验 AC（即乳化温度与进料量的交互作用）和 BC（即进风温度与进料量的交互作用）对洋葱精油微胶囊包埋率影响显著，其中交互作用如图 5 所示，AB（即乳化温度与进风温度的交互作用）对洋葱精油微胶囊包埋率影响不显著。

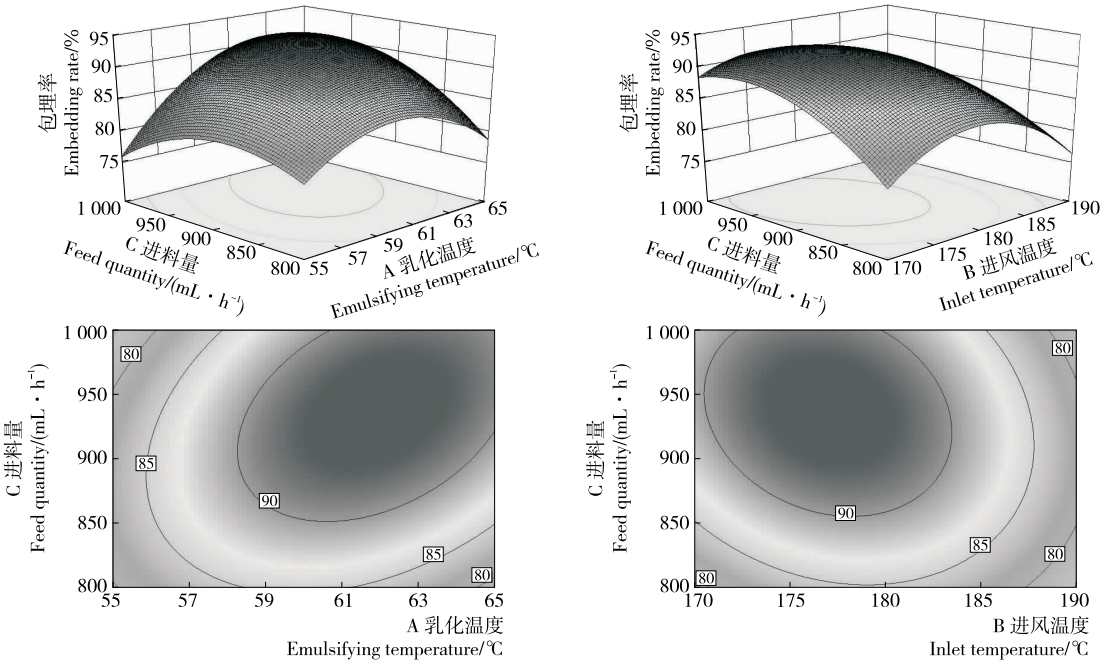
由图 5 可知，固定进风温度 177.01 ℃时，出粉率随进料量和乳化温度的增大都呈现先增大后减小的趋势，当控制乳化温度在 60～65 ℃，进料量在 850～1 000 mL/h 时，存在极值点，微胶囊的出粉率不低于 90%。固定乳化温度 61.85 ℃时，随进料量的增加出粉率逐渐增大，随进风温度的升高出粉率的变化情况是先增大后减小，当控制进料量在 850～1 000 mL/h，进风温度在 170～185 ℃时，存在极值点，微胶囊的出粉率不低于 90%。

表 3　回归模型方差分析†

Table 3　Analyses of variance of regression equation

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
A	83.14	1	83.14	197.85	＜0.000 1	* *
B	89.38	1	89.38	212.69	＜0.000 1	* *
C	12.08	1	12.08	28.74	0.001 1	* *
AB	0.20	1	0.2	0.47	0.514 5	
AC	55.95	1	55.95	133.14	＜0.000 1	* *
BC	18.19	1	18.19	43.29	0.000 3	* *
A^2	164.42	1	164.42	391.27	＜0.000 1	* *
B^2	205.52	1	205.52	489.07	＜0.000 1	* *
C^2	88.28	1	88.28	210.08	＜0.000 1	* *
模型	768.92	9	85.44	203.31	＜0.000 1	* *
残差	2.94	7	0.42			
失拟项	2.22	3	0.74	4.07	0.104 1	
纯误差	0.73	4	0.18			
总变异	771.86	16				

†　*. 差异显著，P＜0.05；* *. 差异极显著，P＜0.01；R^2＝0.996 2，R^2_{Adj}＝0.991 3。



（a）AC　　（b）BC

图 5　各因素交互作用的响应面图和等高线图

Figure 5　Response surface diagram and contour map of interaction of various factors

