

姜酮酚纳米乳液制备工艺优化及其稳定性研究

刘梦梦^{1,3}, 郭时印^{1,3}, 肖航^{1,2}, 覃静萍^{1,3}, 范伟^{1,3}, 唐忠海^{1,3*}

¹ 湖南农业大学食品科学技术学院 长沙 410128

² 麻省大学阿莫斯特分校食品科学系 美国阿莫斯特 01003

³ 湖南省菜籽油营养健康与深度开发工程技术研究中心 长沙 410128)

摘要 采用超声法制备姜酮酚纳米乳液,选用两种乳化剂(吐温 85 或卵磷脂),以乳液粒径和多分散指数(PDI)为标准,以乳化剂用量、超声时间、超声功率和芯材质量分数为变量,设计三因素三水平的正交试验,对制备条件进行优化。结果表明:使用吐温 85 制备乳液的最佳条件是:乳化剂用量为 1% Tween 85、超声功率 250 W、超声时间 15 min、姜酮酚质量分数为 0.1%。使用卵磷脂制备乳液的最佳条件是:乳化剂用量为 1%卵磷脂、超声功率 350 W、超声时间 15 min、姜酮酚质量分数为 0.2%。所制得的姜酮酚纳米乳液为水包油(O/W)型,经反复测量可知 2 种乳液粒径分别为(144.1±3.76) nm 和(241.4±2.12) nm,姜酮酚的封装率分别为(96.5±2.51)%和(87.47±1.84)%,可以较好地姜酮酚封装在其中。在 4,25 °C 下贮藏 35 d,结果姜酮酚纳米乳液在低温环境下贮藏稳定性较好。试验结果为脂溶性营养物的包埋保护提供一定技术参考。

关键词 姜酮酚; 菜籽油; O/W 纳米乳液; 稳定性

文章编号 1009-7848(2024)02-0120-10 DOI: 10.16429/j.1009-7848.2024.02.011

乳液^[1]是热力学上不稳定的胶体分散体,由 2 种不相容的液体组成,其中一种液体(次要成分)在表面活性剂存在下以液滴的形式分散到其它液体(主要成分)中^[2-4],根据粒径、稳定性可以将乳液分为常规乳液、纳米乳液和微乳液^[5],纳米乳液粒径范围<200 nm^[1]。极小的液滴尺寸有各种潜在好处:如高光学透明度,对颗粒聚集和重力分离具有很高的稳定性以及提高包埋功能组分的生物利用度等^[6-7]。超声乳化是制备纳米乳液的一种高能量方法,基于空化现象,超声波会产生高温、高压、强剪切力和机械力。用超声波产生的乳状液中纳米级液滴的尺寸比用其它机械装置制备的乳状液多分散指数低,而且相对稳定,同时该方法具有操作简单、成本低、安全、无毒等特点^[8]。

生姜的块茎含有多种化学成分^[9-10],主要含 3 类:挥发油类、姜辣素(包括姜酚类、姜烯酚类、姜酮类、姜二酮类、姜二醇类等不同类型)、二苯基庚烷^[11]。姜酮酚(6-Paradol)^[12-14]是由姜中的姜烯酚生物转化产生的不饱和酮^[15]。有研究表明姜烯酚会

在体内代谢为姜酮酚^[16],也有研究表明姜酮酚具有很强的抗氧化、抗炎和黄嘌呤氧化酶抑制活性^[17-19],同时具有较为可观的降血糖、抗癌、凋亡和神经保护活性、减肥等作用^[20-21]。然而,由于姜酮酚是一种脂溶性化合物,水溶性极差且结构中存在不饱和酮,该部位容易发生脱水、热解及发生氧化反应,单独经口服摄入后体内生物利用度很低。此外,姜酮酚具有的辛辣刺激特性在很大程度上限制了其在食品与医药领域的应用。

近几年,为提高脂溶性天然活性成分(如类胡萝卜素、姜黄素、黄酮、VE 等)的生物利用度^[22],越来越多的研究者开始设计食品级纳米乳液传递系统,尤其是水包油乳液。纳米乳液作为递送体系,可显著提高脂溶性化合物的溶解性并提高其输送效率,在改善人类健康方面显示出很大的应用潜力^[23-24]。目前关于姜酮酚的研究较少,也未见姜酮酚纳米乳液超声制备的相关报道,本文采用超声技术,通过单因素实验和正交试验优化姜酮酚纳米乳液制备条件,并对其稳定性进行评价,为姜酮酚产品开发提供理论参考。

收稿日期: 2023-02-21

基金项目: 国家自然科学基金项目(31671858);湖南省自然科学基金项目(2022JJ30295)

第一作者: 刘梦梦,女,硕士生

通信作者: 唐忠海 E-mail: tangzh@hunau.edu.cn

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

姜酮酚样品(HPLC 纯度 \geq 95%),济南名可生

物科技有限公司;原香菜籽油(食品级),道道全粮油股份有限公司;吐温 85(食品级),山东优索化工科技有限公司;大豆卵磷脂,浙江一诺生物科技有限公司。

1.2 仪器与设备

SCIENTZ-IIID 超声波细胞破碎仪,宁波新芝生物科技股份有限公司;集热式恒温磁力搅拌浴,郑州长城科工贸有限公司;电子天平,福州华志科学仪器有限公司;冷冻离心机,湖南湘仪实验室仪器开发有限公司;激光共聚焦显微镜,德国蔡司公司;浊度计,上海昕瑞仪器仪表有限公司;Zetasizer Nano ZS 纳米粒度仪,马尔文仪器有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 姜酮酚溶解度 准确称取一定质量的菜籽油,加入过量的姜酮酚,充分混匀后恒温超声 1 h。超声完成后,将油溶液加入 1.5 mL 离心管中,以 14 000 r/min 离心 20 min,取上清液,以空白菜

