doi:10.3969/j.issn.0253-2417.2021.04.006

# 肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊的制备及缓释特性

LI Guoliang

李国良, 刘香萍*

(黑龙江八一农垦大学 动物科技学院;黑龙江省寒区饲料资源高效利用与营养调控重点实验室,黑龙江 大庆 163319)

**摘 要:** 为进一步拓宽肉桂精油在食品、饲料等领域的应用,以β-环糊精为壁材、肉桂叶精油为芯材,采用共沉淀法制备了肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊,正交试验优化了微胶囊制备条件,并通过气相色谱-质谱联用(GC-MS)、傅里叶变换红外光谱(FT-IR)对制备的肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊进行表征。研究结果表明:壁芯比 6∶1、包埋温度 50 ℃,包埋时间 4 h,搅拌速度 1 000 r/min 为最优的制备条件,由此得到的微胶囊的肉桂叶精油包埋率 74.17%。GC-MS 分析表明:肉桂叶精油的主要组成为反式肉桂醛(81.39%)和邻甲氧基肉桂醛(7.61%);微胶囊中的肉桂叶精油的主要成分也是反式肉桂醛(78.68%)和邻甲氧基肉桂醛(9.34%)。FT-IR 分析表明:肉桂叶精油与β-环糊精之间形成了较好的包合物结构;微胶囊具有良好的热稳定性及缓释性能。

**关键词:** 肉桂叶;精油;β-环糊精;微胶囊;缓释

**中图分类号:**TQ35 **文献标志码:**A **文章编号:**0253-2417(2021)04-0035-07

**引文格式:**李国良,刘香萍. 肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊的制备及缓释特性[J]. 林产化学与工业,2021,41(4):35-41.

# Preparation and Slow-release Properties of *Cinnamomum cassia* Leaves Essential Oil/β-Cyclodextrin Microcapsules

LI Guoliang, LIU Xiangping

(College of Animal Science and Technology, Heilongjiang Bayi Agricultural University; Heilongjiang Provincial Key Laboratory of Efficient Utilization of Feed Resources and Nutrition Manipulation in Cold Region, Daqing 163319, China)

**Abstract:** In order to further broaden the application of *Cinnamomum cassia* leaves essential oil in food, feed and other fields, *C. cassia* leaves essential oil/β-cyclodextrin microcapsules were prepared by co-precipitation method with β-cyclodextrin as the wall material and *C. cassia* essential oil as the core material. The preparation conditions of microcapsules were optimized by orthogonal experimental design. Essential oil/β-cyclodextrin microcapsules were characterized by using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR). The results showed that the suitable preparation conditions of microcapsules were wall-core ratio 6∶1, temperature 50 ℃, time 4 h and stirring speed 1 000 r/min. The encapsulation efficiency of *C. cassia* essential oil of the obtained microcapsule was 74.17%. The GC-MS analysis showed that the main compositions of *C. cassia* essential oil were *trans*-cinnamaldehyde (81.39%), followed by *o*-methoxycinnamaldehyde (7.61%) and the main compositions of *C.* cassia essential oil in the microcapsule were also *trans*-cinnamaldehyde (78.68%) and *o*-methoxycinnamaldehyde (9.34%). FT-IR analysis showed that *C. cassia* leaves essential oil and β-cyclodextrin formed good inclusion complex. *C. cassia* leaves essential oil/β-cyclodextrin microcapsules had good thermal stability and slow-release properties.

**Key word:** *Cinnamomum cassia* leaves; essential oil; β-cyclodextrin; microcapsules; slow-release

樟科植物肉桂被广泛用作香料,并在香水、调味品和制药等行业中有许多应用[1-2]。肉桂叶精油常被用于传统医学的芳香疗法中,具有醒脑提神、杀菌、抗病毒以及风湿病治疗的效果。然而,肉桂叶精油

**收稿日期:**2020-11-29
**基金项目:**国家重点研发计划资助项目(2018YFD0600405)
**作者简介:**李国良(1978— ),男,黑龙江汤原人,教授,硕士生导师,主要从事植物活性成分提取及功能开发研究
* **通讯作者:**刘香萍,教授,博士生导师,主要从事植物活性成分提取及功能等研究;**E-mail:**lxp110@hotmail.com。

