

DOI:10.13364/j.issn.1672-6510.20220170

自发乳化法制备生姜精油乳液及其特性研究

王丽霞¹, 李 格¹, 汤宇琪¹, 黄玉婷¹, 何冀贤¹, 李洪清²

(1. 天津科技大学食品科学与工程学院, 天津 300457; 2. 嗡嗡蛙电子商务唐山有限公司, 唐山 063000)

摘要: 以生姜精油和玉米油为油相,通过自发乳化法制备生姜精油乳液.通过单因素实验和响应面法优化,生姜精油乳液最佳的制备工艺条件为:复配乳化剂添加量 6.75%,生姜精油和玉米油的体积比 1:4.35,油水的体积比 1:8.33,单甘酯和吐温-20 的质量比 5:4.在最佳制备工艺条件下,所制得的样品乳化稳定系数可以达到 $(35.48 \pm 0.69)\%$.对生姜精油乳液的理化性质进行研究,结果表明生姜精油和玉米油为油相乳液的稳定性高于其他组合乳液的稳定性.

关键词: 生姜精油乳液; 自发乳化法; 稳定性

中图分类号: TS202.3

文献标志码: A

文章编号: 1672-6510(2023)03-0001-08

Preparation of Ginger Essential Oil Emulsion Through Spontaneous Emulsification and Its Characteristics

WANG Lixia¹, LI Ge¹, TANG Yuqi¹, HUANG Yuting¹, HE Jixian¹, LI Hongqing²

(1. College of Food Science and Engineering, Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300457, China;

2. Ongongwa E-commerce Tangshan Co., Tangshan 063000, China)

Abstract: Ginger essential oil and corn oil were used as oil phases to prepare ginger essential oil emulsion by spontaneous emulsification. On the basis of single factor and response surface experiments, the best preparation conditions of ginger essential oil emulsion were: the added amount of compound emulsifier was 6.75%, the volume ratio of ginger essential oil and corn oil were 1:4.35, the oil-water ratio was 1:8.33, and the mass ratio of monoglyceride and Tween-20 was 5:4. Under these best preparation conditions, the emulsion stability coefficient of the prepared sample could reach $(35.48 \pm 0.69)\%$. By studying physicochemical properties of ginger essential oil emulsion, it was found that the emulsion stability of ginger essential oil and corn oil was higher than that of other combined emulsions.

Key words: ginger essential oil emulsion; spontaneous emulsification; stability

生姜(*Zingiber officinale* Roscoe)是多年生草本植物,属药食同源植物,具有解表散寒、温中止呕、温肺止咳、解毒的功效,在食品行业中常用作香辛料和调味剂.生姜精油是通过水汽蒸馏、超声萃取或其他方法从生姜的根、茎中提取出来的一类可流动的油性成分,水溶性极低,但极易溶于有机溶剂^[1-2].玉米油的色泽淡黄,质地透明,气味较为清淡,含有十分丰富的不饱和脂肪酸和维生素 E,并且本身不含有胆固醇,对老年性疾病如动脉硬化、糖尿病和心脏疾病等具有积极的防治作用.

目前,乳化精油常用的方法是高压均质化^[3]、微流化^[4]和超声处理^[5].还有一些低能耗的乳化方法,包括反向乳化^[6]、自发乳化^[7]和相转变温度^[8].自发乳化是形成纳米级颗粒的一种广泛使用的技术,是指在连续搅拌的条件下,将油滴滴入含有乳化剂的水中进行乳化,基于有机相、表面活性剂和水相的混合^[9],表面活性剂分子从有机相向水相迁移,形成水包油体系,可制得细小乳液^[10].

乳液是以液滴形式分散在另一种液体中的不混溶液体的分散体,但由于各种物理化学机制,液滴会

收稿日期: 2022-07-05; 修回日期: 2022-10-21

基金项目: 企业横向项目(2020120021000595)

作者简介: 王丽霞(1966—),女,河北邯郸人,研究员, lixiawangtust@163.com

随着时间的流逝而破裂^[11]. 乳化剂的种类一般分为小分子表面活性剂、磷脂、蛋白质和多糖类表面活性剂. 表面活性剂用于吸附在脂质和水相之间的界面上, 以降低界面张力, 从而稳定乳液. 两种不同乳化剂组合形成的乳液可能与单独使用任何一种乳化剂形成的乳液的液滴大小和乳液稳定性不同. Yildirim 等^[12]采用不同乳化方法制备肉桂油纳米乳液, 研究不同制备方法对液滴粒径分布和稳定性的影响. Hashtjin 等^[13]采用超声乳化技术制备粒径分布均匀的橘皮精油纳米乳液, 研究超声时间、振幅和加工温度对其流变特性和稳定性的影响.

本研究采用自发乳化法, 以生姜精油为原料, 玉米油为载体油, 选用单甘酯和吐温-20 作为表面活性剂制备精油乳液, 对乳液的特性和稳定性进行分析, 为生姜精油在医药和化妆品工业领域的应用提供理论基础.

1 材料与方法

1.1 原料与试剂

生姜精油, 实验室自制; 玉米油购于华润万家超市; 吐温-20、单脂肪酸甘油酯(单甘酯)、卵磷脂、辛烯基琥珀酸淀粉钠(SSOS)、阿拉伯胶、冰乙酸、硫代硫酸钠、淀粉指示剂和三氯甲烷, 分析纯, 天津市江天化工技术股份有限公司.

