

椰子油纳米乳液制备工艺条件优化

赵钰航,肖英琛,冯棋琴,郭朋坤,胡锦涛,崔 玮

(海南医学院 公共卫生与全健康国际学院,海口 571199)

摘要:为扩大椰子油的应用范围,以精制冷榨椰子油为油相,Tween 80 为乳化剂,无水乙醇为助乳剂,采用超声乳化法制备椰子油纳米乳液。以椰子油纳米乳液平均粒径及多分散指数(PDI)为指标,通过单因素实验和正交实验对椰子油纳米乳液制备工艺条件进行优化,并对制备的椰子油纳米乳液的类型进行鉴定。结果表明:椰子油纳米乳液最佳制备工艺条件为超声功率 500 W、超声时间 20 min、油乳质量比 1:1.5、油乳混合物与水质量比 2:8,在此条件下制得的纳米乳液平均粒径和 PDI 分别为 131.0 nm 和 0.27;制得的椰子油纳米乳液为水包油(O/W)型。该工艺条件下制得的椰子油纳米乳液粒径小且均匀,且 O/W 型的椰子油纳米乳液拓宽了椰子油的应用范围。

关键词:椰子油;纳米乳液;超声乳化法

中图分类号:TS225.1;TQ645.1 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2024)01-0067-05

Optimization of process conditions for the preparation of coconut oil nanoemulsion

ZHAO Yuhang, XIAO Yingchen, FENG Qiqin,
GUO Pengkun, HU Jinwen, CUI Wei

(International School of Public Health and One Health, Hainan Medical University, Haikou 571199, China)

Abstract: In order to expand the application of coconut oil, coconut oil nanoemulsion was prepared by ultrasonic emulsification with refined cold pressed coconut oil as the oil phase, Tween 80 as the emulsifier and absolute ethanol as the co-emulsifier. The preparation process of coconut oil nanoemulsion was optimized by single factor experiment and orthogonal experiments using the average particle size of coconut oil nanoemulsion and polydispersity index (PDI) as indicators, and the type of coconut oil nanoemulsion prepared was identified. The results showed that the optimal process conditions were ultrasonic power 500 W, ultrasonic time 20 min, mass ratio of oil to emulsion 1:1.5, mass ratio of oil-emulsion mixture to water 2:8. Under the optimal conditions, the average particle size and PDI of the nanoemulsion prepared were 131.0 nm and 0.27, respectively. The prepared coconut oil nanoemulsion was oil in water (O/W) type. In summary, the coconut oil nanoemulsion prepared has small and uniform particle size and the O/W type of coconut oil nanoemulsion broadens the application range of coconut oil.

Key words: coconut oil; nanoemulsion; ultrasonic emulsification method

椰子油是从成熟椰子肉中提取的植物油脂,气

味芬芳,富含中短链脂肪酸,其中月桂酸含量高达 50% 左右^[1-2]。中短链脂肪酸相对分子质量较小,能够被机体快速代谢,减轻机体负担;且中短链脂肪酸还具有抗菌、抗病毒、抗氧化、降低体脂和心血管疾病风险等多种生理功能^[2-3]。此外,椰子油中还含有少量具有特殊生理功能的多酚类化合物、生育酚、 β -谷甾醇等活性成分^[2]。椰子油因其优良的特性被广泛应用于食品、医药、化工等多个领

收稿日期:2022-09-08;修回日期:2023-08-22

基金项目:海南省大学生创新创业项目(S201911810015);
海南省自然科学基金项目(20168273)

作者简介:赵钰航(1998),男,在读本科,预防医学专业
(E-mail)842108584@qq.com。

通信作者:冯棋琴,副教授,硕士(E-mail)fengqiqin1842@163.com。

域^[4-7]。但椰子油熔点高、流动性差、水溶性差,较难均匀分散于基质中,极大地限制了其在工业上的大规模应用。

纳米乳液是由水相、油相、乳化剂和助乳剂以适当比例构成,平均粒径在 50 ~ 1 000 nm 的热力学稳定体系^[8]。纳米乳液按结构可分为水包油(O/W)型、油包水(W/O)型及双连续型 3 种,其中 O/W 型纳米乳液能很好地解决油脂类物料水溶性差、流动性差的问题^[9]。乳化剂是制备纳米乳液不可或缺的成分,能够起到降低液滴表面张力、乳化和分散的作用^[10]。Tween 80 是一种常见的食品添加剂,它的亲水亲油平衡值(HLB 值)为 15,适合用作 O/W 型乳化剂^[11]。超声乳化法被广泛用于纳米乳液的制备,如:胡伟^[12]、刘雪梅^[13]、Sharma^[14]等分别利用超声乳化法成功制备了油茶籽油纳米乳液、鱼油纳米乳液和丁香油纳米乳液,且所制备的纳米乳液稳定性良好;高巍^[1]采用超声乳化法制备了以分提椰子油和绿茶籽油混合液为油相,具有良好稳定性的椰子油基纳米乳液。目前,单纯以椰子油作为油相制备纳米乳液的研究还鲜有报道。