具有强挥发性,使用不耐久,因此,具有缓释效果的精油产品的市场需求越来越高。微胶囊技术是指利用天然的或者是合成的高分子材料作为壁材,将不同形态的芯材包埋,形成一种密封或半密封物质的技术[3]。经过包埋后的物料因形成了颗粒或者粉末等固体形态增加了运输的便利性,也因其优良的散落性可以与其他物料或者配料混合使用提高了使用效率。精油微胶囊的制备不仅使精油的芳香成分得以保留,还能有效控制精油活性成分的缓慢释放,从而大大提高其商业价值[4]。β-环糊精是制备微胶囊常用的壁材,制备方法有很多,主要有超声波法、研磨法、喷雾干燥法、共沉淀法等。超声波法是将芯材加入到壁材的饱和溶液中,在超声波的作用下使得壁材包裹芯材,再经过降温、抽滤、洗涤、烘干、粉碎形成微胶囊,但操作复杂,耗时长[5]。研磨法是将β-环糊精加入水中研磨,再加入已经溶于溶剂中的芯材溶液充分研磨成糊状,通过低温干燥、洗涤、再干燥即获得包埋物,但制备量少且耗时耗力[6]。喷雾干燥法是食品工业中普遍使用的包埋方法,一般需要乳化、均质和雾化等步骤,但需要专业的雾化仪器,且对操作人员的专业要求较高[7]。共沉淀法则是将β-环糊精溶液与芯材混合在热状态下进行搅拌,冷却之后可形成沉淀物再经过抽滤、冻干即可获得目标物的微胶囊,操作简单,包埋物的精油保留率高[8]。本研究以β-环糊精为壁材、肉桂叶精油为芯材,使用共沉淀法制备了肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊,采用气相色谱-质谱联用(GC-MS)结合傅里叶变换红外光谱(FT-IR)对微胶囊进行了表征,以期将其进一步用作果蔬保鲜剂、饲料添加剂等,为肉桂叶精油在食品、饲料等领域的应用提供理论数据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料、试剂与仪器

肉桂叶,2018年8月购自广西紫桂堂生物科技有限公司,经东北林业大学杨磊教授鉴定为肉桂(*Cinnamomum cassia* Presl)叶,自然风干后粉碎过筛置于干燥器中低温(8±4) ℃储存。β-环糊精、无水乙醇,均为市售分析纯;去离子水,实验室自制。

Magna-IR560 E. S. P 傅里叶变换红外光谱(FT-IR)仪,赛默飞世尔科技(中国)有限公司;6890N/5973 型气相色谱-质谱联用(GC-MS)仪,美国安捷伦公司。

### 1.2 肉桂叶精油的提取

取粉碎过筛的肉桂叶粉 2 kg,置于圆底烧瓶中加入 10 L 去离子水加热沸腾。挥发性成分随水蒸气出来后遇冷凝结成精油,收集精油用无水硫酸钠干燥,储存在棕色小瓶中备用。

### 1.3 肉桂叶精油组分分析

采用 GC-MS 分析肉桂叶精油组分,色谱柱为 DB-17MS 型毛细管柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm),蒸发室温度 270 ℃,以氦作为载气;进样量 1.0 μL,流速 1.0 mL/min;柱温在 100 ℃保持 4 min,然后以 5 ℃/min的升温速率升高到230 ℃,保持5 min;检测器温度保持在280 ℃。离子源(EI)温度为230 ℃,电子能为 70 eV,扫描范围 15 ~500 u;样品峰通过与 NIST02 质谱库中对比定性,每种精油成分的量(以相对峰面积表示)通过峰归一化得到[9]。

### 1.4 肉桂叶精油微胶囊制备

**1.4.1** *肉桂叶精油标准曲线* 用无水乙醇配置 10 mg/L 的肉桂叶精油溶液,在紫外分光光度计上进行全波长扫描,以无水乙醇为空白调零,最大吸光度值对应的波长即为肉桂叶精油的最大吸收波长。然后准确配置 1、5、10、15、20、25 mg/L 的肉桂叶精油乙醇溶液,在其最大吸收波长处测定吸光度值,并绘制标准曲线。经测定,最大吸收波长为 285 nm,标准曲线回归方程为:$y=0.093\ 3x-0.023\ 5$,$R^2=0.999\ 2$,精油质量浓度和吸光度之间线性拟合良好。

