

## 低共熔溶剂提取小米糠多酚及微胶囊制备

朱俊玲, 梁凯, 王春艳, 王晓闻\*

(山西农业大学 山西晋中 030801)

**摘要** 小米糠多酚性质不是很稳定,在一定条件下容易发生氧化变质。本文以超声波联合 DESs 提取小米糠多酚,对其进行包埋制备微胶囊并研究其理化性质。在单因素实验基础上设计响应面试验,优化其工艺条件。结果表明:优化的工艺条件是:料液比 1:36 g/mL,45 °C 超声辅助提取 30 min。在此条件下,小米糠总多酚含量为 10.58 mg/g。制备微胶囊后,用扫描电镜分析小米糠多酚微胶囊的结构,发现微胶囊外表面光滑,颗粒大小均匀,没有出现孔洞现象。红外图谱表明酵母细胞对小米糠多酚包埋效果良好。在模拟胃液中,小米糠多酚微胶囊的释放较之在模拟肠液中快,2 h 内芯材释放量高达 96%,5 h 后芯材基本释放完全。微胶囊化增加了小米糠多酚的稳定性能,为小米糠的深层开发利用提供理论参考。

**关键词** 小米糠;多酚;低共熔溶剂;提取;微胶囊

**文章编号** 1009-7848(2023)12-0179-09 **DOI:** 10.16429/j.1009-7848.2023.12.019

小米糠是小米的外壳,含有多种营养成分。在小米产品生产过程中,其经常被当作垃圾处理,有时也被当作粗饲料处理,极少用于深加工,造成资源浪费,降低了小米糠的附加值<sup>[1]</sup>。近年来,国内外学者对小米糠的主要功能活性成分的研究很多,小米糠作为一种可再生资源也受到越来越多人的关注。小米糠中的酚类物质种类很多,容易受到氧、水、热、光、pH 值、金属离子等因素的影响,不稳定、易降解。采用微胶囊技术能有效提高这类敏感物质的耐受性,让活性物质不易失活,提高其稳定性。目前,酵母微胶囊技术在功能性物质的包埋方面取得一定成果。与传统其它微胶囊的制备方法不同,酵母细胞在微胶囊制备过程中一般不需要有化学试剂的参与,只需包埋介质、酵母细胞和活性芯物质分子频繁进行碰撞运动即可,不存在有溶剂残留或去除不完全的问题,因而非常适合对需要进入人体的一些成分的包埋,如药品、食品等。本课题对小米糠酚类物质的提取工艺进行优化,制备小米糠多酚微胶囊并研究其结构等性质,旨在为小米糠的深层开发利用提供理论参考。

## 1 材料和方法

### 1.1 材料与试剂

小米糠,4 °C 避光贮藏,石油醚脱脂后,烘干后超微粉碎进行备用。

氯化胆碱,aladdin;葡萄糖,天津市科密欧化学试剂有限公司;没食子酸,上海蓝季科技发展有限公司;FC,天津市致远化学试剂有限公司;Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>,天津市天力化学试剂有限公司;ADY(食品级),安琪酵母股份有限公司;NaOH,天津市天力化学试剂有限公司;浓 HCl,天津市天力化学试剂有限公司;胃蛋白酶(1:3 000),北京索莱宝科技有限公司;胰酶(1:4 000),北京索莱宝科技有限公司;所有试剂均为国产分析纯。

### 1.2 仪器与设备

KQ52000E 超声波清洗器,昆山市超声仪器有限公司;BlueStar 系列紫外分光光度计,博莱泰科仪器有限公司;SC-3610 离心机,安徽中科中佳科学仪器有限公司;IKA RV10 旋蒸仪,天津奥佳科技股份有限公司;SCIENTZ-18N 冻干机,上海力辰邦西仪器科技有限公司;HZQ-F160 恒温振荡培养箱,哈尔滨市东联电子技术开发有限公司;S-3400N 扫描电镜,HITACHI(日立)公司;Nicoletis50 红外光谱仪,美国赛默飞世尔科技有限公司。

### 1.3 试验方法

1.3.1 DESs 的制备 将氢受体和氢供体按一定

收稿日期:2022-12-18

基金项目:山西农谷建设科研专项项目  
(SXNGJSKYZX201901)

第一作者:朱俊玲,女,硕士,副教授

通信作者:王晓闻 E-mail:www11@163.com

物质的量比混合后在 80 ℃水浴锅中不断搅拌直至形成均一稳定的液体。在室温放置 24 h, 没有结晶生成, 仍为澄清透明的液体, 该液体为合成的

DESs。本研究分别以葡萄糖、丙三醇、尿素、乙二醇、1,2-丙二醇、1,4-丁二醇为氢供体, 制备 6 种 DESs, 备用。如表 1 所示。

表 1 DESs 的组成

Table 1 Composition of DESs

缩写	氢受体(HBAs)	氢供体(HBDs)	物质的量比	$V_{DES}:V_{*}$
DESs-1	氯化胆碱	葡萄糖	1:1	80:20
DESs-2	氯化胆碱	尿素	1:2	80:20
DESs-3	氯化胆碱	丙三醇	1:4	80:20
DESs-4	氯化胆碱	乙二醇	1:4	80:20
DESs-5	氯化胆碱	1,4-丁二醇	1:4	80:20
DESs-6	氯化胆碱	1,2-丙二醇	1:4	80:20