1.2 仪器与设备

DFG801 型电热鼓风干燥箱, 湖北省黄石市医疗器械厂; TG16-WS 型台式高速离心机, 山东博科生物产业有限公司; HJ-6A 型数显恒温多头磁力搅拌器, 上海易友仪器有限公司; Bettersize 2600 型激光粒度分布仪, 丹东百特仪器有限公司; Turbiscan Lab 型分散体系稳定性分析仪, 法国 Formulaction 公司; MARS 60 型动态流变仪, 德国 HAAKE(哈克)公司; XSP-35-1600X 型光学显微镜, 凤凰光学股份有限公司; Phoneix-150 型动态接触角测量仪, 韩国 SEO 公司.

1.3 生姜精油乳液的制备

生姜精油乳液的制备方法参考 Komaiko 等^[14]的方法. 将生姜精油(GEO)和玉米油(CO)混合, 用磁力搅拌器密封搅拌 5 min; 然后将复配乳化剂加入油混合物中, 充分搅拌 15 min. 用 5 mL 针管吸出含有复配乳化剂的油混合物, 以 2 mL/min 滴入搅拌的去离子水中, 以 900 r/min 的速度过夜搅拌, 使油滴充分分散到水相中, 得到生姜精油乳液.

1.4 乳化剂的筛选

固定生姜精油和玉米油的体积比、复配乳化剂添加量和油水体积比, 精确称取适量的乳化剂, 将其加入油相中, 乳化剂添加量为 5%, 混合比例为 1:1, 并按照 1.3 节的方法制备生姜精油乳液, 在室温下静置 7 d 观察, 记录并计算乳层析指数.

1.5 乳化稳定系数的计算

乳化稳定系数的测定参考 Taha 等^[15]的方法. 取 15 mL 新制备的生姜精油乳液置于离心管中, 高度为 h_0 , 转移乳液过程中尽量避免挂壁和产生气泡, 3 000 r/min 离心 15 min, 测量乳液的下层清液高度 h_1 , 按照式(1)计算乳化稳定系数.

$$\text{乳化稳定系数} = (1 - h_1/h_0) \times 100\% \quad (1)$$

1.6 生姜精油乳液制备的条件优化

分别进行生姜精油和玉米油体积比、复配乳化剂添加量、油水体积比、单甘酯与吐温-20 质量比的单因素实验, 考察不同因素对生姜精油乳液的乳化稳定系数的影响.

根据单因素实验结果, 采用 Design-Expert 8.0.6 设计生姜精油乳液配方的响应面实验并分析.

1.7 生姜精油乳液的特性

1.7.1 生姜精油乳液液滴外观轮廓及粒径的测定

取新制备的生姜精油乳液并稀释 10 倍, 将生姜精油乳液滴到载玻片上, 调整亮度, 选取 10 倍目镜, 分别在 40 倍和 100 倍的物镜下, 观察生姜精油乳液滴的外观轮廓. 通过 Bettersize 2600 型激光粒度分布仪进行生姜精油乳液的平均粒径测量分析. 遮光率为 5%, 转速为 800 r/min, 将待测样品滴入进样池中, 确定粒径范围和比表面积.

1.7.2 生姜精油乳液静态稳定性的测定

静态稳定性的测定参考李艳如等^[16]的方法, 吸取 20 mL 新制备的生姜精油乳液并转移到平底螺旋顶管中, 样品液面尽量保持平整, 避免出现气泡. 放入预热 30 min 的仪器中, 测试温度为 25 °C, 测试时间为 4 h, 时间间隔 30 min, 扫描 9 次, 采集数据并用 Turbiscan Easysoft 软件进行数据分析.

1.7.3 生姜精油乳液流变性质的测定

通过旋转流变仪测定生姜精油乳液黏度随剪切速率的变化. 将新制备的生姜精油乳液 1 mL 置于平台上, 选用 35 mm 的平板, 测量间距为 1 mm, 在 25 °C 条件下、0.1 ~ 100 s⁻¹ 范围内进行动态流变测量.

1.7.4 生姜精油乳液表面张力的测定

生姜精油乳液表面张力的测定参考章雨桐^[17]的

方法,采用视频光学接触角测量仪测定吸附到油-水界面的乳化剂的表面张力.将针尖浸入装有样品的玻璃槽中,吸取少量乳化剂溶液置于注射器中,检测样品表面张力随吸附时间的变化.

1.7.5 生姜精油乳液乳层析指数的测定

生姜精油乳液乳层析指数的测定参考朱瑞瑜等^[18]的方法.将新制备的生姜精油乳液置于10 mL玻璃瓶中,在室温下密闭放置7 d,测量乳液总高度 h_1 和下层清液高度(h_2).按照式(2)计算乳层析指数.

$$\text{乳层析指数} = \frac{h_2}{h_1} \times 100\% \quad (2)$$

1.7.6 生姜精油过氧化值的测定

称取样品3 g(精确至0.001 g),置于250 mL的碘量瓶中,加入30 mL三氯甲烷-冰乙酸混合液,轻轻振摇使样品完全溶解.准确加入1.00 mL饱和碘化钾溶液,轻轻振摇0.5 min,放置暗处3 min;加入100 mL水,摇匀后立即用0.002 mol/L硫代硫酸钠标准溶液滴定,滴定至淡黄色时加入0.01 mol/L淀粉指示剂,继续滴定并快速搅拌至蓝色消失,一式3份.过氧化值按照式(3)计算.

$$X = \frac{(V - V_0) \times c}{2 \times m} \times 1000 \quad (3)$$

式中: X 为过氧化值,mmol/kg; V 为样品消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积,mL; V_0 为空白实验消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积,mL; c 为硫代硫酸钠标准溶液的浓度,mol/L; m 为样品质量,g;1000为换算系数.

