

文章编号: 1004-4353(2020)03-0252-04

一种微囊型空气清新剂的制备工艺研究

罗文莉, 张璐, 金奂君, 金莉莉*

(延边大学 药学院, 吉林 延吉 133002)

摘要: 以丁香、薄荷精油和陈皮浸膏为主成分制备了一种微囊型空气清新剂, 以留香时间和包封率为评价指标, 并用正交试验筛选出了该清新剂的最优制备工艺条件: 无水乙醇加入量为 5 mL、水浴温度为 40 ℃、精油(浸膏)的加入量为 12 mL。经检测, 本文制备的试样包封率为 48.62%, 留香时间为 40 min(显著优于未用微囊技术生产的市售喷雾剂型空气清新剂的留香时间(25 min))。因此, 本文制备的中药型微囊空气清新剂及其制备方法具有良好的推广利用价值。

关键词: 中药; 微囊包合技术; 空气清新剂

中图分类号: R942

文献标识码: A

Study on the prearation technology of microcapsule air freshener

LUO Wenli, ZHANG Lu, JIN Huanjun, JIN Lili*

(College of Pharmacy, Yanbian University, Yanji 133002, China)

Abstract: A kind of microencapsule air freshener was prepared with *Eugenia caryophyllata* Thunb., *Pericarpium citri Reticulatae* essential oil and *Mentha haplocalyx* Briq peel extractas the main components. The retention time and entrapment efficiency were used as evaluation indexes. The optimal preparation conditions of the freshener, i. e., the amount of anhydrous ethanol (5 mL), the water bath temperature (40 ℃), the added amount of essential oil (extract) (12 mL) are selected by the orthogonal test. After testing, the entrapment efficiency of the microencapsule air freshener is 48.62%, and the retention time is 40 min, which is significantly greater than the retention time (25 min) of commercially air freshener produced without microcapsule technology. Therefore, the traditional Chinese medicine microcapsule air freshener and its preparation method exhibit good application value.

Keywords: traditional Chinese medicine; microencapsulation technology; air freshener

0 引言

随着人们生活质量的提高, 人们对空气清新剂的需求也日益增加。目前, 大多空气清新剂中有效成分的制备方法可分为化学合成法和中药提取法。其中有效成分为化学合成的空气清新剂不仅其成分较为复杂, 而且含有较多的挥发性有机物, 如乙苯、二甲苯等多种有机化合物^[1-2], 因此这类清新剂有可能对环境造成污染或损害人体健

康^[3-4]。与化学合成的空气清新剂相比, 中药提取的空气清新剂因对环境和人体友好而日益受到欢迎^[5-6]。近年来, 一些学者虽然对中药型空气清新剂的研制进行了一些研究, 但其制品大多存在留香时间短的问题。研究表明, 使用微囊包合技术制出的中药型空气清新剂具有性质稳定、高效缓释的优点^[7], 因此本文选用丁香、薄荷精油和陈皮浸膏为主成分, 利用微囊包合技术制备出一种空气清新剂, 并通过检测表明本文制备的清新剂具有

收稿日期: 2020-05-20

基金项目: 延边大学大学生创新创业训练计划项目(YDCXCY2019011)

* 通信作者: 金莉莉(1978—), 女, 博士, 副教授, 研究方向为中药现代化。

包封率好、留香时间长的优点.

1 材料与仪器

丁香(干燥)、薄荷(新鲜)、陈皮(干燥)购于延吉市西市场;无水乙醇(分析纯),天津市科密欧有限公司;甲醛(分析纯),北京化工厂;氯仿(分析纯),淄博增瑞化工有限公司;氢氧化钠(分析纯),北京化工厂;硼酸(分析纯),淄博瑞溪能源有限公司;阿拉伯胶(分析纯),山东西唐生物科技有限公司;茶多酚(分析纯),上海颖心实验设备有限公司;负离子水,广州亚飞水处理设备有限公司;通用闻香纸,昆山祥龙包装制品有限公司;35 目筛(0.425 mm),广州市刘华钢铁丝网有限公司;HJ-2 磁力搅拌器,金坛市科析仪器有限公司;WZ-180SP 旋转蒸发仪,上海申科技有限公司;HH-4 恒温水浴锅,金坛市科析仪器有限公司;FA604A 电子天平,上海精天电子仪器有限公司;XSZ-4G 双目显微镜,上海比目仪器厂.

