



吴芳玲,陈凌利,宋嘉新,等.响应面法优化乙基纤维素包封D-柠檬烯精油纳米颗粒工艺及其理化特性研究[J].江西农业大学学报,2026,48(1):219-235.

WU F L, CHEN L L, SONG J X, et al. A study on the optimization of the process for encapsulating D-limonene essential oil nanoparticles with ethyl cellulose by response surface methodology and its physicochemical properties[J]. Acta agriculturae universitatis Jiangxiensis, 2026, 48(1): 219-235.

响应面法优化乙基纤维素包封D-柠檬烯精油 纳米颗粒工艺及其理化特性研究

吴芳玲, 陈凌利, 宋嘉新, 李媛, 刘钦萍, 王文君*

(江西农业大学 食品科学与工程学院/江西省天然产物与功能食品重点实验室, 江西 南昌 330045)

摘要:【目的】旨在通过优化D-柠檬烯精油的包埋工艺,解决其在实际应用中存在的水溶性差、刺激性气味明显及稳定性不足等问题,为其综合利用及抗氧化功能产品的开发提供理论依据。【方法】以乙基纤维素(EC)作为壁材,D-柠檬烯精油(DL)作为芯材,采用反溶剂沉淀法将D-柠檬烯精油包埋于乙基纤维素中,形成D-柠檬烯精油/乙基纤维素纳米颗粒(DENPs)。通过单因素试验考察质量比(芯壁材比)、料液比(芯壁材和正反溶剂比)以及滴加速度(芯壁材从正溶剂滴入反溶剂的速度)对纳米颗粒包封率的初步影响。在此基础上,以包封率为响应值,进行三因素三水平响应面分析试验,优化出最佳的制备工艺条件。利用扫描电镜、粒径电位仪、傅里叶红外光谱(FTIR)及差式扫描量热法(DSC)对DENPs进行表征测定分析,并对其抗氧化能力和稳定性进行评估。【结果】(1)通过响应面法优化得到最佳工艺参数为质量比43:57、料液比1.5%、滴加速度3 r/min时,包封率为69.02%。(2)DENPs的粒径为259.49 nm, PDI为0.194, Zeta电位为-38.05 mV。(3)FTIR光谱和DSC热谱证实D-柠檬烯精油成功包封于乙基纤维素纳米颗粒中。(4)DENPs的DPPH自由基清除率最高达到73.24%, ABTS自由基清除率最高达到71.08%。(5)DENPs在100℃下水浴保留率为73.37%,在4℃下贮藏16 d后保留率为75.49%。【结论】通过响应面法优化后的DENPs包封效果显著,粒径大小均一,在水溶液中分散性良好;包封后的D-柠檬烯精油仍然表现出良好的自由基清除能力;稳定性也得到了极大的提高,为D-柠檬烯精油在功能性食品及医药领域广泛应用提供理论参考和科学依据。

关键词:响应面法;反溶剂沉淀法;纳米颗粒;抗氧化性;稳定性

中图分类号:TS255 文献标志码:A

开放科学(资源服务)标识码(OSID):

文章编号:1000-2286(2026)01-0219-17

CSTR:32399.14.aauj.2026020



A study on the optimization of the process for encapsulating D-limonene essential oil nanoparticles with ethyl cellulose by response surface methodology and its physicochemical properties

WU Fangling, CHEN Lingli, SONG Jiaxin, LI Yuan, LIU Qinpings, WANG Wenjun*

收稿日期:2025-11-03 修回日期:2025-11-26 接受日期:2025-11-29

基金项目:国家自然科学基金项目(31560459)、江西省重点研发计划项目(20243BBH81016)和江西农业现代农业产业生猪体系——加工岗(JXARS-10)

Project supported by the National Natural Science Foundation of China(31560459), the Key Research and Development Plan of Jiangxi Province, China(20243BBH81016) and the Earmarked Fund for Jiangxi Agriculture Research System(JXARS-10)

作者简介:吴芳玲,硕士生, orcid.org/0009-0005-1623-3946, wfling10102022@163.com; *通信作者:王文君,教授,博士,主要从事食品化学和分子营养学研究, orcid.org/0000-0001-6882-7037, wwjun9999@jxau.edu.cn。

©《江西农业大学学报》编辑部,开放获取CC BY-NC-ND协议

(School of Food Science and Engineering, Jiangxi Agricultural University, Jiangxi Key Laboratory of Natural Products and Functional Foods, Nanchang 330045, China)

Abstract: [Objective] This study aims to optimize the embedding process of D-limonene essential oil to solve the problems in its practical application, such as poor water solubility, obvious pungent smell and insufficient stability, and to provide a theoretical basis for its comprehensive utilization and the development of antioxidant functional products. [Method] With ethyl cellulose (EC) as the wall material and D-limonene essential oil (DL) as the core material, the D-limonene essential oil was encapsulated in ethyl cellulose by the anti-solvent precipitation method to form D-limonene essential oil/ethyl cellulose nanoparticles (DENPs). Through single-factor experiments, the initial influence of the mass ratio (core-wall material ratio), the liquid ratio (ratio of core-wall material and positive/negative solvents) and the dripping speed (the speed at which the core-wall material drips from the positive solvent to the negative solvent) on the encapsulation rate of nanoparticles were investigated. On this basis, a three-factor three-level response surface analysis experiment was conducted using the encapsulation rate as the response value to optimize the optimal preparation process conditions. The DENPs were characterized by scanning electron microscopy (SEM), particle size and zeta potential analyzer, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), and differential scanning calorimetry (DSC), and their antioxidant capacity and stability were evaluated. [Result] (1) The optimal process parameters were obtained through response surface methodology: a mass ratio of 43:57, a solid-to-liquid ratio of 1.5%, and a dripping speed of 3 r/min, resulting in an entrapment efficiency of 69.02%. (2) The particle size of DENPs was 259.49 nm, the PDI was 0.194, and the Zeta potential was -38.05 mV. (3) FTIR spectra and DSC thermograms confirmed that D-limonene essential oil was successfully encapsulated in ethyl cellulose nanoparticles. (4) The DPPH radical scavenging rate of DENPs reached a maximum of 73.24%, and the ABTS radical scavenging rate reached a maximum of 71.08%. (5) The retention rate of DENPs was 73.37% after water bath at 100 °C and 75.49% after storage at 4 °C for 16 days. [Conclusion] The encapsulation effect of DENPs optimized by response surface methodology is remarkable. The particle size is uniform and it disperses well in water solution. The encapsulated D-limonene essential oil still exhibits excellent free radical scavenging ability; its stability has also been greatly improved. This research provides theoretical references and scientific basis for the wider application of D-limonene essential oil in functional foods and medicine fields.

Keywords: response surface method; anti-solvent precipitation method; nanoparticles; antioxidant property; stability

【研究意义】D-柠檬烯精油(D-limonene)作为一种天然单萜类化合物,广泛存在于柑橘类果皮中,具有抗氧化、抗肿瘤及止咳平喘等多种生理活性^[1-3],被美国FDA认定为安全物质,在食品、医药和日化领域具有重要应用价值^[4]。但D-柠檬烯精油不仅稳定性差、水溶性低且易挥发,其浓烈的刺鼻气味还直接影响产品的感官品质,这些问题限制了它的广泛应用^[5]。本研究利用纳米封装技术构建D-柠檬烯精油纳米颗粒,显著提高了其理化稳定性和抗氧化特性,对拓展其在功能食品与医药领域的应用具有重要意义。【前人研究进展】为了克服精油本身的一些缺陷,纳米乳液技术被视为一种有效的初步解决方案^[6-8]。纳米乳液的制备方法主要有高能法和低能法,这2种方法制备的纳米乳液都能显著提升精油的水溶性、稳定性和生物活性^[9-11]。例如,利用高能法中的超声法制备柠檬醛纳米乳,不仅显著提升了水溶性,还在鲑鱼冷藏保鲜中表现出良好的应用潜力^[12]。但是,纳米乳液体系在长期存储中仍面临奥氏熟化等物理不稳定性问题,导致乳液分层、粒径变化和活性成分损失等情况^[13],单纯的纳米乳化技术对于实现精油的长期稳定性和可控释放仍存在瓶颈。因此,部分研究开始转向更具保护性的纳米颗粒封装技术,该技术通过构建固态壁材将活性物质包覆,能更有效地阻隔环境因素(如光、氧、水分)带来的影响,从而实现更精准的控释和更高的稳定性。这一技术路径在封装其他性质不稳定的活性成分上已取得显著成效^[14-16]。

【本研究切入点】前人研究^[17]已表明,利用纳米封装技术能够显著改善活性物质的溶解性、稳定性并掩蔽其不良气味。纳米封装技术一般有离子凝胶法、反溶剂沉淀法、喷雾干燥、微胶囊等,其中反溶剂沉淀法因操作简单、条件温和,以及粒径易于调控等优点,成为包埋疏水成分的研究热点^[18-20]。但目前对于该技术的使用多集中于固体活性物质(如姜黄素)的封装和壁材的筛选^[21-22]。D-柠檬烯作为一种具有抗菌、抗氧化等生物活性的挥发性精油,因易挥发、水溶性和热稳定性差,其应用常受限于保存与加工条件。同时,壁材的选择是反溶剂沉淀法成功制备纳米颗粒的关键,需满足溶剂可溶、反溶剂不溶的溶解度骤变特性。与玉米醇溶蛋白、乳清分离蛋白等常用壁材相比,乙基纤维素凭借与疏水性芯材(如D-柠檬烯精油)的优异相容性,成为反溶剂沉淀工艺的完美适配性壁材^[23-25]。一方面,乙基纤维素的疏水性结构可与D-柠檬烯形成强相互作用,保障芯材的高效包埋与稳定负载;另一方面,相较于蛋白类壁材,乙基纤维素还具有化学稳定性高、成膜性优异、无蛋白类壁材的致敏性等优势。【拟解决的关键问题】本研究选用D-柠檬烯(DL)作为芯材,乙基纤维素(EC)作为壁材,通过反溶剂沉淀法制备高效负载D-柠檬烯精油的纳米颗粒。以包封率为响应值,通过优化得到最佳制备工艺,并探究其抗氧化活性、热稳定性和贮藏稳定性,以期为D-柠檬烯精油在实际产品中的扩大应用提供理论支持与技术基础。通过条件优化得到包封率最高的制备工艺,以实现疏水性D-柠檬烯精油的高效纳米封装。进一步系统评估包封前后精油的抗氧化活性与稳定性变化,旨在构建一种包封效果好,抗氧化性能优良,稳定性高的精油纳米颗粒,为拓展D-柠檬烯精油的应用范围提供理论支撑。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