1.7.7 生姜精油乳液储藏稳定性

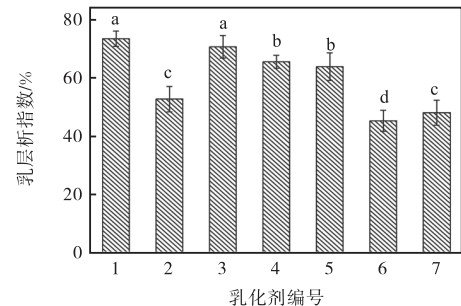
将新制备的生姜精油乳液置于15 mL离心管中,再分别置于不同温度的环境中储藏,每隔7 d依据1.7.1节的方法测生姜精油乳液的平均粒径,持续观察28 d,计算乳化稳定系数.

2 结果与分析

2.1 乳化剂的筛选

乳化剂种类对生姜精油乳液乳层析指数的影响如图1所示,其中不同字母表示组间差异显著($P < 0.05$).由图1可知:样品6的乳层析指数最低,为45.36%.这可能是由于两种乳化剂亲水亲油性差别很大,当其吸附到油-水界面时,形成由乳化剂的随机分布组成的二维可混溶系统^[19].因此,选择单甘酯

和吐温-20进行复配.



1. SSOS; 2. 单甘酯; 3. SSOS和吐温-20; 4. SSOS和单甘酯; 5. SSOS和卵磷脂; 6. 单甘酯和吐温-20; 7. 卵磷脂和吐温-20

图1 乳化剂种类对生姜精油乳液乳层析指数的影响
Fig. 1 Effects of emulsifier type on the stratification index of ginger essential oil emulsion

2.2 生姜精油乳液制备的条件优化

2.2.1 单因素实验

复配乳化剂添加量、生姜精油与玉米油体积比、油水体积比、单甘酯与吐温-20质量比对乳化稳定系数的影响如图2所示.由图2可知:分别在生姜精油和玉米油体积比为1:5、复配乳化剂添加量为6%、油水体积比为1:9、单甘酯和吐温-20的质量比为1:1时得到最佳乳化稳定系数.

2.2.2 响应面实验

在单因素实验结果的基础上,选择复配乳化剂添加量(A)、生姜精油和玉米油体积比(B)、油水体积比(C)、单甘酯与吐温-20的质量比(D)为自变量,乳化稳定系数(Y)作为响应变量.响应面实验设计与结果见表1,方差分析见表2.

通过多元回归分析,得二次多项回归拟合方程为

$$Y = 26.06 + 2.13A + 0.76B + 0.55C + 1.33D - 0.90AB + 0.72AC + 0.31AD + 0.42BC + 0.98BD - 0.35CD - 4.23A^2 - 0.22B^2 - 0.72C^2 - 0.069D^2$$

表2显示了拟合方程的单向方差分析(ANOVA). $R^2 = 0.9122 > 0.900$, $P < 0.0001$,且失拟项不显著,说明模型具有极高的显著性,拟合性较好.在模型中,线性参数 A 和 D 极显著($P < 0.01$), B 显著($P < 0.05$), C 不显著($P > 0.05$).交互作用参数 AB 、 AC 、 AD 、 BC 、 BD 和 CD 均不显著($P > 0.05$),说明4个自变量中任意两个的交互作用均不显著.由 F 值可以得出,影响生姜精油乳液乳化稳定系数的贡献值大小顺序为 $A > D > B > C$,即复配乳化剂添加量 $>$ 单甘酯与吐温-20的质量比 $>$ 生姜精油与玉米油的体积比 $>$ 油水体积比.

