

# 茉莉精油 $\beta$ -环糊精包合物的结构指征\*

陆 宁 宛晓春

(安徽农业大学农业部茶叶生物化学与生物技术重点开放实验室,合肥,230036)

**摘 要** 对茉莉精油  $\beta$ -环糊精包合物进行鉴别。分别采用 X-射线衍射线、差示扫描量热法及扫描电镜对包合物的晶体结构、焓变及形状进行分析研究。X-射线衍射线法及差示扫描量热法均显示:茉莉精油  $\beta$ -环糊精包合物与两者的混合物以及  $\beta$ -环糊精的本身截然不同;扫描电镜显示出包合物结构完整,颗粒大小均匀。茉莉精油被  $\beta$ -环糊精包合后,呈现出与茉莉精油及  $\beta$ -环糊精均不相同的新的物相特征。

**关键词** 茉莉精油  $\beta$ -环糊精 包合物 结构指征

茉莉精油是由茉莉花中提取出的一种挥发油,是广泛应用于日用品、食品的一种香料,也是配制高级化妆品的上佳原料。由于茉莉花还具有催眠等作用,因此也可用于医药保健。但由于茉莉精油的挥发性较强,在贮存和使用过程中,不可避免地产生大量损失。为了提高其稳定性,并使液体香料粉末化,以便贮存和应用,本研究采用  $\beta$ -环糊精对茉莉精油进行了包合研究,并对包合物进行了相关物相分析。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

茉莉精油 购自广西桂林  $\beta$ -环糊精:市售,食品级。

### 1.2 试验仪器

磁力搅拌器:ML-902,国产;X-射线衍射仪 DX-1000,国产;差示扫描量热仪:Pyris,美国 PE 公司;扫描电子显微镜:XL-20,日本飞利浦扫描电子显微镜;真空干燥箱:DGZ20/4-I 型,国产。

### 1.3 $\beta$ -环糊精包合物的制备

将  $\beta$ -环糊精加入水中,搅拌溶解,制成  $\beta$ -环糊精的饱和溶液,在搅拌状态下,逐滴加入用乙醇溶解的茉莉精油,继续搅拌 2 h 后,置于冰箱内静置,次日经过滤,并用少量蒸馏水洗涤后,

40℃ 真空干燥即得包合物粉末产品。

### 1.4 包合物的 X-射线衍射分析

采用粉末 X-射线衍射仪,分别对  $\beta$ -环糊精固体壁材、固体壁材与茉莉精油心材的混合物及包合物进行晶体结构分析,操作条件如下:

起始角度 5° 终止角度 65° 扫描方式为连续扫描,扫描速度 0.03°/s;驱动方式  $\theta \sim 2\theta$  联动,管电压 35 kV,管电流 25 mA;发射狭缝 1°,散射狭缝 1°,接收狭缝 0.2 mm;采样时间 1 s,探测器为正比探测器。

### 1.5 包合物的差示扫描分析

采用 Pyris 差示扫描仪,分别对  $\beta$ -环糊精和包合物进行连续扫描。测定物质能量差(焓变)与温度间的相互关系。操作条件如下:

装样量 5.160 mg;温度范围 25~300℃;温度变化设定 20℃/min 程序升温。

### 1.6 包合物的扫描电镜分析

在 SME 样品台上贴上一层双面胶,将样品粉末撒于此双面胶上,轻轻吹去多余粉末,然后喷金 100Å,加速电压为 10~15 kV,扫描电子显微镜在不同视野时观察包合物颗粒。

## 2 结果与分析

### 2.1 包合物 X-射线衍射分析结果

将粉末状样品置于 X 光光路中并沿固定

第一作者:博士研究生,副教授(宛晓春为通讯作者)。

\* 安徽省自然科学基金资助项目(No.01041304)

收稿时间 2003-10-21 改回时间 2003-12-10

轴旋转时,固体颗粒呈无规则分散状态,在任何方向上都可能收集到符合布拉格方程的衍射X光。记录衍射角度 $2\theta$ 对光强度的信息,由公式 $2d\sin\theta=n\lambda$ 的关系可知:当入射角 $\theta$ 和入射X光波长 $\lambda$ 为已知时,可以求出晶体的晶面矩 $d$