D-柠檬烯,含量>95%,来源于柑橘,上海易恩化学技术有限公司;乙基纤维素,上海阿拉丁生化科技股份有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 纳米颗粒的制备

参考Hadian等^[26]的方法并略作修改。称取不同质量比和料液比的芯壁材D-柠檬烯精油和乙基纤维素溶解于乙醇溶液,在600 r/min的速度下磁力搅拌直至溶解,按溶剂和反溶剂为20:100的体积比例注入水中,不断搅拌形成纳米颗粒,制备过程如图1所示。

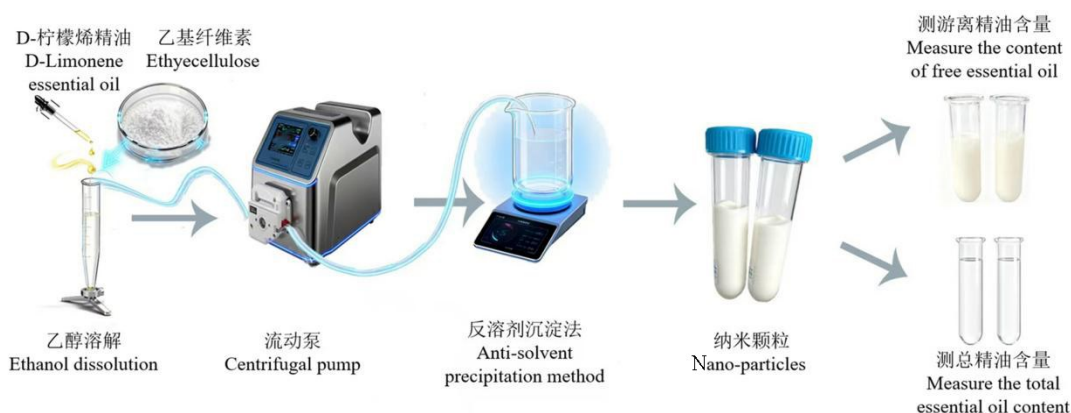


图1 反溶剂沉淀技术制备D-柠檬烯纳米颗粒工艺流程

Fig.1 Process flow of D-limonene nanoparticles prepared by anti-solvent precipitation technology

1.2.2 纳米颗粒包封率和负载率的测定

参考马玉莹^[27]的方法,并根据实际情况稍作修改。对浓度为10 $\mu\text{g/mL}$ D-柠檬烯精油进行全波段扫描(200~400 nm),确定D-柠檬烯精油的最大吸收波长为240 nm。用M2型酶标仪(美国Molecular Device公司)测定240 nm处质量浓度梯度为0、20、40、60、80、100 $\mu\text{g/mL}$ 的D-柠檬烯精油-正己烷标准溶液和D-柠檬烯精油-乙醇标准溶液的吸光度,得到线性回归方程分别为: $Y=0.009\ 03X+0.0286$, $R^2=0.996\ 7$; $Y=0.005\ 77X-0.010\ 94$, $R^2=0.998\ 8$ 。结果表明D-柠檬烯精油在0~100 $\mu\text{g/mL}$ 范围内具有良好的线性关系。

包封率和负载率按照下列公式(1)和(2)进行计算。

$$\text{包封率} = \frac{\text{精油总含量} - \text{游离精油含量}}{\text{加入精油总量}} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{负载率} = \frac{\text{精油总含量} - \text{游离精油含量}}{\text{复合物总量}} \times 100\% \quad (2)$$

游离精油含量:将1 mL纳米颗粒水溶液(DENPs)和1 mL正己烷在离心管中混合,漩涡振荡30 s后,取上层清液稀释50倍,在240 nm处测吸光度值,代入方程 $Y=0.009\ 03X+0.028\ 6$, $R^2=0.996\ 7$,计算游离精油含量。

精油总含量:将1 mL纳米颗粒水溶液(DENPs)和1 mL无水乙醇在离心管中混合,漩涡振荡30 s后,取上层清液稀释100倍,在240 nm处测吸光度值,代入方程 $Y=0.005\ 77X-0.010\ 94$, $R^2=0.998\ 8$,计算精油总含量。

1.2.3 纳米颗粒单因素试验

以芯壁材的质量比(30:70、40:60、50:50、60:40、70:30)、芯壁材与正反溶剂的料液比(0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%)、溶质从反溶剂滴入正溶剂的滴加速度(1,2,3,4,5 r/min)为影响因素,分别考察各因素对D-柠檬烯精油纳米颗粒包封率和负载率的影响。

1.2.4 纳米颗粒响应面优化试验

基于单因素试验结果,以纳米颗粒包封率为响应值,以质量比(A)、料液比(B)和滴加速度(C)为自变量因素,根据Box-Behnken设计响应面试验(表1),确定D-柠檬烯精油纳米颗粒的最佳制备工艺参数。

表1 响应面试验因素水平和编码

Tab.1 Levels and coding of factors in response surface experiment

水平	因素 Factors		
Level	A 质量比/% Mass ratio	B 料液比/% Solid-liquid ratio	C 滴加速度/(r·min ⁻¹) Dropping speed
-1	30:70	1.0	2
0	40:60	1.5	3
1	50:50	2.0	4

1.2.5 扫描电子显微镜SEM分析

采用SEM(SU8010,日本日立公司)对DENPs水溶液的微观结构进行扫描,对样品进行了溅射镀金处理。

1.2.6 粒径、PDI、Zeta电位测定

将新鲜制备的D-柠檬烯精油颗粒(DLPs)、乙基纤维素纳米颗粒(ECNPs)、D-柠檬烯精油/乙基纤维素纳米颗粒(DENPs)用蒸馏水稀释30倍,然后通过纳米粒度分析仪(美国Nanobrook Omni公司)测定其平均粒径、多分散指数(PDI)和Zeta电位。

1.2.7 傅里叶红外光谱(FTIR)分析

参考Ji等^[28]的方法并略作修改,在干燥条件下将DLPs、ECNPs、DENPs与KBr以1:100(w/w)的比例混合烘干研磨均匀,压片。利用傅里叶红外光谱仪(美国赛默飞公司)以空气为背景,测定400~4 000 cm⁻¹波段范围内的透光率,分辨率为4 cm⁻¹,每个样品累计扫描32次。

1.2.8 DSC热行为分析

参考Ghasemi等^[29]的方法,采用差示扫描量热法(DSC)[NETZSCH Scientific Instruments Trading (Shanghai)Ltd]测定纳米颗粒的热性能。将5 mg样品置于密封的铝盘中,以空密封的铝盘作为参比。在氮气保护下,以10 °C/min的升温速率从25 °C升温至300 °C。

1.2.9 抗氧化活性分析测定

DPPH和ABTS⁺自由基清除率的测定参考Yang等^[30]的方法,并稍作修改。取1 mL样品溶液与等体积0.1 mmol/L DPPH溶液混合(V/V),避光孵育30 min后,测定混合溶液在517 nm处的吸光度值。将ABTS母液(7.4 mmol/L)与过硫酸钾溶液(2.6 mmol/L)按体积比1:1混合,避光静置16 h生成ABTS⁺自由基。使用磷酸盐缓冲溶液(PBS, pH=7.4)稀释,使其在734 nm处的吸光度为0.70±0.02。取30 μL样品溶液与170 μL ABTS溶液混合,在室温下避光反应6 min,于734 nm波长下测定吸光值。以维生素C(VC)为阳

性对照,清除率按照如下公式(3)计算:

$$\text{清除率} = \left(1 - \frac{A_1 - A_2}{A_0} \right) \times 100\% \quad (3)$$

式(3)中, A_0 为空白对照组吸光度值; A_1 为样品组吸光度值; A_2 为阴性对照组吸光度值

1.2.10 热稳定性分析

取新制备的 DENPs 分散液 10 mL,分别在 40, 55, 70, 85, 100 °C 下水浴加热 60 min,随后取出冷却至室温,取样测定溶液中残留的 D-柠檬烯精油含量,计算保留率。

1.2.11 贮藏稳定性分析

取新制备的 DENPs 分散液 30 mL 于 4 °C 下冷藏 16 d,每隔 2 d 取样测定 D-柠檬烯精油含量,计算保留率。

1.3 数据处理

每个指标重复测定 3 次,结果用平均值±标准差表示。响应面试验设计及数据分析采用 Design-Expert 13 软件进行,采用 Origin 2024 进行绘图,采用 SPSS Statistics 26 软件进行数据处理和统计分析。

2 结果分析

2.1 D-柠檬烯精油纳米颗粒制备的单因素试验结果

随着芯材(D-柠檬烯精油)和壁材(乙基纤维素)质量比的增加,包封率和负载率均呈现先上升后下降的趋势(图 2),当质量比为 40:60 时,包封率和负载率达到最大,包封率最高为 68%,负载率最高为 40.8%。当芯壁材质量比过高,易导致壁材不足以完全包裹芯材,芯材更易泄漏或挥发,包封率较低,纳米颗粒结构可能不完整;芯壁材质量比过低,可能导致体系黏度过大,纳米颗粒不稳定或形成无孔致密壁材,不利于高效率包封^[31]。因此,选用质量比 40:60 作为单因素最优条件。