**1.4.2** *单因素试验* 用沉淀法[10]制备肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊。在一定温度下磁力搅拌,将一定量β-环糊精溶解在适量的乙醇/水(体积比为1∶2)混合物中,制备成饱和的环糊精乙醇水混合液。将肉桂叶精油按体积比 1∶20 溶于无水乙醇,然后缓慢加入β-环糊精溶液,壁芯比按质量比分别设为 3∶1、6∶1、9∶1、12∶1、15∶1,保持加热,温度分别设置为 30、40、50、60、70 ℃,搅拌时间分别为 1、3、5、7、9 h,搅拌速度分别设置为 400、800、1 000、1 200、1 400 r/min,进行包埋。包埋后真空泵抽滤,所得固

形物冷冻干燥,即为肉桂精油/β-环糊精微胶囊,常温避光保存。

分别取 0.1 g 肉桂叶精油微胶囊粉末 2 份,一份用 10 mL 无水乙醇分散后在 25 ℃条件下,500 W 超声波处理 30 min,使胶囊壁材破碎,精油溶于无水乙醇中,过滤后将滤液用无水乙醇补足 10 mL;另一份用 10 mL 无水乙醇快速洗涤,洗涤液过滤后用无水乙醇补足至 10 mL。两份溶液分别测定吸光度,根据肉桂叶精油标准曲线分别计算油含量,分别为微胶囊总油质量浓度($C_1$,mg/L)及微胶囊表面油质量浓度($C_2$,mg/L)。按照如下公式计算精油包埋率($I$,%):

$$I = \frac{C_1 - C_2}{C_1} \times 100\%$$

**1.4.3**　*正交试验*　根据单因素试验结果,选取壁芯比(6∶1、9∶1、12∶1)、包埋温度(40、50、60 ℃)、包埋时间(3、4、5 h)和搅拌速度(700、1 000、1 300 r/min)为主要影响因素,利用 DPS V8.01 软件,以微胶囊包埋率为考察指标,按 $L_9(3^4)$ 设计正交试验,确定最佳制备工艺。

### 1.5　肉桂叶精油微胶囊分析表征

**1.5.1**　*组成分析*　肉桂叶精油微胶囊中的成分采用溶剂萃取法测定。取 100 mg 的肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊溶解在 8 mL 的去离子水中,随后加入 4 mL 的正己烷,混合物置于具塞的耐压管中,(85 ± 2) ℃条件下水浴加热 15 min 并轻微振摇,然后将混合物冷却到室温。收集含有精油的正己烷相,水相用正己烷(4 mL)连续萃取 2 次,正己烷相用无水硫酸钠干燥,GC-MS 分析。

**1.5.2**　*热稳定性及缓释性分析*　10 mg 的肉桂叶精油样品和 111 mg 的肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊(相当于 10 mg 的肉桂叶精油),在 45 ℃、250 r/min 的转速下搅拌反应 0、15、30、60、120 min。收集 0.5 mL含有肉桂叶精油组分的饱和蒸气,按 **1.4.2** 节中的方法测定精油含量。在分析结束时,中断对微胶囊的加热,按照 **1.4.2** 节中的方法提取微胶囊中剩余的肉桂叶精油并测定精油含量。

**1.5.3**　*FT-IR 表征*　向 2 mg 样品中加入 200 mg KBr 进行压片,在 4000 ~ 500 $cm^{-1}$ 范围内扫描,获得肉桂叶精油、β-环糊精和肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊的 FT-IR 谱图。

## 2　结果与讨论

### 2.1　肉桂叶精油组分分析

肉桂叶精油的组分采用 GC-MS 进行分析。根据总离子流色谱各峰对应的质谱图对各组分进行定性分析,并根据色谱峰的峰面积,用面积归一化法来计算各组分的含量,结果见表 1。共鉴定出 26 种组分,占精油总成分的 96.52%,检测出肉桂叶精油的主要成分是反式肉桂醛(81.39%)和邻甲氧基肉桂醛(7.61%)。