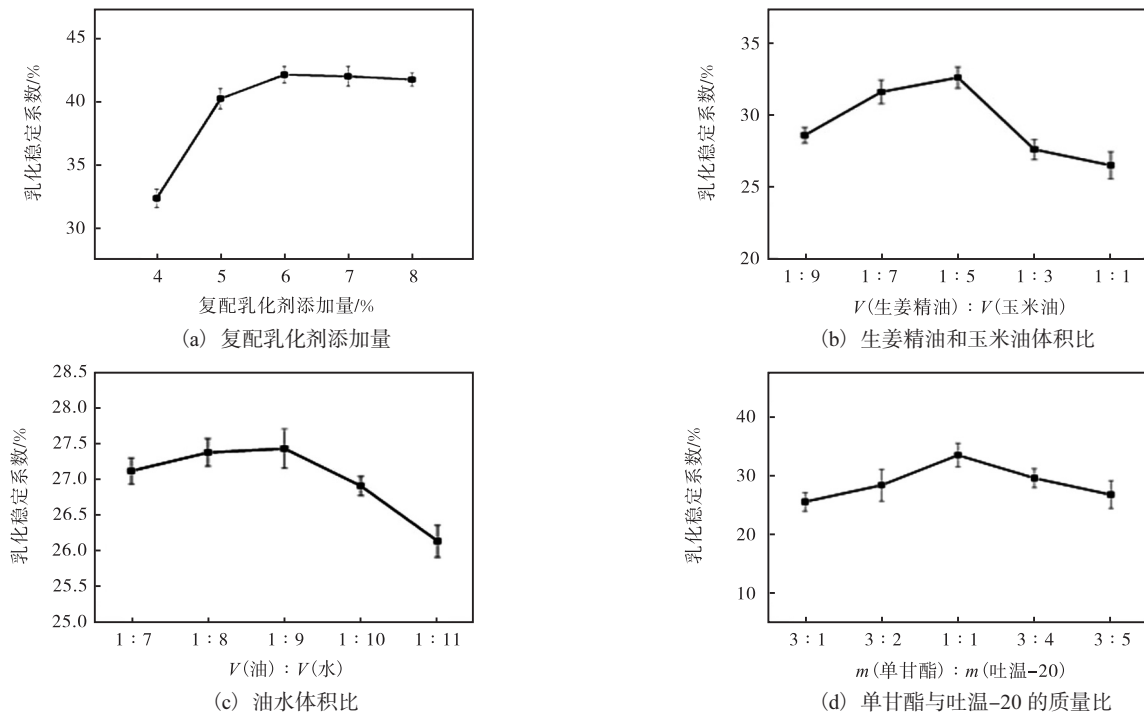


图2 复配乳化剂添加量、生姜精油和玉米油体积比、油水体积比、单甘酯与吐温-20的质量比对乳化稳定系数的影响

Fig. 2 Effects of amount of added compound emulsifier, volume ratio of ginger essential oil and coil oil, oil-water ratio, and mass ratio of monoglyceride and Tween-20 on emulsion stability coefficient

表1 响应面实验设计与结果

Tab. 1 Design and results of response surface experiment

实验号	A/%	B	C	D	Y/%
1	5	1:5	1:9	3:4	18.7963
2	6	1:5	1:10	3:4	22.1739
3	7	1:6	1:9	1:1	24.1578
4	7	1:5	1:10	1:1	23.5417
5	6	1:6	1:10	1:1	23.2292
6	7	1:5	1:8	1:1	25.3176
7	6	1:4	1:9	3:4	25.3615
8	6	1:6	1:9	3:4	25.3125
9	6	1:5	1:9	1:1	28.1591
10	6	1:5	1:8	3:4	24.3979
11	6	1:5	1:8	5:4	27.1961
12	6	1:5	1:10	5:4	26.3535
13	6	1:4	1:8	1:1	26.8915
14	6	1:6	1:8	1:1	23.8147
15	6	1:5	1:9	1:1	26.1616
16	6	1:6	1:9	5:4	25.6250
17	5	1:5	1:8	1:1	18.6458
18	7	1:5	1:9	3:4	21.5789
19	5	1:6	1:9	1:1	18.2328
20	5	1:5	1:9	5:4	20.3579
21	6	1:5	1:9	1:1	24.5263
22	6	1:5	1:9	1:1	24.7368
23	6	1:4	1:10	1:1	24.6237
24	7	1:5	1:9	5:4	24.3978
25	5	1:5	1:10	1:1	19.7620
26	6	1:5	1:9	1:1	26.7010
27	7	1:4	1:9	1:1	22.6875
28	6	1:4	1:9	5:4	29.5990
29	5	1:4	1:9	1:1	20.3794

表2 方差分析

Tab. 2 Variance analysis

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	P>F
模型	217.98	14	15.57	10.39	<0.0001
A	54.22	1	54.22	36.17	<0.0001
B	7.01	1	7.01	4.68	0.0484
C	3.61	1	3.61	2.41	0.1431
D	21.09	1	21.09	14.07	0.0021
AB	3.27	1	3.27	2.18	0.1618
AC	2.09	1	2.09	1.40	0.2572
AD	0.40	1	0.40	0.26	0.6156
BC	0.71	1	0.71	0.47	0.5033
BD	3.85	1	3.85	2.57	0.1313
CD	0.48	1	0.48	0.32	0.5816
A ²	116.13	1	116.13	77.48	<0.0001
B ²	0.33	1	0.33	0.22	0.6485
C ²	3.36	1	3.36	2.24	0.1565
D ²	0.031	1	0.031	0.021	0.8872
残差	20.98	14	1.50		
失拟项	12.05	10	1.21	0.54	0.8044
纯误差	8.930	4	2.233		
总离差	238.96	28	CV%	5.13	
R ²	0.9122		R ² _{Adj}	0.8244	

注: P<0.05 表示差异显著, P<0.01 表示差异极显著

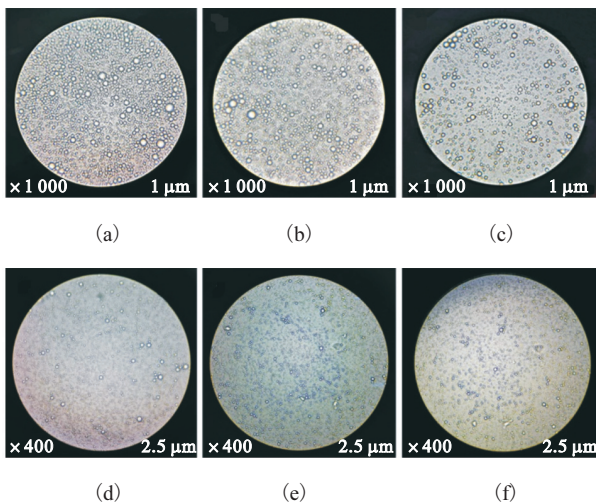
经过响应面优化,生姜精油乳液最佳制备工艺条件为:复配乳化剂添加量 6.85%、生姜精油和玉米油的体积比 1:4.35、油水体积比 1:8.33、单甘酯和吐温-20 的质量比 5:4,经过验证实验,生姜精油乳液