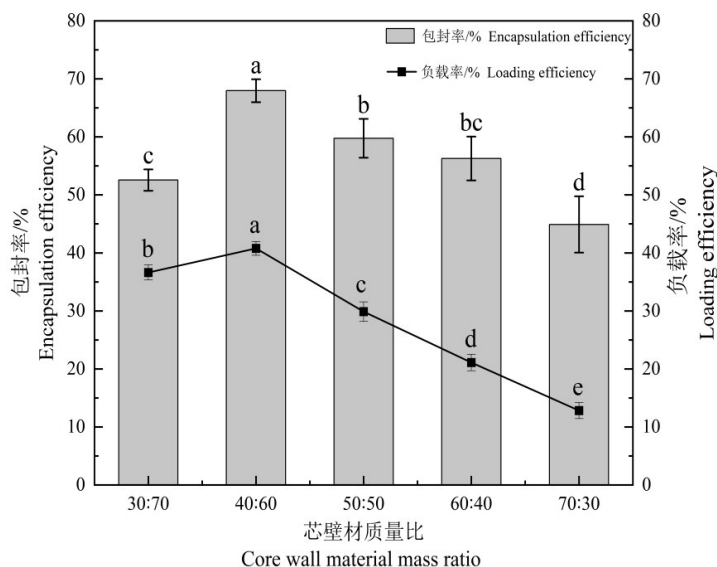


图 2 芯壁材质量比对纳米颗粒包封率和负载率的影响

Fig.2 The influence of the mass ratio of core wall material on the encapsulation and loading efficiency of nanoparticles

随着芯壁材与正反溶剂(乙醇和水)料液比不断增加,包封率和负载率出现先上升后下降的趋势(图 3),在料液比 1.5% 时包封率和负载率达到最大,包封率最大为 67.6%,负载率最大为 40.5%。当溶质相对过少时,可能无法形成完整、致密的囊壁来完全包裹所有的芯材,从而降低包封率。料液比过高,溶质多,黏度大,滴入反溶剂时很难扩散,会让部分芯材在壁材成核前就扩散损失了,从而延缓纳米颗粒的固化过程,包封率下降^[19]。因此,选用料液比 1.5% 作为单因素最优条件。

在反溶剂沉淀法中,溶质从正溶剂(乙醇)中滴入反溶剂(水)的速度直接关系到混合效率和成核的动力学过程^[32]。当滴加速度过慢时,溶质溶液缓慢进入反溶剂,使得成核过程拖延,不同时间点形成的

晶核生长时间差异大,导致最终颗粒粒径分布较宽,不够均匀^[33]。反之,当滴加速度太快,溶质溶液瞬间大量涌入反溶剂,会引发爆发性成核,虽然成核数量多,但过快可能使得囊壁材料来不及有序地包裹芯材,导致形成的纳米颗粒结构疏松、不致密,甚至出现缺陷,无法有效锁住芯材,导致包封率和负载率下降^[34]。由图 4 可知,随着滴加速度逐渐变大,包封率和负载率出现了先增加后减小的现象,当滴加速度为 3 r/min 时,包封率和负载率都达到最大。包封率最大为 68.3%,负载率最大为 41.0%。因此,选用 3 r/min 作为单因素最优条件。

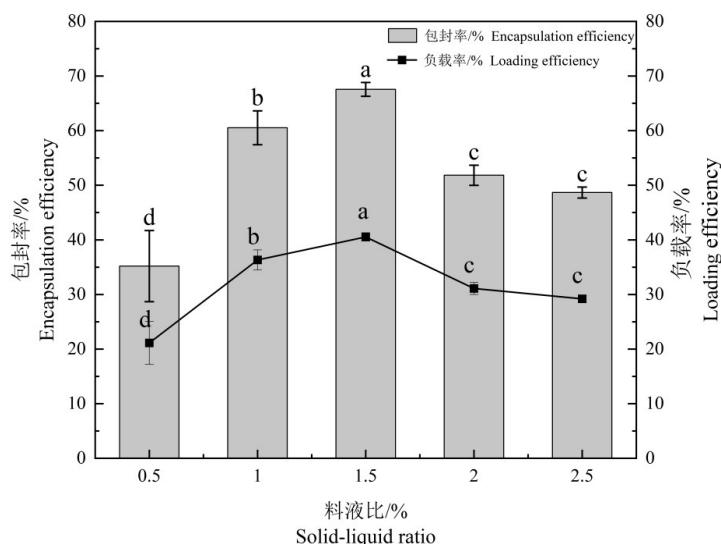


图 3 芯壁材与溶剂不同料液比对纳米颗粒包封率和负载率的影响

Fig.3 The influence of different material-to-solvent ratios of core wall materials on the encapsulation and loading efficiency of nanoparticles

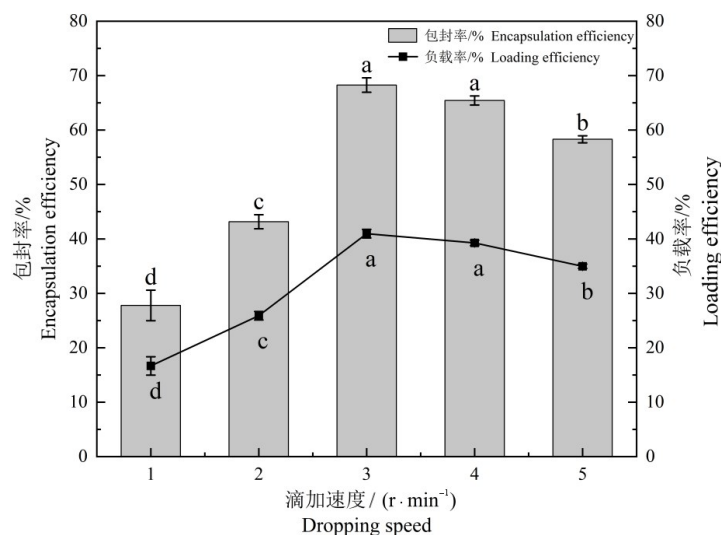


图 4 滴加速度对纳米颗粒包封率和负载率的影响

Fig.4 The influence of dropwise addition rate on the encapsulation and loading efficiency of nanoparticles

2.2 DENPs 制备条件响应面优化研究

2.2.1 DENPs 制备条件响应面优化结果

结合单因素试验结果,采用三因素三水平响应面法对 DENPs 制备条件进行优化。选择包封率 Y 为响应值,芯壁材质量比(30:70、40:60、50:50),芯壁材与正反溶剂料液比(1.0%、1.5%、2.0%),溶质从正溶剂滴入反溶剂的滴加速度(2 r/min、3 r/min、4 r/min)为自变量,确定 D-柠檬烯精油最佳包封效果的工艺参数并进行验证(表 2)。

表 2 响应面试验设计及结果
Tab.2 Response surface experimental design and results

试验序号	A 质量比/%	B 料液比/%	C 滴加速度/(r·min ⁻¹)	Y 包封率/%
Test sequence number	Mass ratio	Solid-liquid ratio	Dropping speed	Encapsulation efficiency
1	-1	-1	0	51.9
2	1	-1	0	60.2
3	-1	1	0	51.4
4	1	1	0	52.9
5	-1	0	-1	49.5
6	1	0	-1	58
7	-1	0	1	56.4
8	1	0	1	56.8
9	0	-1	-1	56.9
10	0	1	-1	50.3
11	0	-1	1	57.4
12	0	1	1	59.8
13	0	0	0	68.2
14	0	0	0	67.9
15	0	0	0	66.7
16	0	0	0	69.8
17	0	0	0	71.4

2.2.2 DENPs 制备条件的回归模型建立及方差分析

通过表 2 数据进行多元二次回归拟合,建立 DENPs 制备工艺参数回归模型。D-柠檬烯精油包封率与各因素之间的二次多元回归方程式如下: $Y=68.80+2.34A-1.50B+1.96C-1.70AB-2.03AC+2.25BC-7.81A^2-6.89B^2-5.81C^2$ ($R^2_{Adj}=0.951\ 9$)。

对上述模型进行方差分析,结果如表 3 所示。 P 值越小,则相应变量的显著程度越高。 P 值小于 0.01,说明影响极显著; P 大于 0.05 时,表现为不显著。从表 3 可知,回归模型的 P 值小于 0.000 1, $R^2=0.979\ 0$, $R^2_{Adj}=0.951\ 9$,失拟项的 P 值为 0.759 4>0.05,说明制备的 DENPs 包封率存在显著差异,而失拟项差异不显著,表明残差由随机误差引起。因此,模型拟合程度较高,可用于试验结果分析。

表 3 包封率回归模型方差分析
Tab.3 Analysis of variance of the regression model for encapsulation rate

项目	平方和	自由度	方差	F 值	P 值	显著性
Items	Quadratic sum	Degree of freedom	Variance	F -value	P -value	Significance
回归模型	808.77	9	89.86	36.21	<0.000 1	**
A	43.71	1	43.71	17.61	0.004 1	**
B	18.00	1	18.00	7.25	0.030 9	*
C	30.81	1	30.81	12.41	0.009 7	**
AB	11.56	1	11.56	4.66	0.067 8	
AC	16.40	1	16.40	6.61	0.037 0	*
BC	20.25	1	20.25	8.16	0.024 5	*
A ²	256.99	1	256.99	103.55	<0.000 1	**
B ²	199.74	1	199.74	80.48	<0.000 1	**
C ²	142.25	1	142.25	57.32	0.000 1	**
残差	17.37	7	2.48			
失拟项	4.03	3	1.34	0.403 0	0.759 4	
纯误差	13.34	4	3.33			
合计	826.14	16				
$R^2=0.979\ 0$				$R^2_{Adj}=0.951\ 9$		

*表示 $P<0.05$, 差异显著; **表示 $P<0.01$, 差异极显著。
* means $P<0.05$, the difference is significant; ** means $P<0.01$, the difference is very significant.

