

丁香精油- β -环糊精包合物的缓释抗菌性能

郝喜海^{1,2}, 孙淼^{1,*}, 邓靖^{1,2}, 史翠平¹, 李慧敏¹

(1. 湖南工业大学包装新材料与技术重点实验室, 湖南 株洲 412007;

2. 湖南工业大学包装与材料工程学院, 湖南 株洲 412007)

摘要: 以 β -环糊精(β -CD)为壁材制备丁香精油微胶囊, 并对微胶囊缓释抗菌性能进行检测。结果表明: 所制备微胶囊的包埋率为21.79%; 当振荡接触时间超过1h时, 其抑菌率可达到100%, 且经长时间放置, 其抑菌率与新制备微胶囊抑菌率无明显差异, 说明该微胶囊具有缓释抑菌效果。

关键词: 丁香精油; β -环糊精; 微胶囊; 缓释抑菌性

Slow-Released Antibacterial Properties of Clove Essential Oil Inclusion Complex

HAO Xi-hai^{1,2}, SUN Miao^{1,*}, DENG Jing^{1,2}, SHI Cui-ping¹, LI Hui-min¹

(1. Key Laboratory of New Packaging Materials and Technology, Hunan University of Technology, Zhuzhou 412007, China;

2. School of Packaging and Materials Engineering, Hunan University of Technology, Zhuzhou 412007, China)

Abstract: β -Cyclodextrin (β -CD) was used as the wall material for preparing clove oil microcapsule, and the slow-released antibacterial properties of the inclusion complex were tested. The results showed that the embedding rate was 21.79%. The antibacterial rate of newly prepared microcapsules did not reveal an obvious difference from that of the microcapsules subjected to more than one-month storage. Therefore, clove essential oil inclusion complex has slow-released antibacterial properties.

Key words: clove oil; β -cyclodextrin; microcapsule; slow-released antibacterial properties

中图分类号: TS206.4

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2012)11-0086-03

丁香精油是一种天然、高效的抑菌剂^[1-3]。其中丁香酚(eugenol)是丁香精油主要的抑菌成分, 含量一般在60%以上; 但丁香精油难溶于水, 稳定性较差, 易氧化、挥发、逸散; 同时, 丁香精油具有刺激气味, 当食品中加入过多的丁香精油时又会影响食品本身的风味。为克服上述缺点, 可以利用微胶囊化技术, 形成有效的控制释放系统^[4-6]。利用环糊精(cyclodextrin, CD)具有中空的结构, 将丁香精油的有效成分包入CD“外亲水, 内疏水”的特殊分子空腔里^[7-9], 可以将丁香精油带入水中, 增加其水溶性, 并提高精油稳定性和可用性, 减少散失^[10-13]。

有关微胶囊的制备和抗菌性能的检测的报道很多, 但关于其缓释抗菌性的报道却很少见, 本实验主要就丁香精油 β -环糊精(β -CD)微胶囊缓释抗菌性能的进行实验研究。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

丁香精油, 购于国药集团化学试剂有限公司, 封装在棕色玻璃瓶中, 4℃贮藏。

β -CD 名称 国药集团化学试剂有限公司; 营养琼脂 广东环凯微生物科技有限公司; 大肠杆菌菌种由本实验室提供; 无水乙醇为分析纯; 自制去离子水。

1.2 仪器与设备

YXQ-SG46-2805 手提式高压蒸汽灭菌器、GZX-9246MBE 电热恒温鼓风干燥箱 上海博讯实业有限公司医疗设备厂; HD-1360 洁净工作台 北京东联哈尔仪器制造有限公司; DHP-9082 电热恒温培养箱 上海一恒化学仪器有限公司; JA1003 电子天平 上海精密科学仪器有限公司; SHB-III 循环水式多用真空泵 郑州长城科工贸有限公司; LC-162B 冰箱 青岛海尔集团。

1.3 方法

1.3.1 丁香精油 β -CD包合物的制备^[14]

取适量 β -CD, 按 β -CD:水体积比1:6, 用一定量

收稿日期: 2011-06-11

基金项目: 湖南省科技厅基金资助项目(2009CK3028)