本文以精制冷榨椰子油为油相,食品级 Tween 80 为乳化剂,无水乙醇为助乳剂,去离子水为水相,在水浴加热条件下制得粗乳液,再采用超声乳化法制备椰子油纳米乳液,通过正交实验对椰子油纳米乳液的制备条件进行优化,以期对椰子油纳米乳液产品的开发和椰子油应用范围的扩大提供一定的参考。

1 材料与方法

1.1 实验材料

1.1.1 原料与试剂

精制冷榨椰子油,文昌纯椰食品有限公司; Tween 80,食品级,广州市泰力化工有限公司;无水乙醇,西陇化工股份有限公司;苏丹红Ⅲ、亚甲基蓝,福州飞净生物科技有限公司。

1.1.2 仪器与设备

SCIENTZ - 1200E 超声波细胞破碎仪、SB - 500DTY 超声波清洗机,宁波新芝生物科技股份有限公司;HORIBA SZ - 100 V2 纳米颗粒分析仪,日本 Horiba 公司;DF - 101S 集热式恒温磁力搅拌器,上海仪电科学仪器股份有限公司;HWS - 26 恒温水浴锅,上海一恒科学仪器有限公司;UPT - II - 10T 优普系列超纯水机,成都超纯科技有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 椰子油纳米乳液的制备

取适量椰子油于 250 mL 烧杯中,在水浴加热

(60℃)条件下,按一定比例缓慢加入 Tween 80,边滴边搅拌,充分混匀,然后将加入一定量无水乙醇的去离子水(无水乙醇与去离子水质量比 2:98)缓慢滴加至上述混合液中,搅拌均匀后置于恒温磁力搅拌器上,以 1 500 r/min 搅拌 5 min,充分混匀,制得粗乳液。

将上述椰子油粗乳液(200 mL)置于超声波细胞破碎仪中超声处理一定时间(处理 2.5 s,停 2.5 s,循环),并采用冷水浴将乳液温度控制在 40℃以下,得到椰子油纳米乳液。

1.2.2 椰子油纳米乳液的平均粒径及多分散指数(PDI)的测定

将椰子油纳米乳液样品置于恒温水浴锅(70℃)中,用 70℃ 去离子水将样品稀释 500 倍,冷却至室温。使用纳米颗粒分析仪,在散射角 90°,检测温度 25℃的条件下,测定椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI,每个样品重复测量 3 次,结果取平均值。

1.2.3 椰子油纳米乳液类型的鉴定

参考文献[12],通过染色法鉴定椰子油纳米乳液的类型。室温下,分别取 200 mL 椰子油纳米乳于两个 250 mL 烧杯中,同时分别向两个烧杯中加入 2 mL 质量浓度为 1 mg/mL 的水溶性亚甲基蓝和脂溶性苏丹红Ⅲ,比较两种染色剂的扩散速度。若亚甲基蓝的扩散速度快于苏丹红Ⅲ,则制备的纳米乳液是 O/W 型;若苏丹红Ⅲ的扩散速度快于亚甲基蓝,则是 W/O 型;若两者的扩散速度相同,则是双连续型。

2 结果与分析

2.1 椰子油纳米乳液制备的单因素实验

2.1.1 超声功率对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响

在油乳比(油乳质量比,乳包括乳化剂 Tween 80 和助乳剂无水乙醇)1:1.5、油乳混合物与水比(油乳混合物与水质量比)1:9、超声时间 10 min 条件下,考察超声功率对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响,结果如图 1 所示。