1.3.2 超声波辅助小米糠总多酚的提取 准确称取 1 g 小米糠粉末置于离心管中, 加入 40 mL 提取溶剂, 充分摇晃, 直到小米糠粉末与提取溶剂混合均匀。将离心管置于超声波清洗器, 设定好相应参数后进行提取。提取完成后, 8 000 r/min 离心 10 min, 取上清液备用。

1.3.3 小米糠总多酚含量的测定 采用 FC 比色法<sup>[2]</sup>, 用移液枪精确移取 1 mL 提取液, 于 760 nm 处测定其 Abs。小米糠多酚含量以没食子酸当量 (mg/g) 表示。

总酚含量 (mg/g) =

$$\frac{\text{查标曲所得总多酚质量}(\text{mg}) \times \frac{\text{提取液总体积}(\text{mL})}{\text{测定时所用的体积}(\text{mL})}}{\text{样品质量}(\text{g})} \quad (1)$$

1.3.4 DESs 类型的筛选 精确称取 1.0 g 小米糠粉末 6 份, 分别以 6 种 DESs 为提取溶剂, 考察不同提取溶剂对小米糠总多酚含量的影响。

1.3.5 单因素实验 准确称取相应的小米糠粉末, 考察料液比 (1:20, 1:30, 1:40, 1:50, 1:60 g/mL), 提取时间 (10, 20, 30, 40, 50 min), 提取温度 (20, 30, 40, 50, 60 ℃) 对小米糠总多酚含量的影响。每组试验重复 3 次。

1.3.6 响应面分析 在选出最优 DESs 和单因素实验的基础上, 采用响应面法对提取条件进一步优化。其中 A、B、C 分别代表料液比、提取时间和提取温度 3 个独立变量, -1、0、1 分别代表每个因素的 3 个水平 (表 2)。以总多酚含量为响应值, 进行 17 次试验, 每个试验重复 3 次。通过建模分析和终止系数 ( $R^2$ ) 来评估预测多项式模型的准

表 2 BBD 响应面设计因素水平表

Table 2 Factors and level value of BBD response surface design

因素	编码值	水平		
		-1	0	1
料液比/g·mL <sup>-1</sup>	A	1:30	1:40	1:50
提取时间/min	B	20	30	40
提取温度/℃	C	30	40	50

确性。

1.3.7 验证试验 经过 Box-Behnken 试验设计的回归模型进行预测, 得到超声辅助 DES-1 提取小米糠总多酚的最优工艺, 结合实际操作条件, 提取并计算小米糠总多酚的含量, 对比预测值与试验值之间的偏差, 检验回归模型, 每个试验重复 3 次。

1.3.8 小米糠多酚微胶囊制备 将预处理好的酵母细胞和小米糠多酚冻干粉一起放入 10 mL 离心管中, 加入 5 mL 去离子水作为包埋介质, 摇匀后放入恒温摇床 5 h 后取出, 反复清洗离心后取下层细胞冻干即得到小米糠多酚微胶囊产品。

1.3.9 小米糠多酚微胶囊水分含量的测定 参考卢艳慧<sup>[3]</sup>的方法, 精确称取 4.00 g 的小米糠多酚微胶囊样品, 在 105 ℃下烘干至质量不变, 然后尽可能的将其完全转移至干燥器内称重。测得完全干燥后的质量为  $M_1$ , 未烘干时质量为  $M_0$ 。则为胶囊含水量可按下列公式计算:

$$\text{微胶囊含水量} = \frac{M_0 - M_1}{M_0} \times 100\% \quad (2)$$

1.3.10 小米糠多酚微胶囊表观结构观察 在扫描电子显微镜下可以清楚的看到微胶囊的大小形态等表面结构状态。用棉签轻轻蘸取微量小米糠微胶囊粉末样品置于黏有双面胶带的样品台上,喷金处理后选择合适视野进行观察。微胶囊的电镜图是在 8 000×放大后拍摄。

1.3.11 小米糠多酚微胶囊的 FT-IR 分析 分别将小米糠多酚微胶囊、酵母细胞以及游离小米糠多酚和溴化钾以 1:100 比例研磨压片后在 400~4 000  $\text{cm}^{-1}$  进行红外扫描,研究官能团信息<sup>[4]</sup>。

1.3.12 体外模拟胃、肠液消化试验 模拟胃液及肠液的配置参考 Cheong 等<sup>[5]</sup>的方法稍作修改。

取 0.5 g 小米糠多酚微胶囊,加入 20 mL 模拟胃液(SGF),放入 37 °C 摇床中,以 130 r/min 的速率模拟胃环境消化,经过 5 h 后离心将上层清液倒入配制好的 20 mL 模拟肠液中,同等条件下模拟肠液环境消化 5 h。全程每隔 20 min 吸取 1 mL 测定消化液中小米糠多酚含量并保持消化液总量不变。计算小米糠多酚释放率并以消化时间为横坐标,多酚释放率为纵坐标绘制释放曲线。小米糠多酚的释放率计算公式如下:

$$\text{多酚释放率}(\%) = \frac{\text{释放到模拟消化液中的小米糠多酚含量}}{\text{微胶囊中的小米糠多酚含量}} \times 100 \quad (3)$$