籽油为对照,利用酶标仪在波长 284 nm 处测定吸光值,根据标准曲线进行定量。

1.3.2 标准曲线 参考 Davidov-Pardo 等^[25]的方法,精确称取 0.2 mg 姜酮酚样品溶解在 20 g DMSO 中,配制得 0.01 mg/g 的叶黄素标准液,准确稀释得含量为 0.04,0.035,0.03,0.025,0.02,0.015,0.01 mg/g 的姜酮酚标准液,利用酶标仪在 284 nm 测定吸光值。以质量比为横坐标,吸光值为纵坐标,做标准曲线。

1.3.3 纳米乳液的制备 在使用超声波设备制备纳米乳液之前,进行如下预乳化处理:将水相缓慢地滴加到油相中,同时在磁力搅拌器上搅拌 10 min。在预乳液形成后,使用超声细胞破碎仪制备纳米乳液。超声产生的乳液中纳米级液滴的尺寸比其它机械装置制备的乳液的多分散性更小,也相对更稳定^[26],乳液制备的简易流程见图 1。

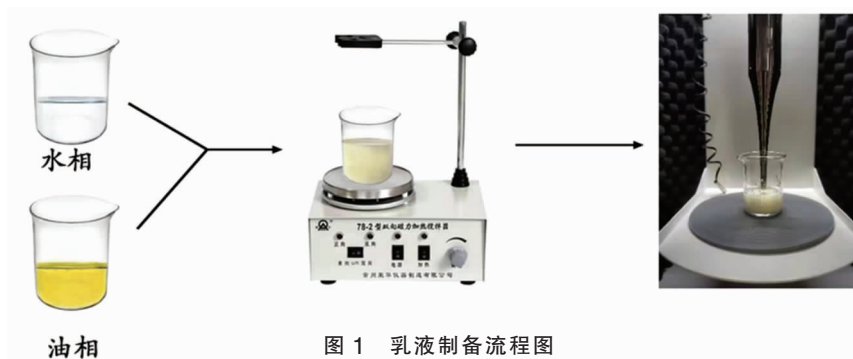


图 1 乳液制备流程图
Fig.1 Flow chart of preparation of emulsion

1.3.4 纳米乳液的制备优化

1.3.4.1 乳化剂质量分数 将 4%菜籽油与 0.5%, 1.0%, 1.5%, 2.0%, 2.5%的 Tween 85 或卵磷脂混合,加入 95.5%, 95.0%, 94.5%, 94.0%, 93.5%的去离子水。油相与水相混匀后用磁力搅拌器搅拌 10 min 得粗乳液,之后将粗乳液在超声功率(250 W)下超声 15 min 得纳米乳液,所有乳液样品转移至离心管中,4 °C 储存,之后测定乳液的粒径和 PDI。

1.3.4.2 超声功率 将 1.0%的 Tween 85 或卵磷脂与 4%菜籽油混合,与 95%水相在磁力搅拌器上搅拌 10 min 得粗乳液,之后将粗乳液在 100, 200, 250, 300, 400, 500 W 下超声 9 min 得纳米乳液,所有乳液样品转移至离心管中,4 °C 储存,

之后测定乳液的粒径和 PDI。

1.3.4.3 超声时间 将 1.0%的 Tween 85 或卵磷脂与 4%菜籽油混合,与 95%水相在磁力搅拌器上搅拌 10 min 得粗乳液,之后将粗乳液在 250 W 下超声 3, 9, 15, 21, 27 min 得纳米乳液,所有乳液样品转移至离心管中,4 °C 储存,之后测定乳液的粒径和 PDI。

1.3.4.4 芯材质量分数 将 0.05%, 0.1%, 0.2%, 0.3%, 0.4%的姜酮酚加入到菜籽油中,充分混匀后加入吐温 85(或卵磷脂),与水相混匀用磁力搅拌器搅拌 10 min 得粗乳液,之后将粗乳液在 250 W 下超声 9 min 得纳米乳液,所有乳液样品转移至离心管中,4 °C 储存,之后测定乳液的粒径和粒径

分布。

1.3.5 正交优化 根据单因素实验的结果,选择超声时间、超声功率和姜酮酚质量分数作为变量,设计三因素三水平的正交试验对制备条件进行优化,按表1进行正交优化试验。

表1 正交因素水平表

Table 1 Table of orthogonal factor levels

水平	因素		
	超声时间/ min	超声功率/ W	姜酮酚 质量分数/%
1	3	250	0.05
2	9	300	0.10
3	15	350	0.20

1.3.6 粒径测定 将得到的乳液取样后,用去离子水稀释100倍,采用纳米粒度及Zeta电位分析仪Zetasizer Nano ZS测量其粒径大小以及多分散系数(Polydispersity Index, PDI)。

1.3.7 浊度测量 用散射光浊度计在室温(25±0.5)℃条件下测量纳米乳的浊度,每份样品测量重复3次。

1.3.8 微观结构观察 利用激光共聚焦显微镜观察纳米乳液的微观结构^[26],测样前将100 μL尼罗红染料加入2 mL样品中,混合均匀,滴加在载玻片上,盖上盖玻片,采用63倍物镜倒置观察。所有图像均用仪器软件程序拍摄和处理。

