

茶叶精油微乳液的制备及其性能研究

彭江宁¹ 朱仔宁¹ 周雨儿¹ 褚祚晨^{1*}

(1. 湖北生态工程职业技术学院 旅游管理学院, 湖北 武汉 430000)

*通信作者: 褚祚晨, 讲师, 硕士)

摘要: 茶是药食同源作物, 其提取物挥发油有优异抗菌抗氧化活性, 植物精油存在水溶性差, 挥发性强, 对光、热和氧气敏感的缺点, 而微乳技术可以有效地解决植物精油的上述问题。因此本研究将制备茶叶精油微乳液, 通过绘制拟三元相图, 结合微乳区面积、最小可稀释比 DR、粒径和分散指数等考察指标结果发现: 选取吐温 80 为表面活性剂、无水乙醇为助表面活性剂, Km 值 3、S/O 值 12:1、含水量 80%, 在此条件下可制备得到均一稳定的水包油 (O/W) 型茶叶精油微乳。制备的微乳粒径 11.22 nm, PDI 为 0.237, 密度 0.9959 g/mL, pH 约 6.75。

关键词: 茶; 植物精油; 微乳

一、实验部分

(一) 主要材料、试剂与仪器

材料: 茶叶超临界萃取茶叶精油, 购置于江西海麟香料有限公司。

试剂: 吐温 80、吐温 20、司盘 80, 购置于上海易恩化学技术有限公司;

无水乙醇、1,2-丙二醇、甘油, 购置于西陇科学股份有限公司。

仪器: BSA224S 万分之一电子天平, 德国赛多利斯集团;

Zetasizer Nano S90 激光粒度分析仪, 马尔文仪器有限公司。

UV-3900 紫外可见分光光度计, 日本日立集团。

CR22N 落地式高速冷冻离心机, 日本日立集团。

HB-10 水浴锅, 德国 IKA 集团。

(二) 实验方法

1. 表面活性剂的筛选

采用滴加表面活性剂法制备茶叶精油微乳液。按 9:1~1:9 油水比例称取 5g 混合物于 50mL 离心管中, 滴加混合表面活性剂至溶液澄清, 记录临界点各相百分含量。用 Origin 2017 绘制拟三元相图, 计算最小可稀释比 (DR), 并用 AutoCAD 2022 计算微乳区域面积占比。

以吐温 20、吐温 80、司盘 80、吐温 80+司盘 80 与无水乙醇按 3:1 混合, 制备混合表面活性剂, 通过滴加表面活性剂法绘制拟三元相图, 计算微乳区面积比例及最小可稀释比 (DR), 筛选出微乳面积大且 DR 小的表面活性剂组合。

2. 助表面活性剂的筛选

助表面活性剂可降低液面张力, 利于油相分子渗入表面活性剂疏水链间。选用无水乙醇、1,2-丙二醇、甘油为候选助表面活性剂, 以吐温 80 为表面活性剂 (Km=3), 采用滴加表面活性剂法绘制拟三元相图, 计算微乳区面积比及 DR, 筛选出微乳面积大且 DR 小的助表面活性剂。

3. Km 值的筛选

以无水乙醇为助表面活性剂, 吐温 80 为表面活性剂, Km 值设为 1、2、3、4, 按滴加表面活性剂法绘制拟三元相图, 计算微乳区面积比及 DR。

4. S/O 值的筛选

S/O 为混合表面活性剂 (吐温 80 与无水乙醇按 3:1 混合) 与茶叶精油的比值, 设为 4:1~15:1。按不同 S/O 配制 1g 混合表面活性剂与茶叶精油样品, 加 9g 去离子水, 边滴加边搅拌, 用马尔文

激光粒度分析仪在 25℃、90° 散射角下测粒径和 PDI。

5. 含水量的筛选

以吐温 80 为表面活性剂、无水乙醇为助表面活性剂, Km=3, S/O=12:1, 制备 10%~90% 含水量微乳。25℃、90° 散射角下测粒径和 PDI。测定电导率 (0.01 mol/L KCl 校正, 25℃)