1.3.13 数据分析 平行试验 3 次,采用 Excel 进行数据统计分析。运用 Origin8.6 软件完成图表的绘制。

## 2 结果与分析

### 2.1 DESs 类型的筛选结果

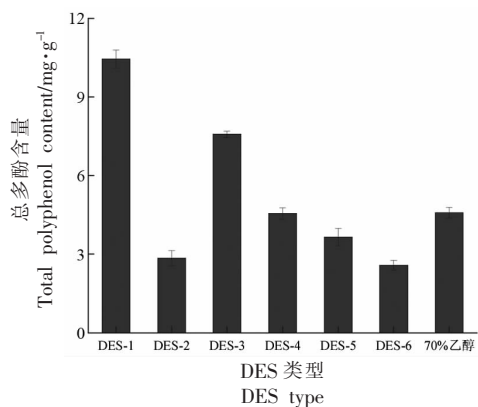


图 1 DESs 类型对总酚含量的影响

Fig.1 Effect of DESs type on total phenol content

以合成的 6 种 DESs 为提取溶剂,分别对小米糠中总多酚进行提取,根据总多酚的含量选择最佳 DESs。如图 1 表示,不同 DESs 对小米糠总多酚提取量不同。显然,在 6 种 DESs 中,DES-1 总多酚的提取量最高为 10.45  $\text{mg/g}$ 。此外,DES-3 提取物中总多酚的含量仅次于 DES-1 为 7.58  $\text{mg/g}$ 。低黏度 DESs 被认为是有效的萃取剂,因为低黏度可以促进目标化合物向 DESs 溶液的传质。但有实验结果表明,一些低黏度的 DESs 对小米糠多酚类化合物的提取效果低于 DES-1 这一高黏度的提取溶剂。Xu 等<sup>[6]</sup>在用低共熔溶剂从柑橘果皮废料中提取黄酮类化合物中有同样的发现,其中一些低黏度的 DESs 溶液对柑桔类黄酮的提取效果不明显,而一些高黏度的 DESs 溶液对柑桔类黄酮的提取效果较好。原因可能是试验中高黏度的 DESs 极性与目标提取物更接近,从而有利于目标物提取。

Zeng 等<sup>[7]</sup>考察了 6 种 DESs 对藜麦总黄酮的提取性能,试验结果表明氯化胆碱/尿素合成的 DESs 对藜麦中总黄酮的提取效果最好。通过对以上研究比较发现,在不同原料总酚类物质的提取中,提取量最高的 DESs 类型不同,可能是因为不同原料中多酚类化合物的种类不同。

### 2.2 单因素实验结果

2.2.1 DES-1 不同含水量对总多酚含量的影响 有研究发现在 DESs 中加水可以有效降低 DESs 溶液的黏度,便于试验操作,同时对总多酚的提取效率有很大的影响<sup>[8]</sup>。进一步研究不同含水量(20%,30%,40%,50%,60%)对小米糠总多酚提取效率的影响,如图 2 所示。试验表明,DES-1 中加

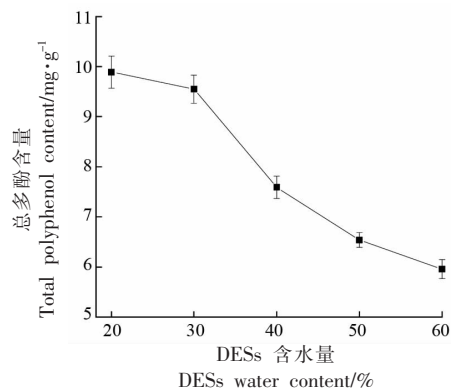


图 2 DESs 含水量对总多酚含量的影响

Fig.2 Effect of water content on total polyphenols content

入 20% 的水时,总多酚提取量最高,向 DESs 中加水可以有效降低其黏度,但过多的水会破坏原有 DESs 的结构,使部分氢键开裂,从而降低了萃取效率。另一个原因可能是水含量过高会降低水溶性较差的多酚在 DESs 中的溶解度<sup>[9]</sup>。除此之外,含水量为 10% 的 DES-1 溶液黏度过高,试验操作无法如期进行。因此,选择含水量为 20% DES-1 作为小米糠总多酚提取的最佳溶剂进行后续试验。

**2.2.2 料液比对总多酚含量的影响** 料液比是萃取过程中不可忽略的因素,溶质分子和溶剂分子间的传质速率会受到料液比的影响,从而影响提取效果。试验研究了料液比分别为 1:20, 1:30, 1:40, 1:50 和 1:60 g/mL 时对小米糠总多酚提取量的影响,结果如图 3a 所示。随着料液比由 1:20 g/mL 提高到 1:40 g/mL,萃取效率呈现升高的趋势。当料液比为 1:40 g/mL 时,总多酚提取量为 10.58 mg/g,达到最高。随着料液比达到 1:50 g/mL 以后,萃取效率不再增加,原因可能在于总多酚溶出达到饱和,没有更多的总多酚分离出来<sup>[10]</sup>。1:40 g/mL 的料液比适用于本研究中多酚类化合物的提取。

