



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102329520 A

(43) 申请公布日 2012. 01. 25

(21) 申请号 201110191754. 6

A61K 31/047(2006. 01)

(22) 申请日 2011. 07. 08

A61K 9/10(2006. 01)

A61P 3/02(2006. 01)

(71) 申请人 中国热带农业科学院农产品加工研究所

地址 524000 广东省湛江市人民大道南 48 号

(72) 发明人 李积华 唐永富 陈家翠 赵伟学

(74) 专利代理机构 广州弘邦专利商标事务有限公司 44236

代理人 张树藩

(51) Int. Cl.

C09B 61/00(2006. 01)

C09B 67/02(2006. 01)

C09B 67/04(2006. 01)

A23L 1/275(2006. 01)

A23L 1/30(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

一种叶黄素纳米液的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种叶黄素纳米液的制备方法,包括以下步骤:(1)将总重量份为0.1-0.5份的抗氧化剂和稳定剂添加到重量份70-95份的植物油脂中,加热到40-70℃,搅拌至完全溶解,快速冷却到30-40℃,制的含抗氧化剂和稳定剂的植物油;(2)将重量份为5-30份叶黄素晶体添加到上述植物油中,搅拌分散均匀,制的含叶黄素的植物油混合物;(3)将步骤(2)中的植物油混合物经球磨机、超高压均质机或高压微射流,破碎至纳米级,制得叶黄素纳米液。本发明方法工艺技术简单,路线简单,安全可靠,保持了叶黄素的营养活性。

1. 一种叶黄素纳米液的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 将重量份均为0.1-0.5份的抗氧化剂和稳定剂添加到重量份70-95份的植物油中,加热到40-70℃,搅拌至完全溶解,快速冷却到30-40℃,制得含抗氧化剂和稳定剂的植物油;

(2) 将重量份为5-30份叶黄素晶体添加到上述植物油中,搅拌分散均匀,制得含叶黄素的植物油混合物;

(3) 将步骤(2)中的植物油混合物经球磨机、超高压均质机或高压微射流,破碎至纳米级,制得叶黄素纳米液。

2. 如权利要求1所述的叶黄素纳米液的制备方法,其特征在于所述步骤(1)中的抗氧化剂为维生素E、BHT、BTA、TBHQ中的一种或多种。

3. 如权利要求1或2所述的叶黄素纳米液的制备方法,其特征在于所述步骤(1)中的稳定剂为抗坏血酸酯、磷脂中的一种或多种。

4. 如权利要求1所述的叶黄素纳米液的制备方法,其特征在于所述步骤(1)中的植物油为大豆油、葵花籽油、葡萄籽油中的一种或多种。

5. 如权利要求1所述的叶黄素纳米液的制备方法,其特征在于所述步骤(2)中叶黄素晶体的纯度为80-90%。

6. 如权利要求1所述的叶黄素纳米液的制备方法,其特征在于所述步骤(3)中的研磨速度是1000-4000r/min。

7. 如权利要求1所述的叶黄素纳米液的制备方法,其特征在于所述步骤(3)中超高压均质机的均质压力是80~250MPa。

一种叶黄素纳米液的制备方法

【技术领域】

[0001] 本发明涉及一种叶黄素的制备方法,尤其涉及一种叶黄素纳米液的制备方法。

【背景技术】

[0002] 叶黄素是一种从天然植物万寿菊中提取的天然类胡萝卜素,桔红色粉末,着色能力强,抗氧化作用明显,安全无毒,早在 1995 年就被美国政府批准为食品补充剂。

[0003] 叶黄素是植物来源的脂溶性色素,分子式为 $C_{40}H_{56}O_2$,不溶于水,溶于某些有机溶剂,如正己烷、丙酮和石油醚等等。它在偏酸性、弱光和低温条件下比较稳定,在偏碱性条件下不稳定,在较强碱性、强光和高温下容易被破坏。叶黄素广泛存在于植物中,如菠菜、甘蓝、紫花苜蓿、芥兰、桃子、芒果、木瓜和万寿菊等。叶黄素在人体内不能产生,必须从食物中摄取或额外补充,尤其是老年人必须经常选用含叶黄素丰富的食物。在现有的众多食品中,猕猴桃是最好的叶黄素供应源,黄色玉米和蛋黄是仅次于猕猴桃的叶黄素高源食物。万寿菊中叶黄素含量非常高,其它类胡萝卜素含量非常低,是提取叶黄素的理想材料。万寿菊中游离的叶黄素含量较少,大多被月桂酸、豆蔻酸、棕榈酸等修饰,以酯的形式存在。