进料流量 935.52 mL/h,在此最佳条件下包埋率为 92.83%。为验证响应面法的可行性,采用最佳制备工艺参数制备微胶囊,考虑到可操作性,将工艺条件改为乳化温度 61 ℃、进风温度 177 ℃、进料流量 900 mL/h,同时进行 3 次平行实验,微胶囊包埋率分别是 92.03%,91.13%,93.04%,平均值为 92.06%。与预测值的相对误差为 0.77%,说明响应面优化条件可行。在该条件下,微胶囊包埋率较高。

2.3 喷雾干燥对洋葱精油的影响

表 4 为喷雾干燥前后洋葱精油中 TS 含量的变化,从表 4 中可以看出,微胶囊中 TS 含量与理论值很接近,说明微胶囊制备工艺比较合理,在此工艺中 TS 含量得到了很好的保留。

表 4 喷雾干燥工艺对洋葱精油中 TS 含量的影响

Table 4 The influence of spray drying process on TS content in onion essential oil　　mg/kg

样品	试验值	理论值
洋葱精油	4 500.6±5.21	—
洋葱精油微胶囊	3 985.2±7.35	4 142.7±4.33

根据响应面试验结果及实际操作过程可知,进料量在小范围内变化时对结果影响不大;乳化温度过低或过高会导致乳化液乳化不均匀、乳化不稳定等现象,因此不适宜做温度调整;在预试验过程中发现进风温度稍作调整效果可能更好,因此对进风温度再稍作细化研究,考察优化结果是否为最佳;固定乳化温度 61 ℃、进料流量 900 mL/h,考察进风温度分别为 167,177,187 ℃条件下微胶囊的品质,结果见表 5。

表 5 质量指标测定结果

Table 5 Results of quality indexes

进风温度/℃	出粉率/%	含水量/%	密度/(g·cm^{-3})	粒径/μm	感官评分
167	20.34±0.32	3.51±0.035	0.81±0.032	18.53±0.12	87
177	22.34±0.16	3.12±0.017	0.79±0.015	15.31±0.31	92
187	21.34±0.54	3.03±0.028	0.85±0.025	13.25±0.27	89

根据表 5 可知,进风温度为 177 ℃时,即为工艺优化的最佳制备条件。在此条件下,微胶囊出粉率较高,含水率为 3.12%,符合粉末制品的一般制备要求[27]。随着进风温度升高,微胶囊的水分含量降低,粒径减小。微胶囊的密度在最佳制备条件下较小,是由于微胶囊颗粒比较饱满圆润,导致颗粒间的间隙较大,因此单位体积的微胶囊质量较低。通过对比不同温度条件下制备的微胶囊的感官特性,发现在 177 ℃时微胶囊的色泽、气味等感官品质较好,更受消费者喜爱。

2.4 微胶囊释放性能分析

2.4.1 温度对洋葱精油微胶囊释放的影响　如图 6 所示,洋葱精油微胶囊在 25 ℃条件下,释放相对缓慢。经过 30 d,微胶囊的含油率从 4.55%挥发至 4.01%,丢失约 12%;而未经包埋的洋葱精油在 25 ℃条件下贮藏 30 d 后,完全挥发,即丢失 100%;由此可见,洋葱精油微胶囊的精油挥发速度明显低于同一条件下洋葱精油的挥发速度。因此,通过微胶囊包埋能减慢洋葱精油在贮存过程中的挥发速度。85 ℃时的释放较快。1 个月后,不同温度下微胶囊的含油率分别为 4.01%,3.46%,2.23%,由此可知,温度越高微胶囊的释放速率越快。其原因是精油分子在空气中做布朗运动,温度升高加速了精油分子的布朗运动,导致精油更快的挥发。另外,温度升高使壁材形成的保护膜破损,膜壁孔径增大,精油挥发时受到的阻力减小,释放速率变快。从图6还可以看出,时间越长精油的释放速率越缓慢。这是由于随着时间延长,微胶囊精油由表面挥发转变为囊内芯材扩散,传质推动力变小,释放速度减缓[28]。

