

# 基于丁香精油/ $\beta$ -CD微胶囊的PLA/PVA抗菌膜的研制及其性能研究

doi:10.3969/j.issn.1674-7100.2018.03.001

李 丁<sup>1</sup> 丁哲旭<sup>1</sup>  
李 威<sup>2</sup> 邓浩杰<sup>2</sup>  
罗 致<sup>2</sup> 江剑兵<sup>2</sup>

1. 湖南工业大学  
生命科学与化学学院  
湖南 株洲 412007
2. 湖南工业大学  
包装与材料工程学院  
湖南 株洲 412007

**摘 要:**为防止丁香精油在包装膜中挥发速率过快,采用 $\beta$ -环糊精( $\beta$ -CD)包埋丁香精油制备抗菌微胶囊,将其添加到PLA/PVA的共混膜溶液中制备成活性抗菌包装膜,并研究了PVA溶液与PLA溶液的质量比、抗菌微胶囊的添加量及共混温度等因素对活性抗菌包装膜阻隔性能影响及其抗菌性能。研究表明:当PVA溶液与PLA溶液的质量比为5:1,添加抗菌微胶囊质量分数为15%,共混温度为80℃,制得的活性抗菌包装膜阻隔性能较好;添加活性抗菌包装膜液的培养皿中大肠杆菌的菌落数目明显减少,这说明活性抗菌包装膜对大肠杆菌具有较好的抑制作用。因此,以丁香精油/ $\beta$ -CD微胶囊为抗菌添加剂,可制备具有抗菌特性的活性包装膜。

**关键词:**  $\beta$ -CD; 丁香精油; 微胶囊; 活性抗菌包装膜; 阻隔性能; 抗菌性能

**中图分类号:** TQ325.9; TB485.6

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1674-7100(2018)03-0001-07

## 1 研究背景

随着生活水平的提高和包装工业的快速发展,人们对产品包装提出了更高的要求,因此具有吸氧、除湿、指示、抗菌等功能的活性包装膜逐渐成为了研究热点。其中,抗菌包装膜因其能够有效抑制细菌繁殖,保护食品安全,受到了食品包装企业的青睐。抗菌包装膜的制备方法可分为3种:一是在包装膜表面涂布一层抗菌涂料;二是在成膜树脂上接枝抗菌基因;三是将抗菌剂与树脂共混成膜。上述3种方法中,表面涂布会增加包装膜的制备工艺,且涂层的附着力较低;在成膜树脂上接枝抗菌基因,因其制备过程较为困难,不利于实际生产;添加抗菌剂与树脂共混成膜,

该方法具有操作简单、抗菌性能强的优点,成为当前制备抗菌包装膜的主要方法之一<sup>[1-3]</sup>。

常用的抗菌剂一般可分为无机抗菌剂和有机抗菌剂两大类。无机抗菌剂主要指金属银、二氧化钛等物质,虽然其抗菌性能良好,但价格昂贵,使其应用受到了限制<sup>[4-5]</sup>。有机抗菌剂可分为人工合成抗菌剂和天然抗菌剂。人工合成抗菌剂的制备过程中会用到含有毒性的化学试剂,易对人体和环境造成危害<sup>[6]</sup>。天然抗菌剂来源范围较广,可从动植物及微生物中提取抗菌成分,具有安全环保、缓释高效的优点<sup>[7]</sup>。N. Sanla-Ead等人<sup>[8]</sup>研究了肉桂醛和丁香酚在纤维基包装材料上的应用,研究表明,当抗菌剂体积比为50  $\mu$ L/mL时,肉桂醛和丁香酚具有显著的抑菌作用,

收稿日期: 2018-03-16

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51604106, 51774129), 湖南工业大学教育教学改革研究基金资助项目(2015B02)

作者简介: 李 丁(1985-), 男, 湖南株洲人, 湖南工业大学讲师, 博士, 主要研究方向为生物化学与分子生物学,

E-mail: liding@hut.edu.cn

通信作者: 江剑兵(1982-), 男, 江西新干人, 湖南工业大学讲师, 博士, 主要研究方向为包装技术与应用,

E-mail: jjbcu2011@163.com

抑菌圈的直径为 8.7~30.1 mm; 在所测试的微生物中, 嗜水气单胞菌和粪肠球菌对肉桂醛和丁香酚的作用最为敏感。Yang H. 等人<sup>[9]</sup>将丁香精油添加至乙烯-乙醇共聚物中制成活性包装膜, 并研究了其对草鱼片的保鲜作用, 研究表明, 当添加丁香精油质量分数为 3% 时, 活性包装膜能够有效保鲜草鱼片, 并延长货架期 7~8 d。然而在实际生产中, 由于丁香精油不溶于水, 且易挥发, 很难将其应用到抗菌包装中。