在DENPs包封率模型中,根据 P 值的大小,可以看出一次项系数质量比(A)、滴加速度(C),二次项质量比(A^2)、料液比(B^2)、滴加速度(C^2)对D-柠檬烯精油包封率结果的影响极显著($P<0.01$);一次项系数料液比(B),交互项质量比和滴加速度($A\times C$)、料液比和滴加速度($B\times C$)对D-柠檬烯精油包封率的结果影响比较显著($P<0.05$);交互项质量比和料液比($A\times B$)对D-柠檬烯精油包封率结果影响不显著。 F 值可以反映各因素影响DENPs对D-柠檬烯精油包封率的显著性,由 F 值的大小可知,3个因素影响精油包封率的顺序为质量比(A)>料液比(C)>滴加速度(B)。

2.2.3 响应面各因素交互作用分析

通过3D响应曲面和等高线图可以直观地反映出质量比(A)、料液比(B)、滴加速度(C)之间的两两交互作用对D-柠檬烯精油包封效果的影响。根据3D响应曲面的倾斜和陡峭程度,可以判断出两者的交互

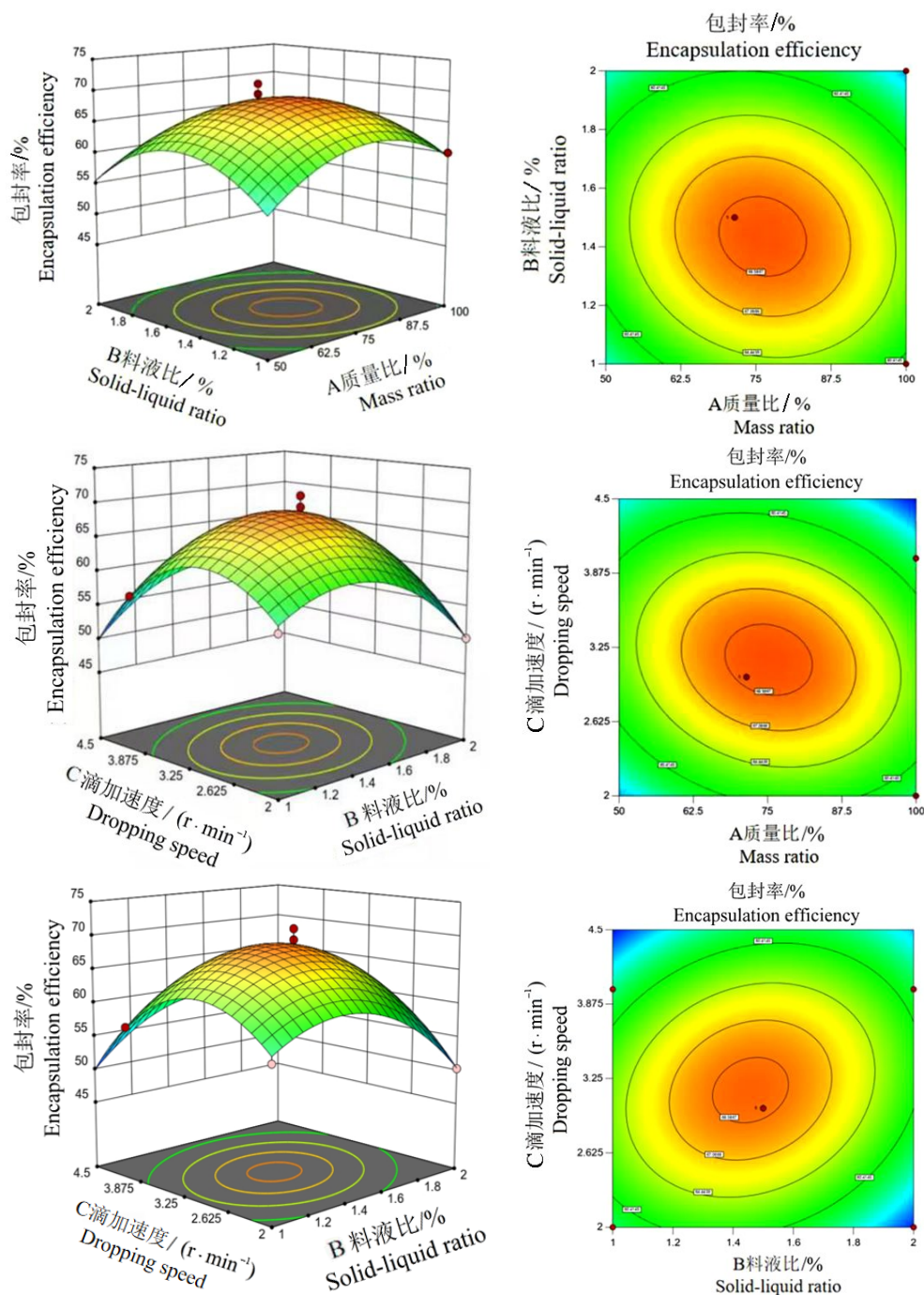


图5 DENPs包封率的响应面与等高线分析

Fig.5 Response surface and contour plot analysis of the encapsulation efficiency of DENPs

作用是否显著;根据等高线图形状,可以判断出交互作用之间的关系,近似椭圆交互作用显著,相反,越接近圆形交互作用越不显著^[35]。如图 5 所示,以包封率为响应值,在适宜的滴加速度下,质量比(A)与料液比(B)之间的等高线图呈现微圆形,3D 响应面图呈倾斜曲面分布,但波动幅度不大。因此,说明质量比(A)与料液比(B)之间不存在较显著的交互作用($P>0.05$)。质量比(A)与滴加速度(C)之间的等高线图呈现微椭圆形,3D 响应面图呈倾斜曲面分布,波动幅度较大,说明质量比(A)与滴加速度(C)之间存在较显著的交互作用($P<0.05$)。同理,料液比(B)与滴加速度(C)之间的等高线图呈现微椭圆形,3D 响应面图呈倾斜曲面分布,波动幅度也较大,说明料液比(B)与滴加速度(C)之间存在较显著的交互作用($P<0.05$),影响包封率变化的顺序由快到慢为质量比(A)、料液比(C)和滴加速度(B),与方差分析结果一致。类似的,在反溶剂沉淀法制备乙基纤维素包封肉桂醛的研究中发现,芯壁材质量比也是影响包封率和负载率最大的因素^[20]。

2.2.4 DENPs 最佳制备工艺条件及验证

通过 Design-Expert 13,按照优化目标,将 D-柠檬烯精油包封率设置为“maximize”,对模型方程进行分析,得到最优参数为质量比 75.60%,料液比 1.45%,滴加速度 3.12 r/min,预测包封率为 69.17%。考虑到实际情况,将制备 DENPs 的最佳条件修正为质量比 43:57,料液比 1.5%,滴加速度 3 r/min,进行 3 次平行验证试验取平均值。由表 4 可知,试验结果与方程预测值具有较好的一致性。此外,通过响应面方法优化后制备的茶树精油纳米粒的研究同样显示出最优良的包封效果,进一步支持了本研究优化方法的有效性^[36]。

表 4 响应面验证试验结果
Tab.4 Results of response surface validation experiments

序号 Number	包封率/% Encapsulation efficiency		
	预测值 Predicted value	试验值 Experimental value	误差 Error
1	69.17	68.92	-0.25
2	69.17	69.31	+0.14
3	69.17	68.84	-0.33

2.3 DENPs 的表征

2.3.1 扫描电子显微镜 SEM 分析

DENPs 扫描电子显微镜(SEM)结果如图 6 所示。图中可以观察到形成了表面光滑的球形纳米颗粒,其大小约为 200~300 nm。这与前人研究中观察到的现象相似^[37]。部分纳米颗粒发生聚集现象,这可能是纳米颗粒粒径较小,降低了分子之间的排斥力,导致聚集现象的产生^[38]。

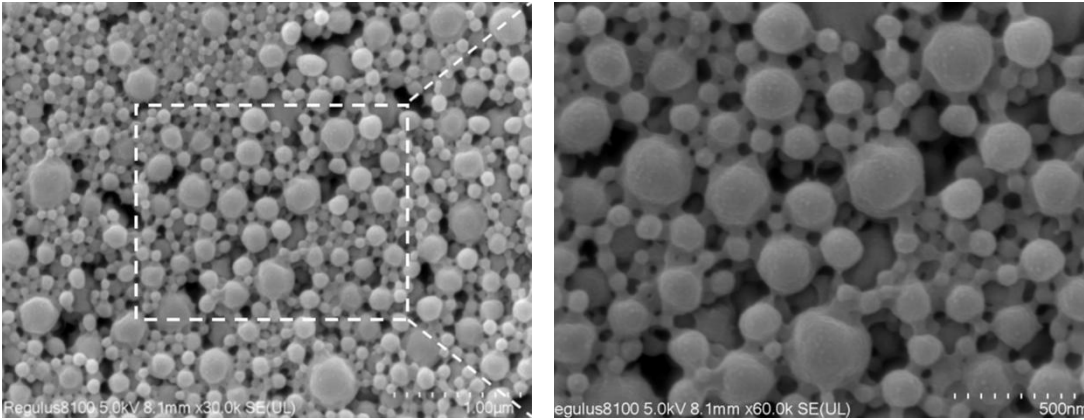


图 6 DENPs 的扫描电镜结果
Fig.6 Scanning electron microscope(SEM)results of DENPs

2.3.2 粒径、PDI、Zeta 电位表征

评估颗粒体系的稳定性,其粒径、Zeta 电位都是主要的指标。当粒径越小,Zeta 电位绝对值越大时,颗粒在介质中就越不易聚集,稳定性越高。PDI 越小,代表颗粒的尺寸分布越窄,均匀性更佳^[39]。