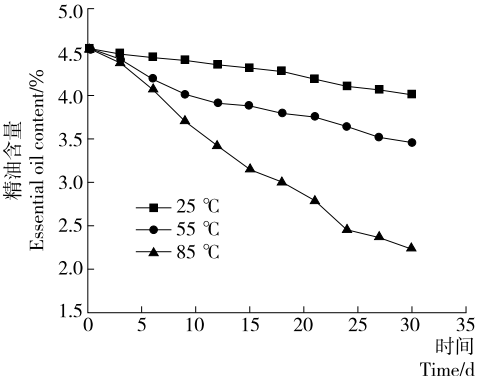


图 6 不同温度下洋葱精油微胶囊释放曲线

Figure 6 Release curve of onion essential oil microcapsules at different temperatures

2.4.2 洋葱精油微胶囊模拟胃液及肠液释放结果分析

根据图 7 可以看出,洋葱精油微胶囊在模拟胃液中作用 2 h 后,释放率达到 65.2%,随后微胶囊的释放逐渐趋于平缓,说明微胶囊壁材在酸性环境中受到破坏,此时壁材会形成一种弹性膜,其机械强度增大,对芯材的释放起到一定的阻碍作用,从而达到缓释的效果[29]。此外,微胶囊在模拟胃液中的作用时间越长,精油的释放率越高,

说明壁膜受到的破坏越大，控释能力越差。微胶囊在模拟胃液中处理 1 h 后移入肠液，从图 8 可以看出，在模拟肠液中作用 40 min 后精油累计释放率达到 40.1%，精油的释放呈缓慢增加的趋势，说明微胶囊壁材对洋葱精油具有良好的控释效果，使精油能够在肠道内缓慢释放并被吸收，同时可以有效减少对肠道的刺激。

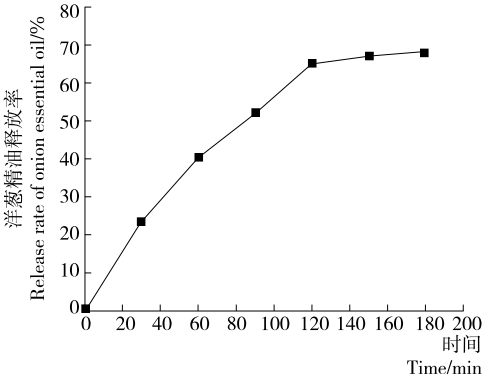


图 7　洋葱精油微胶囊在模拟胃液中的释放曲线

Figure 7　Release curve of onion essential oil microcapsules in simulated gastric juice

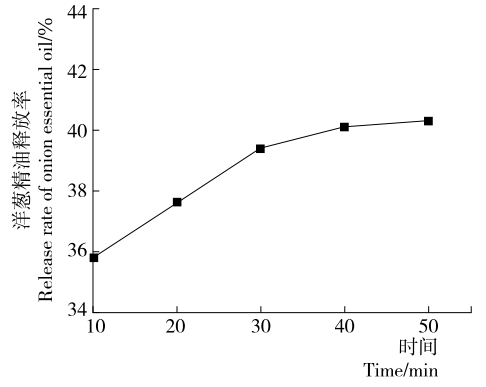


图 8　洋葱精油微胶囊在模拟肠液中的释放曲线

Figure 8　Release curve of onion essential oil microcapsules in simulated intestinal fluid

2.4.3　Avrami's 方程对洋葱精油微胶囊释放动力学分析　表 6 为加速试验所得到的释放机理参数、速率常数以及采用 Avrami's 方程分析所得回归分析图。

表 6　不同温度下洋葱精油微胶囊释放机理参数(n)及释放速率常数(k)

Table 6　Release mechanism parameters (n) and release rate constants (k) at different temperatures

温度/℃	n	k	相关系数 R^2
25	0.943 9	3.29×10^{-3}	0.968 2
55	0.890 5	8.33×10^{-3}	0.943 3
85	1.243 9	2.78×10^{-2}	0.986 5

从表 6 可以看出，R^2的平均值大于 0.95。因此 Avrami's 方程分析微胶囊产品在不同温度下的释放是可行的。通过图 9 和表 6 可以发现：洋葱精油释放与时间的相关性较高，说明以阿拉伯胶和 β-环糊精为壁材制备的洋葱精油微胶囊的释放过程与 Avrami's 方程拟合良好；不同温度下精油的释放机理参数分别为 0.943 9，0.890 5，1.243 9，即在 25，55 ℃条件下洋葱精油微胶囊的释放反应在扩散和一级释放之间，在 85 ℃条件下，大于一级动力学反应参数；通过对比释放速率可知，随着温度的升高，微胶囊释放速率呈增大趋势，因此在微胶囊贮藏过程中应对温度严格控制。

