

益智油 β -环糊精包合物制备工艺的研究

刘红,宋小平,纪明慧,陈艳,韦长鹏*

(海南师范学院 化学系,海南 海口 571158)

益智为姜科山姜属植物益智 *Alpinia osyphylla* Miq. 的干燥成熟果实。主要分布在海南和广东(湛江),而广西、云南、福建有少量试种。它是海南四大南药之一,也是卫生部 1998 年公布的既是食品又是药品的一种天然植物,是开发新型保健食品的良好资源。益智在《本草拾遗》、《唐本草》、《本草纲目》中均有记载,主要用于“温脾、暖肾、固气、涩精、治冷气腹痛、中寒吐泻、多唾、遗精、小便余沥、夜多小便”。益智药用主要成分是其挥发油^[1,2]。由于益智挥发油常温下挥发,对空气、日光及温度的影响较敏感,易分解变质,直接用于食品加工或医药工业生产较困难,因此,我们利用 β -环糊精包合益智挥发油,将益智油进行微胶囊化,并研究其包埋的工艺条件。

1 仪器与材料

85-1型恒温磁力搅拌器(深圳);WZS-1阿贝折光仪(上海);B50型奥林匹斯系统显微镜(日本)。

益智采自万宁新中农场; β -环糊精(上海化学试剂站中心化工厂);试剂均为分析纯。

2 方法

2.1 益智挥发油的提取

2.1.1 水蒸汽蒸馏:取一定量益智粉,加 2 倍量的水浸泡,加热,进行水蒸汽蒸馏,馏出液用乙醚萃取,收集挥发油。其挥发油色淡黄,香味浓郁,提取率为 0.78%,密度为 0.935 6 g/mL,难溶于水,易溶于乙醇、丙酮等有机溶剂,其折光率为 1.502 1。

2.1.2 溶剂提取-水蒸汽蒸馏:取一定量的益智粉,加 2 倍量的工业乙醇浸泡 24 h,加热蒸馏,得到的残留物为粘稠的深褐黄色的树脂油,再加热进行水蒸汽蒸馏,收集馏出液,用乙醚萃取。所得挥发油色淡黄,香味浓郁,提取率为 0.71%,折光率为 1.501 1,而其树脂油易溶于乙醇、丙酮等有机溶剂,难溶于水,折光率为 1.491。

2.1.3 溶剂的温度对产率的影响:在不同温度下,分别取 100 g 益智粉,加入 200 mL 乙醇浸泡,每隔 1 h 测其折光率,结果见图 1。然后将溶液加热蒸馏,测其残留物的折光率及质量,结果见表 1。

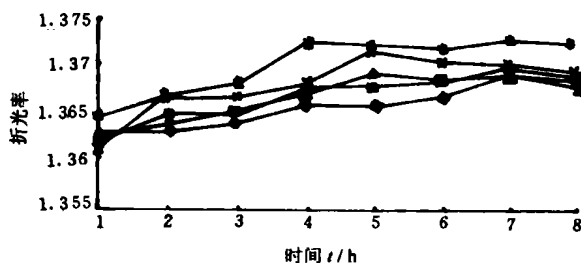


图 1 不同温度下折光率的变化曲线

表 1 温度对折光率和产率的影响

温度(°C)	折光率	产率(%)
20	1.498 0	3.13
30	1.487 0	2.93
40	1.497 0	3.29
50	1.481 0	2.05
60	1.484 0	3.22

由图 1 可看出,增加溶剂浸提时间,溶液的折光率逐渐增大,但到了一定时间,折光率不再增大,甚至有些变小,这是由于油的溶出量已饱和,而且挥发油随乙醇一起挥发;另外,随乙醇溶剂温度的升高,折光率也变大,但温度太高,乙醇挥发加快,在一定的范围和时间内,挥发油的逸散按一级速率过程进行,逸散速度常随温度升高而加大^[3]。由表 1 可见,溶剂提取的益智油 40°C 的折光率比其他的大,产率也高,表明 40°C 时,用乙醇浸泡溶出油的效果较好。

2.2 益智微胶囊包埋的工艺研究^[4]

2.2.1 工艺流程:

溶媒 壁材
↓ ↓

益智挥发油 → 恒温搅拌 → 冷藏 → 过滤 → 真空干燥 → 粉碎 → 过筛 → 产品

2.2.2 配制标准液:取 2 mL 益智挥发油,加入 18 mL 乙醇溶液中,配制成标准液,再从该标准液中分别取出 0.1, 0.2, 0.3 至 2 mL 配成 0.5%, 1%, 1.5% 至 9.5% 的一系列溶液,测其折光率。结果见图 2。根据图 2 利用插入法可求出包合物中表面油和总油的含量。