**表 1　肉桂叶精油成分**

**Table 1　Component of essential oil of *C. cassia* leaves**

| 序号 No. | 保留时间/min retention time | 化合物 compound | 相对峰面积/% relative peak area |
|---|---|---|---|
| 1 | 3.237 | 水芹烯 phellandrene | 0.05 |
| 2 | 6.495 | α-蒎烯 α-pinene | 0.08 |
| 3 | 8.041 | 莰烯 camphene | 0.05 |
| 4 | 8.585 | 苯甲醛 benzaldehyde | 0.01 |
| 5 | 9.021 | β-蒎烯 β-pinene | 0.32 |
| 6 | 11.452 | *D*-柠檬烯 *D*-limonene | 0.00 |
| 7 | 12.025 | 邻羟基苯甲醛 *o*-hydroxybenzaldehyde | 0.01 |
| 8 | 14.645 | 苯乙醇 phenethyl alcohol | 0.19 |
| 9 | 16.190 | 苯丙醛 benzenepropanal | 0.27 |
| 10 | 18.037 | 顺式肉桂醛 *cis*-cinnamaldehyde | 0.50 |
| 11 | 18.738 | 邻甲氧基苯甲醛 *o*-anisaldehyde | 0.88 |
| 12 | 19.659 | 反式肉桂醛 *trans*-cinnamaldehyde | 81.39 |

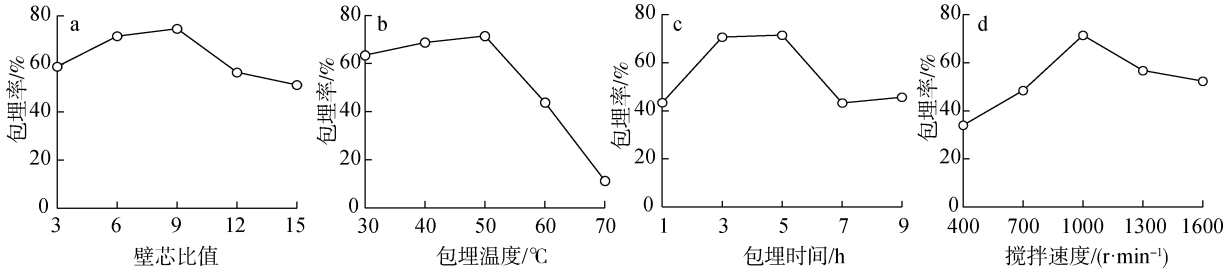
续表1

| 序号 No. | 保留时间/min retention time | 化合物 compound | 相对峰面积/% relative peak area |
|---|---|---|---|
| 13 | 22.566 | 邻甲氧基苯丙酮 *o*-methoxyphenylacetone | 0.24 |
| 14 | 22.678 | α-古巴烯 α-copaene | 0.59 |
| 15 | 24.522 | α-荜澄茄油烯 α-cubebene | 0.46 |
| 16 | 24.895 | 石竹烯 caryophyllene | 0.21 |
| 17 | 25.422 | 乙酸肉桂酯 cinnamyl acetate | 0.15 |
| 18 | 25.400 | 香豆素 coumarin | 0.13 |
| 19 | 26.009 | α-依兰油烯 α-muurolene | 0.12 |
| 20 | 26.583 | β-没药烯 β-bisabolene | 0.09 |
| 21 | 26.623 | β-杜松烯 β-cadinene | 0.29 |
| 22 | 26.793 | 邻甲氧基肉桂醛 *o*-methoxycinnamaldehyde | 7.61 |
| 23 | 39.192 | 反式-橙花叔醇 *trans*-nerolidol | 0.58 |
| 24 | 43.993 | 桉油烯醇 espatulenol | 0.91 |
| 25 | 51.099 | 氧化石竹烯 caryophyllene oxide | 0.90 |
| 26 | 54.376 | 苯甲酸苄酯 benzyl benzoate | 0.50 |
| 合计 total | | | 96.52 |

肉桂叶精油化学组成和生物活性的变化已被广泛研究,精油的定性和定量组成被认为是可变的,除了生物气候条件,干燥、提取和分析方法外,还受物种固有的因素影响,例如植物的营养阶段和植物的不同部位[11]。在此次研究中将肉桂叶精油主要化学成分与文献数据进行比较,可以观察到这些化合物具有相似性,但有不同的丰量[12]。

