

# 纳米甜橙香精的制备研究

肖作兵<sup>1</sup>, 黄丽婷<sup>2</sup>, 杨斌<sup>3</sup>

1.上海应用技术学院 香料香精技术与工程学院 (上海 200233);

2.上海华东理工大学 食品科学系 (上海 200237); 3.上海水产大学 食品学院 (上海 200090)

**摘要** 该文探讨了以壳聚糖和甜橙香精为主要原料,通过离子凝聚法制备纳米香精的工艺。重点考察了不同因素对纳米香精粒径分布的影响,确定了相对优化工艺条件,并对纳米甜橙香精的热敏性和缓释性进行了研究。

**关键词** 纳米甜橙香精;离子凝聚法;壳聚糖;制备

## Study on the Preparation of Nano-orange Flavor

Xiao Zuo-bing<sup>1</sup>, Huang Li-ping<sup>2</sup>, Yang Bin<sup>3</sup>

1.School of Perfume and Aroma Technology, Shanghai Institute of Technology (Shanghai 200233);

2.Department of Food Science, Shanghai East China University of Science and Technology (Shanghai 200237);

3.College of Food Science, Shanghai Fisheries University (Shanghai 200090)

**Abstract** On the base of using chitosan and orange flavor as the main materials, the preparation of nano-orange flavor by adopting ionic gelation method was discussed in this paper. The effect of different conditions to average size of nano flavor was presented in detail and optimal conditions were determined. The hot-sensitivity and slow releasing performances of nano-orange flavor was also studied.

**Keywords** nano-orange flavor; ionic gelation; chitosan; preparation

食用香精作为一种重要的食品添加剂,已广泛应用于口香糖、软糖、饼干、软饮料、方便面、肉制品、调味品等休闲食品,有效地促进了国民经济的发展。据统计<sup>[1]</sup>,2006年我国食品工业生产总产值约为21 000亿元,糖果和巧克力总值为246亿元,同比增长24%,食用香精总值约110亿元,其中甜味食品香精总值约80亿元。

甜橙香精作为甜味香精的一种传统风味物质至今深受人们的喜爱,但由于甜橙香精中含有大量的易挥发萜烯类物质,易出现终端产品的香气质量不稳定,留香时间短等问题。纳米香精具有良好的分散性、稳定性、缓释性,已成为国内外研究的焦点,近年来国内外均有相应的报道<sup>[2-5]</sup>,但相关的实质性研究成果并未见文献报道。试验探讨纳米甜橙香精的制备工艺,考察不同因素对纳米香精粒径分布的影响,并对纳米甜橙香精热敏性和缓释性进行研究。

### 1 实验部分

1.1 实验材料:壳聚糖、三聚磷酸钠、冰醋酸,食品级,上海国药化学试剂有限公司;甜橙香精,食品级,深圳波顿香料有限公司。

1.2 仪器和设备:PL403-电子天平;84-1电子数显磁力搅拌器;纳米粒度及Zeta电位分析仪;JSM-6360扫描电镜;UNICO-UV2102pc分光光度仪;B-19喷雾干燥器。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 纳米甜橙香精的制备

将壳聚糖溶解在冰醋酸水溶液中,经超声处理后,得到透明均匀的溶液;将三聚磷酸钠和水溶甜橙香精溶解到水中,形成均匀透明的溶液,在磁力搅拌的条件下,将甜橙香精的三聚磷酸钠溶液滴加到壳聚糖醋酸溶液中,两相经聚离子凝聚反应后制得纳米香精溶液,然后进行喷雾干燥。

#### 1.3.2 纳米甜橙香精的性能表征

采用紫外光谱法进行定量分析。选取甜橙香精吸收波长333 nm,对纳米甜橙香精进行紫外检测,用吸光度来表征纳米甜橙香精的热敏性、留香性和包埋率,并通过(1)式计算纳米甜橙香精的热损耗率,(2)式计算包埋率,用扫描电镜观测喷雾干燥后香精粉末的粒径分布与形态。

$$I=(A_0-A)/A_0 \quad (1)$$

I:热损耗率/留香损耗率

$A_0$ :加热前吸光度/刚制备好的纳米香精的吸光度

A:加热后吸光度/放置一段时间纳米香精的吸光度

$$P=(A_0-A)/A_0 \quad (2)$$

P:包埋率

$A_0$ :普通甜橙香精溶液在333 nm处的吸光度

A:纳米甜橙香精溶液在333 nm处的吸光度

### 2 结果与讨论

#### 2.1 反应物浓度对纳米粒子粒径大小的影响

以0.075%浓度的三聚磷酸钠作为基准<sup>[6]</sup>,分别取

0.1%、0.15%、0.225%、0.3%、0.35%、0.4%浓度的壳聚糖制备纳米粒子，其中冰醋酸的添加量为所用壳聚糖质量的1.75倍，转速300 r/min。实验现象如表1所示。

