

# 红花油乳液生产中的质量控制条件探索

吴桂荣 王兆木 唐万里(乌鲁木齐 830054 新疆医科大学药学院)

**摘要** 目的:建立红花油乳液的生产质量控制条件。方法:检测乳滴大小、离心效果及卫生学指标变化。结果:在640倍显微镜下观察,红花油乳滴直径小于 $5\mu\text{m}$ ;使用高速离心机,以 $4000\text{r}/\text{min}$ 离心10min后无明显分层,若有少许分层但振摇后立即恢复均相;卫生学符合国家标准。

**关键词** 乳液;质量控制;直径;稳定

**The product quality control of emulsified safflower seed oil**

**ABSTRACT OBJECTIVE:** The product quality control method was established for emulsified safflower oil. **METHOD:** To control the length of emulsion drop diameter, the result of centrifugation and the change of hygiene sign. **RESULTS:** The diameter of emulsion drop is less than 5 $\mu$ m by microscope (640 times); it is a little stratification using high speed centrifugal, with 4000r/min, for 10minutes, but it returns to normal at once by shaking, the hygiene sign do tally with China's standard.

新疆是我国盛产红花的省区,由于地理环境和气候的特殊性,新疆红花种子油中的亚油酸含量高于其它植物油<sup>[1]</sup>(80%左右)。亚油酸作为降血脂药历史悠久,因而红花油显示出了重要的医疗和保健价值<sup>[2]</sup>。直接口服红花油油腻感重,不易被人们接受,为此我们将其研制成乳剂<sup>[3]</sup>,并对生产质量的控制条件进行了探索。

1 仪器及试剂

1.1 仪器

TGL-16C 离心机(上海安亭科学仪器厂制造); L1000A 生物显微镜(广东光学仪器厂); Varian-GC6000 气相色谱仪, col: 2m  $\times$  1/8 不锈钢柱, 5% FFAP; chrom W HP 80~100 目。

1.2 试剂

甲醇、氢氧化钾、苯、乙醚、氯化铵和硫酸。

2 方法与结果

2.1 外观与口感

红花油乳液为水包油型乳剂,视觉观察到的是白色均匀易流动液态,入口感觉香甜。

2.2 测定乳滴直径

取红花油乳液 1ml 用水稀释到 20 倍,滴少许于载玻片上,放好盖玻片(涂抹均匀不得有空气掺入),在显微镜 640 倍下观察可见均匀乳滴,由测微尺测量和计算不同直径所占百分率。结果为 95% 以上的乳滴直径小于 2 $\mu$ m,最大乳滴直径不超过 5 $\mu$ m。若达不到要求可以再过一次均质机即可。

2.3 离心观察

定量吸取红花油乳液于离心管中(取量多少根据离心管容量而定),设定离心速度为 4000r/min,时间为 10min。离心后乳液底部略有分层(浑浊层不明显),将离心管倒置并振摇,分层现象消逝,乳液恢复原样。如果没有可塑性乳剂在一月后开始慢慢分层。

根据上述探索,我们提出红花油乳液生产的感官指标如表 1。

2.4 理化指标检测

2.4.1 亚油酸含量测定:将红花油乳液中加入乙醇

表 1 红花油乳液感官指标

| 项 目  | 要 求                                           |
|------|-----------------------------------------------|
| 色泽   | 乳白色                                           |
| 组织形态 | 不透明易流动液体                                      |
| 滋味   | 具有红花油乳液应有的滋味,无异味                              |
| 杂质   | 无肉眼可见的外来固体杂质                                  |
| 乳化效果 | 稀释 20 倍左右后,在显微镜下观察(640 倍)呈均匀乳滴,直径小于 5 $\mu$ m |
| 稳定性  | 允许有少量分层,但振摇后立即变为均相                            |