## 2.2 肉桂叶精油微胶囊制备的单因素试验

壁芯比值、包埋温度、包埋时间和搅拌速度对包埋率影响的单因素试验结果见图1。图1(a)为搅拌速度1 000 r/min,包埋时间5 h,包埋温度50 ℃条件下,不同壁芯质量比值下肉桂叶精油微胶囊的包埋率。由图1(a)可以看出,壁芯比值对微胶囊的精油包埋率影响较大,精油包埋率在壁芯比值为6和9时均能达到70%以上,分别为71.5%和74.66%。壁芯比值过小(3)时,肉桂叶精油未被β-环糊精包埋,包埋率较低;壁芯比值过大(12和15)时,包埋率亦较低,这是由于壁材β-环糊精用量过大,壁材与芯材比例失衡。因此,优选壁芯比值为9。




a. 壁芯比 wall-core ratio; b. 包埋温度 encapsulation temperature; c. 包埋时间 encapsulation time; d. 搅拌速度 agitation rate

**图1 不同因素对精油微胶囊包埋率的影响**

**Fig. 1 Effect of different factors on the encapsulation efficiency of microcapsules**

在壁芯比值为9,搅拌速度1 000 r/min,包埋时间5 h的条件下,调节包埋温度为30、40、50、60和70 ℃,研究不同包埋温度对肉桂叶精油微胶囊包埋率的影响,结果见图1(b)。从图中可以看出,随温度升高精油微胶囊包埋率呈先升高后降低趋势。当体系温度增加至50 ℃,包埋率达到最高值(71.4%),之后随着温度的增加,包埋率显著下降。分析其原因,温度过低β-环糊精溶解度较小,固态分子难以与精油形成微胶囊,所以升温有利于提高包埋效果;但温度超过50 ℃,会造成挥发油损失,不利于包埋物的形成。因此,选取50 ℃作为最佳包埋温度。

在壁芯比值为9,搅拌速度1 000 r/min,包埋温度50 ℃的条件下,改变包埋时间(1、3、5、7、9 h),

精油微胶囊包埋率变化见图 1(c)。肉桂叶精油包埋率随着包埋时间延长先增加,在 5 h 时达到最大(72.1%),随后随包埋时间延长其包埋率显著降低。推测原因可能是由于包埋时间短,肉桂叶精油难以被壁材 β-环糊精包覆,但过长的搅拌时间,不可避免造成芯材肉桂叶精油的挥发。因此,肉桂叶精油微胶囊制备的最佳包埋时间为 5 h。

在壁芯比值为 9,包埋温度为 50 ℃,包埋时间 5 h 的条件下,调节搅拌速度为 400、800、1 000、1 200 和 1 400 r/min,研究不同搅拌速度对肉桂叶精油包埋率的影响,结果如图 1(d)所示。随着搅拌速度的增加,肉桂叶精油微胶囊包埋率先呈逐渐升高趋势,在 1 000 r/min 搅拌速度下微胶囊包埋率达最大值(70.9%),随后随搅拌速度的增加包埋率逐渐降低。因为当搅拌速度较低时,芯材肉桂叶精油和壁材 β-环糊精的分散性差,不利于微胶囊的形成;搅拌速度过高时,精油的挥发量增加,同时 β-环糊精也易分解,肉桂叶精油包埋率会降低。因此,选取搅拌速度 1 000 r/min。

## 2.3　肉桂叶精油微胶囊制备条件的正交试验优化

采用 $L_9(3^4)$ 正交试验设计,针对壁芯比、包埋温度、包埋时间和搅拌速度 4 个影响因素优化微胶囊制备条件,实验设计及结果见表 2,方差分析结果见表 3。