$\beta$ -环糊精 ( $\beta$ -cyclodextrin,  $\beta$ -CD) 是一种“外亲水, 内亲油”的物质。用  $\beta$ -CD 包覆丁香精油制备成抗菌微胶囊, 该方法不仅可以降低丁香精油的挥发速率, 而且能使其较好地溶于成膜树脂中。郝喜海等人<sup>[10]</sup>用  $\beta$ -CD 包埋丁香精油制备抗菌微胶囊, 添加到聚乙烯醇中制备抗菌包装膜, 并测试了抗菌微胶囊的包埋率及不同添加量的抗菌包装膜的力学性能、透气性及其对黑曲霉的抑菌作用, 研究表明, 该抗菌包装膜透气性好, 对黑曲霉抑制效果较好, 但力学性能较差。邓靖等人<sup>[11]</sup>以丁香精油/ $\beta$ -CD 微胶囊为活性成分, 以 PVA 为成膜基材, 采用流延法制备活性包装膜, 并研究抗菌微胶囊的添加量对 PVA 膜抗菌性能和力学性能的影响, 研究表明, 当添加抗菌微胶囊的质量分数为 10%, 可制备力学性能和抗菌性能良好的活性包装膜。

聚乳酸 (polylactic acid, PLA) 是一种新型的生物可降解材料, 原料来源充足且可以再生, 不会对环境造成污染, 是理想的绿色高分子材料, 但其存在不耐高温、抗冲击能力差等缺点。聚乙烯醇 (poly(vinyl alcohol), PVA) 是一种水溶性聚合物, 具有致密性高、耐溶剂性强、无毒无害的优点, 但也存在耐水性差的缺点。通过将 PLA 与 PVA 共混, 不仅可以改善 PLA 单独成膜的加工性能, 还能有效提高共混包装膜的耐水性<sup>[12-19]</sup>。因而本研究拟将抗菌微胶囊、PLA、PVA 三者共混, 制备出具有抗菌性能的活性包装膜, 并研究其阻隔性能和抗菌性能, 以期为提高食品包装的安全性提供理论参考。

## 2 实验

### 2.1 实验原料及仪器设备

#### 1) 原料

PLA (生物试剂)、PVA (分析纯), 上海臣启化工科技有限公司; 二甲基亚砜 (分析纯)、四氢呋

喃 (分析纯), 湖南汇虹试剂有限公司; 无水乙醇, 分析纯, 广州鸿源化工有限公司; 丁香精油, 化学纯, 上海国药集团化学试剂有限公司;  $\beta$ -CD, 分析纯, 北京双旋微生物培养基制品厂; 营养琼脂, 分析纯, 山东济南顺鑫化工有限公司; 大肠杆菌, 上海生物工程股份有限公司; 去离子水, 实验室自制。

#### 2) 仪器与设备

变频调速搅拌机, JBV-III 型, 中南大学自动化技术开发公司; 集热式恒温加热磁力搅拌器, DF-101S 型, 河南巩义市予华仪器有限责任公司; 电热恒温鼓风干燥箱, GZX-9246MBE 型, 上海博迅医疗生物仪器股份有限公司; 电子分析天平, AL204 型, 梅特勒-托利多仪器 (上海) 有限公司; 压力蒸汽灭菌锅, C-06 型, 四川射洪通用医疗器械有限公司; 恒温恒湿培养箱, BS-2FD 型, 苏州威尔实验用品有限公司; 洁净工作台, HD-1360 型, 北京东联哈尔仪器制造有限公司; 透光率/雾度测定仪, WGT-S 型, 上海精密科学仪器有限公司; 透气性测定仪, G2-132 型, 济南兰光机电技术发展公司; 塑料薄膜透湿率测定仪, W3-031 型, 济南兰光机电技术发展公司。