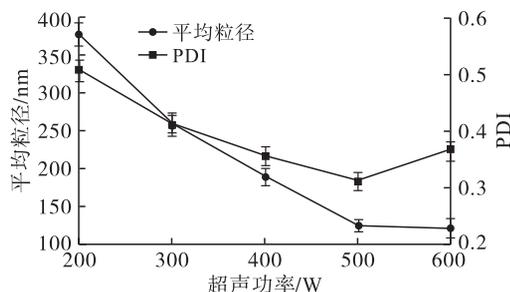


图 1 超声功率对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响

PDI 代表粒径的均一程度, PDI 越小, 表示粒径越均匀。由图 1 可知: 超声功率为 200 ~ 600 W 时, 随超声功率增大, 椰子油纳米乳液的平均粒径呈下降趋势, 其中, 在超声功率大于 500 W 时, 平均粒径下降不明显; PDI 呈先下降后上升趋势, 超声功率为 500 W 时 PDI 最低, 这与胡伟等^[12]的研究结果相似。该现象的原因可能是由于在一定超声功率范围内, 超声波的空化作用使乳液中产生大量小气泡, 小气泡在超声振动下急速崩溃, 产生的强烈局部激波使液滴破裂, 粒径变得小且均一; 但当超声功率增大到一定程度后, 空化效应的增强会形成更小粒径的纳米乳液液滴, 碰撞概率增大而发生聚集, 形成较大粒径的液滴, 使得纳米乳液的平均粒径不再明显下降, 且均匀性下降, PDI 增大^[15-16]。考虑超声功率过高, 既增加能耗, 又可能影响椰子油的理化性质及组成^[17], 故本实验选择超声功率范围为 300 ~ 500 W。

2.1.2 超声时间对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响

在油乳比 1:1.5、油乳混合物与水比 1:9、超声功率 500 W 的条件下, 考察超声时间对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响, 结果如图 2 所示。

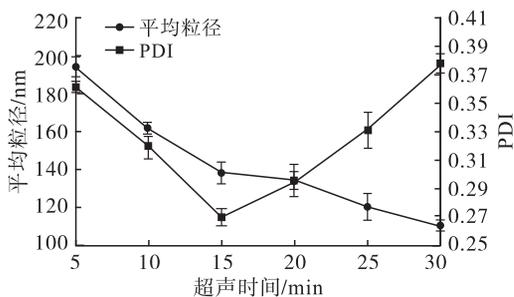


图 2 超声时间对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响

由图 2 可知, 椰子油纳米乳液平均粒径随超声时间的延长呈明显下降趋势, 而 PDI 呈先下降后上升趋势。刘雪梅等^[13]研究发现, 纳米乳液的平均粒径和 PDI 均随超声时间的延长呈先下降后上升趋势, 这可能是因为超声时间较短时, 形成的初级液滴较多, 粒径大且分布不均一, 随着超声时间延长, 在空化效应的持续作用下, 初级液滴逐渐分裂成粒径更细且均一的纳米级液滴, 但随着超声时间进一步延长, 超声产生的热效应会引起细小液滴的聚集, 造成平均粒径和 PDI 增大。但本实验中当超声时间为 15 min 时, PDI 最小, 之后上升; 而乳液平均粒径在超声时间达到 30 min 时, 仍未出现上升的现象, 可能是在本实验条件下椰子油纳米乳液中液滴粒径随超声时间延长, 持续变小, 尽管出现了聚集, 使液滴变得不均一, 但由于细小粒径的液滴数量多, 使得

平均粒径仍较小。综合考虑, 本实验选择超声时间范围为 15 ~ 25 min。

2.1.3 油乳比对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响

在油乳混合物与水比 1:9、超声功率 500 W、超声时间 15 min 的条件下, 考察油乳比对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响, 结果如图 3 所示。

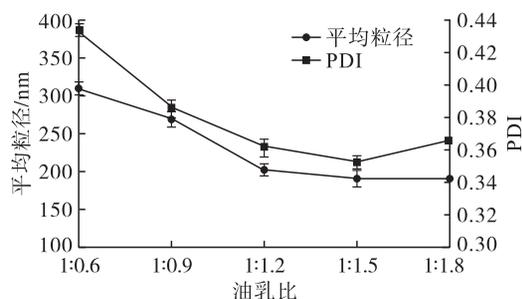


图 3 油乳比对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响

由图 3 可知, 油乳比在 1:0.6 ~ 1:1.8 范围内, 随着乳化剂比例增加, 椰子油纳米乳液的平均粒径和 PDI 均呈先下降后上升的趋势, 与胡伟等^[12]研究油乳比对油茶籽油纳米乳液的平均粒径和 PDI 的影响及郝慧敏等^[18]研究油乳比对牡丹籽油纳米乳液的平均粒径和 PDI 的影响的趋势一致。原因可能是当乳化剂用量适当时, 在其乳化和分散作用下, 乳液更细小且均一; 但当乳化剂用量进一步增加, 体系黏度增大, 促使乳液液滴聚集, 部分液滴的粒径增大, 粒径分布变宽, 乳液平均粒径略有增加, PDI 变大。本着达到效果的情况下, 尽量减少乳化剂使用的原则, 选择油乳比的范围为 1:0.9 ~ 1:1.5。

