

# 玉米醇溶蛋白硬胶囊的制备工艺研究

姜福佳, 麻婷婷, 孙香盟, 李欣, 代云飞, 逯家富\* (长春职业技术学院, 吉林长春 130033)

**摘要** [目的]优化玉米醇溶蛋白硬胶囊的制备工艺。[方法]以玉米黄粉提取的醇溶蛋白为原料,在 pH 6.5、干燥温度 65 ℃ 的最佳条件下,以羟丙基纤维素、聚乙烯吡咯烷酮、山梨醇、甘油、乙醇浓度为考察因素进行单因素试验,在单因素试验基础上,以羟丙基纤维素、聚乙烯吡咯烷酮、山梨醇、甘油 4 个因素作为自变量,进行 4 因素 3 水平正交试验,通过检测胶囊的成品率、脆碎度和崩解时限等指标,确定制备硬胶囊的较优工艺。[结果]玉米醇溶蛋白硬胶囊最佳成囊效果为 95% 乙醇溶液 700 μL、羟丙基纤维素 0.20 g、聚乙烯吡咯烷酮 0.60 g、20% 山梨醇 60 μL、20% 甘油 50 μL。[结论]在最佳优化条件下制备出的玉米醇溶蛋白硬胶囊成膜性好,检测的成品率、脆碎度、崩解时限所得结果均符合相关标准。

**关键词** 硬胶囊;正交试验;醇溶蛋白;绿色健康  
**中图分类号** TS201.2<sup>+</sup>1 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2017)17-0068-03

**Study on the Preparation of Zein Capsulae Operculatae**  
**JIANG Fu-jia, MA Ting-ting, SUN Xiang-meng, LU Jia-fu\* et al** (Changchun Vocational Institute of Technology, Changchun, Jilin 130033)

**Abstract** [Objective] To optimize the preparation of zein capsulae operculatae. [Method] With zein extracted from maize yellow powder as raw material, under the best conditions of pH 6.5, drying temperature 65 ℃, hydroxypropyl cellulose, polyvinylpyrrolidone, sorbitol, glycerin as factors to conduct single factor experiment. On the basis of this, the orthogonal test was carried out with the above four factors as independent variables. By detecting the yield, breakage and disintegration time of the capsule, the preparation process was determined. [Result] It turned out that the best preparation process was 95% alcohol solution 700 μL, hydroxypropyl cellulose 0.20 g, polyvinylpyrrolidone 0.60 g, 20% sorbitol 60 μL, 20% glycerin 50 μL. [Conclusion] Under the best preparation process, zein capsule operculatae has good film forming characteristics, the detection results of yield, breakage and disintegration time limit are all up to standard.

**Key words** Capsulae operculatae; Orthogonal test; Zein; Green health

传统胶囊壳主要是由明胶组成,明胶是由动物的皮和骨制成,其所制成的空心胶囊有不宜填充、易吸湿、易风化等诸多缺陷,主要是明胶空心胶囊易发生交联反应影响药物的释放<sup>[1-2]</sup>,而且其原料属于高蛋白、高脂肪,不利于患者食用,还带有一定安全隐患,也不符合一些素食主义者和民族宗教人士的需求<sup>[3]</sup>。

玉米醇溶蛋白硬胶囊以玉米醇溶蛋白为原料,其具有防潮、隔氧、抗紫外线、保香、不透油、防静电与透明有光泽的特性<sup>[4]</sup>,是一种安全、无毒、可生物降解、生产工艺简单的纯天然胶囊。玉米醇溶蛋白化学性质稳定、安全健康、适应性广泛,这一新型胶囊将具有巨大的市场潜力。因此,以玉米醇溶蛋白为原料与羟丙基纤维素、聚乙烯吡咯烷酮、山梨醇、甘油按一定比例结合制成硬胶囊,有利于改善胶囊性能、扩大胶囊应用范围、提高胶囊的商业价值,与传统明胶胶囊相比,植物型胶囊取代明胶胶囊将是必然的趋势<sup>[5-6]</sup>。