## 2.2 实验方法

### 2.2.1 抗菌微胶囊的制备

参照邓靖等人<sup>[20-21]</sup>制备丁香精油/ $\beta$ -CD 抗菌微胶囊的方法, 将  $\beta$ -CD 和去离子水按质量比 1:6 分别加入到三口烧瓶中, 在 70 °C 水浴锅中, 搅拌使其溶解; 再将丁香精油溶解在体积分数为 60% 的乙醇溶液中 (二者体积比为 1:15), 按照丁香精油与  $\beta$ -CD 质量比 1:6, 取适量丁香精油乙醇溶液并逐滴加入到三口烧瓶中, 以 1000 r/min 的速度搅拌 3 h; 待溶液冷却至室温, 于 4 °C 冰箱中静置 24 h; 真空抽滤, 滤渣用无水乙醇和蒸馏水分别洗涤 5 次, 而后置于 50 °C 真空干燥箱中干燥至恒重, 即制得抗菌微胶囊。

### 2.2.2 活性抗菌包装膜的制备

称取一定质量的 PVA 置于烧瓶 A 中, 加入一定量的二甲基亚砜溶液, 并将其置于 60 °C 水浴锅中, 以 300 r/min 的速度搅拌至 PVA 完全溶解, 即配成体积分数为 10% 的 PVA 二甲基亚砜溶液 (简称 PVA 溶液); 以同样的方法, 在烧瓶 B 中配制体积分数为 10% 的 PLA 四氢呋喃溶液 (简称 PLA 溶液)。将 PVA 溶液与 PLA 溶液按一定质量比互溶, 配制成共混膜溶液, 并加入一定量的抗菌微胶囊, 在一定温度下以 400 r/min 的速度搅拌 3 h。将混合溶液盛于洁

净烧杯中,并用牛皮纸封口,待混合溶液冷却至室温,采用刮涂的形式将混合溶液均匀涂布于洁净玻璃板上,并置于 70 °C 干燥箱中干燥 3 h,即制得活性抗菌包装膜。

### 2.2.3 大肠杆菌菌落培养与菌悬液的配制

1) 营养琼脂斜面培养基的制备。称取 16.5 g 营养琼脂置于烧杯中,添加 500 mL 去离子水,加热搅拌至营养琼脂完全溶解;将其分装到烧瓶中,于 121 °C 压力蒸汽灭菌锅内灭菌 30 min,制成营养琼脂培养基;在洁净工作台上将营养琼脂倒入已灭菌的试管中,搁置斜面,制成营养琼脂斜面培养基。

2) 菌悬稀释液的配制。将大肠杆菌接种到斜面培养基上,在 37 °C 恒温恒湿培养箱中培养 24 h,使之生成大量菌落;然后,向斜面培养基表面加入 9 mL 无菌蒸馏水,用移液枪轻轻吹洗斜面的大肠杆菌菌落,制成菌悬原液,进而配制成菌落总数为  $10^5$  CFU/mL 的菌悬稀释液。

### 2.3 性能测定

透光率与雾度的测定按照 GB/T 2410—2008《透明塑料透光率和雾度的测定》中的方法进行,取 3 条 50 mm × 50 mm 的试样,每条试样测 3 个点,取平均值。

透气性的测定按照 GB/T 1038—2000《塑料薄膜和薄片气体透过性试验方法 压差法》中的方法进行,取 3 个直径为 75 mm 的试样,每个试样测 5 个点,取平均值。

透湿性的测定按照 GB/T 1037—1988《塑料薄膜和片材透水蒸气性试验方法 杯式法》中的方法进行,每组测 5 个试样,取平均值。

抗菌性能的测定方法如下:取适量的抗菌活性包装膜液添加到菌落总数为  $10^5$  CFU/mL 的菌悬稀释液中,振荡摇匀,并做空白对比实验。分别从实验组和空白组取 1 mL 菌悬稀释液至培养皿,并向培养皿中倾注适量营养琼脂培养基,摇匀、冷却,直至营养琼脂培养基完全凝固;将 2 组培养皿倒置于恒温恒湿培养箱内,在 37 °C 下培养 24 h,并分别统计菌落数,计算抑菌率。