**2.2.3 提取时间对总多酚含量的影响** 设定提取温度为 40 °C,料液比为 1:40 g/mL,对超声时间优化。结果如图 3b 所示,表明随着提取时间从 10 min 增加到 30 min,小米糠总多酚含量逐渐升高,最高可达 10.32 mg/g。当提取时间延长到 30 min 之后时,含量开始降低,低于提取时间为 30 min 时的含量。其原因可能是超声时间的延长破坏了目标提取物中某些成分的结构<sup>[11]</sup>,或者超声时间延长小米糠中更多成分溶解出来,溶液体系的渗透压达到平衡,从而影响了多酚类化合物的传质过程<sup>[12]</sup>。因此,进一步试验选择提取时间为 30 min。

**2.2.4 提取温度对总多酚含量的影响** 设定提取时间 30 min,料液比为 1:40 g/mL,将提取温度从 20 °C 提高到 60 °C,对提取温度进行优化。结果如图 3c 所示,随着提取温度从 20 °C 升高到 60 °C,提取量先升高后降低,在 40 °C 时,小米糠总多酚的含量最高达到 10.51 mg/g。在提取温度 20~40 °C 之间时,随着萃取温度的升高,萃取效率的显著提高可能是由于萃取溶液黏度的降低有利于传质效率的提高。但随着温度的进一步升高,40 °C 之后,提

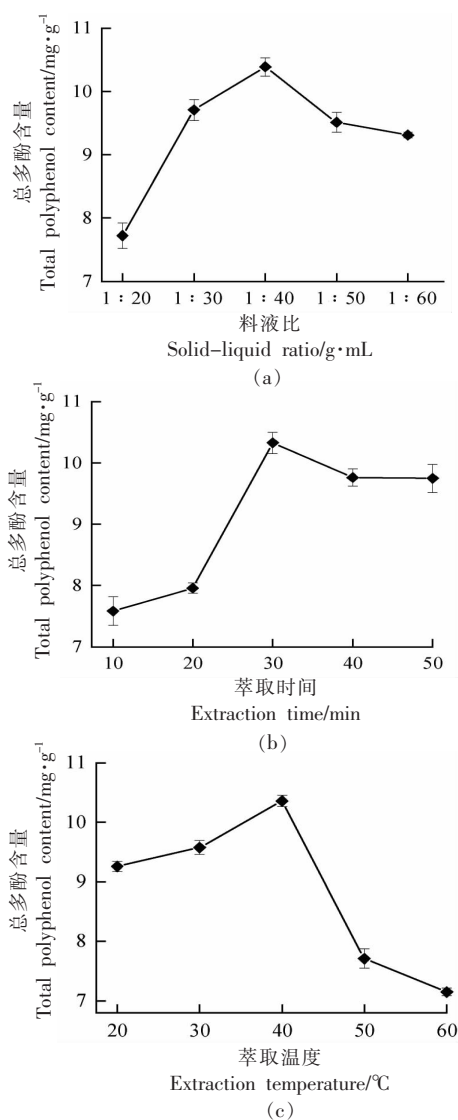


图3 料液比(a)萃取时间(b)萃取温度(c)对小米糠总多酚含量的影响

Fig.3 Effects of solid-liquid ratio (a) extraction time (b) extraction temperature (c) total polyphenol content in millet bran

取效率开始下降,原因在于高温会导致不稳定组分降解,还有可能由于高温导致小米糠粉末中其它 DESs 可溶性成分的溶解,导致多酚类化合物的传质速率降低,从而表现出总多酚的提取效率降低<sup>[13]</sup>。因此,提取温度选择 40 °C 进行后续试验。

### 2.3 响应面优化试验分析

响应面法对料液比、萃取温度和提取时间三因素进行优化。高、中、低三水平分别对应:料液比(1:30~1:50 g/mL)、萃取温度(30~50 °C)、萃取时间

(20~40 min)。响应面设计 17 次试验优化提取条件,以总多酚含量为响应值,试验数据如表 3 所示。使用 Design-Expert 8.0.6 软件分析数据,得到了多酚类化合物的二阶多项式方程。

$$Y=10.10-1.16A+0.044B+1.14C+0.027AB-0.46AC-0.12BC-1.91A^2-0.23B^2-1.28C^2$$

其中  $Y$  为目标类多酚的含量,mg/g; $A$ 、 $B$ 、 $C$  分别为料液比,mg/mL;提取时间,min;提取温度,℃。

表 3 BBD 试验结果

Table 3 Experimental and results of BBD

试验号	因素			总多酚含量/mg·g <sup>-1</sup>	试验号	因素			总多酚含量/mg·g <sup>-1</sup>
	A(料液比)/g·mL <sup>-1</sup>	B(提取时间)/min	C(提取温度)/℃			A(料液比)/g·mL <sup>-1</sup>	B(提取时间)/min	C(提取温度)/℃	
1	1:40	30	40	10.2520	10	1:40	40	30	7.4900
2	1:30	40	40	9.0317	11	1:40	30	40	10.1192
3	1:40	30	40	10.1194	12	1:50	30	30	5.0235
4	1:30	30	30	6.7116	13	1:40	20	30	7.2265
5	1:40	30	40	9.8756	14	1:30	30	50	9.7230
6	1:40	20	50	9.9433	15	1:50	30	50	6.2030
7	1:40	30	40	10.1471	16	1:50	20	40	6.8371
8	1:40	40	50	9.7111	17	1:30	20	40	8.9260
9	1:50	40	40	7.0489					