[0004] 叶黄素对视网膜的保护作用,特别是老年性黄斑衰退症 (age-related macular degeneration, ARMD),叶黄素对白内障也有明显的治疗或预防作用,最新研究成果表明:叶黄素对多种癌症(如乳腺癌、前列腺癌、直肠癌、结肠癌、皮肤癌等)有抑制作用。叶黄素能抑制乳腺癌小鼠淋巴细胞的凋亡,同时诱导肿瘤细胞凋亡,使小鼠保持一种高的免疫状态;另据对前列腺癌细胞增殖的一项研究表明:叶黄素单独作用可降低癌细胞增长速度 25%,若与番茄红素协调作用可降低其增长速度 32%;体外研究也表明:叶黄素在抑制细胞膜脂质自氧化和诱导细胞损伤方面比 β -胡萝卜素更有效。叶黄素的抗癌和调节免疫功能的机制仍在探索中。叶黄素作为一种抗氧化剂可抑制活性氧自由基活性,可有效防止紫外线对动物和人体皮肤的损伤。

【发明内容】

[0005] 针对上述问题,本发明的目的是提供一种油溶性好,应用方便的叶黄素纳米液的制备方法。

[0006] 为实现上述目的,本发明采取的技术方案如下:

[0007] 一种叶黄素纳米液的制备方法,包括以下步骤:

[0008] (1) 将重量份均为 0.1-0.5 份的抗氧化剂和稳定剂添加到重量份 70-95 份的植物油脂中,加热到 40-70℃,搅拌至完全溶解,快速冷却到 30-40℃,制的含抗氧化剂和稳定剂的植物油;

[0009] (2) 将重量份为 5-30 份叶黄素晶体添加到上述植物油中,搅拌分散均匀,制的含叶黄素的植物油混合物;

[0010] (3) 将步骤 (2) 中的植物油混合物经球磨机、超高压均质机或高压微射流,破碎至纳米级,制得叶黄素纳米液。

[0011] 所述步骤(1)中的抗氧化剂为维生素E、BHT(2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚)、BTA(苯并三氮唑)、TBHQ(叔丁基对苯二酚)中的一种或多种。

[0012] 所述步骤(1)中的稳定剂为抗坏血酸酯、磷脂中的一种或多种。

[0013] 所述步骤(1)中的植物油为大豆油、葵花籽油、葡萄籽油中的一种或多种。

[0014] 所述步骤(2)中叶黄素晶体的纯度为80-90%。

[0015] 所述步骤(3)中的研磨速度是1000-4000r/min。

[0016] 所述步骤(3)中超高压均质机的均质压力是80~250MPa。

[0017] 本发明的有益效果为:1、本发明使用高压均质或研磨过程,使乳液粒径达到纳米级,且得到的叶黄素纳米液均匀稳定,呈现均一的橙黄色,无沉淀,静置不分层,拓宽了叶黄素的应用范围;2、本发明无需采用有机溶剂,叶黄素与植物油均匀混合,应用于食品药品中具有良好的着色和营养保健效果;3、本发明工艺技术简单,路线合理,安全可靠,保持了叶黄素的营养活性,具有显著优点。

【具体实施方式】

[0018] 实施例1

[0019] 以85%叶黄素晶体为原料,制备1kg叶黄素纳米液包括如下步骤:

[0020] 1) 将1g维生素E和1g抗坏血酸棕榈酸酯混合添加到762g葵花籽油中,加热到70℃,搅拌至完全溶解,快速冷却至30℃,制得混合油;

[0021] 2) 将236g叶黄素晶体加入混合油中,搅拌15min,至均匀悬浮无结团,制得叶黄素悬浮液;

[0022] 3) 将上述悬浮液快速通过超高压均质机,在250MPa均质1遍,形成分散液,使叶黄素粒径达到200nm左右;

[0023] 最后得到1kg叶黄素的含量为20%的桔黄色叶黄素纳米液,叶黄素分散均匀,纳米液粘稠、稳定、无异味,油溶性好。

[0024] 实施例2

[0025] 以90%叶黄素晶体为原料,制备1kg叶黄素纳米液包括如下步骤:

[0026] 1) 将5g BHT和2g抗坏血酸棕榈酸酯混合添加到826g大豆油中,加热到40℃,搅拌至完全溶解,快速冷却至30℃,制得混合油;

[0027] 2) 将167g叶黄素晶体加入混合油中,搅拌15min,至均匀悬浮无结团,制得叶黄素悬浮液;

[0028] 3) 将上述悬浮液加到球磨机研磨杯中,氧化锆磨介中以2000r/min的速度研磨20min,形成分散液,使叶黄素粒径达到900nm左右;

[0029] 最后得到1kg叶黄素的含量为15%的桔黄色叶黄素纳米液,叶黄素分散均匀,纳米液粘稠、稳定、无异味,油溶性好。

[0030] 实施例3

[0031] 以80%叶黄素晶体为原料,制备1kg叶黄素纳米液包括如下步骤:

[0032] (1) 将3g BTA(苯并三氮唑)和5g磷脂酰乙醇胺混合添加到700g葵花籽油中,加热到60℃,搅拌至完全溶解,快速冷却至40℃,制得混合油;