作者简介: 郝喜海(1962—), 男, 教授, 硕士, 研究方向为包装机械及包装材料。E-mail: haoxihai@tom.com

* 通信作者: 孙淼(1986—), 女, 硕士研究生, 研究方向为高分子材料成型加工及功能化。E-mail: sm5418@163.com

蒸馏水溶解搅拌形成 β -CD 饱和溶液, 取适量丁香精油, 按丁香精油与乙醇体积比 1:20, 取适量乙醇溶液溶解后, 逐滴加入到 β -CD 水溶液中。一定温度条件下搅拌一定时间后取出, 待溶液冷至室温后将其放在 4℃ 冰箱中静置 24h, 抽滤, 滤渣用无水乙醇和蒸馏水分别洗涤, 洗去吸附在 β -CD 空腔外部的丁香精油和未包含的 β -CD, 50℃ 干燥至恒质量, 得微胶囊产物。

1.3.2 包合物中挥发油包埋率的测定

按《中国药典》2010 年版一部附录 XD 挥发油测定法(乙法)进行。精密称取相当于约 1.0mL 挥发油量的 β -CD 包合物置于装有沸石的圆底烧瓶中, 加去离子水约 400mL, 连接挥发油测定器与回流冷凝管。加热到沸约 5h, 至油量不再增加时停止加热, 放置 1h, 读取油量, 并减去二甲苯的量, 即为挥发油量, 折算成微胶囊中实际含油率。该实验测定两次, 结果取平均值。按式(1)计算包埋率。

$$\text{包埋率}/\% = \frac{A_1 - A_2}{A_1} \times 100 \quad (1)$$

式中: A_1 为微胶囊中精油质量/g; A_2 为投入精油质量/g。

1.3.3 包合物缓释抑菌率的测定

将适量的 β -CD、微胶囊分别放置于室内通风处, 每 7d 检测一次抑菌率, 直至 35d。检测方法参照 GB/T 21510—2008 附录 B《材料抗菌性能试验方法之振荡法》。将对照样液(β -CD)和实验样液(微胶囊)制备完成后固定于恒温振荡培养箱的摇床上, 在作用温度(37±1)℃条件下, 以 150r/min 速度, 分别振荡 0、30、60、120、180min, 再分别吸取 1.0mL 样液接种于灭菌平皿中, 每种样液接种两个平行, 倾注 45~55℃ 已溶化的营养琼脂培养基, 待其凝固后翻转平板, 并置于 37℃ 恒温培养箱中, 数出各平板的菌落数。根据抑菌率来确定微胶囊的抗菌性能。按式(2)计算抑菌率。

$$\text{抑菌率}/\% = \frac{A - B}{A} \times 100 \quad (2)$$

式中: A 为对照样品与受试菌接触一定时间后平均回收菌落数/(CFU/mL); B 为样品与受试菌接触一定时间后平均回收菌落数/(CFU/mL)。

2 结果与分析

2.1 微胶囊的包埋率

微胶囊包埋率的实验测定两次, 取平均值, 为 21.79%, 这与所参考的文献[14]测定值 22.32% 相接近, 按此工艺生产出的丁香精油微胶囊颗粒外观为白色粉末, 略有丁香气味, 柔和, 不刺鼻。

2.2 包合物的缓释抗菌性能

2.2.1 振荡时间对 β -CD 包合物抗菌性能的影响

表 1 丁香精油- β -环糊精包合物的抑菌率
Table 1 Effect of oscillation time on antibacterial properties of clove essential oil inclusion complex

振荡时间/min	放置时间/d						%
	0	7	14	21	28	35	
0	97.6	66.2	-32.4	-197.2	-191.8	-510.8	
30	99.6	69.3	65.5	63.3	64	-276.6	
60	100	100	97.2	100	100	100	
120	100	100	100	100	100	100	
180	100	100	100	100	100	100	

由表 1 可知, 加入微胶囊的样液具有一定的抑菌性, 在短时间的振荡接触中, 微胶囊并不能百分之百的抗菌, 随着振荡时间的延长, 微胶囊的抑菌率有不同程度的升高。当振荡接触超过 1h, 微胶囊的抑菌率基本达到 100%。这可能是由于在固定温度和振荡速率的条件下, 经过一段时间的振荡接触, 包合物开始逐渐的溶解、破壁, 丁香精油从包合物中缓慢释放, 并在样液中迁移, 最后发挥其抗菌作用。