表 4 试验模型的回归方差分析

Table 4 Regression variance results of the experimental model

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	46.18	9	5.13	113.03	< 0.0001	显著
A	10.76	1	10.76	237.11	< 0.0001	
B	1.50×10 <sup>-2</sup>	1	1.50×10 <sup>-2</sup>	0.34	0.5808	
C	10.42	1	10.42	229.45	< 0.0001	
AB	2.82×10 <sup>-3</sup>	1	2.82×10 <sup>-3</sup>	0.062	0.8105	
AC	0.84	1	0.84	18.48	0.0036	
BC	0.061	1	0.061	1.35	0.2829	
A <sup>2</sup>	15.35	1	15.35	338.21	< 0.0001	
B <sup>2</sup>	0.23	1	0.23	5	0.0604	
C <sup>2</sup>	6.87	1	6.87	151.43	< 0.0001	
残差	0.32	7	0.045			
失拟项	0.24	3	0.08	4.21	0.0992	不显著
纯误差	0.076	4	0.019			
总差	46.5	16				

回归方差分析表(表 4)表明回归模型显著( $P \leq 0.001$ ), $R^2=0.9932$ ,"拟合缺失"的  $P$  值大于 0.05,表明不存在显著的拟合缺失,实际值与预测值较相符,模型具有较高的可信度。此外,变异系数(CV)值较低,为 2.51,表明试验数据的准确度

较高。同时,由表 4 可知,影响总多酚含量的因素大小是:料液比( $A$ )>提取温度( $C$ )>提取时间( $B$ )。

根据回归模型绘制三维响应面图和等高线图,可视化各变量响应与试验水平的关系,说明各变量对总多酚含量的交互作用。在响应面图中,坡

度可以反映处理因素对响应值的影响,坡度越大说明该因素对总多酚含量的影响越大,反之,坡度越缓,影响越小。同时,等高线的形状和二因素对响应值的影响程度有密切关系。等高线形状椭圆化越明显,则二因素交互作用越显著。

从图4等高线图中可以看出,料液比对总多酚含量的影响程度大于萃取温度,两者之间的相互作用显著( $P=0.0036<0.05$ )。在提取温度约为45℃,提取时间约为29 min时,小米糠总多酚含量较高。

#### 2.4 验证试验

由回归模型知道,理论上最优提取条件为料液比1:36 g/mL,45.2℃下超声辅助提取29 min,在此条件下,总多酚的含量可达10.61 mg/g。由于

实际操作的局限性,改为料液比1:36 g/mL,45℃下超声辅助提取30 min。在这种情况下,进行了3个重复的验证试验,小米糠总多酚含量为10.58 mg/g。结果表明,该模型能较准确地预测实际总多酚的含量。

#### 2.5 微胶囊水分含量的测定

在最佳工艺条件下,所制备得到的小米糠多酚微胶囊产品的水分含量为(3.28±0.02)%。这个值和用其它壁材或方法制得的微胶囊相比处于一个较低的水平。这说明用酵母细胞包埋的微胶囊产品充分干燥,减少了微生物生长的可能性。对于微胶囊产品的保质期延长有一定的促进作用。

#### 2.6 SEM 结构观察

由图7可看出,在电子显微镜下,包埋了小米

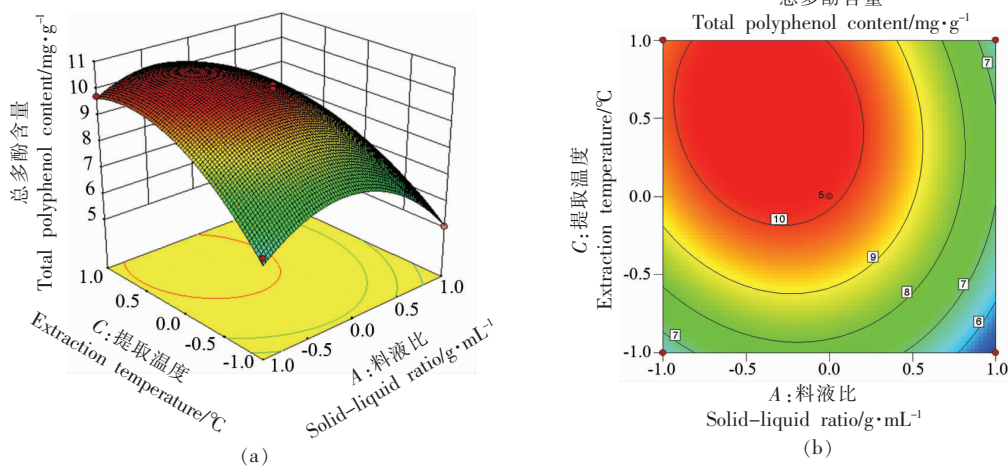


图4 料液比(A)和提取温度(C) 3D响应面图及等高线图

Fig.4 Solid-liquid ratio (A) and extraction temperature (C) 3D response surface and contour diagram