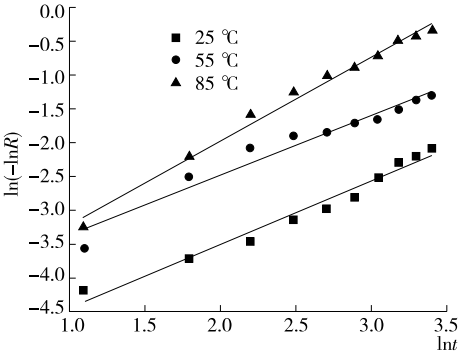


图 9　洋葱精油微胶囊 Avrami's 回归分析

Figure 9　Avrami's regression analysis of release of onion essential oil microcapsules at differentte mperature

3　结论

通过研究得到微胶囊制备的最佳工艺：乳化温度 61 ℃、进风温度 177 ℃、进料流量 900 mL/h，最佳条件下微胶囊包埋率可达 92.06%。通过对比喷雾干燥前后洋葱精油的品质，并对喷雾干燥所得微胶囊进行质量指标检测，发现运用喷雾干燥法使洋葱精油微胶囊化能够对洋葱精油起到很好的保护作用。模拟体外试验结果显示微胶囊壁材对芯材具有良好的控释作用。对不同温度条件下微胶囊释放特性进行研究，发现微胶囊化后的微胶囊释放缓慢，释放过程与 Avrami's 方程拟合良好，采用 Avrami's 方程对洋葱精油微胶囊释放特性进行分析是可行的。试验对洋葱精油微胶囊释放性能进行了补充研究，但是仅从温度方面进行了分析，影响微胶囊稳定性的因素还有光照、湿度及水分含量等，关于微胶囊释放性能还有待深入研究。

参考文献

[1] 石鑫光. 洋葱精油提取技术的研究进展[J]. 中国调味品，2014(7)：126-129.

[2] 李军，曹红，刘红，等. 制取洋葱精油酶解液中硫代亚磺酸酯的测定[J]. 食品工业，2013，34(10)：217-219.

[3] 石鑫光，廖传华，陈海军，等. 超临界 CO_2 萃取洋葱精油的试验研究[J]. 中国调味品，2016，41(3)：11-16.
[4] 李翔. 洋葱精油提取工艺研究及化学成分 GC/MS 分析[J]. 中国调味品，2013，38(12)：82-85.
[5] 袁永俊，马力，张国栋. 生姜油树脂微胶囊扩散释放研究[J]. 食品工业科技，2005，26(9)：69-72.
[6] 李柱，陈正行，罗昌荣. 不同相对湿度下微胶囊化甜橙油释放的研究[J]. 食品科技，2005(3)：11-13.
[7] 肖静. 洋葱油提取、分析及微胶囊研制[D]. 南京：东南大学，2006：1-5.
[8] 胡嘉亮. 喷雾干燥薰衣草水提物及精油微胶囊化研究[D]. 乌鲁木齐：新疆农业大学，2015：7-9.
[9] 陈虎，吴晓梅，李悦，等. 黑果枸杞花青素微胶囊的稳定性及靶向释放特性[J]. 食品工业科技，2018，39(1)：22-28.
[10] 刘斯博，田少君，夏克东. 亚麻籽油微胶囊芯材的释放条件及模拟缓释行为研究[J]. 中国油脂，2016，41(9)：31-35.
[11] 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)：78-83.
[12] 刘焕云，张香美. 溶剂法提取洋葱油的工艺研究[J]. 中国粮油学报，2006，21(6)：123-125.
[13] 吴海敏，杜曦微，张连富. 分光光度法测定洋葱精油中硫代亚磺酸酯含量[J]. 食品工业科技，2011，32(2)：356-358.
[14] 李成忠，孙燕，周霞，等. 响应面法优化牡丹籽油微胶囊的制备工艺[J]. 中国粮油学报，2017，32(12)：81-86.
[15] 孔保华，郑冬梅，林淑英，等. 鱼油微胶囊技术的研究[J]. 食品工业科技，1999(5)：8-10.
[16] 任广跃，刘亚男，乔小全. 基于变异系数权重法对怀山药干燥全粉品质的评价[J]. 食品科学，2017，38(1)：53-59.
[17] 张浩，熊磊，徐紫茹，等. 均匀粒度分布的双壳相变储湿微胶囊制备[J]. 复合材料学报，2017，34(11)：178-183.
[18] DUAN Xu，LIU Wen-chao，REN Guang-yue，et al. Drying characteristics and quality of button mushrooms during microwave freeze drying[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering，2016，32(12)：295-302.
[19] 李石新，邓屹洋. 基于模糊数学的肉制品感官综合评判研究：以酱牛肉为例[J]. 内蒙古农业大学学报：自然科学版，2013，34(1)：78-82.
[20] 于筛成，康改娟，李小鹏，等. 薰衣草精油微胶囊释放性能的测定[J]. 香料香精化妆品，2008(4)：17-20.
[21] 朱永明，杜玲. 胶囊化鼠李糖乳杆菌在模拟胃肠道中活性的研究[J]. 中国食品学报，2016，16(12)：23-29.
[22] 吴春，张艳，徐丽萍. 原花青素微胶囊释放动力学的研究[J]. 化学与粘合，2007，29(3)：172-175.
[23] 赵丽萍，韩丹，熊华，等. 微藻油微胶囊的释放动力学[J]. 食品科学，2010，31(19)：96-99.
[24] FERRARI CC，MARCONI GERMER S P，ALVIM I D，et al. Storage stability of spray-dried blackberry powder produced with maltodextrin or gum arabic[J]. Drying Technology，2013，31(4)：470-478.
[25] 李宏涛，李次力，马永强. 偃松仁粉微胶囊化的乳化工艺研究[J]. 哈尔滨商业大学学报：自然科学版，2003，19(1)：93-96.
[26] 任广跃，刘亚男，刘航，等. 响应面试验优化酶解辅助喷雾干燥制备怀山药粉工艺[J]. 食品科学，2016，37(6)：1-6.
[27] 张莉华，许新德，陈少军，等. 微胶囊叶黄素理化性质及其稳定性研究[J]. 中国食品添加剂，2007(4)：92-95.
[28] 李柱. 微胶囊化甜橙油在高温下的释放[J]. 食品与发酵工业，2005，31(2)：67-69.
[29] 李超. 绿茶茶多酚的微胶囊化及其释放性能研究[J]. 食品工业，2014(11)：59-63.

