

文章编号: 1673-1689(2006)05-0025-03

可降解淀粉微球吸附薄荷油的研究

李静茹, 金征宇

(江南大学 食品学院, 江苏 无锡 214036)

摘要:用可降解淀粉微球吸附薄荷油制得了包合物,建立了包合物中薄荷油的快速测定方法——紫外分光光度法。测定了吸附时间和投油量对饱和吸附量的影响。结果表明:该方法快速、准确、重复性好、操作简便。吸附2 h,薄荷油体积分数为4%时,饱和吸附量84.74 $\mu\text{L/g}$ 淀粉微球。

关键词:可降解淀粉微球;薄荷油;包合物;吸附

中图分类号:TS 231

文献标识码:A

Primary Study on Degradable Starch Microspheres Adsorbing Peppermint Oil

LI Jing-ru, JIN Zheng-yu

(School of Food Science and Technology, Southern Yangtze University, Wuxi 214036, China)

Abstract: A quick, stability, precise and convenient ultraviolet spectrophotometric method was developed to assay the concentration of peppermint oil in a compound, in which, peppermint oil was adsorbed by degradable starch microspheres (DSMs). Furthermore, the effect of absorption time and the peppermint oil concentration on the saturated adsorption quantity of DSMs were investigated. A high saturated adsorption quantity of DSMs (84.74 $\mu\text{L/g}$) was achieved when the concentration of peppermint oil was 4% and the adsorption time was 2 h.

Key words: DSMs; peppermint oil; compound; adsorption

薄荷油系由薄荷的茎叶经水蒸气蒸馏、加工制得的挥发油,不仅具有较强的药理作用如提神、抑菌、祛风等,而且具有宜人的香味,在医药、食品、饮料、日用化工等领域有广泛的应用。我国薄荷油的年产量巨大,但薄荷油极易挥发损失,且在水中几乎不溶,分散性较差,给生产带来诸多不便,成品的质量也不够稳定,致使进一步的开发受到限制^[1-3]。因此目前把薄荷油作为芯材,进行吸附包埋的研究报道很多,但是吸附包埋的基质以 β -CD

最多^[4-5]。淀粉微球是近年来发展起来的一种新型药剂^[6],经反相乳液聚合的方法合成,粒径按要求分布在一定范围内,具有多孔球状结构和可降解性能^[7-11]。薄荷油经淀粉微球吸附包载后可以提高稳定性,具有缓释性和靶向性。目前用淀粉微球对薄荷油进行吸附包载国内未见报道。作者建立一种快速测定薄荷油的方法——紫外分光光度法,并探讨了吸附时间和投油量对薄荷油饱和吸附量的影响。

收稿日期:2005-09-17; 修回日期:2005-12-15.

基金项目:国家自然科学基金项目(20376029).

作者简介:李静茹(1980-),女,河南洛阳人,食品科学与工程硕士研究生。

1 材料和方法

1.1 材料和仪器

淀粉微球:自制^[12];薄荷油:南通薄荷厂产品;81.2型恒温磁力搅拌器:上海县曹行无线电元件厂产品;UV-1201紫外扫描仪:北京瑞利分析仪器公司产品。

1.2 薄荷油检测方法的建立

1.2.1 最大吸收波长的确定 取不同体积分数的薄荷油进行紫外扫描,确定薄荷油的最佳吸收波长。

1.2.2 薄荷油标准曲线绘制 取50 μL薄荷油加入到25 mL的容量瓶中用无水乙醇定容,得标准溶液,分别取标准溶液300,250,200,150,100,50,25 μL于刻度试管中,用无水乙醇补至5 mL,摇匀,于最大吸收波长处测吸光度。

1.2.3 回收率考察 取空白的淀粉微球适量,分别准确加入不同量的薄荷油,测定加样回收率,考察方法的准确性。

1.2.4 精密度考察 取低、中、高3个体积分数的薄荷油溶液平行测定3次,考察方法的精密度。

1.2.5 稳定性考察 取低、中、高3个体积分数的薄荷油溶液分别在室温和4℃放置24 h后测吸光值,每个样平行测定3次,取平均值,考察方法的稳定性。

1.3 薄荷油平衡吸附时间、吸附量和吸附效率的测定

吸附量 = (加入薄荷体积(μL) - 上清液中薄荷油体积(μL)) / DSM质量(g)

吸附效率 = (加入薄荷油体积(μL) - 上清液中薄荷油体积(μL)) / 加入薄荷油体积(μL) × 100%

1.3.1 吸附时间的确定 室温下,将1 g DSMs超声分散在19 mL的无水乙醇中,加入1 mL的薄荷油,立即密封,在搅拌状态下动态吸附不同时间,在冰箱里放置过夜,过滤,取上清液稀释测吸光值。

1.3.2 不同投油量的影响 室温下,将1 g DSMs超声分散在一定体积无水乙醇中,控制薄荷油体积分数为6%、8%、10%、12%、14%、16%、18%,其他同1.2.2。

2 结果与讨论

2.1 薄荷油吸收波长确定

由薄荷油紫外扫描图(见图1)可以看出,随着薄荷油体积分数的降低,吸收波长有紫移现象,但是在体积分数0.02~0.1 μL/mL之间吸收波长基本不变,所以选择204 nm作为测定波长。