2.1.4 油乳混合物与水比对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响

在油乳比 1:1.5、超声功率 500 W、超声时间 15 min 的条件下, 考察油乳混合物与水比对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响, 结果如图 4 所示。

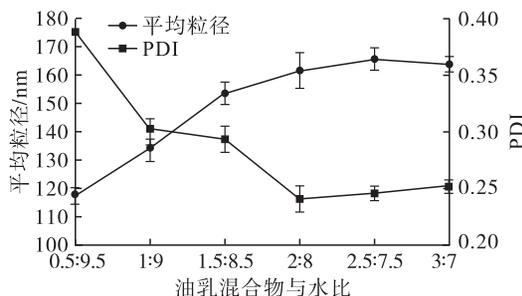


图 4 油乳混合物与水比对椰子油纳米乳液的平均粒径及 PDI 的影响

由图 4 可知, 油乳混合物与水比为 0.5:9.5 ~ 2:8 时, 随着该比值的增大, 椰子油纳米乳液的平均

粒径整体呈上升趋势, PDI 呈下降趋势, 在油乳混合物与水比为 2:8 ~ 3:7 时, 平均粒径基本保持稳定, PDI 呈上升趋势。可能是由于随着油相和乳化剂的增加, 体系黏度增大, 促进乳液液滴聚集, 使液滴平均粒径增大。由于本实验中油相和乳化剂同时增加, 在一定范围内, 乳化剂仍可以将油相包裹, 在其乳化和分散作用下, 形成均匀液滴。当油相和乳化剂进一步增加, 体系黏度进一步增大, 乳液随之失稳, 粒径分布范围变宽, 即 PDI 变大; 油相和乳化剂含量过高时, 还可能发生乳液转相, 由 O/W 型变为 W/O 型^[19]。综合考虑, 本实验选择油乳混合物与水比的适宜范围为 1:9 ~ 2:8。

2.2 椰子油纳米乳液制备的正交实验

在单因素实验基础上, 以超声功率(A)、超声时间(B)、油乳比(C)和油乳混合物与水比(D)为实验因素, 以平均粒径和 PDI 为评价指标, 进行 $L_9(3^4)$ 四因素三水平正交实验, 以筛选并确定椰子油纳米乳液的最佳制备工艺参数。正交实验因素水平见表 1, 正交实验设计与结果见表 2。

表 1 正交实验因素水平

水平	A 超声功率/W	B 超声时间/min	C 油乳比	D 油乳混合物与水比
1	300	15	1:0.9	1:9
2	400	20	1:1.2	1.5:8.5
3	500	25	1:1.5	2:8

表 2 正交实验设计与结果

水平	A	B	C	D	平均粒径/nm	PDI
1	1	1	1	1	398.8	0.60
2	1	2	2	2	297.2	0.54
3	1	3	3	3	263.4	0.46
4	2	1	3	2	270.0	0.47
5	2	2	1	3	250.4	0.41
6	2	3	2	1	266.7	0.39
7	3	1	2	3	177.4	0.26
8	3	2	3	1	135.0	0.29
9	3	3	1	2	163.0	0.21
平均粒径						
k_1	319.8	282.1	270.7	266.8		
k_2	262.4	227.5	247.1	243.4		
k_3	158.5	231.0	222.8	230.4		
R	161.3	54.5	47.9	36.4		
PDI						
k_1	0.53	0.44	0.41	0.43		
k_2	0.42	0.41	0.40	0.41		
k_3	0.25	0.35	0.41	0.38		
R	0.28	0.09	0.01	0.05		