(上接第 116 页)

题。在当前儿童食品包装同质化的现状下，立足于儿童艺术认知发展特点来分析儿童的消费心理，从儿童对形象和色彩的共性认识特点入手进行包装设计，可有效吸引儿童的注意力，形成情感消费氛围，增强食品的品牌辨识度，提高品牌竞争力。

参考文献

[1] 张玲. 感官设计理念在文创产品包装设计中的应用[J]. 湖南包装，2018，33(6)：84-86.
[2] 孔起英. 皮亚杰儿童发展理论与学前儿童绘画的发展和教育[J]. 学前教育研究，1996(4)：18-21.
[3] 蒋谦. 皮亚杰科学思想“重演论”的启示及局限性[J]. 长沙理工大学学报：社会科学版，2015，30(6)：12-20，56.
[4] 胡小妹. 信息可视化设计与公共行为研究[D]. 北京：中央美术学院，2014.
[5] 孙绍振. 形象的三维结构和作家的内在自由[J]. 文学评论，1985(4)：10-25.
[6] 胡家祥. 艺术符号的特点和功能[J]. 江汉大学学报：人文科学版，2005(1)：45-51.
[7] 汤新星，孙湘明，顾晓枫. 身体维度下体验性食品包装设计[J]. 食品与机械，2018，34(6)：101-104.
[8] 黄露. 儿童的美术语言[M]. 杭州：浙江人民美术出版社，2019：321-331.
[9] 华天睿，赵文丽. 包装设计中审美要素和使用功能融合分析[J]. 设计，2016，29(19)：80-81.
[10] 丁晨，宋艳辉. 仿生元素在儿童服饰设计中的应用探析[J]. 湖南包装，2018，33(6)：87-89.
[11] 周志民. 品牌管理[M]. 天津：南开大学出版社，2008：105.
[12] 曹青军. 浅析色彩在食品包装中的运用[J]. 现代交际，2010(5)：79.
[13] 韩国色彩研究所. 儿童色彩教育[M]. 宗黎娟，译. 北京：电子工业出版社，2009：23.
[14] 康定斯基. 论艺术中的精神[M]. 北京：中国社会科学出版社，1987：71.
[15] 蒋尚文，龙英. 论儿童食品包装设计中的味觉感[J]. 装饰，2005(7)：84.