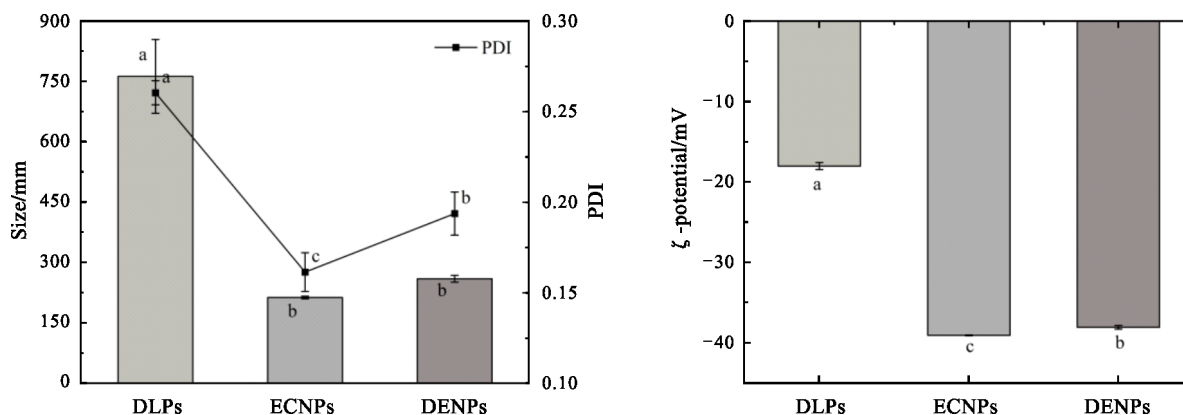


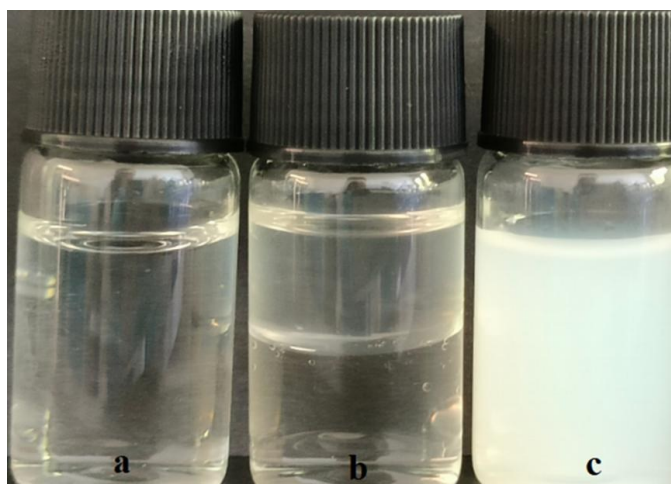
图 7 最佳制备工艺条件所制备的 DLPs、ECNPs、DENPs 粒径、PDI、Zeta 电位结果

Fig.7 Results of particle size, polydispersity index(PDI), and Zeta potential of DLPs, ECNPs, and DENPs prepared under the optimal preparation conditions

在制备 DENPs 时,乙基纤维素在形成纳米颗粒的瞬间会把 D-柠檬烯精油包裹在纳米颗粒里面。如图 7 所示,对比 DLPs, DENPs 平均粒径从 762.23 nm 下降到 259.49 nm; PDI 从 0.260 下降到 0.194; Zeta 电位绝对值从 18.02 mV 升高到 38.05 mV,说明 D-柠檬烯精油用乙基纤维素包埋后稳定性变好,颗粒分布均匀;对比 ECNPs, DENPs 平均粒径从 212.98 nm 升高到 259.49 nm, PDI 从 0.161 升高到 0.194; Zeta 电位绝对值从 39.05 mV 下降到 38.05 mV,这可能是乙基纤维素包封的 D-柠檬烯精油干扰了 ECNPs 的稳定性,但 DENPs 总体的稳定性优良。

2.3.3 DENPs 纳米颗粒外观表征

从图 8 中可以看出,天然不溶于水的 D-柠檬烯精油(DL)在水中保持透明外观且不溶于水(图 8b);而 D-柠檬烯精油用乙基纤维素包埋制成纳米颗粒后,水溶性得到了明显的改善,形成均一的纳米颗粒溶液(图 8c)。前人相关的研究也有类似结果,例如,Guo 等^[40]通过反溶剂沉淀法制备的 Zein-SH 纳米颗粒,同样提高了姜黄素的水溶性和稳定性;Hadian 等^[26]也通过该方法将大马士革玫瑰精油封装在 β -环糊精纳米颗粒中,水溶性和稳定性均得以改善。这些研究都表明,通过反溶剂沉淀法对活性物质进行包封,是解决其稳定性和水溶性问题的有效策略。



a: 水; b: 油水分离; c: 包封后的精油纳米颗粒。

a: water; b: oil-water separation; c: encapsulated essential oil nanoparticles.

图 8 纳米颗粒分散液状态

Fig.8 State of nanoparticle dispersion liquid

2.4 傅里叶红外光谱结果分析

一般来说,FTIR 光谱分析的作用是研究复合材料的组成,以及复合材料各组分之间可能存在的化学作用^[41-42]。DLPs、ECNPs、DENPs 3 种颗粒所得到的红外光谱如图 9 所示。在 ECNPs 中 $3\,429\text{ cm}^{-1}$ 处的峰为-OH 基团伸缩振动的特征吸收峰,在 $2\,717\sim 2\,820\text{ cm}^{-1}$ 范围内出现的峰是由于-CH₂-基团的伸缩振动^[43]。 $1\,750\text{ cm}^{-1}$ 处的峰是由 C=O 伸缩振动引起的^[44]。 $1\,450$ 和 $1\,375\text{ cm}^{-1}$ 处的峰分别属于-CH₃基团的弯曲振动吸收峰和-C-O-基团的振动吸收峰。 $2\,958\text{ cm}^{-1}$ 、 $1\,467\text{ cm}^{-1}$ 、 $1\,013\text{ cm}^{-1}$ 和 946 cm^{-1} 分别为 D-柠檬烯精油(DLPs)的特征吸收峰^[45-46]。

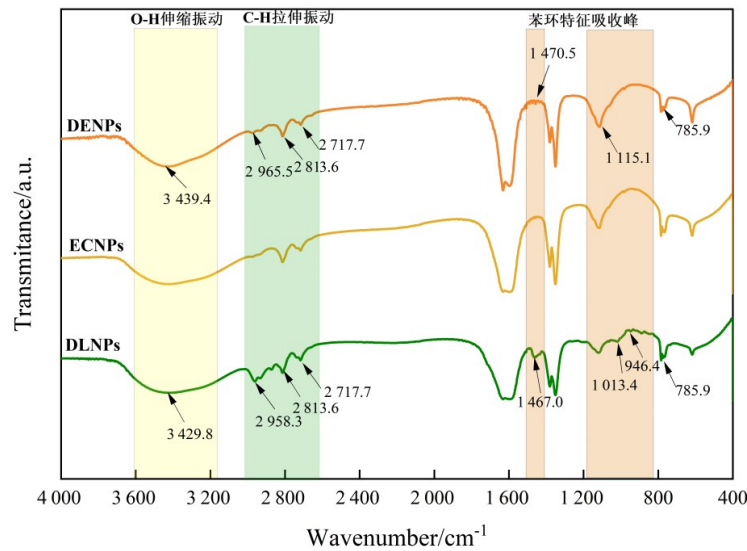


图 9 DLPs、ECNPs、DENPs 的红外光谱分析

Fig.9 Infrared spectra of DLPs, ECNPs and DENPs

DLPs 和 ECNPs 的特征吸收峰在 DENPs 谱图上基本出现,但 DLPs 中部分特征吸收峰在 DENPs 中消失,可能是 DLPs 与乙基纤维素高强度峰发生重叠而被掩盖,说明其被有效包封^[47];羟基和羰基的拉伸振动带出现轻微的红移,可能是 D-柠檬烯精油与乙基纤维素之间具有疏水相互作用^[43]。此外,DENPs 的谱图上没有明显的新的特征峰产生,表明两者之间没有发生化学反应。

2.5 DSC 热行为分析

采用差示扫描量热法(DSC)研究了 D-柠檬烯精油、乙基纤维素和 DENPs 的热性能。由图 10 可知,D-柠檬烯精油的 DSC 热谱图在 $220\sim 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 出现显著的吸收峰,说明 DL 在这一温度区间发生了大量的热

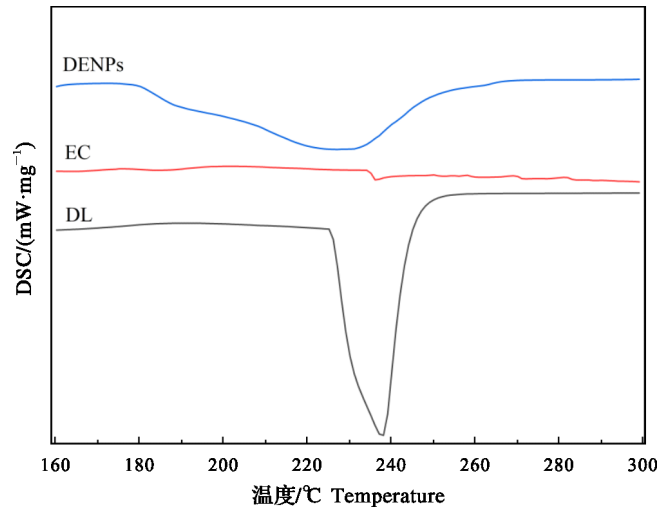


图 10 DL、EC 和 DENPs 的 DSC 热谱分析

Fig.10 DSC thermograms of DL, EC and DENPs

吸收,可能是其挥发、分解的过程,体现了DL本身的热稳定性区间^[48]。EC曲线整体较为平缓,突出了EC作为高分子载体的热稳定性优势。DENPs在180~280℃上出现了较宽且比DL弱的吸收峰,说明DL被EC包埋后,其原本的热相变行为发生改变,DL的热稳定性因EC的包裹而显著提升,DENPs曲线的热行为更接近EC,这可能是由于EC包埋DL后,体系因组分相互作用产生的热行为调整,结果进一步表明EC包埋对DL的结构热稳定性有保护作用。通过DSC分析可知,乙基纤维素成功包埋了D-柠檬烯精油,显著改善了D-柠檬烯精油的热稳定性,而乙基纤维素本身热稳定性较好,作为载体为DL提供了有效的热保护作用。这一结果验证了包埋体系在热行为上的优势。