## 1 材料与方法

**1.1 材料** 玉米黄粉,公主岭中粮集团提供;无水乙醇,天津市富宇精细化工有限公司;丙三醇(甘油),国药集团化学试剂有限公司;羟丙基纤维素,市售,食品级;山梨醇,山东天力药业;聚乙烯吡咯烷酮,南京瑞泽精细化工有限公司。

AL204 型电子天平,梅特勒-托利多(上海)有限公司;HH-6 型数显恒温水浴锅,金坛市佳美仪器有限公司;ZS-2

型超声波破碎仪,温州三和量具仪器有限公司;101 型电热鼓风干燥箱,北京市永光明医疗仪器厂;移液枪,上海荣泰生化工程有限公司。

**1.2 原料预处理** 利用超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取法将玉米黄粉脱色,收集色素。精确称量脱色后的玉米黄粉加入一定量的乙醇溶液,置于磁力搅拌器上搅拌,搅拌一定时间后离心,取上清液,调节 pH 到醇溶蛋白的等电点 6.5,得到醇溶蛋白沉淀,进行第 2 次离心,弃上清液取沉淀进行冷冻干燥,称重,得到醇溶蛋白<sup>[7]</sup>。

## 1.3 试验方法

**1.3.1 试验流程。**称取原料→乙醇溶液→水浴加热搅拌→加入辅料→搅拌→挂膜→烘干→脱模→切割→套合→检验各项指标。

**1.3.2 测定指标及方法。**

**1.3.2.1 成品率。**按照配方制作玉米醇溶蛋白硬胶囊溶液,在最适条件下进行挂膜、烘干、脱膜、切割、套合而制成胶囊成品。

成品率 = 成品个数/胶囊总数 × 100%

**1.3.2.2 脆碎度。**取 50 粒玉米醇溶蛋白硬胶囊放入表面皿中,放入温度为 25 ℃ 的适量硝酸镁饱和溶液的干燥器中储存 1 d 后取出,放入玻璃管内,连接 20 g 的砝码自由落下,观察玉米醇溶蛋白硬胶囊是否破裂<sup>[8]</sup>,破裂数不得超过 5 粒。

脆碎度 = 破碎胶囊个数/胶囊总数 × 100%

**1.3.2.3 崩解时限。**根据 2010 年中国药典要求,胶囊崩解时限检查法,胶囊应在 10 min 内全部溶解。

**1.3.3 单因素试验方法。**

**1.3.3.1 羟丙基纤维素对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影**

**基金项目** 吉林省省级经济结构战略调整引导资金专项;吉林省科技发展计划项目(20160521006H J);吉林省科技发展计划项目(20160624015H J)。

**作者简介** 姜福佳(1983—),男,吉林长春人,讲师,硕士,从事生物技术及应用研究。\*通讯作者,教授,从事食品与发酵工业的研究。

**收稿日期** 2017-04-12

响。称取 1.0 g 的醇溶蛋白,加入 95% 的乙醇溶液 700 μL,将其混合后放在 40 ℃ 水浴摇床中完全搅拌,再分别加入 0.10、0.15、0.20、0.25、0.30、0.35、0.40 g 的羟丙基纤维素,聚乙烯吡咯烷酮 0.60 g,20% 的山梨醇 60 μL,20% 的甘油 50 μL,使其与溶液充分溶解后,倒入模具,挂膜烘干后,对胶囊进行切割成型,检测玉米醇溶蛋白硬胶囊的各项指标。

**1.3.3.2 聚乙烯吡咯烷酮对醇溶蛋白硬胶囊品质的影响。**称取1.0 g 的醇溶蛋白,加入 95% 的乙醇溶液 700 μL,将其混合后放在 40 ℃ 水浴摇床中完全搅拌,再分别加入 0.30、0.40、0.50、0.60、0.70、0.80、0.90 g 的聚乙烯吡咯烷酮,羟丙基纤维素 0.20 g,20% 的山梨醇 60 μL,20% 的甘油 50 μL,均充分溶解后,倒入模具,挂膜烘干后,对胶囊进行切割成型,检测玉米醇溶蛋白硬胶囊的各项指标。