值,因此由 $d$ 值作为物质晶体状态的表征信息,并对未知组成的晶体样品的结构和组成,可以给出定性的晶体结构分析结果。 $\beta$ -环糊精、 $\beta$ -环糊精与茉莉精油的混合物以及茉莉精油 $\beta$ -环糊精包合物的X-射线衍射结果如图1所示。

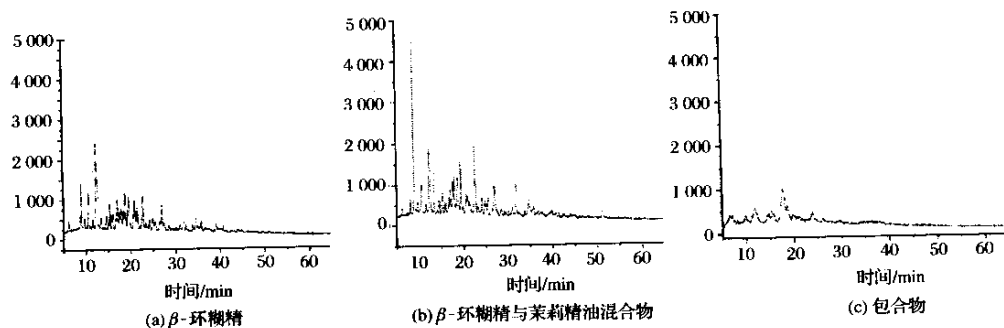


图1 X-射线粉末衍射图谱

从图1的X-射线粉末衍射结果中可清楚地看出,茉莉精油与 $\beta$ -环糊精的物理混合物的衍射图谱,与 $\beta$ -环糊精本身的衍射图谱类似,实际上混合物的衍射图谱为 $\beta$ -环糊精衍射图谱在某些位置上峰的叠加;而混合物与包合物在衍射峰的位置和强度上均有显著不同,且环糊精本身主要的各衍射峰在包合物中已不存在或衍射角( $2\theta$ )发生了明显改变。这一结果说明,当茉莉精油与 $\beta$ -环糊精形成包合物后,其晶体构形与 $\beta$ -环糊精本身相比,发生了显著变化,产生了新的构相。由此得出结论:包合物不是壁材和心材简单的物理混合,而是形成了一种不同于原壁材的新的物相,这就证明了包合物确已形成。

## 2.2 包合物差示分析结果

差示扫描量热法(differential scanning calorimetry, DSC)的本质是通过测定物质的焓变而反映物质有关性质的一项分析检测技术。物质的结构发生改变,其焓值也会发生相应的改变。

$\beta$ -环糊精、茉莉精油 $\beta$ -环糊精包合物的差示扫描结果如图2所示。从图2中可看出, $\beta$ -环糊精的DSC结果为:在 $121.78^{\circ}\text{C}$ 有一单峰,其 $\delta$ 值为 $186.64\text{ J/g}$ ,提示为单一物质组分;而包合物则分别在 $100.63^{\circ}\text{C}$ 和 $118.73^{\circ}\text{C}$ 存在2个峰,其 $\delta$ 值分别为 $185.72\text{ J/g}$ 和 $3.43\text{ J/g}$ ,提示出包合物中含有2个物质组分。这一结论与X-射线粉末衍射结果有很好的互证。