的乳化稳定系数为 $(35.48 \pm 0.69)\%$ 。

2.3 生姜精油乳液的特性

2.3.1 生姜精油乳液液滴的微观轮廓及粒径参数

生姜精油乳液液滴的光学显微镜图如图 3 所示。从图 3(a)—图 3(c)中可以清晰地看到在乳化剂包裹下的液滴轮廓,液滴的密度依次为顶部>中部>底部,可能因重力的影响,液滴出现上浮的现象。乳液各部位的尺寸均一但个别液滴出现絮凝现象,液滴的轮廓均在疏水作用下呈现出均匀的球体,未出现明显的液滴破裂。从图 3(d)—图 3(f)可以看出,液滴在乳液的各个部位分散均匀,说明乳液的聚结稳定性良好。但是,在图 3(e)和图 3(f)中观察到白色不规则聚集物。



注:a,b,c 分别为 1000 倍乳液上、中、下层;d,e,f 分别为 400 倍乳液上、中、下层

图 3 生姜精油乳液液滴的光学显微镜图

Fig. 3 Optical microscopy of ginger essential oil emulsion drops

生姜精油乳液粒径参数和比表面积见表 3。由表 3 可知:加入玉米油的生姜精油乳液与不加的相比,比表面积下降, D_{50} 和 $D_{(4,3)}$ 均显著降低 ($P < 0.05$)。

表 3 生姜精油乳液粒径参数和比表面积

Tab. 3 Particle size parameters and specific surface area of ginger essential oil emulsion

样品	比表面积/ $(\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1})$	$D_{50}/\mu\text{m}$	$D_{(4,3)}/\mu\text{m}$
GEO	2.53 ± 0.01^a	1.42 ± 0.01^a	1.87 ± 0.01^a
GEO + CO	2.48 ± 0.01^a	1.29 ± 0.04^b	1.36 ± 0.02^b

注:不同字母表示组间差异显著 ($P < 0.05$)

生姜精油乳液的粒径分布如图 4 所示。当油相为生姜精油和玉米油时,乳液粒径分布范围较窄且集中分布,而未加入玉米油的乳液粒径分布较宽,粒径分布区间增大,并呈现多峰状态。这表明玉米油作为

载体油对生姜精油具有分散的效果,并形成均一液滴。

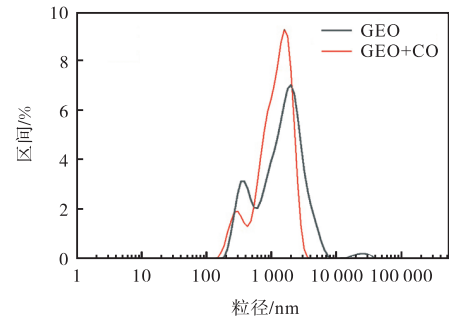


图 4 生姜精油乳液粒径分布

Fig. 4 Particle size distribution of ginger essential oil emulsion

2.3.2 生姜精油乳液表面张力

生姜精油乳液表面张力随时间的变化曲线如图 5 所示。由图 5 可知:油相为生姜精油的乳液初始表面张力为 14.54 mN/m ,并以非常平缓的趋势降低;油相中加入玉米油的乳液初始表面张力较高,为 20.29 mN/m ,在 20 min 后趋于稳定。加入玉米油的油滴,分子体积大,使得乳化剂在吸附过程中受到空间位阻的影响,随着时间的延长,表面张力逐渐降低,最终低于纯生姜精油的表面张力。

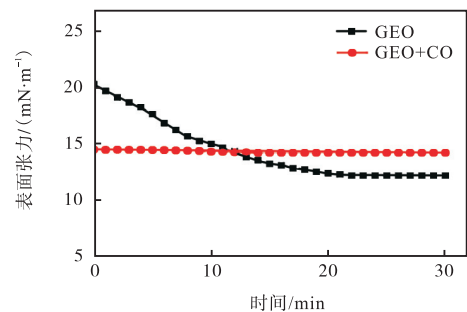


图 5 生姜精油乳液表面张力随时间的变化曲线

Fig. 5 Variation curve of interfacial tension of ginger essential oil emulsion with time

2.3.3 生姜精油乳液稳定性分析

生姜精油乳液稳定性分析如图 6 所示。由图 6 可见,经过相同时间的静态扫描后,两种乳液的动力学不稳定性系数 (TSI) 都随着时间的延长逐渐上升。但是油相为单一生姜精油制备的生姜精油乳液的 TSI 值整体高于以生姜精油和玉米油为油相的乳液,说明前者稳定性较差。这表明玉米油作为载体油对生姜精油乳液稳定性有提高作用。

生姜精油乳液峰厚度随时间的变化曲线如图 7 所示。由图 7 可知:两个样品都在测试开始 1 h 后出现分层现象,但是油相为纯生姜精油的乳液曲线增长

趋势明显优于油相为生姜精油和玉米油的乳液. 在 3.5 h 出现的突起, 说明乳液液滴发生凝絮聚结的现象, 使分层厚度出现高于趋势的变化. 油相中加入玉米油的乳液, 降低了油滴的迁移速率, 乳液整体呈现一个相对稳定的状态.