2.6 DENPs抗氧化活性分析

通过DPPH和ABTS自由基清除试验评估NPs和游离D-柠檬烯精油(DL)的抗氧化性能。结果如图11所示,D-柠檬烯精油作为一种天然的抗氧化剂,具有良好的自由基清除能力,DPPH自由基清除率最高达到86.86%,ABTS自由基清除率最高达到85.72%。相比之下,负载D-柠檬烯精油的NPs抗氧化活性较低,且具有一定的时间依赖性,这可能是由于部分D-柠檬烯精油被乙基纤维素包埋后,使其呈现时间依赖的缓释效应^[49]。当反应90 min之后,DENPs的DPPH自由基清除率达到73.24%,ABTS自由基清除率达到71.08%,与游离的D-柠檬烯精油抗氧化能力差异显著减小。这与谢小丽等^[50]的研究结果相类似。

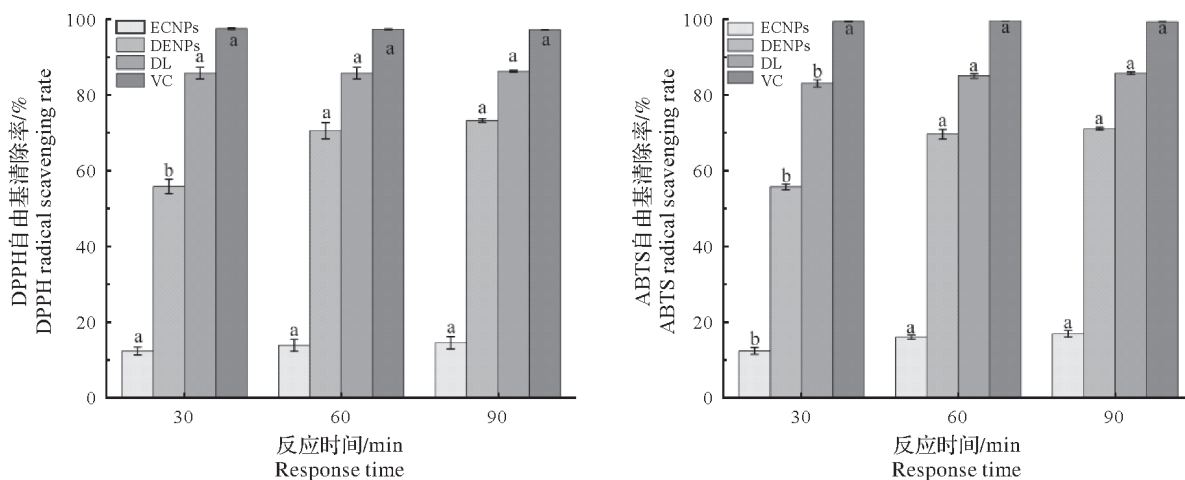


图11 ECNPs、DENPs、DL(游离精油)、VC的DPPH(A)和ABTS(B)自由基清除率

Fig.11 DPPH(A) and ABTS(B) radical scavenging rates of ECNPs, DENPs, DL (Free essential oil) and VC

2.7 DENPs稳定性分析

2.7.1 DENPs热稳定性分析

热稳定性是评价纳米颗粒在高温条件下耐受能力的重要指标。为探究纳米颗粒对活性成分的保护效果,将DENPs水溶液分别置于40,55,70,85,100℃的环境下持续水浴加热60 min,并测定其中D-柠檬烯精油的热保留率,结果如图12所示。试验数据表明,随着热处理温度的升高,纳米颗粒悬浮液中D-柠檬烯精油的保留率呈现逐渐下降的趋势。这一现象可能归因于乙基纤维素与D-柠檬烯精油之间通过氢键形成了稳定的复合结构,该结构能够将D-柠檬烯精油有效包覆于疏水空腔内部,从而在一定程度上阻隔高温环境对精油的直接破坏^[51-52]。因此,尽管在过高温度条件下部分精油仍会因热运动加剧而损失,但纳米颗粒的包埋作用显著提升了D-柠檬烯的热稳定性,增强了其在高温处理过程中的稳定性。

2.7.2 DENPs贮藏稳定性分析

纳米颗粒在贮藏期间维持其结构及成分稳定性的能力,是评估其在食品体系中实际应用价值的关键指标之一。将DENPs水溶液置于4℃条件下贮藏后的保留率如图13所示,16 d后精油保留率仍可达75.49%,说明DENPs的贮藏稳定性较好,在一定程度上能够缓解精油挥发性问题。这一性能可能得益于乙基纤维素作为壁材所形成的包封结构,其在纳米颗粒表面构建了一层致密的涂层,该涂层作为有效的物理屏障,能够限制D-柠檬烯精油的迁移与挥发,从而在贮藏过程中对芯材起到较好的保护作用^[53]。因此,乙基纤维素基纳米颗粒在提高D-柠檬烯精油贮藏稳定性方面展现出良好的应用潜力,与DSC结果一致。

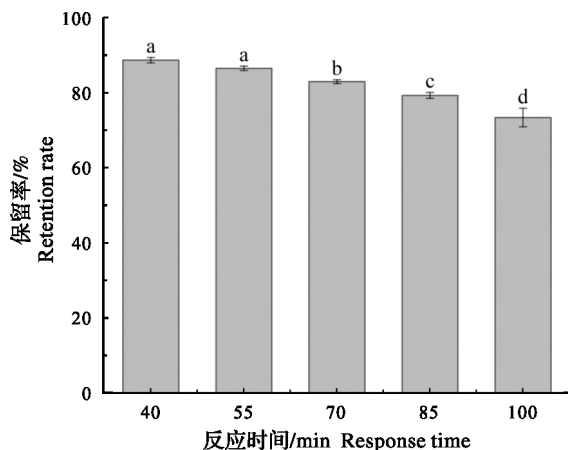


图 12 DENPs 热保留率

Fig.12 Thermal retention rate of DENPs

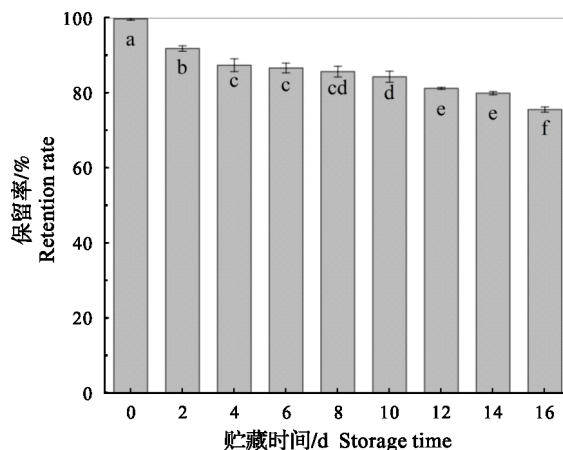


图 13 DENPs 纳米颗粒的贮藏稳定性

Fig.13 Storage stability of DENPs nanoparticles

3 讨论与结论

本研究优化了反溶剂沉淀法制备 D-柠檬烯精油/乙基纤维素纳米颗粒(DENPs)工艺参数,得到最大包封率为 69.02%。限制该包封率的提升可能与芯材极性有关,Hadian 等^[26]研究指出,含-OH 基团的分子(如 β -柠檬醛)更容易被 β -CD 包埋,而非极性分子(如非醛烷)包封率较低。D-柠檬烯精油作为非极性分子,其包封率与 Hadian 研究中非醛烷(65.2%)相近,说明分子极性与包封效率相关;同时,包封率可能还与壁材的单一性有关,复合壁材因其协同作用,在包封效率上通常优于单一壁材。Bao 等^[54]的试验结果显示,采用 Zein-YCG 复合壁材包封白藜芦醇,其包封率较单一 Zein 和单一 YCG 分别高出 12.7% 和 47.4%。这可能是单一壁材成膜能力有限,分子间作用力(如静电、氢键与疏水作用)相对薄弱;而复合壁材能实现功能互补,通过多种作用力协同增效,共同构建起一道紧密稳固的“壁垒”,极大地提升封装结构的完整性与稳定性。响应面法优化后的 DENPs 粒径为 259.49 nm, PDI 为 0.194, Zeta 电位为 -38.05 mV, 颗粒尺寸分布均匀、体系分散性良好,具有较好的物理稳定性,能够有效抵抗颗粒间的聚集倾向。傅里叶红外光谱(FTIR)和 DSC 热谱图表明:乙基纤维素与 D-柠檬烯精油之间形成了稳定的包合物, D-柠檬烯精油成功嵌入乙基纤维素空腔,实现 D-柠檬烯精油的有效包封。D-柠檬烯精油能成功嵌入乙基纤维素空腔,可能与乙基纤维素的结构有关。乙基纤维素分子链富含疏水性的乙基和亲水性的羟基,其疏水空腔为疏水性的 D-柠檬烯分子提供了理想的嵌入环境,疏水相互作用是驱动 D-柠檬烯精油进入乙基纤维素空腔的主要驱动力。此外, D-柠檬烯分子中的 π 电子云也可能与乙基纤维素骨架中的氢原子产生微弱的范德华力,共同稳定了包合物结构^[55-56]。

在理化性能上,包封后的 DENPs 表现出较好的自由基清除能力。DPPH 自由基清除率最高达到 73.24%, ABTS 自由基清除率最高达到 71.08%,这一优异的自由基清除能力主要源于两方面:首先, D-柠檬烯本身作为一种天然萜烯化合物,其分子结构中的活性基团能够有效中和自由基;其次,乙基纤维素形成的包封结构发挥了关键作用,它并非完全抑制精油的释放,而是通过控制扩散速率,使 D-柠檬烯得以持续、缓慢地与环境中的自由基接触并反应。值得注意的是, DENPs 的自由基清除能力展现出明显的时间依赖性,这与 Zhang 等^[49]研究中 ZHC-Cur-CS 薄膜的缓释行为高度相似。这表明该包封体系成功实现了从快速释放到持续作用的转变。在初始阶段,部分吸附于载体表面的精油迅速发挥作用,随着时间推移,包封内部的精油通过扩散不断补充,从而维持并增强整体的抗氧化效果。这种可控释放特性对需要长久保护的食品保鲜具有重要意义。