由表 2 可知, 各因素对椰子油纳米乳液平均粒径影响大小为超声功率(A) > 超声时间(B) > 油乳比(C) > 油乳混合物与水比(D), 对椰子油纳米乳液 PDI 影响大小为超声功率(A) > 超声时间(B) > 油乳混合物与水比(D) > 油乳比(C), 最优的椰子油纳米乳液平均粒径工艺条件为 $A_3B_2C_3D_3$, 即超声功率 500 W、超声时间 20 min、油乳比 1:1.5、油乳混合物与水比 2:8。最优的椰子油纳米乳液 PDI 工艺条件为 $A_3B_3C_2D_3$, 即超声功率 500 W、超声时间 25 min、油乳比 1:1.2、油乳混合物与水比 2:8。验证实验显示, $A_3B_2C_3D_3$ 条件下, 椰子油纳米乳液平均粒径为 131.0 nm, PDI 为 0.27, $A_3B_3C_2D_3$ 条件下, 椰子油纳米乳液平均粒径为 148.6 nm, PDI 为 0.27, $A_3B_2C_3D_3$ 与 $A_3B_3C_2D_3$ 处理条件相比, $A_3B_2C_3D_3$ 的纳米乳平均粒径更小, 而 PDI 相同。因此, 确定椰子油纳米乳液的最佳制备工艺为 $A_3B_2C_3D_3$, 即超声功率 500 W、超声时间 20 min、油乳比 1:1.5、油乳混合物与水比 2:8。

2.3 椰子油纳米乳液的类型

采用染色法鉴定制备的椰子油纳米乳液类型, 发现亚甲基蓝在椰子油纳米乳液中扩散速度更快, 因此确定本实验制备的椰子油纳米乳液为 O/W 型。

3 结论

本实验得到的椰子油纳米乳液最佳制备工艺条件为超声功率 500 W、超声时间 20 min、油乳比 1:1.5、油乳混合物与水比 2:8, 该条件下制得纳米乳液粒径小且均匀。此外, 制备的椰子油纳米乳液为 O/W 型, 使椰子油能更广泛地应用于食品工业中。

参考文献:

- [1] 高巍. 椰子油基纳米乳液的制备及特性研究[D]. 海口: 海南大学, 2020.
- [2] 张建国, 李瑞, 宋晨也, 等. 初榨椰子油品质特征及健康功效的研究进展[J]. 中国油脂, 2022, 47(12): 92 - 97, 126.
- [3] TAKEISHI J, TATEWAKI Y, NAKASE T, et al. Alzheimer's disease and type 2 diabetes mellitus: The use of MCT oil and a ketogenic diet[J/OL]. Int J Mol Sci, 2021, 22(22): 12310 [2022 - 09 - 08] <https://doi.org/10.3390/ijms222212310>.
- [4] 梁新宇, 赵文忠, 徐志远. 一种椰子油/硅油乳液对头发护理性能的研究[J]. 日用化学品科学, 2020, 43(6): 26 - 30, 42.
- [5] 吕方方, 陈华, 宋菲, 等. 椰子油脂质体保湿霜的制备和性能测试[J]. 日用化学工业, 2018, 48(4): 227 - 230, 242.

(下转第 78 页)