(或用丁醇)破乳,析出红花油。取破乳后的红花油 250ml,加 5ml 0.5N KOH 甲醇溶液,混合 3~5min 后加 15ml 醚苯混合物(苯-乙醚=2:1),转移到分液漏斗中,加饱和乙醚水溶液 50ml 振摇,静置,弃去水相,用 2 $\times$ 25ml 水洗涂有机相,即可作 GC 分析。测定结果:红花油乳液中亚油酸含量为 48.05%。

2.4.2 理化指标检测:检测方法按国家规定的食品卫生理化检验方法(GB/T5009-96)进行,测定结果见表 2。

表 2 红花油乳液理化指标检测

| 检查项目             | 检测结果 | 国家标准       | 要求指标       |
|------------------|------|------------|------------|
| 酸价(mg/g)         | 0.7  | $\leq 4.0$ | $\leq 3.0$ |
| 过氧化值(meq/kg)     | 11   | $\leq 78$  | $\leq 20$  |
| 铜(以 Cu 计)(mg/kg) | 0.1  | $\leq 5.0$ | $\leq 2.0$ |
| 铅(以 pb 计)(mg/kg) | 无    | $\leq 0.3$ | $\leq 0.1$ |
| 砷(mg/kg)         | 无    | $\leq 0.2$ | $\leq 0.1$ |

2.2.3 微生物指标检查:采用国家卫生部《保健食品通用卫生要求》及食品添加剂使用卫生标准(GB2760-86)作为参考依据,方法从略,结果见表 3。

表 3 红花油乳液微生物指标检测

| 检查项目                   | 检查结果       | 国家标准       |
|------------------------|------------|------------|
| 菌落总数(cuf/g $\cdot$ ml) | $\leq 40$  | $\leq 100$ |
| 大肠菌群(MPN/ml)           | $\leq 0.3$ | $\leq 6$   |
| 霉菌(cuf/g $\cdot$ ml)   | 无          | $\leq 10$  |
| 致病菌                    | 无          | 不得检出       |

红花油乳液采用前消毒工艺即用无菌无氧水配

料,红花油(原料油)各项指标符合国家规定标准,乳化和灌装为全封闭系统,灌装设施包括空间进行严格的消毒,以确保红花油乳液达到规定的标准。

### 3 讨论

**3.1** 红花油乳液的主要成分是亚油酸,因结构中存在两个隔离双键,化学稳定性较差,虽以甘油三酯的形式存在其稳定性好一点,但双键依然容易发生氧化和聚合反应,生产中应严格掌握生产条件,避免高温和空气氧化进入反应体系。

**3.2** 红花油乳液的剂型为水包油型,乳剂的稳定性取决于多种因素,其中乳滴的大小最有代表性<sup>[4]</sup>。实验证实乳滴直径小于  $5 \leq \mu\text{m}$  稳定性好,室温放置一年无明显破乳和分层现象。生产中用显微镜检测乳滴直径大小和均匀程度,如达不到要求可进行二次均质或三次均质,直到达到要求为止。通过离心实验可以确定乳剂的稳定时间,如果离心分层严重应该考虑添加合适的稳定剂,确保在保存期内红花油乳液没有明显的分层现象。

**3.3** 红花油乳液的理化指标比较恒定,因为对所用原料都有严格要求,各项指标符合国家规定,在乳剂生产过程中一般不会有太大变化。

**3.4** 红花油乳液的卫生指标(微生物指标)要求比较严格,必须达到国家制定的标准。检测说明,生产中只要消毒彻底,操作规范,按现在的生产条件基本能够达到要求。

### 参考文献

- 1 王兆木.世界红花种植资源评价与利用.北京:中国科学技术出版社,1993.
- 2 朱太平,等.红花种子油及其对高血脂症的疗效.药学通报,1982,17(5):50.
- 3 W Guirong, *et al.* Study on food medicine made from safflower seed oil. IV<sup>th</sup> international safflower conference. Bari 2 - 7 June, 1997:332.
- 4 上海医药工业研究院注射用乳剂研究小组.脂肪乳剂输液的研究.药学通报. 1980. 15(1):3