万方数据

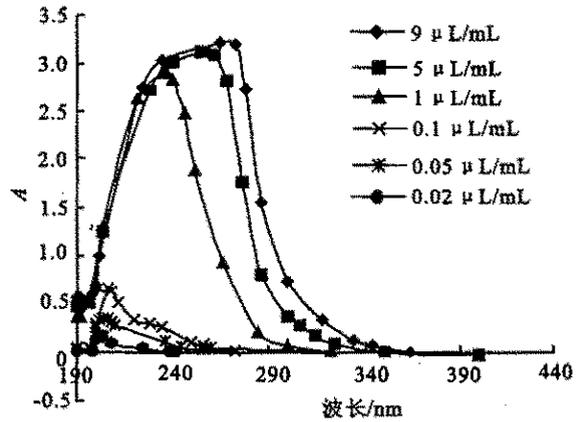


图1 薄荷油紫外扫描图

Fig. 1 The UV scanning graph of peppermint oil

2.2 薄荷油标准曲线制作

薄荷油标准曲线制作见图2。

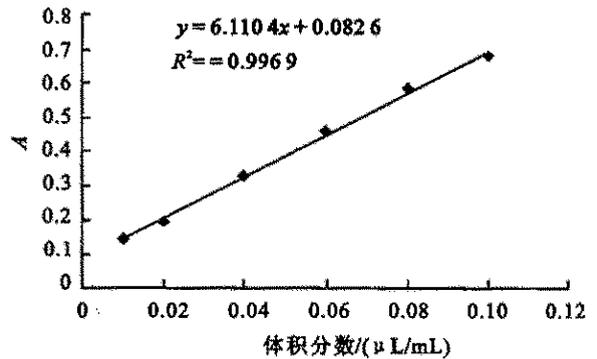


图2 薄荷油标准曲线

Fig. 2 Standard curve of peppermint oil

2.3 回收率考察

回收率结果见表1。

表1 回收率测定结果(n=3)

Tab. 1 The result of recovery rate

加入薄荷油体积/μL	检出薄荷油体积/μL	回收率/%
0.5	0.484~0.496	96.8~99.2
0.8	0.781~0.819	97.6~102.4
1.2	1.163~1.245	96.9~103.8

2.4 精密度考察

精密度结果见表2。

表2 精密度测定结果(n=3)

Tab. 2 The result of precision

薄荷油体积分数/ (μL/mL)	A			RSD/%
	第一次	第二次	第三次	
0.02	0.183 2	0.185 4	0.181 1	1.174 1
0.08	0.561 2	0.586 2	0.570 3	1.877 4
0.12	0.700 3	0.709 1	0.704 7	0.624 4

2.5 稳定性考察

由表 3 可以看出,在室温下放置 24 h 后,薄荷油的 A 值下降很大,可能是温度较高,薄荷油挥发比较厉害。而在 4 °C 冰箱里放置 24 h 后 A 值几乎不变,所以选择反应后的样液在冰箱放置过夜,再进行过滤测定。

表 3 稳定性测定结果 (n = 3)

Tab. 3 The result of stabilization

薄荷油体积分数/ ($\mu\text{L}/\text{mL}$)	A		
	立即测定	室温下 24h 后	4 °C 24 h 后
0.02	0.183 2	0.156 4	0.184 7
0.08	0.572 5	0.504 8	0.561 4
0.12	0.704 7	0.593 6	0.704 0

2.6 吸附时间的确定

从图 3 可以看出吸附 2 h 达到平衡,当薄荷油体积分数为 10% 时的饱和吸附量为 87.12 $\mu\text{L}/\text{g}$ (以 DSMs 计),作者在研究过程中发现,乙醇比薄荷油挥发的要快,所以吸附 2.5 h 后,可能由于乙醇挥发的快,导致薄荷油的乙醇溶液浓度偏大,所以测得的吸附量有所上升,但不明显。

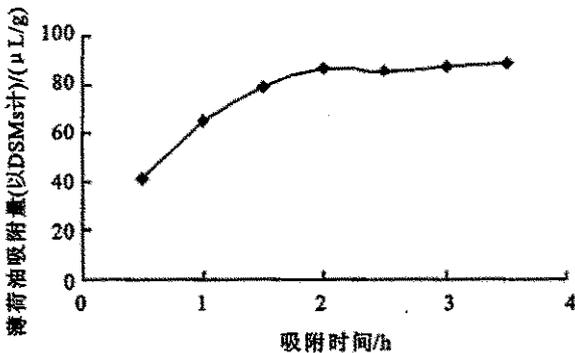


图 3 吸附时间对饱和吸附量的影响

Fig. 3 Effect of adsorption time on saturated adsorption quantity

2.7 薄荷油体积分数对饱和吸附量的影响

图 4 可见,随着薄荷油体积分数的增加,DSMs 的饱和吸附量也在增加,但同时吸附效率却在大幅下降,所以单纯为了增加吸附量而增加薄荷油的浓

度是不经济的,作者认为薄荷油体积分数在 4% 时,吸附时间 2 h,饱和吸附量为 84.74 $\mu\text{L}/\text{g}$ (以 DSMs 计)最佳吸附条件。