1.3.9 包埋率 参考Davidov-Pardo等^[25]的方法,将乳液在DMSO中稀释100倍(与溶解度测定条件保持一致),利用酶标仪在波长284 nm处测定吸光值。

1.3.10 储藏稳定性和离心稳定性

1.3.10.1 离心稳定性^[27] 取1.5 mL的纳米乳液加入到离心管中,加盖密封,于室温5 000 r/min分别离心0,5,10,15,20 min观察相分离情况。

1.3.10.2 储藏稳定性 新鲜制备的姜酮酚纳米乳液在25℃和4℃下储存1个月。储存时间对纳米乳液稳定性的影响以7 d为间隔通过物理观察、粒径来确定。

1.4 数据处理

所有的试验均重复3次,试验结果以平均值±标准偏差表示。采用Origin 2018、Photoshop CC

2019软件进行基础数据处理并制图。

2 结果与分析

2.1 姜酮酚溶解度

姜酮酚需要先溶解于油相中,再与水相混合通过超声制备纳米乳液,在油相中的溶解度限制了芯材的载量,故首先测定姜酮酚在菜籽油中溶解度^[28]。通过标准曲线计算可知($y=5.1857x-0.0031, R^2=0.9994$),姜酮酚在菜籽油中的溶解度为138.9 mg/g左右。

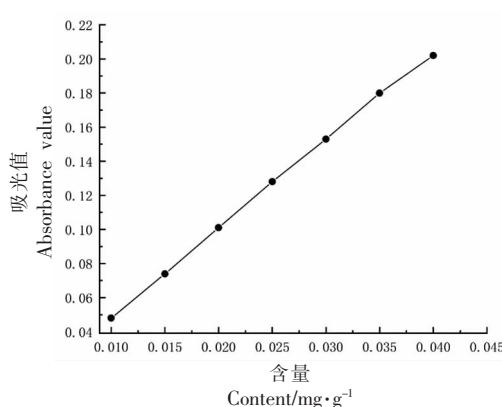


图2 姜酮酚标准曲线

Fig.2 Standard curve of 6-paradol

2.2 乳化液制备单因素实验

2.2.1 乳化剂质量分数的选择 水包油纳米乳液体系由水、油和乳化剂3部分组成,为了形成水包油乳液,使用的乳化剂是亲水诱导的表面活性剂^[29-31]。分别选用卵磷脂^[32-33](天然的生物两亲性化合物)和吐温85(非离子表面活性剂)作为乳化剂制备纳米乳液。结果如图3所示,使用吐温85制备的乳液随着乳化剂质量分数增加,乳液粒径不断减小,在乳化剂质量分数为1%时,粒径达到了(149.4±0.7) nm,此时PDI最低为0.13。同时Sondari等^[29]的研究结果也表明吐温85的质量分数越高,纳米乳的粒径越小。Ghosh等^[30]发现表面活性剂浓度与液滴大小成反比,与稳定性直接相关。使用卵磷脂制备乳液时,在乳化剂质量分数为1%时,乳液粒径为(249.3±2.03) nm,此时PDI最低为0.39,在质量分数达到1%之后,粒径并没有随着乳化剂质量分数增加而有明显变化。有研究者发现过量卵磷脂会降低乳液稳定性并导致存在

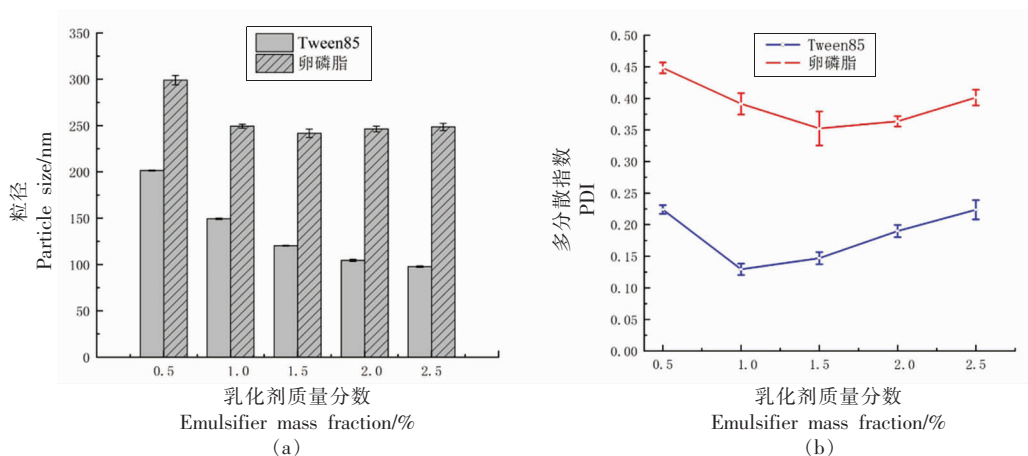


图 3 乳化剂质量分数对纳米乳液平均粒径和 PDI 的影响

Fig.3 The impact of emulsifier mass fraction on the mean droplet diameter and PDI of nanoemulsion

囊状卵磷脂聚集体^[34]。综上所述,选择乳化剂质量分数为 1%进行后续试验。

2.2.2 超声条件对乳液粒径的影响

2.2.2.1 超声功率 如图 4 将粗乳液在 100, 200, 250, 300, 400, 500 W 下超声 15 min, 试验结果表明:使用吐温 85 制备的乳液在功率为 250 W 时,粒径达到 (147.5±1.17)nm, PDI 为 0.114±0.005;使