## 3 结果与讨论

### 3.1 活性抗菌包装膜阻隔性能的影响因素分析

#### 3.1.1 PVA 溶液与 PLA 溶液的质量比

在不添加抗菌微胶囊的情况下,本课题组研究了

PVA 溶液与 PLA 溶液不同的质量比 ( $w$ ) 对活性包装膜阻隔性能的影响。实验时共混温度设定为 75 °C,  $w$  取值分别为 3:1, 4:1, 5:1, 6:1, 7:1。检测结果如图 1 所示。

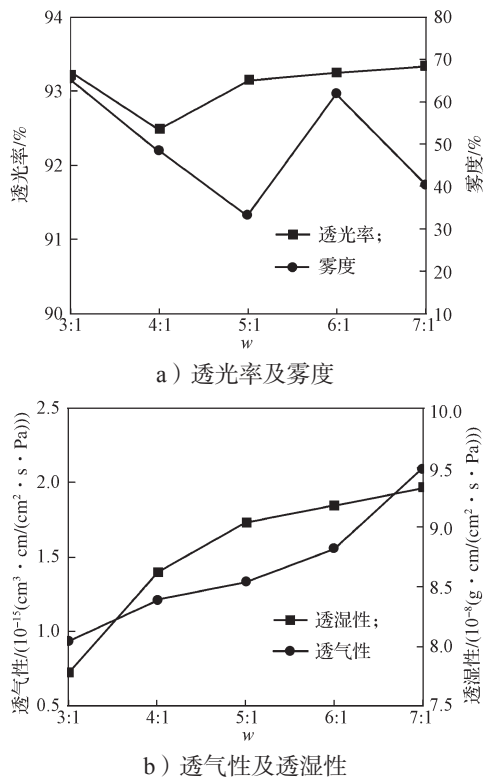


图 1 PVA 溶液与 PLA 溶液不同的质量比对活性包装膜阻隔性能的影响

Fig. 1 Effect of different mass ratio between PVA and PLA solution on barrier properties of active antibacterial films

由图 1a 可知: 1) 随着 PVA 含量的增加, 活性包装膜的透光率呈先减小后增大趋势。这是因为当  $w < 4:1$  时, 活性包装膜中 PLA 的含量较高, PLA 分子中含有较多支链, 不如 PVA 分子排列规整, 因而透光率会下降; 当  $w \geq 4:1$  时, 由于 PVA 含量的增加, 使活性包装膜中有序结构增多, 光线透过率增强, 因而透光率呈缓慢上升趋势。2) 随着 PVA 含量的增加, 活性包装膜的雾度呈先下降再上升后下降的趋势, 且雾度都较大, 均在 30% 以上。为了促进 PVA 溶液和 PLA 溶液的相溶性, 实验分别选取了二甲基亚砜和四氢呋喃作溶剂, 但 PVA 只能微溶于二甲基亚砜, 致使共混膜溶液出现浑浊现象, 因而制得的活性包装膜的雾度均较大。当  $w < 5:1$  时, PVA 含量较少, 溶液分散较为均匀, 因而雾度先呈下降趋势; 当  $5:1 \leq w < 6:1$  后, PVA 含量较多, 分散较困难, 雾

度开始跳跃式上升；当  $w \geq 6:1$  时，雾度又逐渐下降，这主要是因为 PVA 含量过高后，体系近似于均相体系，因而共混膜溶液的浑浊度降低，雾度减小。

由图 1b 可知，随着 PVA 含量的增加，活性包装膜的透气性和透湿性均逐渐增大，这是因为 PVA 的阻隔性能不如 PLA。因此，选择 PVA 溶液与 PLA 溶液的质量比为 5:1 的活性包装膜进行研究。

### 3.1.2 抗菌微胶囊的添加量

为研究抗菌微胶囊不同的添加量对活性抗菌包装膜阻隔性能的影响，在共混膜溶液中加入不同质量分数（0%，5%，10%，15%，20%）的抗菌微胶囊，并保持  $w=5:1$ ，共混温度为 75 °C 不变。检测结果如图 2 所示。