2.2.3 微胶囊化效率的测定^[5]:取 0.2 g 的包合物溶于 10 mL 乙醇,在室温条件下测其表面油的折光

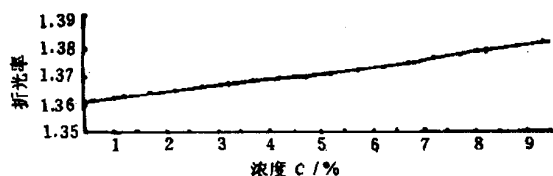


图 2 益智油的浓度与折光率的关系
率,然后加热 5 min,冷却至室温,测其总油的折光率,对应标准溶液图计算表面油和总油含量,并计算效率。其计算公式为:

表 2 溶媒对包埋率的影响

溶 媒	表面油折光率			总油折光率			包埋率 (%)		
	70℃	80℃	90℃	70℃	80℃	90℃	70℃	80℃	90℃
丙酮	1.360 8	1.360 1	1.359 8	1.362 0	1.362 1	1.362 0	31.91	51.29	57.90
乙醇	1.361 0	1.359 9	1.361 1	1.362 1	1.362 4	1.362 7	28.21	59.82	36.00
乙酸乙酯	1.360 1	1.359 0	1.359 0	1.362 0	1.362 0	1.361 9	50.00	88.95	78.38

2.2.5 微胶囊结构的观察^[6,7]:取少量微胶囊产品,分散在样品台上,B×50奥林匹斯系统显微镜对样品进行观察,在40×10放大倍数,曝光时间为0.3~0.5 s下进行显微摄影,结构如图3



图 3 益智挥发油微胶囊结构(40×10)

3 讨论

3.1 因为β环糊精由7个葡萄糖以α-1,4糖苷键结合,形成中心部位疏水,外表面亲水的空穴,而芯材必须是非极性分子且分子颗粒大小一定,才适应疏水性中心的空穴位置。乙醇、乙酸乙酯、丙酮3者极性比较,乙酸乙酯的极性最小,乙醇的极性最大,因此用乙酸乙酯溶解的益智油较易进入空穴中;另外从沸点考虑,乙酸乙酯最高,乙醇次之,丙酮最小,当加热温度高于沸点则溶剂就易挥发。因此,乙酸乙酯作溶媒较好。

$$\text{微胶囊化效率}(\%) = (1 - \frac{\text{微胶囊表面的益智油量}}{\text{微胶囊总的益智油量}}) \times 100\%$$

2.2.4 溶媒的选择:本实验分别采用乙醇、丙酮、乙酸乙酯作为益智油的溶媒。将10 g β环糊精制成饱和溶液,在一定温度下搅拌,缓慢滴加用溶媒溶解的益智油1 g,搅拌2 h,然后置冰箱内冷藏24 h以上,过滤,洗涤,55℃真空干燥,粉碎,得产品(见表2)。

由表2可知,采用80℃的乙酸乙酯作溶媒包埋效果好。

3.2 包埋反应是一放热反应,温度越低,芯材越易被壁材包埋,温度越高,芯材的低沸点成分挥发而影响微胶囊效果,但并不是温度越低越好,因为温度越低,β环糊精的溶解度也越低,也就越影响包合效果。较好的解决方法是先高温溶解β环糊精,然后冷却,在低温下包合芯材,从实验数据我们就可以看出温度为80℃时,包埋效果较好。

3.3 益智挥发油微胶囊化的工艺条件为:以β环糊精为壁材,乙酸乙酯为溶媒,在80℃下进行包埋,包埋率为88.95%。

参考文献:

- [1] 易美华,于文霞.超临界二氧化碳萃取益智中挥发油的研究[J].海南大学学报(自然科学版),2000,18(2):131-134.
- [2] 张起凤,罗仕德,王惠英.中药益智仁化学成分的研究[J].中草药,1997,28(3):131-133.
- [3] 刘书堂,郑国和,闫亚强.β环糊精挥发油粉末技术在中药药剂中的应用[J].中草药,1997,28(12):749-751.
- [4] 宋洪涛,郭涛,颜秀涛,等.肉桂油β环糊精包合物的制备工艺研究[J].中草药,2000,31(11):818-820.
- [5] 江伟强,柯于家,郑雯,等.姜油树脂微胶囊化的研究[J].食品工业,2000,(5):17-19.
- [6] 滕剑敏.微胶囊粉末猪油膜结构影响因素的研究[J].食品科学,2000,21(5):12-15.
- [7] 龚慕辛,李敏.苍术挥发油β环糊精包合物的制备研究[J].中成药,2000,22(7):464-466.

《中草药》杂志被确认为允许刊载处方药广告的第一批医药专业媒体

据国家药品监督管理局、国家工商行政管理局和新闻出版署发布的通知,《中草药》杂志作为第一批医药专业媒体,允许发布“粉针剂、大输液类和已经正式发文明确,必须凭医生处方才能销售、购买和使用的品种以及抗生素类的处方药”的广告。

《中草药》杂志欢迎制药企业来函来电刊登广告!

电话: (022) 27474913 23006821 传真: 23006821 联系人: 陈常青