**表 2　精油微胶囊制备的正交试验结果**

**Table 2　Orthogonal experiments results of microcapsules preparation**

| 序号 No. | A 壁芯比 wall-core ratio | B 包埋温度/℃ encapsulation temperature | C 包埋时间/h encapsulation time | D 搅拌速度/(r·min$^{-1}$) agitation rate | 包埋率/% encapsulation efficiency |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 6∶1 | 40 | 3 | 700 | 65 |
| 2 | 6∶1 | 50 | 4 | 1000 | 78 |
| 3 | 6∶1 | 60 | 5 | 1300 | 62 |
| 4 | 9∶1 | 40 | 4 | 1300 | 58 |
| 5 | 9∶1 | 50 | 5 | 700 | 48 |
| 6 | 9∶1 | 60 | 3 | 1000 | 45 |
| 7 | 12∶1 | 40 | 5 | 1000 | 61 |
| 8 | 12∶1 | 50 | 3 | 1300 | 63 |
| 9 | 12∶1 | 60 | 4 | 700 | 46 |
| $k_1$ | 68.333 | 61.333 | 57.667 | 53.000 | |
| $k_2$ | 50.333 | 63.000 | 60.667 | 61.333 | |
| $k_3$ | 56.667 | 51.000 | 57.000 | 61.000 | |
| $R$ | 18.000 | 12.000 | 3.667 | 8.333 | |

**表 3　包埋率方差分析**

**Table 3　ANOVA analysis of orthogonal tests of encapsulation efficiency**

| 因素 factor | 偏差平方和 squares of deviance | 自由度 freedom | $F$ 值 $F$ value | 显著性 significance |
|---|---|---|---|---|
| A | 500.222 | 2 | 2.198 | * |
| B | 253.556 | 2 | 1.114 | |
| C | 22.889 | 2 | 0.101 | |
| D | 133.556 | 2 | 0.587 | |
| 误差 error | 1.56 | 2 | | |

由表 2 可知,各因素对微胶囊包埋率影响的大小次序依次为:A(壁芯比)>B(包埋温度)>D(搅拌速度)>C(包埋时间)。最佳包埋条件为:$A_1B_2C_2D_2$,即优化后条件为壁芯比 6∶1,包埋温度 50 ℃,包埋时间 4 h,搅拌速度 1 000 r/min。由方差分析结果可知,壁芯比影响显著,其余各因素均对包埋率无显著影响。经验证实验(3 次重复实验),在最优条件下,精油微胶囊包埋率为 74.17%。

## 2.4　肉桂叶精油微胶囊成分分析

最优包埋条件制备的肉桂叶精油/β 环糊精微胶囊与肉桂叶精油相比,微胶囊主要由反式肉桂醛

(78.68%)和邻甲氧基肉桂醛(9.34%)组成,与肉桂叶精油的主要组分反式肉桂醛(81.39%)和邻甲氧基肉桂醛(7.61%)含量差异不大。反式肉桂醛的相对分子质量132,邻甲氧基肉桂醛的相对分子质量162,相对分子质量介于132和162之间的化合物由于与β-环糊精内部空腔的相容性可以与β-环糊精络合[13]。主要成分之间的相似性可能是由于β-环糊精腔的几何相容性,以及调节包合过程中芯材分子的形状和大小[14],因为β-环糊精的外表面具有游离羟基,具有亲水性,而内部空腔基本上由葡萄糖分子与糖苷键连接而成,因此具有疏水性[15]。有报道提到与α-环糊精相比,β-环糊精的络合效率更高[16]。

### 2.5 肉桂叶精油微胶囊热稳定性及缓释性能分析

环糊精包合具有多个优势,例如,物理化学稳定性提高、缓释性提高、生物利用度提高[17]。这是因为环糊精包合会阻碍微胶囊中精油组分的快速挥发,达到缓释效果[18]。

在图2中观察到肉桂精油在45 ℃下精油保留率随时间推移快速下降,在80 min时精油保留率即达到0%,而肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊的热稳定性明显优于肉桂叶精油,微胶囊的精油保留率随时间推移缓慢降低,在80 min时仍为80%。微胶囊中的肉桂叶精油由于β-环糊精的包覆,挥发性降低,增加了肉桂叶精油的热稳定性及缓释性能。