在稳定性方面,包封后的 DENPs 热稳定性与贮藏稳定性得到了很大地提高。100 °C 下水浴 60 min 保留率为 73.37%, 4 °C 下贮藏 16 d 后保留率为 75.49%。这是因为 EC 能有效阻隔高温环境对 D-柠檬烯分子的直接冲击。在热处理过程中, EC 形成的致密网络结构延缓了精油的挥发与热降解,这与张欣等^[58]研究中 SPI-FUD 复合物对叶黄素的热保护机制类似。同时,良好的贮藏稳定性能有效减缓 D-柠檬烯精油在低温贮藏期间的氧化,阻隔了 D-柠檬烯与氧气、光照等环境因素的接触,从而大幅延缓了氧化劣变过程。

通过单因素与响应面法优化,构建了性能优良的D-柠檬烯精油/乙基纤维素纳米颗粒(DENPs)。最优工艺下包封率达69.02%,所得DENPs粒径均一、水溶性显著提升。功能表征表明,纳米包封有效保留了D-柠檬烯精油的抗氧化活性,并使其热稳定性与贮藏稳定性得到显著提升,改善了植物精油的水溶性和稳定性,为拓展D-柠檬烯等植物精油在功能食品、药品及活性包装等高附加值领域的应用提供试验依据。

致谢:江西农业大学与上栗县人民政府横向课题(2022JXAUXH075)同时对本研究给予了资助,谨致谢意!

参考文献 References:

- [1] 李娅男.D-柠檬烯纳米乳的制备与应用研究[D].北京:北京化工大学,2013.
LI Y N.The preparation and application research of D-limonene nanoemulsion [D].Beijing: Beijing University of Chemical Technology, 2013.
- [2] HOU C Y, HAZEENA S H, HSIEH S L, et al.Effect of D-Limonene nanoemulsion edible film on banana (*Musa sapientum* Linn.)post-harvest preservation[J].Molecules, 2022, 27(19): 6157.
- [3] WEN C X, YUAN Q P, LIANG H, et al.Preparation and stabilization of D-limonene pickering emulsions by cellulose nanocrystals[J].Carbohydrate polymers, 2014, 112: 695-700.
- [4] FLAMM W G, LEHMAN-MCKEEMAN L D.The human relevance of the renal tumor-inducing potential of *d*-limonene in male rats: Implications for risk assessment[J].Regulatory toxicology and pharmacology, 1991, 13(1): 70-86.
- [5] ZAHIM R, LIANG H, YUAN Q P.Improving the antimicrobial activity of D-limonene using a novel organogel-based nanoemulsion[J].Food control, 2015, 50: 554-559.
- [6] 张雪研.草果精油纳米乳液的制备、抑菌机理初探及其应用研究[D].昆明:云南农业大学, 2024.
ZHANG X Y.Preparation of *Amomum tsao-ko* essential oil nanoemulsion, preliminary study on bacteriostatic mechanism and its application[D].Kunming: Yunnan Agricultural University, 2024.
- [7] 马永亮.丁香精油纳米乳壳聚糖复合涂膜的制备及对鲜银耳抑菌保鲜研究[D].长春:吉林大学, 2022.
MA Y L.Preparation of chitosan composite coating with clove essential oil nanoemulsion and study on fresh *Tremella fuciformis* antimicrobial and preservation[D].Changchun: Jilin University, 2022.
- [8] OZOGUL Y, BOĞA E K, AKYOL I, et al.Antimicrobial activity of thyme essential oil nanoemulsions on spoilage bacteria of fish and food-borne pathogens[J].Food bioscience, 2020, 36: 100635.
- [9] 白师茹,唐璐,范蓓,等.薄荷精油纳米乳液工艺优化及其稳定性研究[J].食品科技, 2025, 50(1): 265-274.
BAI S R, TANG L, FAN B, et al.Optimization of the preparation process of mint essential oil nano-emulsion and its stability [J].Food science and technology, 2025, 50(1): 265-274.
- [10] 袁梦园.可单向持续释放麝香草酚/香芹酚纳米乳液的抗菌薄膜制备及应用[D].咸阳:西北农林科技大学, 2024.
YUAN M Y.Preparation and application of antibacterial film of thymol/carvacrol nanoemulsions with unidirectional and continuous release[D].Xianyang: Northwest A&F University, 2024.
- [11] 史洁莹,牟燕萍,陆周欣,等.壳聚糖-植物精油纳米乳液保鲜垫的制备及其在蓝莓保鲜中的应用[J].食品工业科技, 2025, 46(15): 354-366.
SHI J Y, MOU Y P, LU Z X, et al.Preparation and application of chitosan-essential oil nanoemulsion preservation pads for blueberry preservation[J].Science and technology of food industry, 2025, 46(15): 354-366.
- [12] 宋璐忆.超声联合柠檬醛纳米乳对福式志贺菌的杀菌机制及其对鲈鱼冷藏期间品质的影响[D].咸阳:西北农林科技大学, 2024.
SONG L Y.Combination effects of ultrasound and citral nanoemulsion against *Shigella flexneri* and its effect on the quality of refrigerated *Lateolabrax japonicus*[D].Xianyang: Northwest A&F University, 2024.
- [13] 张坤.薄荷精油纳米乳液的制备、特性表征及其应用研究[D].晋中:山西农业大学, 2023.
ZHANG K.Preparation, characterization and application study of peppermint essential oil nanoemulsions [D].Jinzhang: Shanxi Agricultural University, 2023.
- [14] 邢承宇.精油纳米颗粒的制备及抑菌活性研究[D].无锡:江南大学, 2022.
XING C Y.Preparation and antifungal activity of essential oil-loaded nanoparticle[D].Wuxi: Jiangnan University, 2022.
- [15] 薛青荣.结肠靶向共递送亲疏水性物质的虫胶纳米颗粒增强海藻酸钙水凝胶研究[D].广州:华南理工大学, 2022.

- XUE Q R.Study on colon-targeted co-delivery of hydrophilic and hydrophobic active substances by shellac nanoparticles enhanced calcium alginate hydrogels[D].Guangzhou:South China University of Technology, 2022.
- [16] 林晓霞,朱莉,马静怡,等.槲皮素杜仲多糖纳米颗粒的表征、抗氧化及抗炎活性[J].食品工业科技,2025,46(15):126-134.
- LIN X X,ZHU L,MA J Y,et al.Characterization,antioxidant and anti-inflammatory activities of Quercetin-*Eucommia ulmoides* polysaccharide nanoparticles[J].Science and technology of food industry, 2025,46(15):126-134.
- [17] MYINT K Z,YU Q N,XIA Y M,et al.Bioavailability and antioxidant activity of nanotechnology-based botanic antioxidants[J].Journal of food science, 2021,86(2):284-292.
- [18] 俞洁.反溶剂沉淀法制备生物相容性载药纳米粒子及其抗菌应用[D].上海:华东理工大学,2021.
- YU J.Preparation of biocompatible drug-loaded nanoparticles by antisolvent precipitation method and their antimicrobial applications[D].Shanghai:East China University of Science and Technology, 2021.
- [19] 李晓晖,黄文娟,周伟,等.反溶剂法制备姜黄素-高粱醇溶蛋白复合颗粒及其特性分析[J].食品科学,2018,39(6):7-12.
- LI X H,HUANG W J,ZHOU W,et al.Preparation and characterization of kafirin microparticles encapsulating curcumin by anti-solvent method[J].Food science, 2018,39(6):7-12.
- [20] 杨辉,高红芳.反溶剂法制备肉桂醛/乙基纤维素微胶囊及其表征[J].高分子材料科学与工程,2017,33(7):121-125.
- YANG H,GAO H F.Characterization of cinnamaldehyde/ethyl cellulose microcapsule prepared by anti-solvent method[J].Polymer materials science and engineering, 2017,33(7):121-125.
- [21] CHANG C H,MEIKLE T G,SU Y J,et al.Encapsulation in egg white protein nanoparticles protects anti-oxidant activity of curcumin[J].Food chemistry, 2019,280:65-72.
- [22] MOHAMMAD M,TAESUN M.Curcumin, curcumin nanoparticles and curcumin nanospheres: a review on their pharmacodynamics based on monogastric farm animal, poultry and fish nutrition[J].Pharmaceutics, 2020,12:447.
- [23] TRIPATHY S, VERMA D K, GUPTA A K, et al.Nanoencapsulation of biofunctional components as a burgeoning nanotechnology-based approach for functional food development: a review[J].Biocatalysis and agricultural biotechnology, 2023,53:102890.
- [24] GHASEMI S,JAFARI S M, ASSADPOUR E, et al.Nanoencapsulation of D-limonene within nanocarriers produced by pectin-whey protein complexes[J].Food hydrocolloids, 2018,77:152-162.
- [25] 吴霞.乙基纤维素纳米粒子的制备及其界面行为调控[D].武汉:华中农业大学,2024.
- WU X.Preparation of ethyl cellulose nanoparticles and regulation of their interfacial behavior[D].Wuhan:Huazhong Agricultural University, 2024.
- [26] HADIAN Z,KAMALABADI M, PHIMOLSIRIPOL Y.Preparation, characterization, and antioxidant activity of β -cyclodextrin nanoparticles loaded *Rosa damascena* essential oil for application in beverage[J].Food chemistry, 2023,403:134410.
- [27] 马玉莹.负载紫苏精油Pickering乳液活性膜的制备及其对冷鲜牛肉保鲜效果的影响[D].兰州:甘肃农业大学,2024.
- MA Y Y.Preparation of pickering emulsion-activated film loaded with *perilla* essential oil and its effect on freshness preservation of chilled beef[D].Lanzhou:Gansu Agricultural University, 2024.
- [28] JI M Y,SUN X Y, GUO X B et al.Green synthesis, characterization and *in vitro* release of cinnamaldehyde/ sodium alginate/ chitosan nanoparticles[J].Food hydrocolloids, 2019,90:515-522.
- [29] GHASEMI M, MIRI M A, NAJAFI M A, et al.Encapsulation of cumin essential oil in zein electrospun fibers: characterization and antibacterial effect[J].Journal of food measurement and characterization, 2022,16(2):1613-1624.
- [30] YANG Z Y, MCCLEMENTS D J, PENG X W, et al.Fabrication of zein-carboxymethyl cellulose nanoparticles for co-delivery of quercetin and resveratrol[J].Journal of food engineering, 2023,341:111322.
- [31] 翁佳丽,张维,于华.纺织品用长效释放生物精油微胶囊[J].精细化工,2022,12(39):2561-2568.
- WENG J L,ZHANG W, YU H.Biomass essential oil microcapsules with long period release for textile applications[J].Fine chemicals, 2022,12(39):2561-2568.
- [32] 周子原.负载肉桂醛的虫胶-壳聚糖复合膜的制备及其在牛肉保鲜中的应用[D].武汉:华中农业大学,2023.
- ZHOU Z Y.Preparation of cinnamaldehyde-loaded shellac-chitosan composite film and its application in beef preservative[D].Wuhan:Huazhong Agricultural University, 2023.
- [33] 王美,傅玉颖,李欣,等.GA-zein-cur核壳结构分散体系的构建及工艺条件优化[J].中国食品学报,2018,12(18)