用卵磷脂制备的乳液在 250 W 时,粒径达到 (250.8±2.09)nm, PDI 为 0.396±0.011;在 400 W 时,粒径是 (232.1±0.98)nm, PDI 为 0.320±0.002。试验结果表明粒径和 PDI 并不简单的随超声功率增大而减小,施加的过量超声能量或存在的过量表面活性剂质量分数对液滴性质产生不利影响^[35-36]。综上,选择超声功率 250 W 进行后续试验。

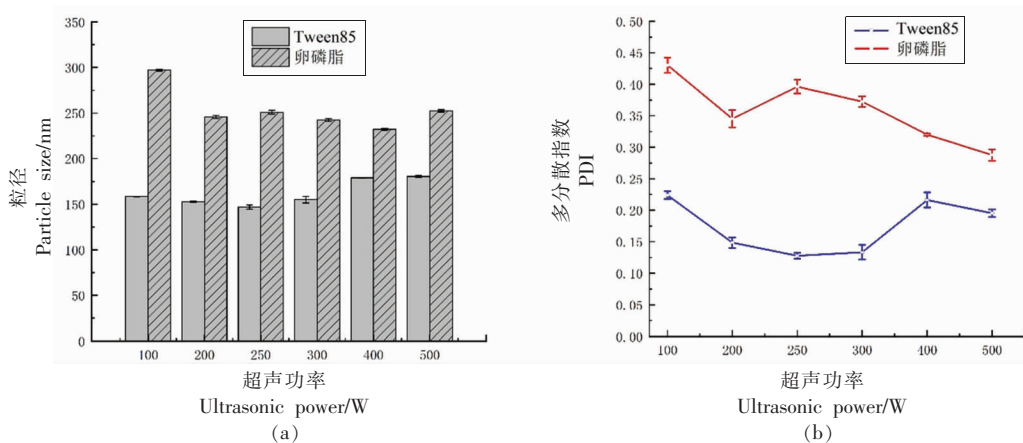


图 4 超声功率对纳米乳液平均粒径和 PDI 的影响

Fig.4 The impact of ultrasonic power on the mean droplet diameter and PDI of nanoemulsion

2.2.2.2 超声时间 如图 5 在 250 W 下超声 3, 9, 15, 21, 27 min 得纳米乳液, 在超声 15 min 时,吐温 85 和卵磷脂制备的乳液粒径分别达到了 (147.5±1.17)nm 和 (248.0±4.55)nm, PDI 为 0.114±0.005 和 0.38±0.008; 有研究者通过超声乳化 15 min 制备出液滴直径为 29.3 nm 的稳定罗勒油纳米乳^[30]。结果表明随着超声时间的增加液滴直径

稍有减小,乳液粒径略有减小,超声到达 15 min 时发现粒径趋于平稳或略有增加。

2.2.3 姜酮酚质量分数 本试验将 0.05%, 0.1%, 0.2%, 0.3%, 0.4% 的姜酮酚加入到菜籽油中,试验结果如图 6 所示,在姜酮酚添加量为 0.1% 时,吐温 85 和卵磷脂制备的乳液粒径分别达到了粒径为 (150.3±0.78)nm 和 (253.7±1.1)nm, PDI 为 0.158±

0.008 和 0.396 ± 0.016 , 结果表明在相同的超声条件下, 姜酮酚质量分数对纳米粒径的影响不大, 可

能由于姜酮酚的添加量相对较小, 尚未对油相性质产生影响, 故不会显著影响乳液粒径的大小^[37]。

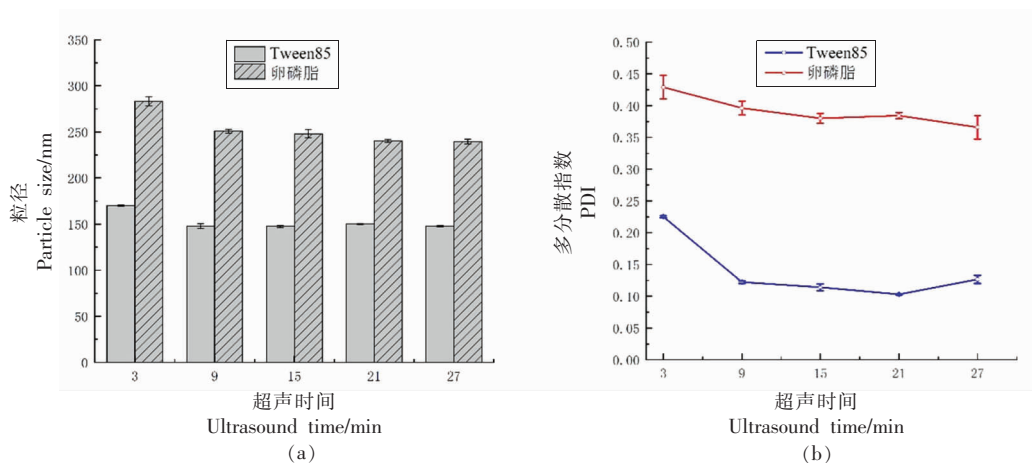


图5 超声时间对纳米乳液平均粒径和 PDI 的影响

Fig.5 The impact of ultrasonic time on the mean droplet diameter and PDI of nanoemulsion