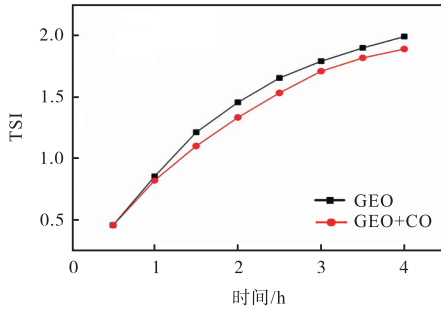


图6 生姜精油乳液稳定性分析

Fig. 6 Stability analysis of ginger essential oil emulsion

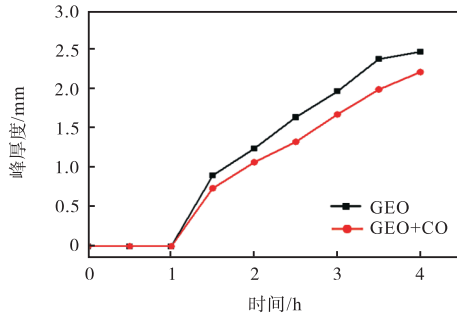


图7 生姜精油乳液的峰厚度随时间的变化曲线

Fig. 7 Variation curve of peak thickness of ginger essential oil emulsion with time

生姜精油乳液光子自由程随时间的变化曲线如图8所示. 由图8可知, 光子自由程在油相为纯生姜精油、油相为生姜精油和玉米油的样品的中部变化幅度起伏不明显. 位于顶部的光子自由程变化明显, 油相为纯生姜精油的乳液光子自由程从 632.56 μm 降低到 531.30 μm , 而油相为生姜精油和玉米油的样品则从 621.83 μm 降低到 547.60 μm , 以纯生姜精油为油相制备的乳液变化幅度最大.

生姜精油乳液粒径随时间的变化曲线如图9所示. 由图9可知: 以生姜精油为油相的样品中部的液滴粒径随时间略微增加而位于顶部的液滴粒径则随时间明显下降, 粒径从 4.6686 μm 降低到 3.7571 μm . 以生姜精油和玉米油为油相的样品中部的液滴粒径随时间略微增长, 增幅为 0.2086 μm . 油相为纯生姜精油和油相为生姜精油和玉米油的样品位于样品顶部的液滴粒径变化趋势相似, 在制备 2 h 内, 粒径从 4.5918 μm 降低到 3.8426 μm , 之后趋势

平缓. 由此得出, 以生姜精油和玉米油为油相的乳液相对于以纯生姜精油为油相的乳液在维持液滴粒径方面有更好的效果, 说明其稳定性优于后者.

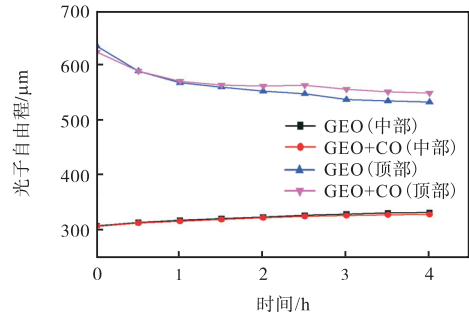


图8 生姜精油乳液光子自由程随时间的变化曲线

Fig. 8 Variation curve of photon free path of ginger essential oil emulsion with time

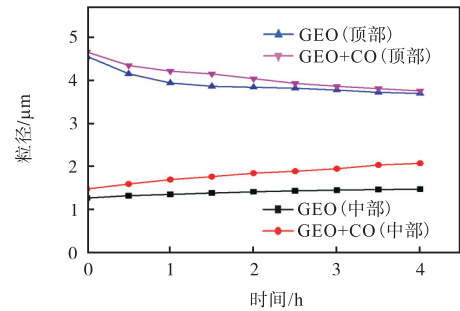


图9 生姜精油乳液粒径随时间的变化曲线

Fig. 9 Variation curve of particle size of ginger essential oil emulsion with time

2.3.4 生姜精油乳液流变特性

生姜精油乳液流变特性分析如图10所示.

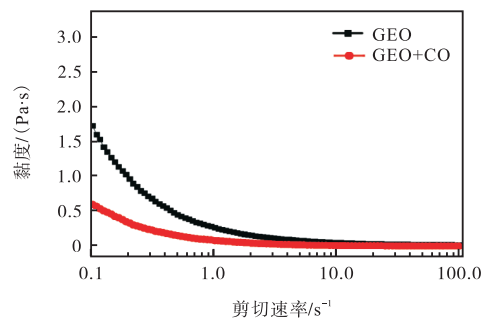


图10 生姜精油乳液流变特性分析

Fig. 10 Rheological properties of ginger essential oil emulsion

由图10可知: 两种样品的黏度均随着剪切速率的增大而减小. 仅含有生姜精油的乳液具有较高的黏度, 这意味着它有可能形成浓厚的质地. 以生姜精油和玉米油为油相的样品, 其黏度低于以生姜精油为油相的样品, 说明该样品有较好的流动性, 能够降低