6. 微乳的稳定性

(1) 离心稳定性

取茶叶精油微乳, 4000、6000、8000 r/min 离心 30 min, 观察是否分层。不分层时, 以去离子水为空白, 测离心前后 315 nm 吸光度。按公式 (1) 计算透光率:

$$T / \% = \frac{A_0}{A_1} \times 100 \quad (1)$$

其中: T 为透光率; A₀ 为离心前吸光度; A₁ 为离心后吸光度。

二、结果与分析

(一) 表面活性剂的筛选

由图 2-1 可知, 5 种表面活性剂微乳区面积比排序为: 吐温 80 > 吐温 80+司盘 80 (HLB=14) > 吐温 80+司盘 80 (HLB=12) > 吐温 20 > 司盘 80; DR 排序为: 吐温 80 < 吐温 80+司盘 80 (HLB=14) < 吐温 20 < 吐温 80+司盘 80 (HLB=12) < 司盘 80。研究表明, 吐温 80 形成的微乳区面积最大、DR 最小, 包埋等量茶叶精油所需剂量最少, 故确定吐温 80 为最优表面活性剂。

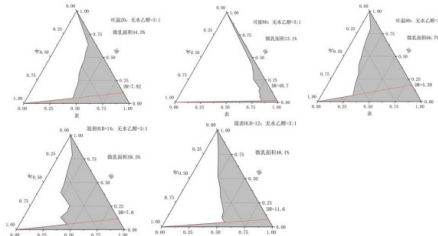


图 2-1 不同表面活性剂的拟三元相图

(二) 助表面活性剂的筛选

由图 2-2 可知, 助表面活性剂微乳区面积大小为: 无水乙醇 > 1,2-丙二醇 > 甘油, DR 排序为: 无水乙醇 < 1,2-丙二醇 < 甘油。闫圣坤等 (2020) 指出, 助表面活性剂可增加油水界面膜流动性、缩小微乳粒径、提高包埋率。满妍妍等 (2015) 研究表明, 无水乙醇分子量小, 更易促进微乳自发形成, 而甘油和 1,2-丙二醇黏度高, 易出现液晶或凝胶现象, 导致微乳面积小。因此, 选择无水乙醇作为最优助表面活性剂。

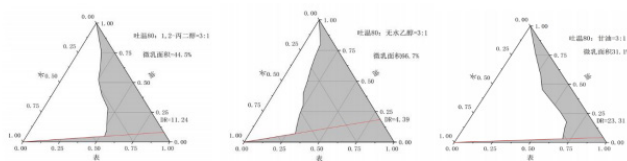


图 2-2 不同助表面活性剂的拟三元相图

（三）Km 值的筛选

1996 年, Trotta 首次提出 Km 值概念, 即表面活性剂与助表面活性剂的含量比值。陈志胜等 (2011) 指出, 助表面活性剂能削弱表面张力、减小界面刚性。本研究发现, Km 值在 1-3 范围内, 微乳区面积比随 Km 值增大而增大, DR 随其增大而减小; Km=4 时, DR 进一步缩小, 但微乳区面积开始降低, 可能是表面活性剂含量增加, 降低了助表面活性剂的助乳化功能。因此, 选定 Km 值 =3 作为最优值。

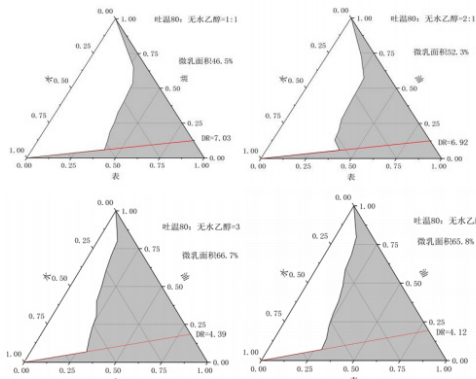


图 2-3 不同 Km 值的拟三元相图

（四）S/O 值的筛选

S/O 值指混合表面活性剂 (吐温 80: 无水乙醇 =3:1) 与茶叶精油的比值。由图 2-4 可知, S/O 值增大时, 微乳粒径和 PDI 先增大后减小。S/O 值较低时, 表面活性剂比例小、油相比例大, 单位表面活性剂需包埋更多油相, 导致粒径较大。PDI 越小, 粒径分布越均匀, 0.1 < PDI < 0.3 时为单分散体系。图中显示, S/O 值从 9:1 起粒径变化不大, 但 PDI 仍高, 直至 S/O 值 ≥ 12:1 时, PDI < 0.3。因此, 为减少表面活性剂用量并保证体系稳定性, 选定最佳 S/O 值为 12:1。