### 2.6 红外光吸收谱分析

图3为β-环糊精、肉桂叶精油及肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊的红外光谱。

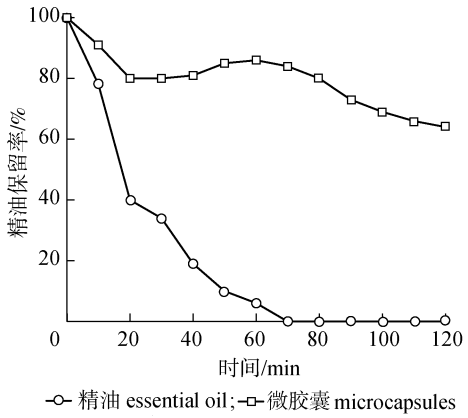



**图2 肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊的热稳定性及缓释性**

**Fig. 2 Thermal stability and slow release feature of *C. cassia* essential oil/β-cyclodextrin microcapsules**

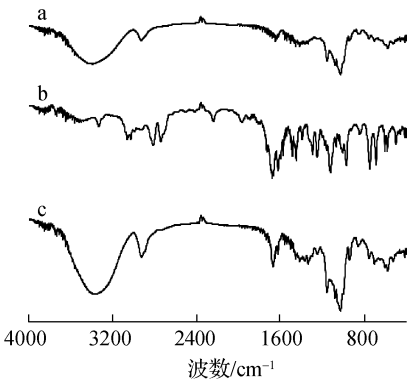



**图3 β-环糊精(a)、肉桂叶精油(b)和肉桂叶精油微胶囊(c)红外光谱**

**Fig. 3 FT-IR spectra of β-cyclodextrin (a), *C. cassia* essential oil (b) and microcapsules (c)**

β-环糊精的红外谱图在3390 $cm^{-1}$处出现O—H的对称拉伸振动特征峰,而2928 $cm^{-1}$处的特征峰与C—H的拉伸振动相关,1157和1028 $cm^{-1}$处的特征峰分别为C—O—C的对称和不对称拉伸振动,其特征谱带与先前研究中获得的谱带相似,红外谱图几乎没有变化[19]。肉桂叶精油的红外光谱中C—H拉伸振动的特征吸收峰介于3028和2775 $cm^{-1}$之间,1732 $cm^{-1}$处的高强度带为C═O的伸缩振动。在肉桂叶精油/β-环糊精红外光谱中,可以观察到C═O特征振动峰移至1746 $cm^{-1}$并且强度降低,而1157和1028 $cm^{-1}$处振动峰(分别来自C—O—C的对称和不对称拉伸振动)的强度有所升高,表明肉桂叶精油进入β-环糊精的空腔,形成了包含物结构[20],C═O特征振动峰14 $cm^{-1}$的红移表明肉桂叶精油主要成分反式肉桂醛和邻甲氧基肉桂醛的醛基与壁材β-环糊精之间形成了氢键结合[21]。

## 3 结 论

以β-环糊精为壁材、肉桂叶精油为芯材,使用共沉淀法制备了肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊。通过单因素和正交试验分析,得到制备微胶囊最佳条件为:壁芯比6∶1、包埋温度50 ℃、包埋时间4 h、搅拌速度1 000 r/min,此工艺制备的微胶囊包埋率达74.17%。GC-MS结合FT-IR对制备的肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊进行表征,表明制备的微胶囊中的精油与肉桂叶精油具有相同的主要成分,即反式肉桂醛

(78.68%)和邻甲氧基肉桂醛(9.34%)。FT-IR 分析表明肉桂叶精油与 β-环糊精形成较好的包合物结构。热稳定性及缓释性能分析表明制备的肉桂叶精油/β-环糊精微胶囊具有良好的热稳定性及缓释性能,45 ℃、80 min 时微胶囊中精油保留率仍有 80%。

**参考文献:**


[1]国家药典委员会. 中国药典第一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:136.
National Pharmacopoeia Commission. Chinese Pharmacopoeia(Part 1)[M]. Beijing:China Medical Science and Technology Press,2015:136.

[2]MA Y N,CHEN C J,LI Q,et al. Fungicidal activity of essential oils from *Cinnamomum cassia* against the pathogenic fungi of *Panax notoginseng* diseases[J/OL]. Chemistry & Biodiversity,2019,16(11):1-12[2020-08-10]. https://doi.org/10.1002/cbdv.201900416.

[3]余德顺,杨明.β-环糊精包埋技术及研究进展[J]. 重庆理工大学学报(自然科学),2010,24(11):44-45.
YU D S,YANG M. β-Cyclodextrin embedding technology and research progress[J]. Journal of Chongqing University of Technology(Natural Science),2010,24(11):44-45.

[4]张卫明,石雪萍,孙晓明. 生姜精油微胶囊化工艺研究[J]. 林产化学与工业,2008,28(5):65-69.
ZHANG W M,SHI X P,SUN X M. Study on microcapsulation technology of ginger essential oil[J]. Chemistry and Industry of Forest Products,2008,28(5):65-69.