浓厚的质地,并改善了乳液本身的流变特性。

2.3.5 生姜精油乳液过氧化值的测定

生姜精油乳液过氧化值的变化曲线如图 11 所示。由图 11 可知:在 3 个温度环境下,随着储藏时间的延长,生姜精油乳液过氧化值均呈现增大趋势。与 25 °C 和 50 °C 相比,4 °C 储藏条件下的过氧化值未发生明显变化,从 2.321 7 mmol/kg 增加到 3.328 2 mmol/kg。低温条件降低了乳液中油滴的热分子运动,减少了与氧气的接触,使下层乳液的氧化程度降低。这表明在低温环境下能更好地储存乳液,降低其氧化程度。

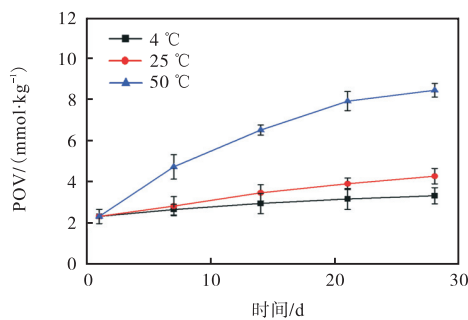


图 11 生姜精油乳液过氧化值的变化曲线

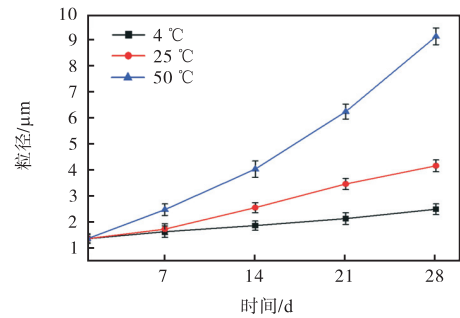
Fig. 11 Curve of peroxide value of ginger essential oil emulsion

2.3.6 温度对生姜精油乳液稳定性的影响

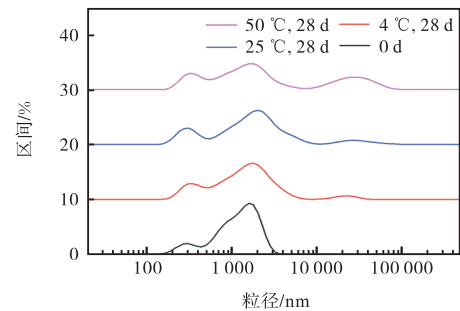
温度对生姜精油乳液平均粒径和粒径分布的影响如图 12 所示。由图 12(a)可知:随着时间的延长,每组均出现液滴粒径增长的趋势,但 3 个条件之间粒径的增长趋势差异显著($P < 0.05$)。在 4 °C 条件下,液滴的粒径变化小,粒径从初始的 $(1.357 \pm 0.162) \mu\text{m}$ 增长到 $(2.486 \pm 0.204) \mu\text{m}$,说明整个乳液体系稳定性良好,油-水界面的界面压力、界面结构和界面组成未发生明显变化。由图 12(b)可知,生姜精油乳液在所有条件下都呈现三峰分布,在储存 28 d 后都出现不同程度的右移,位于 $1.5 \mu\text{m}$ 的主峰峰值都出现不同程度的降低。在 4 °C 条件下储藏 28 d,主峰峰值降低,位于 $2 \mu\text{m}$ 处偏峰的峰值出现轻微增长,说明乳液中部分液滴出现聚集现象,但是乳液的总体分布未发生明显的变化,表明乳液的稳定性良好。

温度对生姜精油乳液乳化稳定系数的影响如图 13 所示,其中不同小写字母表示组间差异显著($P < 0.05$),不同大写字母表示组间差异极显著($P < 0.01$)。由图 13 可知:在 4 °C、25 °C 和 50 °C 储藏条件下,随着储藏时间的延长,生姜精油乳液的乳化稳定系数均逐渐降低,最终的乳化稳定系数表现为温度越

低,乳化稳定系数越大。在 4 °C 环境下,液滴间的热运动降低,多层乳化剂包被的油滴显示出较强的聚结稳定性,也使得液滴之间的疏水作用与空间排斥的相互作用处于相对平衡的状态,提高了其絮凝稳定性,使得生姜精油乳液的分层情况有所改善。这说明低温可以改善乳液的分层情况并提高乳液的储藏稳定性。



(a) 平均粒径



(b) 粒径分布

图 12 温度对生姜精油乳液平均粒径和粒径分布的影响
Fig. 12 Effects of temperature on the average particle size and particle size distribution of ginger essential oil emulsion

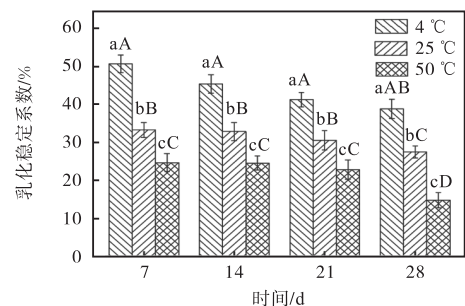


图 13 温度对生姜精油乳液乳化稳定系数的影响
Fig. 13 Effects of temperature on the stratification index of ginger essential oil emulsion

3 结论

基于本实验室用超临界 CO_2 流体萃取技术制备

的生姜精油纯度较高,刺激性较强,故制备高水分含量乳化剂来降低生姜精油的刺激性,从而使乳液的体系更加稳定.通过单因素实验和响应面分析得出生姜精油乳液的最佳制备方案为:复配乳化剂添加量6.75%、生姜精油和玉米油的体积比为1:4.35、油水体积比为1:8.33、单甘酯和吐温-20的质量比为5:4,所制得样品的乳化稳定系数可以达到 $(35.48 \pm 0.69)\%$.