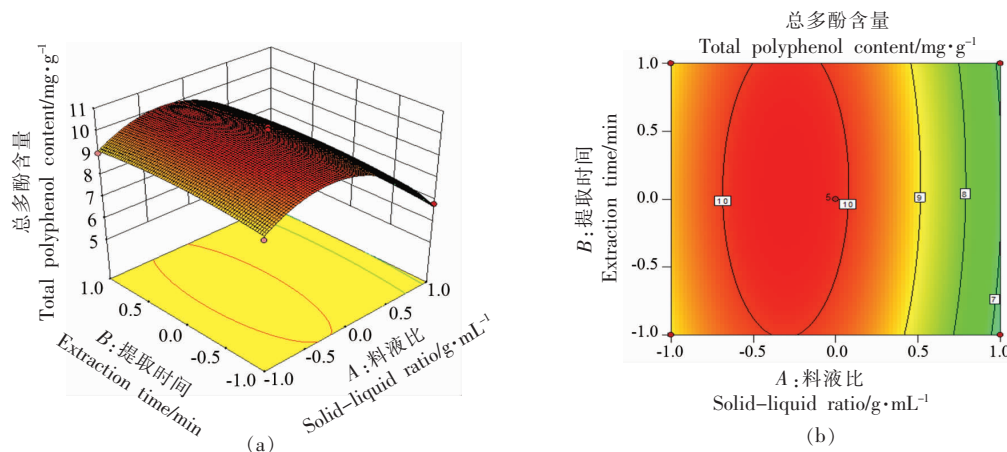


图5 提取时间(B)和料液比(A) 3D响应面图及等高线图

Fig.5 Extraction time (B) and solid-liquid ratio (A) 3D response surface and contour map

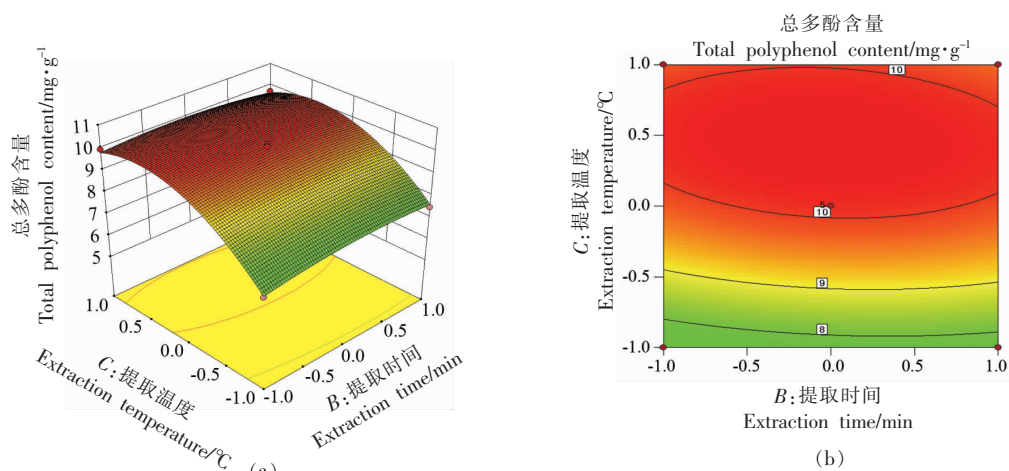


图 6 提取时间(B)和提取温度(C) 3D 响应面图及等高线图

Fig.6 Extraction time (B) and extraction temperature (C) 3D response surface and contour map

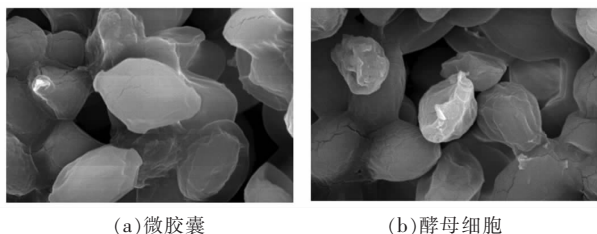


图 7 小米糠多酚微胶囊及其微观结构观察

Fig.7 Microencapsulation and microstructure observation of polyphenol in millet bran

糠多酚的酵母细胞和未包埋的只经过活化处理的酵母细胞形态皆呈现椭圆形,无明显变化。这也是酵母细胞作为包埋壁材的一大优点,由于酵母细胞本身大小均匀,所以用它包埋的微胶囊颗粒也较为均匀,而且表面没有孔洞出现。同时观察到未包埋小米糠多酚的酵母细胞较已包埋的微胶囊颗粒干瘪,这也说明了小米糠中的物质成分进入了酵母细胞内部从而使其颗粒更为饱满,表面更为光滑。但并不能说明一定是多酚类物质进入其中。小米糠中的蛋白质、多糖等成分如果率先进入酵母细胞内部就会造成多酚类物质无法进入。所以理论上来说被包埋的物质纯度越高,包埋效果越好<sup>[4]</sup>。仔细观察细胞外表面可以发现裂缝出现,但在低倍数下时并未有这种现象发生,这是由于拍摄电镜图片时寻找视野花费时间过长,电子粒将细胞表面击碎造成的。