[5]LI T,TENG D,MAO R,et al. Recent progress in preparation and agricultural application of microcapsules[J]. Journal of Biomedical Marterials Research,2019,107(10):2371-2385.

[6]ASENSIO C M,PAREDES A J,MARTIN M P,et al. Antioxidant stability study of oregano essential oil microcapsules prepared by spray-drying[J]. Food Chemistry,2017,82(12):2864-2872.

[7]CHOI M J,RUKTANONCHAI U,MIN S G,et al. Physical characteristics of fish oil encapsulated by β-cyclodextrin using an aggregation method or polycaprolactone using an emulsion diffusion method[J]. Food Chemistry,2010,119(4):1694-1703.

[8]AIN S,KUMAR B,PATHAK K. Cyclodextrins:Versatile carrier in drug formulations and delivery systems[J]. International Journal of Pharmaceutical,Chemical and Biological Sciences,2015,5(3):583-598.

[9]CHEN F,ZHANG Q,GU H,et al. A modified approach for separating essential oil from the roots and rhizomes of *Asarum heterotropoides* var. *mandshuricum*[J]. Journal of Cleaner Production,2018,172:2075-2089.

[10]Bhandari B R,D'Arc,B R,Bich,L L T. Lemon oil to β-cyclodextrin ratio effect on the inclusion efficiency of β-cyclodextrin and the retention of oil volatiles in the complex[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry,1998,46(4):1494-1499.

[11]邓靖,谭兴和,刘婷婷,等. 肉桂精油-β-环糊精微胶囊的制备[J]. 中国粮油学报,2011,26(2):90-97.
DENG J,TAN X H,LIU T T,et al. Preparation of cinnamon essential oil-β-cyclodextrin microcapsules[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association,2011,26(2):90-97.

[12]CHEN F,DU X,ZU Y,et al. Microwave-assisted method for distillation and dual extraction in obtaining essential oil,proanthocyanidins and polysaccharides by one-pot process from Cinnamomi Cortex[J]. Separation and Purification Technology,2016,164:1-11.

[13]SZENTE L,SZEJTLI J. Cyclodextrins as food ingredients[J]. Trends in Food Science & Technology,2004,15(3/4):137-142.

[14]HOYOS-LEYVA J D,BELLO-PÉREZ L A,ALVAREZ-RAMIREZ J,et al. Microencapsulation using starch as wall material:A review[J]. Food Reviews International,2018,34(2):148-161.

[15]程霜,杜凌云,牛梅菊,等.β-环糊精和染料木黄酮包合作用的研究[J]. 食品科学,2006,27(2):94-99.
CHENG S,DU L Y,NIU M J,et al. Study on the inclusion of β-cyclodextrin and fuel wood flavonoids[J]. Food Science,2006,27(2):94-99.

[16]MENEZES P D P,SANTOS P B P D,DÓRIA G A A,et al. Molecular modeling and physicochemical properties of supramolecular complexes of limonene with α- and β-cyclodextrins[J]. AAPS PharmSciTech,2017,18(1):49-57.

[17]JAMBHEKAR S,BREEN P. Cyclodextrins in pharmaceutical formulations II:Structure and physicochemical properties,formation of complexes,and types of complex[J]. Drug Discovery Today,2016,21(2):363-368.

[18]POPIELEC A,LOFTSSON T. Effects of cyclodextrins on the chemical stability of drugs[J]. International Journal of Pharmaceutics,2017,531(2):532-542.

[19]李柱,陈正行,罗昌荣,等.β-环糊精制备微胶囊化甜橙油的研究[J]. 香料香精化妆品,2004(6):17-21.
LI Z,CHEN Z H,LUO C R,et al. Preparation of microencapsulated sweet orange oil by β-cyclodextrin[J]. Fragrance,Flavor and Cosmetics,2004(6):17-21.

[20]童林荟. 环糊精化学——基础与应用[M]. 北京:科学出版社,2001.
TONG L H. Cyclodextrin Chemistry:Basis and Application[M]. Beijing:Science Press,2001.

[21]ZENG Z,FANG Y,JI H. Side chain influencing the interaction between β-cyclodextrin and vanillin[J]. Flavour and fragrance Journal,2012,27(5):378-385.