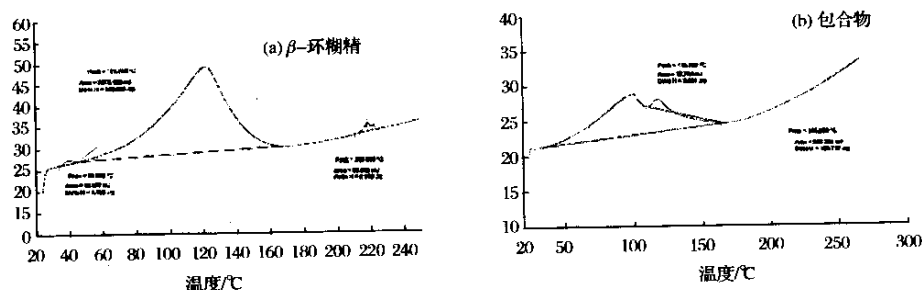


图2 差示扫描图谱

### 2.3 包合物扫描电镜结果

图 3 为包合物在不同视野下得到的扫描电

镜结果。从图 3 中可看出,微胶囊颗粒结构基本完整,并呈规则的圆形。



图 3 包合物扫描电镜图

### 2.4 分析与讨论

$\beta$ -环糊精分子是由 7 个葡萄糖糖分子以  $\alpha$ -1,4 糖苷键通过单元环状排列而构成的低聚糖,它具有特殊的环状中空筒状结构,可将大小适宜的疏水性物质嵌入其中,形成包合物,并以此构成新的物相体系。新物相的形成,对提高物质的稳定性、减缓挥发、改善溶解度、将液体物质固态化等方面具有重要的作用。由于包合物具有上述独特的优点,其应用领域正在日益扩大。

将茉莉精油进行  $\beta$ -环糊精分子包埋,可以减缓精油在贮存过程中的挥发损失,由于  $\beta$ -环糊精是属于安全的食品添加剂,可以应用于食品加工,因此可以考虑采用包合物的形式进行相关赋香。这正是本研究的意义所在。

### 参 考 文 献

- 1 Anon. Vast Range of Potential Use for Cyclodextrins [J]. Food Eng, 1987, 59(7): 36~39
- 2 Dian N L H M, Sudin N A, Yusoff M A. Characteristics of Microencapsulated Palm-based Oil as Affected by Type of Wall Material [J]. J Sci Food Agric, 1996 (70): 422~426
- 3 Szente L, Szejtli J. Olecular Encapsulation of Natural and Synthetic Coffee Flavor with  $\beta$ -Cyclodextrin [J]. J Food Sci, 1986, 51(4): 1024~1027
- 4 Reinceias G A. Carbohydrates for Flavor Encapsulation [J]. Food Tech, 1991, 45(3): 144~146
- 5 Popplewell M L, Black J M, Leslie M N. Encapsulation System for Flavor and Colors. Food Tech, 1995,

- 49(5): 76~79
- 6 Onwnlate C, Smith P W, Craig J C et al. Physical Properties of Encapsulated Spray-dried Milkfat [J]. J Food Sci, 1994, 59(2): 316~322
- 7 吕万良,屠锡德,曹文瑾等. 酮洛酚  $\beta$ -环糊精包合物的结构研究 [J]. 中国药科大学学报, 1998, 29(3): 176~178
- 8 Ficarra R. Study of  $\alpha$ -Blockers and  $\beta$ -Cyclodextrins Inclusion Complexes by NMR, DSE, X-ray and SEM Investigation [J]. J of Pharm and Biomedical Analysis, 2000, 23: 33~42
- 9 Zornoza A, Martin C, Sanchez M et al. Inclusion Complexation of Gliscentide with  $\alpha$ ,  $\beta$  and  $\gamma$ -Cyclodextrins [J]. J Int Pharm, 1998, 169: 239~244
- 10 Raymond P F, Thimmaiah K N, Wille L H. Evaluation of the Relative Effectiveness of Different Water Soluble  $\beta$ -Cyclodextrin Media to Function as Fluorescence Enhancement Agents [J]. J Anal Chem, 1991, 63(24): 2924~2933
- 11 Isaiah R Kopelman J, Talmon Y. SEM Study of Microencapsulation [J]. Food Sci, 1985, 50(1): 139~144
- 12 Zilberboim R, Kopelman I J, Talmon Y. Microencapsulation by a Dehydrating Liquid: A microstructural Study by SEM [J]. J Food Sci, 1986, 51(5): 1307~1310
- 13 Rosenberg M A. Scanning Electron Microscopy Study of Microencapsulation [J]. J Food Sci, 1985, 50(1): 139
- 14 陈亮,王宝俊,黄淑萍. 氟派酸  $\beta$ -环糊精包合物的研究 [J]. 波谱学杂志, 1998, 15(3): 243~248