**1.3.3.3 山梨醇对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响。**称取 1.0 g 的醇溶蛋白,加入 95% 的乙醇溶液 700 μL,将其混合后放在 40 ℃ 水浴摇床中完全搅拌,再分别加入 30、40、50、60、70、80、90 μL 的 20% 山梨醇,聚乙烯吡咯烷酮 0.60 g,羟丙基纤维素 0.20 g,20% 的甘油 50 μL,均充分溶解后,倒入模具,挂膜烘干后,对胶囊进行切割成型,检测玉米醇溶蛋白硬胶囊的各项指标。

**1.3.3.4 甘油对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响。**称取 1.0 g 的醇溶蛋白,加入 95% 的乙醇溶液 700 μL,将其混合后放在 40 ℃ 水浴摇床中完全搅拌,再分别加入 20、30、40、50、60、70、80 μL 的 20% 甘油,聚乙烯吡咯烷酮 0.60 g,羟丙基纤维素 0.20 g,20% 山梨醇 60 μL,均充分溶解后,倒入模具,挂膜烘干后,对胶囊进行切割成型,检测玉米醇溶蛋白硬胶囊的各项指标。

**1.3.3.5 乙醇浓度对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响。**称取 1.0 g 的醇溶蛋白,分别加入 65%、70%、75%、80%、85%、90%、95% 的乙醇 700 μL,将其混合后放在 40 ℃ 水浴摇床中完全搅拌,再加入聚乙烯吡咯烷酮 0.60 g,羟丙基纤维素 0.20 g,20% 的甘油 50 μL,20% 山梨醇 60 μL,均充分溶解后,倒入模具,挂膜烘干后,对胶囊进行切割成型,检测玉米醇溶蛋白硬胶囊的各项指标。

**1.3.4 正交试验。**在单因素试验结果的基础上,以羟丙基纤维素(A)、聚乙烯吡咯烷酮(B)、山梨醇(C)、甘油(D)4 个影响因素作为自变量,进行 4 因素 3 水平正交试验,并检测各项指标,正交试验因素水平设计如表 1 所示。

表 1 玉米醇溶蛋白硬胶囊制备工艺正交试验因素水平设计

Table 1 Factor and level of orthogonal test for the preparation of zein capsule operculatae

| 水平<br>Level | 因素 Factor                     |                              |                |                |
|-------------|-------------------------------|------------------------------|----------------|----------------|
|             | 羟丙基<br>纤维素 (A)                | 聚乙烯吡<br>咯烷酮 (B)              | 山梨醇 (C)        | 甘油 (D)         |
|             | Hydroxypropyl<br>cellulose//g | Polyvinylpyr-<br>rolidone//g | Sorbitol<br>μL | Glycerol<br>μL |
| 1           | 0.15                          | 0.50                         | 50             | 40             |
| 2           | 0.20                          | 0.60                         | 60             | 50             |
| 3           | 0.25                          | 0.70                         | 70             | 60             |

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果分析

**2.1.1 羟丙基纤维素对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响。**由表 2 可知,当羟丙基纤维素为 0.20 g 时,胶囊成品率达 89%,脆碎度达 8%,崩解时限达 8 min,品质较佳。羟丙基纤维素可增加胶囊的增稠性。

表 2 羟丙基纤维素对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响

Table 2 Effect of hydroxypropylcellulose on quality of zein capsule operculatae

| 羟丙基纤维素<br>Hydroxypropyl<br>cellulose//g | 成品率<br>Yield<br>% | 脆碎度<br>Breakage<br>% | 崩解时限<br>Disintegration<br>time limit//min |
|-----------------------------------------|-------------------|----------------------|-------------------------------------------|
| 0.10                                    | 82                | 10                   | 12                                        |
| 0.15                                    | 86                | 9                    | 10                                        |
| 0.20                                    | 89                | 8                    | 8                                         |
| 0.25                                    | 88                | 9                    | 9                                         |
| 0.30                                    | 86                | 10                   | 10                                        |
| 0.35                                    | 80                | 11                   | 12                                        |
| 0.40                                    | 76                | 12                   | 12                                        |

**2.1.2 聚乙烯吡咯烷酮对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响。**由表 3 可知,当聚乙烯吡咯烷酮质量为 0.60 g 时胶囊成品率达 96%,脆碎度达 4%,崩解时限为 6 min,品质较佳。聚乙烯吡咯烷酮具有很好的黏性,增加了胶囊的成膜性,羟丙基纤维素对胶囊崩解时限影响较明显。