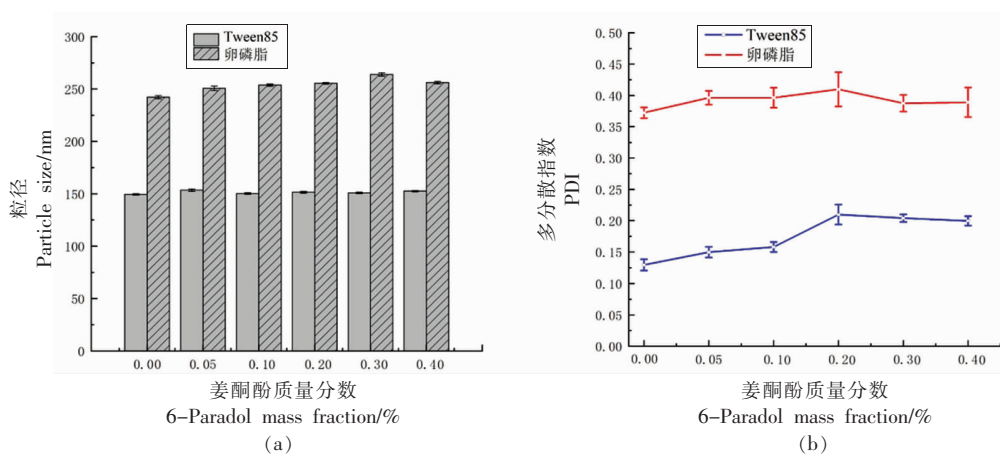


图6 姜酮酚质量分数对纳米乳液平均粒径和 PDI 的影响

Fig.6 The impact of 6-paradol mass fraction on the mean droplet diameter and PDI of nanoemulsion

2.3 正交优化试验

根据单因素实验的结果, 选择超声时间、超声功率和乳化剂质量分数作为变量, 设计三因素三水平的正交试验对制备条件进行优化。从表中可知, 表明各因素对粒径大小影响的显著程度为: 超声时间 > 超声功率 > 姜酮酚质量分数, 使用吐温 85 制备乳液的最佳条件是: 1% Tween 85、超声功率 250 W、超声时间 15 min、姜酮酚质量分数为 0.1%; 使用卵磷脂制备乳液的最佳条件是 1% 卵磷脂、超声功率 350 W、超声时间 15 min、姜酮酚质

量分数为 0.2%。

2.4 纳米乳液的基本性质

使用吐温 85 和卵磷脂制备的乳液, 利用纳米粒度仪对稀释后的纳米乳液经过反复测量可知两种乳液粒径分别为 (144.1 ± 3.76) nm 和 (241.4 ± 2.12) nm, 姜酮酚的包封率分别为 (96.5 ± 2.51) % 和 (87.47 ± 1.84) %, 可以较好地将姜酮酚地包封在其中, 仅有少量渗漏至水相之中。

2.5 微观结构观察

利用尼罗红对乳液中的油脂进行染色, 在图

表 2 正交优化结果

Table 2 The results of orthogonal optimization experiments

试验号	因素			平均粒径/nm	PDI
	超声时间(A)	超声功率(B)	姜酮酚质量分数(C)		
1	3	3	1	159.5(239.5)	0.168(0.381)
2	1	2	3	170.9(265.6)	0.330(0.476)
3	3	1	3	144.8(247.9)	0.157(0.393)
4	1	3	2	163.1(264.7)	0.352(0.487)
5	2	3	3	163.2(242.3)	0.216(0.380)
6	3	2	2	156.5(240.6)	0.256(0.377)
7	2	2	1	152.8(242.7)	0.138(0.402)
8	2	1	2	148.1(250.8)	0.226(0.408)
9	1	1	1	170.0(283.4)	0.339(0.505)
K_1	504.0(813.7)	462.9(782.1)	482.3(765.6)		
K_2	464.1(735.8)	480.2(748.9)	467.7(756.1)		
K_3	460.8(728)	485.8(746.5)	478.9(755.8)		
k_1	168.0(271.2)	154.3(260.7)	160.8(255.2)		
k_2	164.1(245.3)	160.1(249.6)	155.9(252.0)		
k_3	154.7(242.7)	161.9(248.8)	159.6(251.9)		
极差 r	14.4(28.5)	7.6(11.9)	4.9(3.3)		
主次顺序	超声时间>超声功率>姜酮酚质量分数				
优水平	$A_3(A_3)$	$B_1(B_3)$	$C_2(C_3)$		
优组合	$A_3B_1C_2(A_3B_3C_3)$				

注:括号外为以 Tween 85 为乳化剂得到的试验结果,括号内为卵磷脂为乳化剂得到的试验结果。

表 3 纳米乳液的基本性质

Table 3 The characteristics of nanoemulsion

	平均粒径/nm	PDI	浊度/NTU	包封率/%
吐温 85	144.1 ± 3.76	0.13 ± 0.009	40.99 ± 0.60	96.5 ± 2.51
卵磷脂	241.4 ± 2.12	0.38 ± 0.012	58.43 ± 1.05	87.47 ± 1.84

中显示为红色的液滴,并通过激光共聚焦显微镜对乳液的结构进行观察,结果如图 7 所示。结果显示,原液中的液滴颗粒直径小,分布均匀,且与粒度分布结果基本一致^[36]。

2.6 纳米乳液离心稳定性和储藏稳定性

将姜酮酚纳米乳液采用 5 000 r/min 分别离心 5, 10, 15, 20 min 观察相分离情况。结果如图 8 所示,在 20 min 内,使用吐温 85 制备的乳液离心后未产生分层、破乳现象,而卵磷脂制备的乳液在第 5 分钟时就已经产生分层、破乳现象。因此,使用吐温 85 制备的乳液比卵磷脂具有较好的离心稳定性。