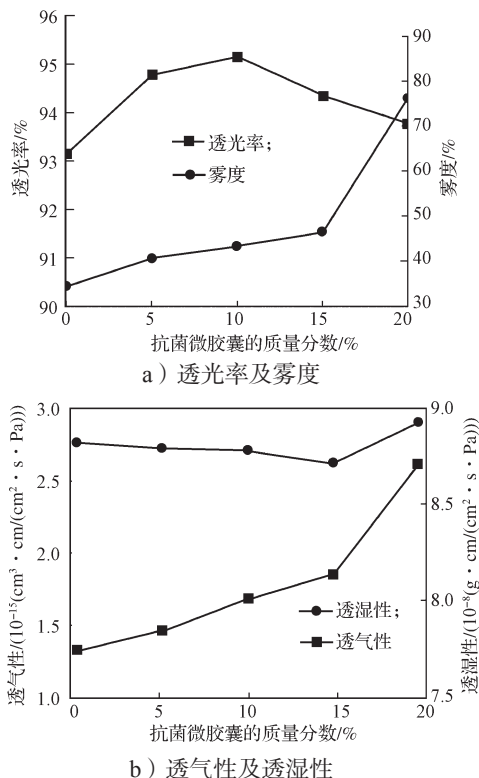


图 2 抗菌微胶囊不同的添加量对活性抗菌包装膜阻隔性能的影响

Fig. 2 Effect of different antibacterial microcapsule addition on barrier properties of active antibacterial films

由图 2 可知：

1) 随着抗菌微胶囊添加量的增加，活性抗菌包装膜的透光率呈先上升后下降趋势，变化幅度较小，这是因为在共混膜溶液中添加少量的抗菌微胶囊后，抗菌微胶囊起到连接 2 种成膜树脂的桥梁作用，使共混膜溶液分散较为均匀，因而透光率上升；当抗菌微胶囊添加量进一步增大时，桥梁作用被破坏，且出现

堆积现象，致使透光率下降。

2) 随着抗菌微胶囊添加量的增加，活性抗菌膜的雾度和透气性均呈上升趋势，这是因为抗菌微胶囊的添加，使共混膜溶液的组分变多，因而浑浊程度增加，雾度上升；而抗菌微胶囊中的丁香精油会不断地释放出来，促使透气性逐渐增大。

3) 随着抗菌微胶囊添加量的增加，透湿性呈现先下降后上升的趋势，这是因为在活性抗菌包装膜中，少量的抗菌微胶囊降低了 PVA 树脂的吸湿性，从而使其透湿性下降；当抗菌微胶囊添加量进一步增大时，会使活性抗菌包装膜出现浑浊并产生大量微孔，从而使其透湿性提高。综上所述，当添加抗菌微胶囊的质量分数为 15% 时，活性抗菌包装膜具有较好的阻隔性能。

### 3.1.3 共混温度

共混温度对共混膜溶液的溶解性及抗菌微胶囊中丁香精油的挥发速率具有重要影响。因此本课题组在  $w=5:1$ 、添加抗菌微胶囊的质量分数为 15% 的条件下，研究不同共混温度（65，70，75，80，85 °C）对活性抗菌包装膜阻隔性能的影响。检测结果如图 3 所示。

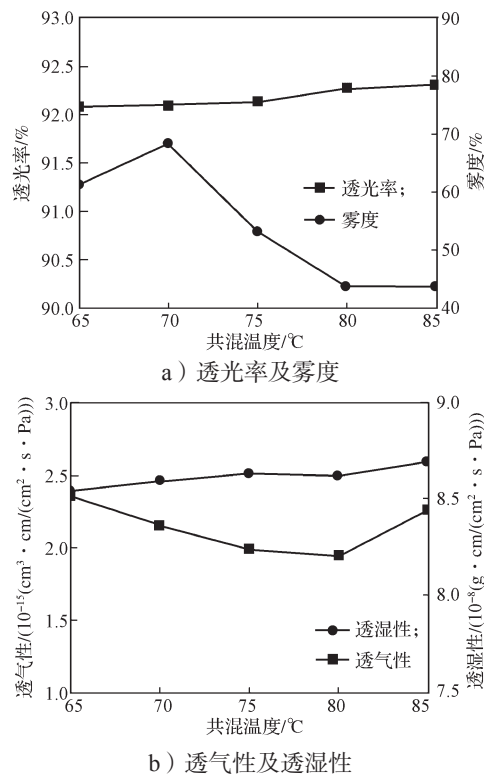


图 3 不同共混温度对活性抗菌包装膜阻隔性能的影响

Fig. 3 Effect of different blending temperature on barrier properties of active antibacterial films

由图 3 可知:

1) 共混温度的变化对活性抗菌包装膜的透光率和透湿性影响较小, 两者均有小幅度上升, 这是因为共混温度升高, 分子热运动加剧, 促进共混膜溶液中各物质的分散, 故透光率上升; 丁香精油挥发速率加快, 微孔增多, 使透湿性提高。

2) 雾度随着共混温度的升高呈现先上升后下降的趋势。当共混温度低于 70 °C 时, 丁香精油挥发速率较慢, 共混膜溶液中组分较多, 因而雾度有所上升; 当共混温度在 70~80 °C 时, 雾度下降幅度较大, 这是因为随着共混温度的进一步提高, 丁香精油释放速率加快, 分子结构排列逐渐规整, 雾度开始下降。

3) 透气性则随着共混温度的升高呈现先下降后上升的趋势, 这是因为共混温度 (不超过 80 °C) 升高有利于溶剂的挥发, 从而减少了成膜过程中因溶剂残留而产生的微孔, 所以透气性会降低; 当共混温度超过 80 °C 后, 活性抗菌包装膜的透气性突然增大, 这是因为共混温度升高加速了抗菌微胶囊内丁香精油的释放, 从而增大了膜的孔隙率, 使其透气性增大。因此, 选择共混温度超过 80 °C 的活性抗菌包装膜进行研究。

### 3.2 活性抗菌包装膜的抗菌性能

为研究活性抗菌包装膜的抗菌性能, 取适量抗菌活性包装膜液 (其中  $w=5:1$ , 添加抗菌微胶囊的质量分数为 15%, 共混温度为 80 °C) 添加到菌悬稀释液中, 在恒温恒湿培养箱内培养, 观察其抑菌性能, 并做空白对比实验。检测结果如图 4 所示。

由图 4 可知, 添加活性抗菌包装膜液的培养皿中的大肠杆菌菌落数要比空白组的少很多, 可见添加丁香精油/ $\beta$ -CD 微胶囊制备的 PVA/PLA 活性抗菌包装膜对大肠杆菌具有较好的抑制作用。经计算统计, 抗菌率达到 65.42%。



a) 添加活性抗菌包装膜液



b) 空白组

图 4 活性抗菌包装膜对大肠杆菌的抑制效果

Fig. 4 The inhibitory effect of active antibacterial films on Escherichia

## 4 结论

采用  $\beta$ -CD 包埋丁香精油制备抗菌微胶囊的方式, 不仅可以有效解决在实际生产中丁香精油易挥发、难溶解等问题, 还增强了抗菌包装的缓释性能, 有利于延长抗菌包装膜的使用期限。本研究将抗菌微胶囊、PVA 和 PLA 按一定比例共混成膜, 通过研究 PVA 溶液与 PLA 溶液的质量比、抗菌微胶囊的质量分数、共混温度对活性抗菌包装膜阻隔性能的影响及其抗菌性能, 可得出以下结论:

1) 随着 PVA 含量的增加, 活性包装膜的透光率呈先减小后增大趋势, 当  $w>5:1$  时, 其透光率变化较小; 雾度呈先下降再上升后下降的趋势, 当  $w=5:1$  时, 其雾度最小; 透气性和透湿性均逐渐增大, 因此当 PVA 溶液与 PLA 溶液的质量比为 5:1 时, 可获得阻隔性能较好的活性包装膜。

2) 随着抗菌微胶囊添加量的增加, 活性抗菌包装膜的透光率先上升后下降, 变化幅度较小; 雾度、透气性均呈上升趋势, 透湿性呈现先下降后上升的趋势, 且当添加抗菌微胶囊的质量分数超过 15% 后, 三者上升幅度较大。因此, 活性抗菌包装膜中添加抗菌微胶囊的质量分数应控制在 15%。

3) 随着共混温度的升高, 活性抗菌包装膜的透光率和透湿性均有小幅度上升; 雾度呈现先上升后下降的趋势, 且共混温度在 70~80 °C 时, 其下降幅度较大; 透气性则呈现先下降后上升的趋势, 共混温度超过 80 °C 时, 其上升幅度较大。因此确定了制备活性抗菌包装膜的最佳共混温度为 80 °C。