对所制备的生姜精油乳液进行特性研究,生姜精油和玉米油为油相的乳液的粒径分布范围较窄,流变特性显示生姜精油和玉米油为油相的乳液黏度较低,有较好的流动性.低温可以改善乳液的分层情况并提高乳液的储藏稳定性.本研究结果可以为生姜精油在医药和化妆品乳液的应用提供一定的理论基础.

参考文献:

- [1] BALDIN V P, SCODRO R B L, FERNANDEZ C M M, et al. Ginger essential oil and fractions against *Mycobacterium* spp.[J]. Journal of ethnopharmacology, 2019, 244: 112095.
- [2] ARGO B D, HERMANTO M B, ANDRIANI D W, et al. The effect of ginger oil extraction using microwave assisted hydro-distillation(MAHD) method on zingiberene content[J]. IOP Conference series: earth and environmental science, 2020, 542(1): 012002.
- [3] REN Z, CHEN Z, ZHANG Y, et al. Characteristics and rheological behavior of Pickering emulsions stabilized by tea water-insoluble protein nanoparticles via high-pressure homogenization[J]. International journal of biological macromolecules, 2020, 151: 247-256.
- [4] GE X, ZHAO H, WANG T, et al. Microfluidic technology for multiphase emulsions morphology adjustment and functional materials preparation[J]. Chinese journal of chemical engineering, 2016, 24(6): 677-692.
- [5] CHEN J, ZHANG X, XUE S, et al. Effects of ultrasound frequency mode on myofibrillar protein structure and emulsifying properties[J]. International journal of biological macromolecules, 2020, 163: 1768-1779.
- [6] 张敬辉,常松松,徐海,等. 反相微乳液制备纳米 SiO₂ 颗粒[J]. 化工新型材料, 2014, 42(11): 35-38.
- [7] LIEW S N, UTRA U, ALIAS A K, et al. Physical, morphological and antibacterial properties of lime essential oil nano-emulsions prepared via spontaneous emulsification method[J]. LWT, 2020, 128: 109388.
- [8] WANG B, LI E H, DU J J, et al. Effects of heat treatment conditions and Y-doping on structure and phase transition temperature of VO₂ powders[J]. Transactions of nonferrous metals society of China, 2020, 30(4): 1038-1045.
- [9] LI J, CHANG J W, SAENGER M, et al. Thymol nano-emulsions formed via spontaneous emulsification: physical and antimicrobial properties[J]. Food chemistry, 2017, 232: 191-197.
- [10] DING S, MUSTAFA B, ANTON N, et al. Production of lipophilic nanogels by spontaneous emulsification[J]. International journal of pharmaceutics, 2020, 585: 119481.
- [11] MCCLEMENTS D J, JAFARI S M. Improving emulsion formation, stability and performance using mixed emulsifiers: a review[J]. Advances in colloid and interface science, 2018, 251: 55-79.
- [12] YILDIRIM S T, OZTOP M H, SOYER Y. Cinnamon oil nano-emulsions by spontaneous emulsification: formulation, characterization and antimicrobial activity[J]. LWT, 2017, 84: 122-128.
- [13] HASHTJIN A M, ABBASI S. Nano-emulsification of orange peel essential oil using sonication and native gums [J]. Food hydrocolloids, 2015, 44: 40-48.
- [14] KOMAIKO J, MCCLEMENTS D J. Low-energy formation of edible nano-emulsions by spontaneous emulsification: factors influencing particle size[J]. Journal of food engineering, 2015, 146: 122-128.
- [15] TAHA A, AHMED E, HU T, et al. Effects of different ionic strengths on the physicochemical properties of plant and animal proteins-stabilized emulsions fabricated using ultrasound emulsification[J]. Ultrasonics sonochemistry, 2019, 58: 104627.
- [16] 李艳如,杨畅,季慧苹,等. 静态稳定性测试乳饮料稳定体系及预测模型建立[J]. 中国食品添加剂, 2020, 31(8): 108-114.
- [17] 章雨桐. 牛奶蛋白-三聚甘油酯纳米乳液的制备和稳定性研究[D]. 杭州:浙江工商大学, 2020.
- [18] 朱瑞瑜,吴迪,蔡成岗,等. 丁香花蕾精油乳液的制备及其抗菌作用的研究[J]. 科技通报, 2018, 34(4): 99-103.
- [19] 李玉娥,王晓闻,梁亚萍,等. 大豆分离蛋白凝胶的制备[J]. 粮食与油脂, 2019, 32(4): 53-55.
- [20] LEE L Y, CHIN N L, CHRISTENSEN E S, et al. Applications and effects of monoglycerides on frozen dessert stability[J]. LWT, 2018, 97: 508-515.

责任编辑: 郎婧