2 实验方法

2.1 中药精油及浸膏的提取

采用水蒸气蒸馏法提取丁香和薄荷中的丁香精油和薄荷精油^[8],具体提取步骤为:在粉碎(粒径为 425 μm)的丁香(200 g)中加入 8 倍丁香体积的负离子水,并密封浸泡 24 h;将制备的混合物通入水蒸气蒸馏装置中,加热至微沸且保持至无小液滴后将产物收集至棕色瓶中.薄荷(200 g)同法操作.计算丁香精油和薄荷精油的得油率(OY)的公式^[9]为

$$OY = [m_{\text{精油}} / m_{\text{原料}}] \times 100\%.$$
 (1)

采用乙醇回流法提取干燥陈皮中的浸膏^[10],具体提取步骤为:在粉碎(粉碎度为 425 μm)的陈皮(150 g)中加入 5 倍陈皮体积的无水乙醇,并密封浸泡 3 h;将制备的混合物加热回流至 3 h 后过滤,滤液再经旋转蒸发仪浓缩至浸膏状后将其收集至棕色瓶中.计算陈皮浸膏提取率(R)的公式为

$$R = [m_{\text{浸膏}} / m_{\text{原料}}] \times 100\%.$$
 (2)

2.2 中药微囊空气清新剂的制备

2.2.1 处方的优化 采用正交试验 L₉(3³)法确定空气清新剂的处方,并以包封率和留香时间为

评价指标考察无水乙醇加入量、水浴温度和精油(浸膏)加入量对微囊制备的影响.正交试验表见表 1.表 1 中的精油(浸膏)加入量是由上述 3 种中药的精油和浸膏按 1 : 1 : 1 的体积比混合制得的.

表 1 正交试验表

实验序号	无水乙醇加入量/mL	水浴温度/℃	精油(浸膏)加入量/mL
1	4	35	8
2	4	40	10
3	4	45	12
4	5	35	10
5	5	40	12
6	5	45	8
7	6	35	12
8	6	40	8
9	6	45	10

2.2.2 微囊的制备 按优化处方将丁香、薄荷精油和陈皮浸膏混合制成囊芯,然后按优化处方用量取囊芯和无水乙醇并将其混合均匀;加入 8 g 阿拉伯胶(囊材)和 2 mL 甘油,混合,研匀(此时样品中存在负离子).在混合物中加入 10 mL 负离子水,将其研成初乳后在搅拌下加入与阿拉伯胶等质量的明胶(此时样品中同时存在正、负离子).将混合液置于恒温水浴锅(优化后的水浴温度)中后加入盐酸将混合液的 pH 调节至 4,再持续搅拌 30 min 即得由囊芯与囊材凝聚成的微囊.

2.2.3 样品的制备 将制得的微囊与无水乙醇按体积比 1 : 10 混合均匀,然后加入 2 mL 质量浓度为 4% 的胶质(作为稳定剂及保湿剂)、2 mL 甘油(作为保湿剂)、0.2 g 茶多酚(作为抗氧化剂^[11]),混合均匀后称量装瓶并作为样品待用.同法制备其他 8 种处方样品.

2.3 中药微囊空气清新剂的评价

2.3.1 留香时间的测定 取 10 张闻香纸置于持续工作的封闭通风橱中,其中 9 张闻香纸分别喷 1 次按表 1 制备的 9 种空气清新剂样品,另 1 张用市售的喷雾剂型空气清新剂(未用微囊技术生产的)喷 1 次.喷完后,5 名受试者同时闻香并每隔 5 min 轻轻扇动闻香纸,直至闻不到香味.实验重复 3 次,并记录每次的留香时间.最终的留香时间取 3 次实验的平均值.

2.3.2 微囊形态及包封率的检测 将微囊空气清新剂喷至载玻片表面,然后在 400 倍显微镜下考察按最优制备工艺制备的空气清新剂的微囊形态.取 20 g 囊芯置于 500 mL 烧杯中,加入体积分数为 37%的甲醛固化剂 2 mL,降温至 4 ℃后抽滤.将得到的滤渣(50 ℃)烘干后即得微囊,称重.用滤纸包裹微囊并将其置于索氏提取器中,加入 100 mL 氯仿,水浴加热回流 2 h 后回收氯仿.将索氏提取器中剩余的油状液移置到烧杯中,然后将其放入真空干燥箱(50 ℃)中挥发至无氯仿味,称重^[12].包封率(EN)的计算公式为

$$EN = (W_{\text{微囊中药物量}} / W_{\text{投药量}}) \times 100\%.$$
 (3)

2.3.3 装量差异的检测 装量差异的检测方法参照《中国药典》中的方法^[13]进行.精密称量 20 瓶供试品,计算总平均质量后,与各瓶的质量进行对比.

2.3.4 每瓶总喷次的检测 在通风橱环境下,取 4 瓶微囊空气清新剂供试品做每瓶总喷次的检测.首先取其中 1 瓶供试品,充分振摇后每隔 5 s 连续喷射于含有适量的硼酸吸收液的烧杯中,直至喷尽,同时计算喷射次数.按上述步骤分别检测其余 3 瓶供试品.本文制备的微囊空气清新剂(5 mL/瓶)的标示喷量为 100 次.

3 实验结果

3.1 中药精油和浸膏的提取结果

按式(1)和式(2)计算丁香、薄荷的得油率以及陈皮浸膏的提取率,得丁香精油的得油率为 15.86%,薄荷精油的得油率为 10.31%,陈皮浸膏的提取率为 17.23%.