- 蛇葡萄素纳米结构脂质载体处方工艺及体外评价[J]. 中草药, 2022, 53(16):4982-4991.
- [19] LI M, MA Y, CUI J. Whey - protein - stabilized nanoemulsions as a potential delivery system for water - insoluble curcumin[J]. LWT - Food Sci Technol, 2014, 59(1):49-58.
- [20] 马永强, 修伟业, 黎晨晨, 等. 星点设计 - 响应面法优化番茄红素纳米结构脂质载体的制备[J]. 食品科学, 2021, 42(3):121-127.
- [21] 凌慧. 包覆防晒剂的纳米结构脂质载体的制备及防晒效果研究[D]. 广州: 广州大学, 2019.
- [22] DONG B, QIN Z Y, WANG Y W, et al. Investigating the rheology and stability of heavy crude oil - in - water emulsions using APG08 emulsifiers [J]. ACS Omega, 2022, 7(42):37736-37747.
- [23] TSAI W C, RIZVI S S H. Microencapsulation and characterization of liposomal vesicles using a supercritical fluid process coupled with vacuum - driven cargo loading [J]. Food Res Int, 2017, 96(6):94-102.
- [24] HYDER M N, HUANG R Y M, CHEN P. Pervaporation dehydration of alcohol - water mixtures: Optimization for permeate flux and selectivity by central composite rotatable design[J]. J Membr Sci, 2009, 326(2):343-353.
- [25] 熊文慧. 番茄红素纳米结构脂质载体工艺优化及生物可给率[D]. 江苏 无锡: 江南大学, 2019.
- [26] MAO X Y, TIAN Y, SUN R, et al. Stability study and *in vitro* evaluation of astaxanthin nanostructured lipid carriers in food industry[J]. Integr Ferroelectr, 2019, 200(1):208-216.
- [27] CHENG X Y, XIONG Y J, YANG M M, et al. Preparation of astaxanthin mask from *Phaffiarhodozyma* and its evaluation[J]. Process Biochem, 2019, 79:195-202.
- [28] MAO X Y, SUN R, TIAN Y, et al. Development of a solid self - emulsification delivery system for the oral delivery of astaxanthin[J/OL]. Eur J Lipid Sci Technol, 2019, 121(5):1800258 [2022-03-21]. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201800258>.
- [29] LIU J, CHEN X, YANG X, et al. Astaxanthin accumulation in *Haematococcus pluvialis* observed through Fourier - transform infrared microspectroscopy imaging [J]. J Mol Struct, 2019, 1182:119-122.
- [30] SARABANDI K, MAHOONAK A S, HAMISHEHKAR H, et al. Protection of casein hydrolysates within nanoliposomes: Antioxidant and stability characterization [J]. J Food Eng, 2019, 251:19-28.
- [31] RAMEZANZADE L, HOSSEINI S F, NIKKHAH M. Biopolymer - coated nanoliposomes as carriers of rainbow trout skin - derived antioxidant peptides[J]. Food Chem, 2017, 234:220-229.
- [32] 秦尧, 张新蕾, 韩鑫桐, 等. 大麻二酚纳米结构脂质载体的制备及其性质研究[J]. 化学通报, 2022, 85(7):845-852.
-
- (上接第 70 页)
- [6] 韩丽丽, 王学敏, 陈朝青, 等. 特医食品中油脂的设计及氧化稳定性研究[J]. 中国食物与营养, 2022, 28(4):38-41.
- [7] SANDUPAMA P, MUNASINGHE D, JAYASINGHE M. Coconut oil as a therapeutic treatment for Alzheimer's disease: A review[J]. J Future Foods, 2022, 2(1):41-52.
- [8] 张文君, 吴梦婷, 张国锋, 等. 白藜芦醇纳米传递系统的研究进展[J]. 食品科学, 2022, 43(3):371-377.
- [9] 李藤藤, 徐东升, 吴迪, 等. 蛇油纳米乳的制备及稳定性评价[J]. 中国油脂, 2021, 46(11):21-25, 49.
- [10] 张彩虹, 黄立新, 谢普军, 等. 三种乳化剂对橄榄油乳液稳定性的影响[J]. 中国油脂, 2021, 46(3):28-33, 47.
- [11] 鲁梦齐. 椰子油微乳体系的构建及其在细菌纤维素凝胶中递送油溶物的渗透动力学研究[D]. 海口: 海南大学, 2017.
- [12] 胡伟, 李湘洲, 穆园园. 响应面法优化超声乳化制备油茶籽油纳米乳液及其稳定性研究[J]. 中国油脂, 2017, 42(9):14-19.
- [13] 刘雪梅, 王兆石, 刘露, 等. 橙皮苷 - 乳清蛋白基鱼油纳米乳液的制备及稳定性研究[J]. 食品工业, 2022, 43(4):91-96.
- [14] SHARMA M, MANN B, POTHURAJU R, et al. Physico - chemical characterization of ultrasound assisted clove oil - loaded nanoemulsion: An enhanced antimicrobial potential [J/OL]. Biotechnol Rep, 2022, 34:e00720 [2022-09-08]. <https://doi.org/10.1016/j.btre.2022.e00720>.
- [15] 曹梦梦, 刘一鲲, 陈兴, 等. 动态高压微射流技术制备乳液运载体的研究进展[J]. 食品工业科技, 2022, 43(18):474-482.
- [16] 魏晓莉. 超声乳化生物燃油/柴油工艺、机理及装置的优化研究[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2015.
- [17] 冯棋琴, 胡爱军. 超声处理对红花籽油理化性质及脂肪酸组成的影响[J]. 中国油脂, 2015, 40(7):37-39.
- [18] 郝慧敏, 靳学远, 刘艳芳. 超高压均质制备牡丹籽油纳米乳液及稳定性研究[J]. 粮食与油脂, 2021, 34(9):78-81.
- [19] 樊晔, 牛田, 方云, 等. SCL@ SiO₂ 纳米颗粒的制备及其稳定的 Pickering 乳液[J]. 精细化工, 2018, 35(12):1987-1992.