- 15 Divakar S. Structure of a  $\beta$ -Cyclodextrin-Vanillin Inclusion Complex[ J ]. J Agric Food Chem ,1990 ,38 : 940~944
- 16 杨 阳 ,陈慧兰. $\beta$ -环精精/ $\text{KI}_3$  包合物的制备及性质研究[ J ]. 无机化学学报 ,1999 ,15( 5 ) : 631 ~ 635
- 17 宋洪涛 ,郭 涛 ,赵明宏等. 苏合香  $\beta$ -环糊精包合物的理化性质考察[ J ]. 中草药 ,2002 ,6 : 500~502
- 18 续 浩 ,陈 亮. 环糊精包结物的制备与研究方法[ J ]. 分析测试技术与仪器 ,2001 ,09 :143~151
- 19 王敬尊 ,瞿慧生. 复杂样品的综合分析——剖析技术概论[ M ]. 北京 :化学工业出版社 ,2000.09
- 20 蔡正千. 热分析[ M ]. 北京 :高等教育出版社 ,1930.08
- 21 Nielsen S S 著. 杨严峻等译. 食品分析——美国现代食品科技系列[ M ]. 北京 :中国轻工业出版社 ,2002.07

## The Characteristics of Essential Oil of *Jasminum sambac* Embedded in beta-Cyclodextrin

Lu Ning Wan Xiaochun

( Key Laboratory of Tea Biochemistry and Biotechnology of Ministry of Agriculture , Anhui Agricultural University , Hefei , 230036 )

**ABSTRACT** The objective of this study is to examine the characteristics of essential oil of *Jasminum Sambac* embedded in beta-Cyclodextrin (  $\beta$ -CD ). The embedded compound was identified by methods of differential scanning calorimetry ( DSC ) , X-ray powder diffractometry , infrared spectroscopy ( IR ) and scanning electron microscopy ( SEM ). Results showed the characteristic spectrum of IR and X-ray powder diffractometry of the embedded compound. The embedded compound exhibited some new physical characteristics that were considerably different from both essential oil of *Jasminum Sambac* and beta-Cyclodextrin.

**Key words** essential oil of *Jasminum sambac* , beta-cyclodextrin , embedded characters

政策、法规、标准  
国标委2004年  
新举措

近日得到消息 ,国家标准化管理委员会( 以下简称国标委 )2004 年在全面推进标准化工作的改革与发展方面 ,将有一系列新的措施 ,主要包括 :

( 1 )进一步深化立项改革 ,国家标准项目计划实行全年申报 ,在原有内部申报渠道外增加了社会渠道——向全社会公开申报形式 ,任何个人、团体、单位都可以申报 ,并且只接受网上申报形式 ,所有申报项目必须同时报草案( 社会申报项目除外 ) ,每个季度下达一次计划。

( 2 )加强标准计划的过程管理 ,提高标准完成率 ,对标准制定实行阶段管理 ,过程控制 ,完成情况将成为考核专业标委会的主要依据。

( 3 )加强经费管理 ,视标准按时完成情况、完成质量和水平、标准的难易程度 ,实行报批后给经费的办法。

( 4 )建立复审制度 ,要求归口标准每 5 年必须复审 ,并形成常规复审制度 ,复审工作情况也将成为考核标委会的内容 ,2004 年集中大规模复审清理。

( 5 )加强对标委会的管理 ,分为对标委会实行年审 ,审查内容包括运行、立项与完成情况、复审工作、国际标准参与情况、培训情况和挂靠单位支持情况等 ,一定程度压缩标委会数量 ,对委员每 2 年审查 1 次 ,考核参加活动情况、配合开展工作情况、团结协作情况等 ;另外将建立激励机制 ,对工作开展好的标委会实行经费倾斜。

( 6 )标准清理工作 ,加大对强制性标准的清理 ,严格按 WTO/TBT 的 5 个目标区分和确定强制性标准 ,过细的标准要进行必要的合并。

( 7 )信息化建设 ,计划建立标委会管理数据库和专家库 ,针对标准信息渠道不畅的状况实行标准信息大联合 ,建立信息平台。

( 8 )培训工作 ,对标委会主任委员、秘书处秘书、分技术委员会、挂靠单位领导等进行培训。

( 9 )加强标准的通报工作 ,除了按 WTO 通报机制对强制性标准进行全文内容通报 ,征询 WTO 成员国的意见 ,接受质疑以外 ,还要通报推荐性标准目录和进展阶段。