4) 在活性抗菌包装膜的抗菌性能研究中, 活

性抗菌包装膜具有显著的抗菌性能, 抗菌率达到65.42%。

丁香精油/ $\beta$ -CD微胶囊为抗菌添加剂, 制备具有抗菌特性的活性包装膜, 具有良好的抗菌、环保、阻隔特性, 而且其复合性能亦得到有效提升。

#### 参考文献:

- [1] 陈海生, 李娜. 纳米银抗菌纸的研制及应用研究[J]. 纸和造纸, 2015, 34(9): 98-101.  
CHEN Haisheng, LI Na. Development and Application Research of Nano-Silver Antibacterial Paper[J]. Paper and Paper Making, 2015, 34(9): 98-101.
- [2] TANG Y J, HU X L, ZHANG X Q, et al. Chitosan/Titanium Dioxide Nanocomposite Coatings: Rheological Behavior and Surface Application to Cellulosic Paper[J]. Carbohydrate Polymers, 2016, 151: 752-759.
- [3] KASHIRI M, CERISUELO J P, DOMÍNGUEZ I, et al. Novel Antimicrobial Zein Film for Controlled Release of Lauroyl Arginate (LAE)[J]. Food Hydrocolloids, 2016, 61: 547-554.
- [4] JI N, LIU C Z, ZHANG S L, et al. Elaboration and Characterization of Corn Starch Films Incorporating Silver Nanoparticles Obtained Using Short Glucan Chains[J]. LWT-Food Science and Technology, 2016, 74: 311-318.
- [5] MA Y, LIU P T, SI C L, et al. Chitosan Nanoparticles: Preparation and Application in Antibacterial Paper[J]. Journal of Macromolecular Science Part B, 2010, 49(5): 994-1001.
- [6] SHARMA R R, SINGH D, SINGH R. Biological Control of Postharvest Diseases of Fruits and Vegetables by Microbial Antagonists: A Review[J]. Biological Control, 2009, 50(3): 205-221.
- [7] EMAM-DJOMEH Z, MOGHADDAM A, YASINI ARDAKANI S A. Antimicrobial Activity of Pomegranate (*Punica Granatum L.*) Peel Extract, Physical, Mechanical, Barrier and Antimicrobial Properties of Pomegranate Peel Extract-Incorporated Sodium Caseinate Film and Application in Packaging for Ground Beef[J]. Packaging Technology and Science, 2015, 28(10): 869-881.
- [8] SANLA-EAD N, JANGCHUD A, CHONHENCHOB V, et al. Antimicrobial Activity of Cinnamaldehyde and Eugenol and Their Activity After Incorporation into Cellulose-Based Packaging Films[J]. Packaging Technology and Science, 2012, 25(1): 7-17.
- [9] YANG H, WANG J, YANG F X, et al. Active Packaging Films from Ethylene Vinyl Alcohol Copolymer and Clove Essential Oil as Shelf Life Extenders for Grass Carp Slice[J]. Packaging Technology and Science, 2016, 29(7): 383-396.
- [10] 郝喜海, 孙森, 邓靖, 等. 丁香精油微胶囊抗菌包装薄膜[J]. 塑料, 2012, 41(1): 64-66.  
HAO Xihai, SUN Miao, DENG Jing, et al. Microcapsule Antibacterial Film from Clove Oil[J]. Plastic, 2012, 41(1): 64-66.
- [11] 邓靖, 李文, 郝喜海, 等. 基于丁香精油/ $\beta$ -CD包合物的PVA活性包装膜制备及性能研究[J]. 化工新型材料, 2014, 42(9): 58-60.  
DENG Jing, LI Wen, HAO Xihai, et al. Study on Preparation and Performance of Polyvinyl Alcohol Active Packaging Film Based on Clove Essential Oil/ $\beta$ -Cyclodextrin Inclusion Complex[J]. New Chemical Materials, 2014, 42(9): 58-60.
- [12] ABREU D A P D, LOSADA P P, MAROTO J, et al. Lipid Damage Inhibition in Hake by Active Packaging Film with Natural Antioxidants[J]. Packaging Technology and Science, 2011, 24(6): 353-360.
- [13] LANGE J, WYSER Y. Recent Innovations in Barrier Technologies for Plastic Packaging: A Review[J]. Packaging Technology and Science, 2003, 16(4): 149-158.
- [14] CAROLINE M, BRODY A L, LOUISE W. Non-Thermal Food Processing/Preservation Technologies: A Review with Packaging Implications[J]. Packaging Technology and Science, 2007, 20(4): 275-286.
- [15] PEIGHAMBARDUST S H, BEIGMOHAMMADI F, PEIGHAMBARDUST S J. Application of Organoclay Nanoparticle in Low-Density Polyethylene Films for Packaging of UF Cheese[J]. Packaging Technology and Science, 2016, 29(7): 355-363.
- [16] LORYUENYONG V, SAEWONG C, ARANCHAIYA C, et al. The Improvement in Mechanical and Barrier Properties of Poly(Vinyl Alcohol)/Graphene Oxide Packaging Films[J]. Packaging Technology and Science, 2015, 28(11): 939-947.
- [17] WANG H S, CHEN D, CHUAI C Z. Mechanical and Barrier Properties of LLDPE/Chitosan Blown Films for Packaging[J]. Packaging Technology and Science, 2015, 28(10): 915-923.
- [18] 杨福馨, 邱艳娜, 蔡程笑子, 等. 不同含量脱氢乙酸钠改性PVA薄膜延长蛋糕保质期的研究[J]. 包装学报, 2016, 8(3): 49-54.  
YANG Fuxin, QIU Yanna, CAI-CHENG Xiaozhi, et al.