## 2.7 小米糠多酚微胶囊的红外光谱分析

酵母细胞微胶囊、壁材以及游离小米糠多酚的红外光谱,如图 8 所示。

红外光谱曲线中微胶囊与相应的壁材没有明显的差异。通过与文献[15]类比,3 408.13  $\text{cm}^{-1}$  处的宽峰可归属于游离小米糠多酚的羟基伸缩振动吸收;2 927.87  $\text{cm}^{-1}$  处峰应为多酚 C-H 不对称伸缩振动吸收峰。小米糠多酚微胶囊中并未见 1 654.88  $\text{cm}^{-1}$  处的羰基-C=O 键伸缩振动吸收峰,1 190.32,1 064.68  $\text{cm}^{-1}$  和 927.74  $\text{cm}^{-1}$  处的 C-O-C 键的伸缩振动吸收峰也是小米糠多酚特征峰,这些峰信号值的减弱意味着小米糠多酚已被包埋在酵母细胞中而不是吸附在其外表面,否则微胶囊内部小米糠多酚的特征峰应该有所表现。因而确定酵母细胞已成功包埋小米糠多酚。

## 2.8 模拟体外胃肠液消化缓释试验

从图 9 可知,酵母细胞微胶囊化的小米糠多酚在模拟胃液中释放速率很快,而在 pH 7.4 的模拟肠液中释放曲线明显不同于在胃液中的释放曲线,推测这可能是由于酚类物质的酚羟基很容易在碱性环境中变为其它物质引起的。从图释放曲线还可看出,小米糠多酚微胶囊在短短 2 h 内的释放率达 96% 以上。小米糠多酚在释放过程中会有一部分降解,加快这一过程可以减少多酚物质的损失从而提到小米糠多酚的稳定性。

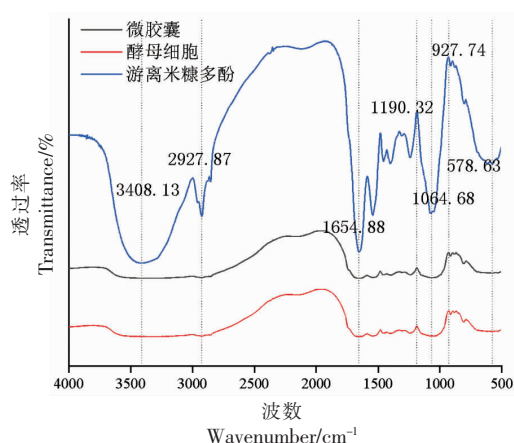


图8 微胶囊及其各组分红外光谱图谱

Fig.8 Infrared spectra of microcapsules and their components

### 3 结论

本试验以 DESs 作为提取溶剂优化小米糠总多酚提取工艺,得到超声辅助 DES-1 提取的最佳工艺为料液比 1:36 g/mL, 45 °C 萃取 30 min, 在此条件下,总多酚提取量达到 10.58 mg/g; 试验制得的小米糠多酚微胶囊具有较好的稳定性, 水分含量较低, 便于贮藏。通过扫描电镜及傅里叶变换红外光谱表征微胶囊的包埋效果良好。体外模拟胃肠液消化试验结果表明, 小米糠多酚微胶囊在模拟胃液中释放快于模拟肠液。小米糠多酚微胶囊在 2 h 内的释放率达 96% 以上, 5 h 后小米糠多酚已基本释放完全。小米糠多酚的迅速释放能有效防止其在体内释放过程中发生变化, 提高人体对活性物质的利用率, 为小米糠的深层开发利用提供理论基础。

### 参 考 文 献

- [1] 朱玉. 小米糠膳食纤维降胆固醇活性的研究[D]. 南京: 南京农业大学, 2015.  
ZHU Y. Study on the cholesterol-lowering activity of dietary fiber extracted from millet bran[D]. Nanjing: Nanjing Agricultural University, 2015.
- [2] 梁凯, 闫巧珍, 王晓闻, 等. 小米多酚体外生物活性的研究[J]. 中国调味品, 2022, 47(1): 26-31.  
LIANG K, YAN Q Z, WANG X W, et al. Study on the biological activity of millet polyphenols *in vitro*[J]. China Condiment, 2022, 47(1): 26-31.

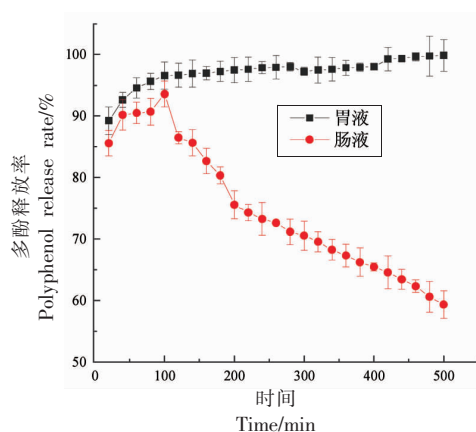


图9 小米糠多酚微胶囊模拟胃肠道消化缓释分析

Fig.9 Sustained release analysis of rice bran polyphenol microcapsule simulating gastrointestinal digestion