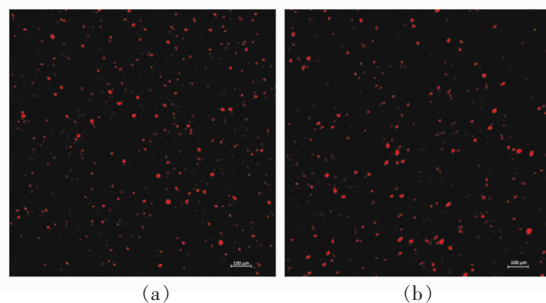
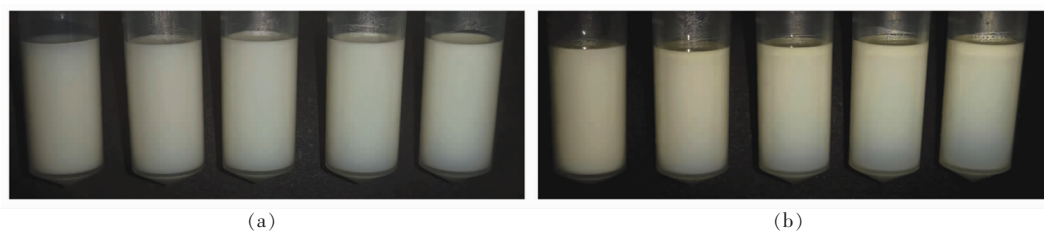


图 7 吐温 85(a)和卵磷脂(b)制备乳液的激光共聚焦(CLSM)图像

Fig.7 Laser confocal microscopy (CLSM) images of emulsions prepared from Tween 85 (a) and lecithin (b)

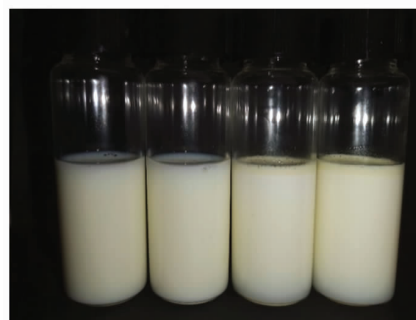


注:从左到右分别是乳液离心 0,5,10,15,20 min 的情况。

图 8 吐温 85(a)和卵磷脂(b)的离心稳定性

Fig.8 Centrifugal stability of Tween 85 (a) and lecithin (b)

纳米乳液通常在室温下储存,在 4~8 °C 下稍微冷藏有助于防止化学降解过程^[34]。将新鲜制备的姜黄酮纳米乳液在 25 °C 和 4 °C 下储存 1 个月,从表 4 和图 9 可以看出卵磷脂制备的乳液在 4 °C 储存 14 d 后由于乳液分层,粒径无法进行测定,而吐温 85 制备的乳液粒径随储藏时间的增加粒径略有增加,表现了良好的稳定性。然而,两种乳液在 25 °C 储藏都没有表现出很好的稳定性,液滴出现聚集,粒径变大,所以纳米乳液适合在低温(4 °C)储存。



注:从左到右依次为吐温 85 制备的乳液在 4,25 °C 储藏 1 个月,卵磷脂制备的乳液在 4,25 °C 储藏 1 个月的样品。

图 9 储存稳定性

Fig.9 Storage stability

表 4 不同乳化剂制备的乳液储藏 1 个月的粒径变化(nm)

Table 4 Particle size variation of emulsions prepared by different emulsifiers stored for one month (nm)

		0 d	7 d	14 d	21 d	28 d	35 d
吐温 85	(4 ± 1)°C	144.1	146.0	147.2	152.9	154.0	157.9
	(25 ± 1)°C	144.6	163.3	174.7	188.5	193.3	-
卵磷脂	(4 ± 1)°C	240.4	246.3	273.2	-	-	-
	(25 ± 1)°C	240.4	256.4	-	-	-	-

注:“-”表示未检测到结果。

3 结论

本文使用超声处理,在粒径、PDI、包埋率、浊度、离心稳定性和储藏稳定性等方面对 2 种乳化剂制备的乳液进行对比。研究表明,使用 1%吐温 85 制备的乳液各方面略优于卵磷脂,然而 2 种乳液在 25 °C 储藏都没有表现出很好的稳定性,液滴出现聚集,粒径变大,针对上述问题,后续研究可在如下方面进一步开展探索:完善乳液体系,选择天然乳化剂或者复配乳化剂;或使用高压均质进一步优化乳液制备条件,使其乳化效果更好,以此提高乳液稳定性。同时本研究为姜黄酮纳米乳液产品开发及其稳定性研究奠定基础,以及姜黄酮在食品加工领域中的应用提供了新思路。

参 考 文 献

- [1] KOMAIKO J S, MCCLEMENTS D J. Formation of food-grade nanoemulsions using low-energy preparation methods: A review of available methods [J]. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2016, 15(2): 331-352.
- [2] MCCLEMENTS D J. Nanoemulsions versus microemulsions: Terminology, differences, and similarities[J]. *Soft Matter*, 2012, 8(6): 1719-1729.
- [3] MCCLEMENTS D J, GUMUS C E. Natural emulsifiers-biosurfactants, phospholipids, biopolymers, and colloidal particles: Molecular and physicochemical basis of functional performance[J]. *Advances in Col-*