表 3 聚乙烯吡咯烷酮对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响

Table 3 Effect of polyvinylprrolidone on quality of zein capsule operculatae

| 聚乙烯吡咯烷酮<br>Polyvinylpyrr-<br>olidone//g | 成品率<br>Yield<br>% | 脆碎度<br>Breakage<br>% | 崩解时限<br>Disintegration<br>time limit//min |
|-----------------------------------------|-------------------|----------------------|-------------------------------------------|
| 0.30                                    | 66                | 8                    | 10                                        |
| 0.40                                    | 80                | 6                    | 9                                         |
| 0.50                                    | 84                | 2                    | 8                                         |
| 0.60                                    | 96                | 4                    | 6                                         |
| 0.70                                    | 84                | 6                    | 6                                         |
| 0.80                                    | 78                | 8                    | 8                                         |
| 0.90                                    | 68                | 10                   | 9                                         |

**2.1.3 山梨醇对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响。**由表 4 可知,当 20% 山梨醇为 60 μL 时胶囊成品率达 94%,脆碎度达 10%,崩解时限达 8 min,品质较佳。山梨醇增强了胶囊的黏性。

表 4 山梨醇对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响

Table 4 Effect of sorbitol on quality of zein capsule operculatae

| 山梨醇<br>Sorbitol<br>μL | 成品率<br>Yield<br>% | 脆碎度<br>Breakage<br>% | 崩解时限<br>Disintegration<br>time limit//min |
|-----------------------|-------------------|----------------------|-------------------------------------------|
| 30                    | 70                | 14                   | 13                                        |
| 40                    | 76                | 13                   | 11                                        |
| 50                    | 84                | 12                   | 10                                        |
| 60                    | 94                | 10                   | 8                                         |
| 70                    | 80                | 10                   | 10                                        |
| 80                    | 74                | 12                   | 11                                        |
| 90                    | 66                | 14                   | 12                                        |

**2.1.4 甘油对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响。**由表 5 可

知,当 20% 甘油为 50 μL 时胶囊成品率达 95%,脆碎度达 4%,崩解时限为 7 min,品质较佳。甘油的黏结性对胶囊影响较明显。

表 5 甘油对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响

Table 5 Effect of glycerol on quality of zein capsule operculatae

| 甘油<br>Glycerol<br>μL | 成品率<br>Yield<br>% | 脆碎度<br>Breakage<br>% | 崩解时限<br>Disintegration<br>time limit//min |
|----------------------|-------------------|----------------------|-------------------------------------------|
| 20                   | 74                | 9                    | 11                                        |
| 30                   | 80                | 8                    | 10                                        |
| 40                   | 84                | 6                    | 9                                         |
| 50                   | 95                | 4                    | 7                                         |
| 60                   | 86                | 5                    | 7                                         |
| 70                   | 80                | 6                    | 8                                         |
| 80                   | 78                | 7                    | 9                                         |

2.1.5 乙醇浓度对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响。由表 6 可知,当乙醇浓度为 95% 时胶囊成品率达 89%,脆碎度达 8%,崩解时限达 9 min,品质较佳。乙醇是良好的有机溶剂,充分溶解蛋白及其他辅料。

表 7 玉米醇溶蛋白胶囊制备工艺正交试验设计与结果

Table 7 Orthogonal test design and results of the preparation of zein capsule operculatae