- [3] 卢艳慧. 牡丹籽油微胶囊化及理化和稳定特性的研究[D]. 济南: 齐鲁工业大学, 2021.  
LU Y H. Study on microencapsulation, physicochemical properties and stability of tree peony seed oil[D]. Jinan: Qilu University of Technology, 2021.
- [4] 许瑞如. 桔梗多酚的提取、生物活性及其微胶囊化的研究[D]. 哈尔滨: 东北农业大学, 2021.  
XU R R. Extraction, biological activity and microencapsulation of polyphenols from platycodon grandiflorum[D]. Harbin: Northeast Agricultural University, 2021.
- [5] CHEONG A M, TAN C P, NYAM K L. *In vitro* evaluation of the structural and bioaccessibility of kenaf seed oil nanoemulsions stabilised by binary emulsifiers and B-cyclodextrin complexes[J]. Journal of Food Engineering, 2016, 189: 90-98.
- [6] XU M L, RAN L, CHEN N, et al. Polarity-dependent extraction of flavonoids from citrus peel waste using a tailor-made deep eutectic solvent[J]. Food Chemistry, 2019, 297: 124970.
- [7] ZENG J, SHANG X C, ZHANG P, et al. Combined use of deep eutectic solvents, macroporous resins, and preparative liquid chromatography for the isolation and purification of flavonoids and 20-hydroxyecdysone from *Chenopodium quinoa* willd [J]. Biomolecules, 2019, 9(12): 776.
- [8] GAO M Z, CUI Q, WANG L T, et al. A green and integrated strategy for enhanced phenolic compounds extraction from mulberry (*Morus alba* L.) leaves by deep eutectic solvent [J]. Microchemical



- Journal, 2020, 154: 104598.
- [9] MANSUR A R, SONG N E, JANG H W, et al. Optimizing the ultrasound-assisted deep eutectic solvent extraction of flavonoids in common buckwheat sprouts[J]. Food Chemistry, 2019, 293: 438–445.
- [10] 栾琳琳, 卢红梅, 陈莉, 等. 微波辅助低共熔溶剂提取桑葚果渣花青素的工艺研究[J]. 中国调味品, 2020, 45(5): 191–196.
- LUAN L L, LU H M, CHEN L, et al. Research on process of microwave-assisted low-eutectic solvent extraction of anthocyanins from mulberry residues[J]. China Condiment, 2020, 45(5): 191–196.
- [11] 熊苏慧, 唐洁, 李诗卉, 等. 一种新型天然低共熔溶剂用于玉竹总黄酮的绿色提取[J]. 中草药, 2018, 49(10): 2378–2386.
- XIONG S H, TANG J, LI S H, et al. A new type of natural eutectic solvent for green extraction of total flavonoids from polygonati odorati rhizoma [J]. Chinese Herbal Medicine, 2018, 49(10): 2378–2386.
- [12] WANG J, WANG C J, ZHAO W Y, et al. Studies on the extracting technology of flavones in ginkgo leaves assisted by microwave[J]. Advance Journal of Food Science and Technology, 2016, 10(4): 254–256.
- [13] BI W, TIAN M, ROW K H. Evaluation of alcohol-based deep eutectic solvent in extraction and determination of flavonoids with response surface methodology optimization[J]. J Chromatogr A, 2013, 1285(2): 22–30.
- [14] SHCU T Y, ROSENBERG M. Microencapsulation by spray-drying ethyl caprylate in whey protein and carbohydrate wall systems[J]. Food Science, 1995, 60(1): 98–103.
- [15] LARINOVA N V, KAZANSKAYA N F, LARIONOVA N I, et al. Preparation and Characterization of Microencapsulated Proteinase Inhibitor Aprotinin [J]. Biochemistry(Mosc), 1999, 64(8): 857–862.

### Low Eutectic Solvent Extraction of Polyphenols from Millet Bran and Its Microcapsule Preparation

Zhu Junling, Liang Kai, Wang Chunyan, Wang Xiaowen\*  
(Shanxi Agricultural University, Jinzhong 030801, Shanxi)

**Abstract** Millet bran is rich in nutrients and bioactive components. Polyphenols play an important role as one of the active components, but their properties are not very stable and are prone to oxidative degradation under certain conditions. In this paper, we extracted polyphenols from millet bran by ultrasonic combined with DESs and prepared microcapsules by embedding them to study their physicochemical properties. The results showed that the total polyphenol content of millet bran was 10.58 mg/g under the conditions of ultrasonic-assisted extraction for 30 min at 45 °C with a material-liquid ratio of 1:36 g/mL. After the microcapsules were prepared, the structure of millet bran polyphenol microcapsules was analyzed by scanning electron microscopy, and it was found that the outer surface of the microcapsules was smooth and the particles were of uniform size. The infrared spectrum showed that the yeast cells had a good effect on the encapsulation of millet bran polyphenols; in the simulated gastric juice, the release of millet bran polyphenol microcapsules was faster than in the simulated intestinal juice, and the core material was released up to 96% within 2 h, and the core material was basically released completely after 5 h. Microencapsulation increased the stability performance of millet bran polyphenols, and provided the theoretical basis for the deep development and utilization of millet bran.

**Keywords** millet bran; polyphenols; low eutectic solvent; extraction; microencapsulation