- 129-136.
- WANG M, FU Y Y, LI X, et al. Construction of GA-zein-core-shell structured dispersion system and optimization of process conditions[J]. Journal of Chinese institute of food science and technology, 2018, 12(18): 129-136.
- [34] ZHU W Q, BAI X Y, DU W B, et al. Comparison of the properties of turmeric starch-dioscin-curcumin nanocarriers prepared by antisolvent co-precipitation and antisolvent precipitation[J]. Carbohydrate polymers, 2025, 353: 123263.
- [35] 谭亚欣, 吴松, 杨涵越, 等. 响应面法优化高压微射流制备黑胡椒精油纳米乳液及其成分分析[J]. 食品工业科技, 2025, 46(9): 215-223.
- TAN Y X, WU S, YANG H Y, et al. Optimization in high-pressure microfluidics preparation of black pepper essential oil nanoemulsion by response surface methodology and its component analysis[J]. Science and technology of food industry, 2025, 46(9): 215-223.
- [36] 张家瑛. 茶树精油纳米粒的制备与抑菌性质的研究[D]. 上海: 上海应用技术学院, 2016.
- ZHANG J Y. Study on preparation and antibacterial activity properties of tea tree oil nanoparticles[D]. Shanghai: Shanghai Institute of Applied Technology, 2016.
- [37] MATLOUBI Z, HASSAN Z. HSA-curcumin nanoparticles: a promising substitution for Curcumin as a Cancer chemoprevention and therapy[J]. DARU journal of pharmaceutical sciences, 2020, 28(1): 209-219.
- [38] 王梦琦. 复合精油微胶囊抑菌膜的制备及其在低钠盐腊肉中的应用[D]. 重庆: 西南大学, 2021.
- WANG M Q. Preparation of compound essential oil microcapsule antibacterial film and its application in low sodium bacon[D]. Chongqing: Southwest University, 2021.
- [39] HUANG X W, ZHAO W Y, ZHANG K, et al. Cinnamon essential oil pickering emulsion-gellan gum composite films: a sustainable active packaging strategy for pork preservation[J]. International journal of biological macromolecules, 2025, 318: 145227.
- [40] GUO H C, FENG Y M, DENG Y, et al. Continuous flow modulates zein nanoprecipitation solvent environment to obtain colloidal particles with high curcumin loading[J]. Food hydrocolloids, 2023, 134: 108089.
- [41] CHEN C Z, LIU X D, LIU W M, et al. A comparative study of myristic acid/bentonite and myristic acid/Eudragit L100 form stable phase change materials for thermal energy storage[J]. Solar energy materials and solar cells, 2014, 127: 14-20.
- [42] WANG R, REN M, GAO X J, et al. Preparation and properties of fatty acids based thermal energy storage aggregate concrete[J]. Construction and building materials, 2018, 165: 1-10.
- [43] SONG X C, YU Y L, YANG G Y, et al. One-step emulsification for controllable preparation of ethyl cellulose microcapsules and their sustained release performance[J]. Colloids and surfaces B: biointerfaces, 2022, 216: 112560.
- [44] LI X, JIANG F T, NI X W, et al. Preparation and characterization of konjac glucomannan and ethyl cellulose blend films[J]. Food hydrocolloids, 2015, 44: 229-236.
- [45] MALLARDO S, DE VITO V, MALINCONICO M, et al. Poly(butylene succinate)-based composites containing β -cyclodextrin/d-limonene inclusion complex[J]. European polymer journal, 2016, 79: 82-96.
- [46] DOBRZYŃSKA-MIZERA M, KNITTER M, PISS M, et al. Thermal and morphological analysis of linear low-density polyethylene composites containing D-limonene/ β -cyclodextrin for active food packaging[J]. Molecules, 2023, 28(3): 1220.
- [47] 黄嘉玲. 丁香精油的提取、包合物的制备及在冷鲜猪肉保鲜的应用[D]. 成都: 四川农业大学, 2024.
- HUANG J L. Extraction of clove essential oil, preparation of inclusion complex and its application in chilled pork preservation[D]. Chengdu: Sichuan Agricultural University, 2024.
- [48] KAUR P, ELSAYED A, SUBRAMANIAN J, et al. Encapsulation of carotenoids with sucrose by co-crystallization: physico-chemical properties, characterization and thermal stability of pigments[J]. LWT, 2021, 140: 110810.
- [49] ZHANG L, WANG W Z, HE W, et al. A tailored slow-release film with synergistic antibacterial and antioxidant activities for ultra-persistent preservation of perishable products[J]. Food chemistry, 2024, 430: 136993.
- [50] 谢小丽, 胡璇, 黄英, 等. 益智精油 O/W 型微乳液的制备及其性能研究[J]. 日用化学工业, 2024, 10(54): 1201-1210.
- XIE X L, HU X, HUANG Y, et al. Preparation and properties of O/W microemulsion of *Alpinia oxyphylla* Miq. essential oil[J]. China surfactant detergent & cosmetics, 2024, 10(54): 1201-1210.
- [51] PENG S F, ZOU L Q, LIU W, et al. Fabrication and characterization of curcumin-loaded liposomes formed from sunflower lecithin: impact of composition and environmental stress[J]. Journal of agricultural and food chemistry, 2018, 66(46): 12421-12430.

- [52] AKHAVAN-MAHDAVI S, SADEGHI R, FARIDI ESFANJANI A, et al. Nanodelivery systems for D-limonene; techniques and applications[J]. Food chemistry, 2022, 384: 132479.
- [53] LIN Y X, ZHU C Q, ALVA G, et al. Microencapsulation and thermal properties of myristic acid with ethyl cellulose shell for thermal energy storage[J]. Applied energy, 2018, 231: 494-501.
- [54] BAO X Y, RONG S, FU Q, et al. Zein-yeast carboxymethyl glucan particles formed by anti-solvent precipitation for encapsulating resveratrol[J]. International journal of biological macromolecules, 2023, 253: 127557.
- [55] 杜林楠, 赵东明, 可方远, 等. 乙基纤维素结构及热变性研究[J]. 化学推进剂与高分子材料, 2025, 23(4): 61-72.
- DU L N, ZHAO D M, KE F Y, et al. Study on structure and thermal denaturation of ethyl cellulose[J]. Chemical propellants & polymeric materials, 2025, 23(4): 61-72.
- [56] 李建, 周冠成, 朱文远, 等. 功能性乙基纤维素复合微球的制备及性能[J]. 中国造纸学报, 2017, 1(32): 40-44.
- LI J, ZHOU G C, ZHU W Y, et al. Preparation and properties of functionalized ethyl cellulose composite microspheres[J]. Transactions of China pulp and paper, 2017, 1(32): 40-44.
- [57] 王月霞, 陈欣芸, 唐梦璇, 等. 葡萄柚精油协同紫外线灭活果蔬表面诺如病毒和大肠杆菌的研究[J]. 江西农业大学学报, 2023, 45(6): 1397-1408.
- WANG Y X, CHEN X Y, TANG M X, et al. Study on elimination of norovirus and *E. coli* on fruits and vegetables by grapefruit essential oil combined with UV Radiation[J]. Acta agriculturae universitatis Jiangxiensis, 2023, 45(6): 1397-1408.
- [58] 张欣, 孙敬蒙, 贾珍珍, 等. 叶黄素复合纳米颗粒的制备工艺优化及其稳定性和抗氧化活性分析[J]. 食品工业科技, 2024, 45(16): 102-113.
- ZHANG X, SUN J M, JIA Z Z, et al. Optimization of lutein complex nanoparticle preparation process and analysis of stability and antioxidant activity[J]. Science and technology of food industry, 2024, 45(16): 102-113.

(责任编辑:熊淑琪)



第一作者简介:吴芳玲,硕士研究生,主要从事生物膜制备及畜禽产品中应用的研究。在读期间,学习勤奋,学业表现突出,荣获学业奖学金。



通信作者简介:王文君,二级教授,江西农业大学副校长,博士生导师,江西省生猪产业技术体系加工岗岗位专家,教育部高等学校食品科学与工程类教学指导委员会委员,江西省食品科学与工程类教学指导委员会副主任委员,江西普通高校“金牌研究生导师”。