当对放置 14d 后的微胶囊进行抑菌率测定时发现, 短时间的振荡接触, 即振荡时间不超过 30min, 微胶囊的抗菌率为负值, 这可能是因为微胶囊放置 14d 后, 表面的精油已全部挥发, 而壁材 CD 作为营养成分, 可以促进细菌的生长。当振荡时间延长, 被包埋的丁香精油开始释放到培养基中, 抑制了细菌的生长, 后期释放的丁香精油逐渐增加, 因此微胶囊的抑菌率呈现上升的过程, 这说明微胶囊对释放丁香精油有缓释滞后作用。

2.2.2 包合物的缓释抗菌性能

表 1 表明, 当不采取振荡接触时, 微胶囊的抑菌率随着放置时间的延长而降低。这是由于新制备的微胶囊表面上仍存有微量的丁香精油, 丁香精油具有抑菌性, 所以此时微胶囊的抑菌效果较好, 而在包合物贮存的过程中, 丁香精油会逐渐的挥发、损失, 又由于壁材 β -CD 的保护作用, 使得其损失主要发生在包合物的表面^[5,15]。所以在短时间的振荡接触, 即振荡时间不超过 30min, 其抗菌效果随着测试时间的延长而逐渐降低。

经长时间放置的微胶囊在振荡接触超过 1h 后, 依然具有较好的抑菌效果, 说明该微胶囊对丁香精油有很好的包埋作用, 并具有缓释性能, 是缓释期释放的丁香精油起了抑菌作用。

3 结论

丁香精油微胶囊颗粒外观为白色粉末, 有柔和的丁

香气味,微胶囊的包埋率为21.79%。微胶囊抑菌率结果表明,振荡接触时间超过1h,微胶囊的抗菌率就能达到100%,且经近长时间放置,其抑菌效果无明显变化,即微胶囊的抑菌效果具有缓释性。

参考文献:

- [1] 王金宇,李淑芬,关文强. 丁香油的超临界 CO₂ 萃取及其微胶囊的制备[J]. 高校化学工程学报, 2007, 21(1): 37-42.
- [2] 关文强,李淑芬. 丁香精油对果蔬采后病原菌抑制效应研究[J]. 食品科学, 2005, 26(12): 227-230.
- [3] 高翔. 丁香抑菌作用及其在食品保鲜中的应用[J]. 中国调味品, 2007(12): 21-23.
- [4] 梁治齐. 微胶囊技术及其应用[M]. 北京:中国轻工业出版社, 1999, 121-125.
- [5] 文震,刘波,郑宗坤,等. 玫瑰精油 β -环糊精包合物的制备与表征[J]. 食品科学, 2009, 30(10): 29-32.
- [6] 孙兰萍,许晖,张斌,等. 食品成分微胶囊制备技术及发展趋势展望[J]. 农产品加工: 学刊, 2008(5): 12-17.
- [7] 夏春秀,李宗. 丁香油 β -环糊精包合工艺的影响因素研究[J]. 海峡药学, 2006, 18(2): 21-23.
- [8] 吕佳,徐晶,李海滨,等. 丁香挥发油 β -环糊精包合物制备工艺研究[J]. 中国保健, 2004(5): 424-426.
- [9] 邱娇英,周文兰. 丁香挥发油的提取与 β -环糊精包合工艺研究[J]. 中医药导报, 2008, 14(12): 67-68.
- [10] 徐天生,刘莉,梁燕,等. β -环糊精包合丁香油的工艺研究[J]. 辽宁中医药大学学报, 2009, 11(9): 162-164.
- [11] 陈计雷,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(4): 105-108.
- [12] 焦利勇,王晓敏,白莹. 柠檬油香精微胶囊的制备及影响因素研究[J]. 包装工程, 2010(7): 1-3.
- [13] WANG Jing, CAO Yanping, SUN Baoguo, et al. Physicochemical and release characterization of garlic oil- β -cyclodextrin inclusion complexes [J]. Food Chemistry, 2011, 127(4): 1680-1685.
- [14] 邓靖,谭兴和,薛琼. 丁香精油 β -环糊精微胶囊制备工艺条件的优化[J]. 包装工程, 2010, 31(11): 19-22.
- [15] 张艳,李娴,陈水林,等. 缓释型香精微胶囊的制备及应用[J]. 日用化学工业, 2007, 37(1): 31-33.