表1 纳米粒子溶液的表现现象

三聚磷酸钠浓度 / %	壳聚糖浓度 / %	两相浓度比	现象
0.075	0.1	1:4/3	溶液澄清，有淡淡的蓝光
0.075	0.15	1:2	溶液澄清，蓝光现象十分明显
0.075	0.225	1:3	溶液比较澄清，有淡淡的蓝光
0.075	0.3	1:4	溶液有点黄，蓝光现象不明显
0.075	0.35	1:14/3	溶液混浊，无明显蓝光，放置一段时间后，有白色絮状物生成，该体系不稳定
0.075	0.4	1:16/3	有大量白色絮状物生成

结果表明，三聚磷酸钠浓度为0.075%，壳聚糖浓度为0.15%时能够得到较好的纳米粒径分布，平均粒径为118 nm，如图1所示。

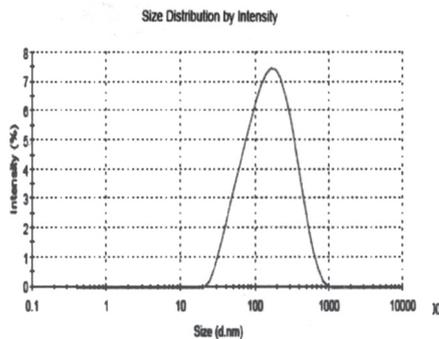


图1 空白纳米胶囊的粒径分布

2.2 转速对纳米香精粒径大小的影响

在三聚磷酸钠浓度为0.075%，壳聚糖浓度为0.15%，冰醋酸浓度为0.26%，香精添加量为0.4%的条件下，分别考察150、200、250、300、350、400、450、500 r/min转速下，纳米香精粒径大小的变化情况，结果如图2所示：

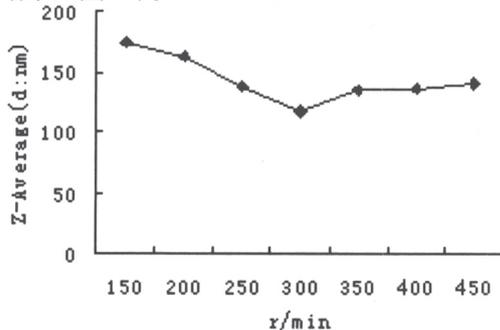


图2 转速对纳米香精粒径大小的影响

由图2看出，随着转速增大，纳米香精平均粒径呈现出先减小后增大的趋势，转速过慢或过快都不利于纳米香精的形成，当搅拌转速为300 r/min时，纳米香精平均粒径最小（128 nm）。

2.3 香精添加量对纳米胶囊大小的影响

在三聚磷酸钠浓度0.075%，壳聚糖浓度0.15%，冰醋酸浓度0.26%，转速300 r/min的条件下，分别考察0.1%、0.2%、0.4%、0.45%、0.5%、1%添加量的甜橙香精对纳米香精粒径大小的影响，结果如图3所示：

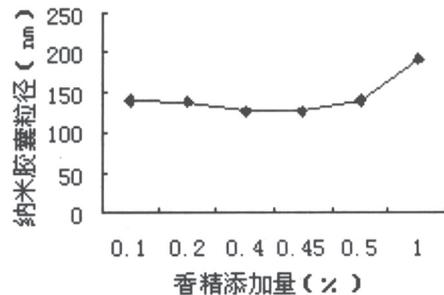


图3 香精添加量对纳米香精粒径大小的影响

由图3不难发现，随着香精浓度的增大，纳米香精平均粒径呈现出先缓慢减小，而香精添加量超过0.5%时，平均粒径又急剧增大。其中香精添加量为0.45%时，纳米香精平均粒径最小（127 nm），粒径分布如图4。

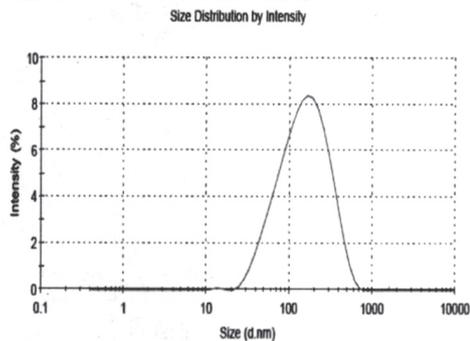


图4 纳米甜橙香精的粒径分布图

此外，通过紫外分光光度仪分析计算了纳米甜橙香精的包埋率为34.8%，用扫描电镜观测喷雾干燥后香精粉末的粒径分布与形态如图5所示：

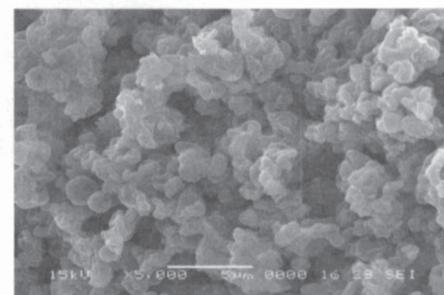


图5 喷雾干燥后香精粉末形态

从图5看出，喷雾干燥后香精粉末的粒径在1 μm左右，颗粒之间团聚现象较为严重，导致粒径增大。

2.4 不同因素对纳米香精性能的影响

2.4.1 温度对纳米香精香气品质影响

分别将纳米甜橙香精和普通香精溶液进行加热实验，结果如表2所示：

表2 不同加热温度下两种溶液的热损耗率

加热方式	普通甜橙香精溶液		纳米甜橙香精溶液	
	吸光度 A	热损耗率 /%	吸光度 A	热损耗率 /%
85 min 加热30	0.724	60.6	0.776	35
100 min 加热30	0.619	66.2	0.772	35.3
120 min 加热30	0.609	66.7	0.567	52.7