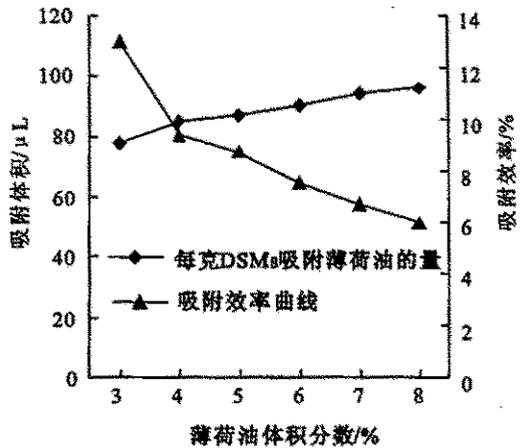


图 4 薄荷油体积分数对吸附量和吸附效率的影响

Fig. 4 Effect of the concentration of peppermint oil on adsorption quantity and adsorption efficiency

3 讨论

1) 通常薄荷油的测定方法是按照中国药典中挥发油测定的标准方法 - 水蒸汽蒸馏法^[1]进行的。但标准方法中对包合物的量要求比较大(约含挥发油 0.5 ~ 1.0 mL),而作者在实验室合成的淀粉微球批量较小。作者建立了紫外分光光度法快速、准确度高、重复性好、操作简便。

2) 从试验结果看可降解淀粉微球对薄荷油的吸附量不够大,吸附效率低,这样会造成薄荷油的大量浪费,提高薄荷油的吸附效率是今后研究的重点。

3) 目前作者用淀粉微球吸附薄荷油制得的饱和物,不如 $\beta\text{-CD}$ 制得的包合物稳定,可能是淀粉微球和薄荷油之间只是简单的物理吸附,且有部分仅吸附在微球表面,在空气中容易挥发掉。

参考文献:

[1] 中华人民共和国国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 北京:化学工业出版社,1995.
 [2] 孙宝良,李百万,李玉娟,等. 由旋光率的测定来分析中药中薄荷油的纯度[J]. 中国医学物理学杂志,2003,20(4):237-238.
 [3] 王璐,肖刚,许时婴. 微胶囊化薄荷油缓释性能的测定[J]. 食品与发酵工业,1999,26(2):23-26.
 [4] 雍国平,郭俊成,童红武,等. 薄荷油的二次包埋技术[J]. 食品工业科技,2003(3):26-27.
 [5] 巴特尔,王怀安,傅玉素. β -环糊精包结咽喉炎颗粒剂中的挥发油工艺研究[J]. 中国医院药学杂志,2003,23(7):412-414.
 [6] 胡新,侯新朴. 新型药物载体—淀粉微球[J]. 中国药理学杂志,1995,30(2):69-71.

(62):207-214.

- [16] Petrova M, Koprinkova P Bliznakova. Neural network modelling of fermentation processes[J]. **Bioprocess Engineering** ,1998 , (18) 281 -287.
- [17] Shene C , Diez C , Bravo S. Neural networks for the prediction of the state of *Zymomonas mobilis* CP4 batch fermentations[J]. **Computers and Chemical Engineering** ,1999 (23) :1097 -1108.
- [18] 曲雨水,黄德先. 基于多神经网络的发酵过程菌丝浓度估计[J]. 计算机工程与应用,2004 (10) 208 -210.
- [19] Pinchuk R J , Brown W A , Hughes S M , et al. Modeling of biological processes using self-cycling fermentation and genetic algorithms[J]. **Biotechnol Bioeng** 2000 (67) :19 -24.
- [20] 陈宏文,方柏山. 遗传算法应用于分批发酵动力学模型参数估算[J]. 华侨大学学报 :自然科学版,2000 ,21(1) :71 -75.

(责任编辑 李春丽)

(上接第 27 页)

- [7] 陆彬. 药物新剂型与新技术[M]. 北京 :人民卫生出版社 ,1998.
- [8] 屠锡德,张均寿,朱家璧. 药剂学[M]. 北京 :人民卫生出版社 ,2002.
- [9] Mao Shi-rui , Chen Jian-ming , Wei Zhen-ping , et al. Intranasal administration of melatonin starch microspheres[J]. **International Journal of Pharmaceutics** ,2004 272 :37 -43.
- [10] L Illum , A N Fisher , I Jabbal-Gill , et al. Bioadhesive starch microspheres and absorption enhancing agents act synergistically to enhance the nasal absorption of polypeptides[J]. **International Journal of Pharmaceutics** ,2001 222 :109 -119.
- [11] Ghania Hamdi , Gilles Ponchel , Dominique Duchene. An original method for studying in vitro the enzymatic degradation of cross-linked starch microspheres[J]. **Journal of controlled release** ,1998 ,55 :193 -201.
- [12] 李静茹,金征宇. 淀粉微球制备工艺优化[J]. 食品科技,2005 (11) 21 -23.

(责任编辑 朱明)