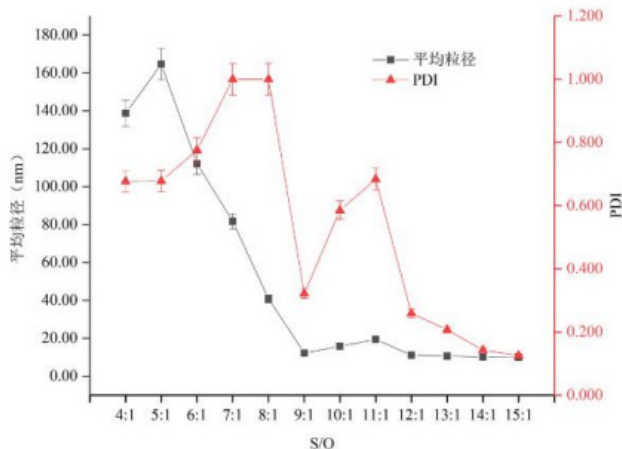


图 2-4 S/O 值对微乳粒径和 PDI 的影响

（五）含水量的筛选

由图 2-5 至图 2-6 可知: 含水量 10%-30% 时, 平均粒径降低, 电导率上升, 体系为 W/O 型; 40%-50% 时, 平均粒径达峰值, 体系为 B/C 型, 呈双连续状态; 70% 起, 电导率下降, 体系转为

O/W 型, 粒径和黏度趋于平稳。结合 PDI 值, 最终选定含水量为 80%

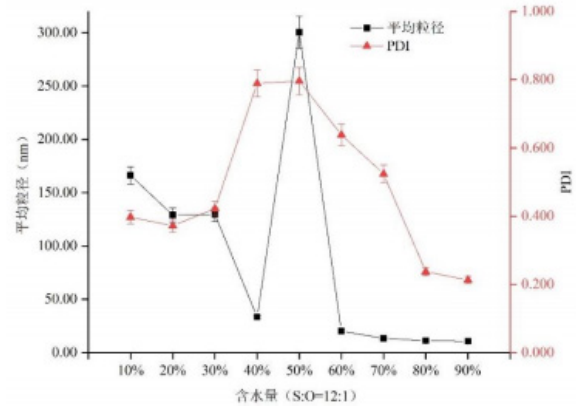


图 2-5 不同含水量对微乳粒径和 PDI 的影响

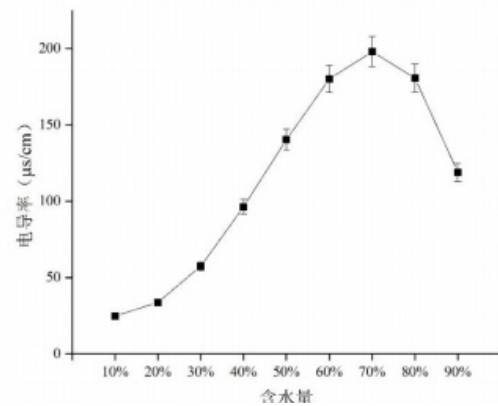


图 2-6 体系电导率随含水量的变化

（六）离心稳定性

参考刘欣 (2017) 的方法, 草豆蔻精油微乳液在 4000、6000、8000 r/min 离心 30 min 后未分层、不浑浊, 透光率接近 100%, 离心稳定性良好。

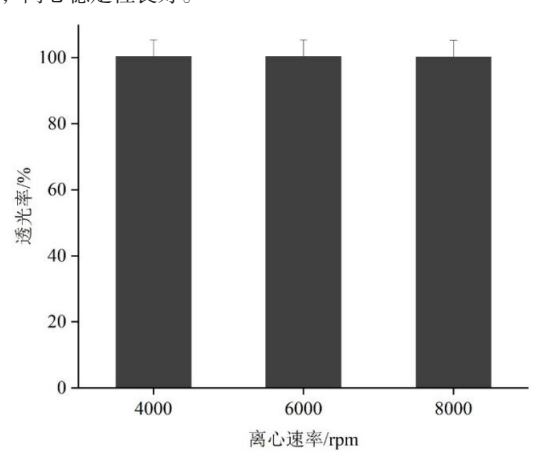


图 2-7 不同离心速率茶叶精油微乳的透光率

三、结论

(1) 本研究制备的茶叶精油微乳密度为 0.9959 g/mL, pH 值约为 6.75, 为水包油型微乳 (O/W 型)。

(2) 本研究制备的茶叶精油微乳具有良好的稳定性。

参考文献

[1] 闫圣坤, 万文瑜, 王庆惠, 杨莉玲, 刘佳. 核桃油微乳液的制备及其稳定性研究. 保鲜与加工, 2020, 20: 100-106