- loid and interface Science, 2016, 234(3): 3–26.
- [4] MCCLEMENTS D J, BAI L, CHUNG C. Recent advances in the utilization of natural emulsifiers to form and stabilize emulsions[J]. Annual Review of Food Science & Technology, 2017, 8(1): 205–236.
- [5] MCCLEMENTS D J. Edible nanoemulsions: Fabrication, properties, and functional performance[J]. Soft Matter, 2011, 7(6): 2297–2316.
- [6] LIAO W, LIU Z, ZHANG T, et al. Enhancement of anti-inflammatory properties of nobiletin in macrophages by a nano-emulsion preparation [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2018, 66(1): 91–98.
- [7] ACOSTA E. Bioavailability of nanoparticles in nutrient and nutraceutical delivery[J]. Current Opinion in Colloid & Interface Science, 2009, 14(1): 3–15.
- [8] 刘聪慧, 王欣. 大豆分离蛋白与大豆磷脂比例对超声乳化亚麻籽油乳液特性的影响[J]. 中国油脂, 2022, 47(5): 41–46, 72.
LIU C H, WANG X. Effects of ratio of soybean protein isolate to soybean lecithin on the properties of flaxseed oil emulsion prepared by ultrasound[J]. China Oils and Fats, 2022, 47(5): 41–46, 72.
- [9] 张英锋, 马子川. 生姜的成分及应用[J]. 化学教学, 2012(8): 73–74, 80.
ZHANG Y F, MA Z C. Ingredients and applications of ginger[J]. Education in Chemistry, 2012(8): 73–74, 80.
- [10] 卢传坚, 欧明, 王宁生. 姜的化学成分分析研究概述[J]. 中药新药与临床药理, 2003, 14(3): 215–217.
LU C J, OU M, WANG N S. Overview of analytical studies on the chemical composition of ginger[J]. Traditional Chinese Drug Research and Clinical Pharmacology, 2003, 14(3): 215–217.
- [11] 周鹏发, 李万志, 文喜艳. 生姜化学成分和药理活性的研究进展[J]. 中兽医医药杂志, 2021, 40(1): 93–96.
ZHOU P F, LI W Z, WEN X Y. Research progress on chemical composition and pharmacological activity of ginger[J]. Journal of Traditional Chinese Veterinary Medicine, 2021, 40(1): 93–96.
- [12] 李海平, 刘宁, 霍贵成. 生姜的抗动脉粥样硬化作用[J]. 国外医学: 卫生学分册, 2003, 30(2): 98–101.
LI H P, LIU N, HUO G C. Anti-atherosclerotic effect of ginger[J]. Foreign Medical Sciences (Section of Hygiene), 2003, 30(2): 98–101.
- [13] 张永鑫, 李俊松, 陈丽华, 等. 高效液相色谱法同时测定姜及其不同炮制品中5种姜辣素的含量[J]. 中国药学杂志, 2012, 47(6): 471–474.
ZHANG Y X, LI J S, CHEN L H, et al. Simultaneous determination of five gingerols in raw and processed ginger by HPLC[J]. Chinese Pharmaceutical Journal, 2012, 47(6): 471–474.
- [14] SEMWAL R B, SEMWAL D K, COMBRINCK S, et al. Gingerols and shogaols: Important nutraceutical principles from ginger[J]. Phytochemistry, 2015, 117(9): 554–568.
- [15] KIM H J, KIM I S, REHMAN S U, et al. Effects of 6-paradol, an unsaturated ketone from gingers, on cytochrome P450-mediated drug metabolism[J]. Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters, 2017, 27(8): 1826–1830.
- [16] CHEN H, LV L, SOROKA D, et al. Metabolism of [6]-shogaol in mice and in cancer cells[J]. Drug Metabolism and Disposition, 2012, 40(4): 742–753.
- [17] NILE S H, PARK S W. Chromatographic analysis, antioxidant, anti-inflammatory, and xanthine oxidase inhibitory activities of ginger extracts and its reference compounds[J]. Industrial Crops and Products, 2015, 70(3): 238–244.
- [18] 李雨竹, 汪永, 谢婷婷, 等. 生姜和辣椒及其活性组分对卤煮牛肉中杂环胺生成的影响[J]. 肉类研究, 2020, 34(6): 45–51.
LI Y Z, WANG Y, XIE T T, et al. Effects of ginger and chili pepper as well as their bioactive components on the formation of heterocyclic amines in stewed beef[J]. Meat Research, 2020, 34(6): 45–51.
- [19] 李岩溪, 王永鹏, 林涛, 等. 6-姜酮酚对结直肠癌细胞增殖、凋亡和糖酵解的影响及机制研究[J]. 解剖科学进展, 2020, 26(3): 280–283.
LI Y X, WANG Y P, LIN T, et al. Effect and relative mechanism of 6-paradol on proliferation, apoptosis and glycolysis of colorectal cancer HCT116 cells[J]. Progress of Anatomical Sciences, 2020, 26(3): 280–283.
- [20] 李娅雯, 李旭升, 袁洋冰, 等. 姜酚减肥降脂机制研究进展[J]. 食品科学, 2022, 43(5): 356–362.
LI Y W, LI X S, YUAN Y B, et al. Progress in understanding the antiobesity and lipid-lowering