- Extending Shelf Life of Cakes with PVA Films Containing Different Sodium Dehydroacetate[J]. Packaging Journal, 2016, 8(3): 49-54.
- [19] 尹国平, 陈志周, 张琳. 天然高分子/PVA可生物降解材料研究[J]. 包装学报, 2013, 5(3): 20-24.  
YIN Guoping, CHEN Zhizhou, ZHANG Lin. Research on Natural Polymer/PVA Biodegradable Materials[J]. Packaging Journal, 2013, 5(3): 20-24.
- [20] 董林利, 邓靖, 汤建新. PVA活性包装膜对圣女果保鲜性能研究[J]. 包装工程, 2014, 35(9): 27-31.  
DONG Linli, DENG Jing, TANG Jianxin. Fresh-Keeping Performance of Active Polyvinyl Alcohol Packaging Film for Cherry Tomatoes[J]. Packaging Engineering, 2014, 35(9): 27-31.
- [21] 邓靖, 李文, 林亲录, 等. ASLT法研究复合精油微胶囊对大米保鲜效果[J]. 现代食品科技, 2017, 33(3): 196-202.  
DENG Jing, LI Wen, LIN Qinlu, et al. Effect of Compound Essential Oil Microcapsule on the Preservation of Rice by Accelerated Shelf Life Testing[J]. Modern Food Science and Technology, 2017, 33(3): 196-202.

## Study on Preparation and Properties of PLA/PVA Antibacterial Film Based on Clove Essential Oil/ $\beta$ -CD Microcapsule

LI Ding<sup>1</sup>, DING Zhexu<sup>1</sup>, LI Wei<sup>2</sup>, DENG Haojie<sup>2</sup>, LUO Zhi<sup>2</sup>, JIANG Jianbing<sup>2</sup>

( 1. College of Life Sciences and Chemistry, Hunan University of Technology, Zhuzhou Hunan 412007, China;  
2. School of Packaging and Materials Engineering, Hunan University of Technology, Zhuzhou Hunan 412007, China )

**Abstract:** In order to prevent the clove essential oil from volatilizing too fast from the packaging film, the  $\beta$ -cyclodextrin ( $\beta$ -CD) was used for embedding the clove essential oil to prepare the antibacterial microcapsule, and then the microcapsules were added into the PLA/PVA blend membrane solution to prepare active antibacterial films. The effects of the mass ratio of PLA/PVA solution, the additive volume of microcapsules and blending temperature on the barrier properties and antibacterial properties of PLA/PVA composite films were studied. The results showed that with the condition of the mass ratio of PVA solution to PLA solution being 5:1, the mass fraction of added antibacterial microcapsules being 15% and the blending temperature being 80 °C, the active antibacterial film had good barrier performance. The PLA/PVA antibacterial film based on the clove essential oil/ $\beta$ -CD microcapsules had a good inhibitory effect on *Escherichia coli*, and the number of colonies was significantly reduced. The active film with antibacterial properties could be prepared by using the clove essential oil/ $\beta$ -CD microcapsules as antibacterial additive, which was of guiding significance to enhance the safety of food packaging.

**Keywords:**  $\beta$ -CD; clove essential oil; microcapsule; active antibacterial film; barrier property; antibacterial property