由表2可看出,在85~100 时普通甜橙香精溶液的香气损耗都在60%以上,而纳米甜橙香精溶液的香气损耗只有35%,因此纳米甜橙香精具有更好的热稳定性。

此外,通过感官评定发现在85~100 以上时,普通甜橙香精的香气强度明显减弱,香气质量发生变化;而纳米甜橙香精的香气强度无明显变化,且整体香气质量较好。

#### 2.4.2 时间对纳米香精留香效果的影响

表3描述了纳米香精和普通香精在放置不同时间(1 d~4 d)后,香气损耗率的变化情况。

表3 两种溶液的留香损耗率

天数	普通甜橙香精溶液			纳米甜橙香精溶液		
	吸光度 A	持香损耗率 /%	平均持香损耗率 /%	吸光度 A	持香损耗率 /%	平均持香损耗率 /%
1	0.823	55.1	59.1	0.992	16.8	27.4
2	0.793	56.7		0.876	26.6	
3	0.736	59.8		0.839	29.7	
4	0.645	64.8		0.757	36.5	

从表3可看出,纳米甜橙香精具有良好的留香性能,在自然光条件下放置4 d,纳米香精香气损耗仅为27.4%,而普通香精香气损耗为59.1%,其主要是因为甜橙香精中含有大量的萜类成分,这种成分在光和热的作用下,容易氧化变质。

### 3 结论

3.1 在三聚磷酸钠浓度0.075%,壳聚糖浓度0.15%,冰醋酸浓度0.26%,香精添加量0.45%,转速300 r/min的条件下,所制得的纳米甜橙香精平均粒径为127 nm,包埋率为34.8%。

3.2 纳米甜橙香精具有良好的热敏性和缓释性,在85~100 时香气损耗只有35%,在自然光条件下放置4 d,香气损耗仅为27.4%。

#### 参考文献

- [1] 尤新. 世界食品添加剂市场发展趋势浅析. 中国食品添加剂[J]. 2006, 5: 43-45.
- [2] 孙宝国. 肉味香精技术进展[J]. 食品科学, 2004(10): 339.
- [3] Lee WonMok. Microcapsule containing phase change material and article having same[P]. WO 02/0533702002.

## 信息

### 2008中国糖果节组织工作现已全面开展

2007中国糖果节在2007年8月23日于广州锦汉展览中心圆满落幕,此次展会共有国内外149家企业参加展出,折合标准摊位200多个,吸引国内外采购商4234人参加。2007中国糖果节在国际合作、展会招商、宣传推广、展会服务等各方面均有提升,所以参展商参展效果良好,对2007中国糖果节各项工作都颇为满意,展会刚结束,上海赛达铝箔包装材料有限公司等近十家往届参展商已率先预定2008中国糖果节展位。

组委会应参展商及专业观众建议,在2008中国糖果节增加开设了饼干、蜜饯、糕点、果脯、果冻、炒货、坚果、膨化食品及薯类食品、风味卤制食品与其他休闲食品的展品范围。这就为采购商带来一站式的休闲食品采购服务,扩大了参展商品的应用范畴,改变以往展会产品单一的局面。第三届中国糖果节与今年举办时间一样,地点也没有发生变化(广州锦汉展览中心)。

在今年成功举办的基础上,2008年在展会期间继续举办中国巧克力高峰论坛,同时在展览会现场将设置“巧克力嘉年华”展示区,以国家为主题的形式展示各国巧克力魅力。另外,将在展会期间开设更多的免费糖果新产品开发技术研讨会和市场研讨会,以充实活动内容,吸引更多的专业人士参与。

2008年饼干将成为新的焦点,将饼干及休闲食品列入主题,是主办单位在2008年新的变化,也是主办单位对饼干行业的重视。

[4] STEFANOL, ANDREAS V, RITA M, et al. Scanning force microscopy investigation of polyelectrolyte nano and microcapsule wall texture[J]. Langmuir, 2000, 169: 4050-4083.

[5] SUCHAT WATNASIRICHAIKUL, NIGEL M DAVIES, THOMAS RADES, et al. Preparation of biodegradable insulin nanocapsules from biocompatible microemulsions[J]. PharmRes, 2000, 176: 684-689.

[6] UGO BILATI, ERIC ALL é MANN, ERIC DOELKER. Sonication parameters for the preparation of biodegradable nanocapsules of controlled size by the double emulsion method[J]. Pharmaceutical Development and Technology, 2003, 81: 1-9.