| 试验号<br>Test No. | 因素 Factor |       |       |       | 成品率<br>Yield//% | 脆碎度<br>Breakage//% | 崩解时限<br>Disintegration<br>time limit//min |
|-----------------|-----------|-------|-------|-------|-----------------|--------------------|-------------------------------------------|
|                 | A         | B     | C     | D     |                 |                    |                                           |
| 1               | 1         | 1     | 1     | 1     | 78              | 10                 | 8                                         |
| 2               | 1         | 2     | 2     | 2     | 90              | 9                  | 5                                         |
| 3               | 1         | 3     | 3     | 3     | 82              | 8                  | 9                                         |
| 4               | 2         | 1     | 2     | 3     | 80              | 9                  | 7                                         |
| 5               | 2         | 2     | 3     | 1     | 88              | 10                 | 5                                         |
| 6               | 2         | 3     | 1     | 2     | 78              | 8                  | 7                                         |
| 7               | 3         | 1     | 3     | 2     | 82              | 9                  | 8                                         |
| 8               | 3         | 2     | 1     | 3     | 86              | 8                  | 4                                         |
| 9               | 3         | 3     | 2     | 1     | 76              | 10                 | 9                                         |
| K <sub>1</sub>  | 7.333     | 7.667 | 6.333 | 7.333 |                 |                    |                                           |
| K <sub>2</sub>  | 6.333     | 4.667 | 7.000 | 6.667 |                 |                    |                                           |
| K <sub>3</sub>  | 7.000     | 8.333 | 7.333 | 6.667 |                 |                    |                                           |
| R               | 1.000     | 3.666 | 1.000 | 0.666 |                 |                    |                                           |

3 结论

该试验在不同因素条件下制备玉米醇溶蛋白硬胶囊,通过正交试验优化制备工艺,使醇溶蛋白硬胶囊的成品率、脆碎度、崩解时限均符合检测指标,通过综合性对比,得出最佳条件为羟丙基纤维素 0.20 g、聚乙烯吡咯烷酮 0.60 g、20% 山梨醇 60 μL、20% 甘油 50 μL。

玉米醇溶蛋白硬胶囊应用广泛,原料绿色健康,且各项指标均优于明胶胶囊,可以替换明胶胶囊应用在医药领域及保健食品领域。

参考文献

[1] 党新安,李宁宁,杨立军. 芹菜纤维与植物淀粉混合制备空心胶囊的研

表 6 乙醇浓度对玉米醇溶蛋白硬胶囊品质的影响

Table 6 Effect of ethanol concentration on quality of zein capsule operculatae

| 乙醇浓度<br>Ethanol conc-<br>entration //% | 成品率<br>Yield<br>% | 脆碎度<br>Breakage<br>% | 崩解时限<br>Disintegration<br>time limit//min |
|----------------------------------------|-------------------|----------------------|-------------------------------------------|
| 65                                     | 74                | 14                   | 14                                        |
| 70                                     | 78                | 13                   | 13                                        |
| 75                                     | 80                | 12                   | 12                                        |
| 80                                     | 84                | 11                   | 11                                        |
| 85                                     | 86                | 10                   | 10                                        |
| 90                                     | 88                | 9                    | 9                                         |
| 95                                     | 89                | 8                    | 9                                         |

2.2 正交试验结果分析 由表 7 可以看出,4 个因素对玉米醇溶蛋白硬胶囊各项指标的影响大小依次为聚乙烯吡咯烷酮、羟丙基纤维素(山梨醇)、甘油,4 个因素中,聚乙烯吡咯烷酮影响最为显著。在试验设计范围内,经综合考虑,优化得到最佳条件为羟丙基纤维素 0.20 g、聚乙烯吡咯烷酮 0.60 g、20% 山梨醇 60 μL、20% 甘油 50 μL。

究[J]. 食品科技,2016,41(7):121-124.  
[2] 刘李梅,韩丽,杨明,等. 植物空心胶囊的研究进展[J]. 中药与临床,2014,5(5):60-63.  
[3] 杜云建,赵玉巧,葛宗和,等. 植物多糖制备药用硬壳胶囊的研究[J]. 安徽农业科学,2014,24(27):9541-9543.  
[4] 逯家富,吕爽,姜福佳. 超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取玉米黄粉中玉米黄色素工艺的研究[J]. 农产品加工(学刊),2013(9):28-31.  
[5] 张良,王燕斐,刘宏生,等. 天然植物高分子药用胶囊的研究与发展[J]. 高分子学报,2013(1):1-10.  
[6] 刘谋泉,孔美兰. 普鲁兰多糖软胶囊囊壳生产工艺及稳定性研究[J]. 食品科学,2009,30(6):57-59.  
[7] 张钟,齐爱云. 玉米醇溶蛋白提取工艺及功能性质研究[J]. 粮食与饲料工业,2004(9):21-23.  
[8] 于海宁,郭正昭,刘妍,等. 海藻多糖空心胶囊的制备工艺研究[J]. 浙江工业大学学报,2016,44(1):92-98.