[0033] (2) 将292g叶黄素晶体加入混合油中,搅拌15min,至均匀悬浮无结团,制得叶黄

素悬浮液；

[0034] 3) 将上述悬浮液加到球磨机研磨杯中,氧化锆磨介中以 4000r/min 的速度研磨 10min,形成分散液,使叶黄素粒径达到 600nm 左右；

[0035] 最后得到 1kg 叶黄素的含量为 12% 的桔黄色叶黄素纳米液,叶黄素分散均匀,纳米液粘稠、稳定、无异味,油溶性好。

[0036] 实施例 4

[0037] 以 82% 叶黄素晶体为原料,制备 1kg 叶黄素纳米液包括如下步骤：

[0038] 1) 将 2g TBHQ(叔丁基对苯二酚)和 2g 磷脂酰甘油混合添加到 902g 大豆油与葵花籽油的混合物中,加热到 50℃,搅拌至完全溶解,快速冷却至 35℃,制得混合油；

[0039] 2) 将 94g 叶黄素晶体加入混合油中,搅拌 10min,至均匀悬浮无结团,制得叶黄素悬浮液；

[0040] 3) 将上述悬浮液快速通过超高压均质机,在 80MPa 均质 1 遍,形成分散液,使叶黄素粒径达到 700nm 左右；

[0041] 最后得到 1kg 叶黄素的含量为 13% 的桔黄色叶黄素纳米液,叶黄素分散均匀,纳米液粘稠、稳定、无异味,油溶性好。

[0042] 实施例 5

[0043] 以 82% 叶黄素晶体为原料,制备 1kg 叶黄素纳米液包括如下步骤：

[0044] 1) 将 2g 维生素 C 和 1g 抗坏血酸棕榈酸酯混合添加到 727g 葡萄籽油中,加热到 50℃,搅拌至完全溶解,快速冷却至 35℃,制得混合油；

[0045] 2) 将 270g 叶黄素晶体加入混合油中,搅拌 10min,至均匀悬浮无结团,制得叶黄素悬浮液；

[0046] 3) 将上述悬浮液快速通过高压微射流,形成分散液,使叶黄素粒径达到 400nm 左右；

[0047] 最后得到 1kg 叶黄素的含量为 10% 的桔黄色叶黄素纳米液,叶黄素分散均匀,纳米液粘稠、稳定、无异味,油溶性好。

[0048] 实施例 6

[0049] 叶黄素含量的检测

[0050] 试验仪器

[0051] 紫外 / 可见分光光度计 (SHIMADZU UV1700)、1cm 比色皿、分析天平、水浴锅 (56℃)、25ml, 5ml, 1ml, 2ml 移液管、100ml, 50ml 容量瓶、超声提取器。

[0052] 试验试剂

[0053] 甲醇 (分析纯)、丙酮 (分析纯)、正己烷 (分析纯)、甲苯 (分析纯)、无水乙醇 (分析纯)、无水硫酸钠 (分析纯)。

[0054] 试验方法

[0055] 提取液的配制:正己烷,无水乙醇,丙酮,甲苯按照 10 : 6 : 7 : 7 的体积比混合。

[0056] 10% 硫酸钠溶液的配制:称取 100g 的无水硫酸钠到一 1000ml 烧杯中,加入约 500ml 已预热的蒸馏水 (约 50℃),用玻璃棒快速搅拌使之充分溶解,然后把溶液转移到 1000ml 的容量瓶中,再用少量的蒸馏水冲洗烧杯多次,冲洗液也转移至容量瓶中,待溶液冷却至室温后用蒸馏水定溶至 1000ml。

[0057] 样品准备及检测：样品称量前必需放入 56℃的水浴中边加热边搅拌均匀，确保样品有良好的均一性及流动性。否则会影响到检测结果的准确性。称取样品 0.03-0.05g（实际称量重量可视样品具体含量而调整）于 100ml 的容量瓶中，注意称量时不得把浸膏滴到瓶颈或瓶口上。准确记录下称取重量（W）。加入 30ml 的提取液（4.1.1），摇晃均匀，在超声提取器上超声约 1min 使样品充分溶解。加入 30ml 正己烷，摇晃均匀，用 10% 硫酸钠定溶至刻度，塞上塞子，剧烈振荡 1min。于黑暗中放置约 50 分钟。吸取 1ml 上清液于 50ml 的容量瓶中，用正己烷定溶至刻度，并摇晃均匀。用正己烷作空白，于 474nm 波长处检测吸光值。

[0058] 注：吸光值一定要控制在 0.300-0.700 范围内，如果超出此范围要调整稀释倍数。

[0059] 计算

[0060] 叶黄素含量 (g/kg) = (A × 稀释倍数) / (固定系数 × W(g))

[0061] 式中，A：样品在 474nm 处的吸光值、稀释倍数：2500、固定系数：236、W：样品重量。

[0062] 采用上述方法，检测得实施例 1 所得叶黄素纳米液中叶黄素的含量为 20%、实施例 2 所得叶黄素纳米液中叶黄素的含量为 15%、实施例 3 所得叶黄素纳米液中叶黄素的含量为 12%、实施例 4 所得叶黄素纳米液中叶黄素的含量为 13%、实施例 5 所得叶黄素纳米液中叶黄素的含量为 10%。