- mechanism of gingerol[J]. *Food Science*, 2022, 43(5): 356–362.
- [21] WEI C K, TSAI Y H, KORINEK M, et al. 6-Paradol and 6-shogaol, the pungent compounds of ginger, promote glucose utilization in adipocytes and myotubes, and 6-paradol reduces blood glucose in high-fat diet-fed mice[J]. *International Journal of Molecular Sciences*, 2017, 18(1): 168.
- [22] KADAPPAN A S, GUO C, GUMUS C E, et al. The efficacy of nanoemulsion-based delivery to improve vitamin D absorption: Comparison of *in vitro* and *in vivo* studies[J]. *Molecular Nutrition & Food Research*, 2018, 62(4): 1700836.
- [23] EZHILARASI P N, KARTHIK P, CHHANWAL N, et al. Nanoencapsulation techniques for food bioactive components: A review[J]. *Food and Bioprocess Technology*, 2013, 6(3): 628–647.
- [24] RIEHEMANN K, SCHNEIDER S W, LUGER T A, et al. Nanomedicine – Challenge and perspectives[J]. *Angewandte Chemie International Edition*, 2009, 48(5): 872–897.
- [25] DAVIDOV -PARDO G, GUMUS C E, MCCLEMENTS D J. Lutein-enriched emulsion-based delivery systems: Influence of pH and temperature on physical and chemical stability[J]. *Food Chemistry*, 2016, 196(3): 821–827.
- [26] LIU C H, WANG R C, HE S H, et al. The stability and gastro-intestinal digestion of curcumin emulsion stabilized with soybean oil bodies[J]. *LWT*, 2020, 131(6): 109663.
- [27] DIANE J M M, BURGESS J. Vitamin E nanoemulsions characterization and analysis [J]. *International Journal of Pharmaceutics*, 2014, 465(1/2): 455–463.
- [28] 赵志娟. 荞麦黄酮纳米乳递送载体的制备及功能研究[D]. 太原: 山西大学, 2021.
- ZHAO Z J. Preparation and function of delivery system of buckwheat flavonoids nanoemulsion[D]. Taiyuan: Shanxi University, 2011.
- [29] SONDARI D, TURSILADI S. The effect of surfactant on formulation and stability of nanoemulsion using extract of *Centella asiatica* and *Zingiber officinale*[J]. *AIP Conference Proceedings*, 2018, 2049(1): 030014(1–6).
- [30] GHOSH V, SARANYA S, MUKHERJEE A, et al. Cinnamon oil nanoemulsion formulation by ultrasonic emulsification: Investigation of its bactericidal activity[J]. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2013, 13(1): 114–122.
- [31] MARHAMATI M, RANJBAR G, REZAIE M. Effects of emulsifiers on the physicochemical stability of oil-in-water nanoemulsions: A critical review[J]. *Journal of Molecular Liquids*, 2021, 340(8): 117218.
- [32] TRAYNOR M P, BURKE R, FRIAS J M, et al. Formation and stability of an oil in water emulsion containing lecithin, xanthan gum and sunflower oil [J]. *International Food Research Journal*, 2013, 20(5): 2173.
- [33] LIN C C, LIN H Y, CHEN H C, et al. Stability and characterisation of phospholipid-based curcumin-encapsulated microemulsions[J]. *Food Chemistry*, 2009, 116(4): 923–928.
- [34] KLANG V, VALENTA C. Lecithin-based nanoemulsions[J]. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 2011, 21(1): 55–76.
- [35] SINSUEBPOL C, CHANGSAN N. Effects of ultrasonic operating parameters and emulsifier system on sachal oil nanoemulsion characteristics[J]. *Journal of Oleo Science*, 2020, 69(5): 437–448.
- [36] SUI X N, BI S, QI B K, et al. Impact of ultrasonic treatment on an emulsion system stabilized with soybean protein isolate and lecithin: Its emulsifying property and emulsion stability[J]. *Food Hydrocolloids*, 2017, 63(2): 727–734.
- [37] 李季楠. 叶黄素纳米乳液的构建及理化特性研究[D]. 上海: 上海交通大学, 2019.
- LI J N. Study on preparation and physicochemical characteristics of nanoemulsion-based lutein delivery systems[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2019.

Optimization of Preparation Process of 6-Paradol Nanoemulsion and Its Stability Study

Liu Mengmeng^{1,3}, Guo Shiyin^{1,3}, Xiao Hang^{1,2}, Qin Jingping^{1,3}, Fan Wei^{1,3}, Tang Zhonghai^{1,3*}

(¹College of Food Science and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha 410128

²Department of Food Science, University of Massachusetts Amherst, Amherst 01003, USA

³Hunan Engineering Technology Research Center for Rapeseed Oil Nutrition Health and Deep Development, Changsha 410128)

Abstract 6-Paradol nanoemulsions were prepared by ultrasonication method. Two emulsifiers (Tween 85 or lecithin) were used to optimize the preparation conditions by designing a three-factor, three-level orthogonal test using emulsion particle size and polydispersity index (PDI) as the criteria, and emulsifier dosage, ultrasonication time, ultrasonication power, and mass fraction of the core as the variables. The results showed that the optimal conditions for the preparation of emulsions using Tween 85 were: Emulsifier dosage of 1% Tween 85, ultrasonic power of 250 W, ultrasonic time of 15 min, and 6-paradol mass fraction of 0.1%. The optimal conditions for the preparation of emulsion using lecithin were: emulsifier dosage of 1% lecithin, ultrasonic power 350 W, ultrasonic time 15 min, and 6-paradol mass fraction of 0.2%. The produced 6-paradol nanoemulsions were of oil-in-water (O/W) type, and the particle sizes of the two emulsions were found to be (144.1 ± 3.76) nm and (241.4 ± 2.12) nm after repeated measurements, and the encapsulation rates of 6-paradol were found to be (96.5 ± 2.51) and (87.47 ± 1.84) %, respectively, in which the 6-paradol was encapsulated in a good way. Meanwhile, it was stored at 4, 25 °C for 35 d. As a result, 6-paradol nanoemulsion had a better storage stability in low temperature environment. The results of the experiment provide a certain technical reference for the encapsulation and protection of fat-soluble nutrients.

Keywords 6-paradol; canola oil; O/W nanoemulsion; stability