3.2 处方优化及评价结果

表 1 中的正交实验结果如表 2 所示.由表 2 可以看出,第 5 组的包封率最高,为 48.62%.其制备工艺为:无水乙醇加入量为 5 mL,水浴温度为 40 ℃、精油(浸膏)的加入量为 12 mL.最高包封率下,本文制备的清新剂的留香最长时间为 40 min,显著优于同一测定条件下未用微囊技术生产的喷雾剂型空气清新剂的留香时间(25 min).

根据表 1 和表 2,以各实验组的药物包封率和留香时间为评价指标进行主效应分析,结果如

图 1 和图 2 所示.由图 1 和图 2 可知,各因素对微囊的留香时间和包封率影响大小的顺序均为无水乙醇加入量、精油(浸膏)加入量、水浴温度.其中:无水乙醇加入量和水浴温度对留香时间和包封率的影响为先增大后减小;精油(浸膏)加入量对留香时间的影响为先减小后增大,而其对包封率的影响为持续增加.

表 2 包封率和留香时间的测定结果

序号	包封率/%	留香时间/min
1	35.22	20
2	40.14	25
3	37.81	30
4	39.42	30
5	48.62	40
6	38.31	35
7	36.50	35
8	30.47	35
9	31.52	30

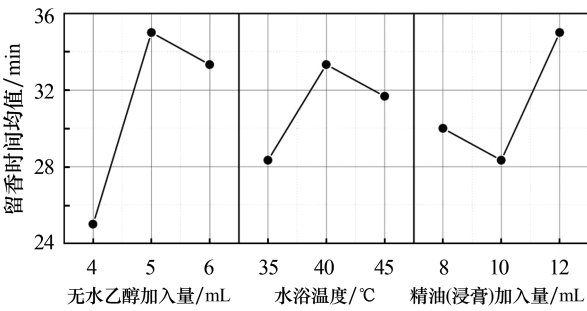


图 1 留香时间的主效应图

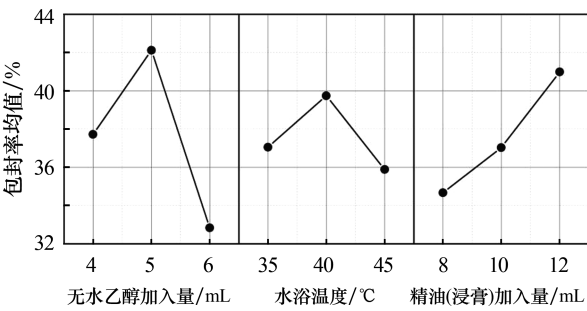


图 2 包封率的主效应图

3.3 微囊镜检形态学的考察结果

图 3 为放大 400 倍下的丁香、薄荷精油和陈皮浸膏的微囊镜检图(按 2.3.2 方法观察).由图 3 可以看出,丁香、薄荷精油和陈皮浸膏的微囊均呈完整球形,且空囊较少.

3.4 装量差异的检测结果

按 2.3.3 方法进行装量差异检测,检测结果如表 3 所示.由表 3 可以看出,每瓶供试品的装量与 20 瓶的供试品平均装量(70 g)的差异均在 0.3 g 内,符合《中国药典》中的装量差异规定^[13].

3.5 每瓶总喷次的检测结果

每瓶总喷次按 2.3.4 方法进行检测.经检测,每瓶总喷次数均在标示喷量(100 次)的 80%~120%范围内,符合要求^[14].

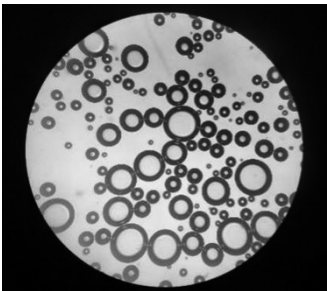


图 3 微囊镜检图

表 3 空气清新剂的装量差异

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
质量/g	70.023	70.020	70.015	70.022	70.017	70.011	70.021	70.027	70.002	70.019
差异/%	0.033	0.029	0.021	0.031	0.024	0.016	0.030	0.039	0.003	0.029
序号	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
质量/g	70.022	70.008	70.010	70.010	70.069	70.058	70.209	70.031	70.057	70.049
差异/%	0.031	0.011	0.014	0.014	0.099	0.083	0.299	0.044	0.081	0.070

4 结论

试验表明,本文利用丁香、薄荷精油及陈皮浸膏制备的微囊空气清新剂的最佳制备工艺为:无水乙醇加入量为 5 mL,水浴温度为 40 ℃,精油(浸膏)加入量为 12 mL.经检测,本文制备的试样包封率为 48.62%,留香时间为 40 min(显著优于未用微囊技术生产的市售喷雾剂型空气清新剂的留香时间(25 min)).因此,本文制备的中药型微囊空气清新剂及其制备方法具有良好的推广和利用价值.

参考文献:

[1] 杨云,刘德云,张沛林,等.气相色谱-质谱法测定空气清新剂中 7 种苯类化合物[J].广东化工,2016,43(21):164-166.

[2] 陈意光,贾芳,谭建华,等.气相色谱-质谱法测定空气清新剂中 23 种挥发性有机物[J].理化检验(化学分册),2019,55(4):383-389.

[3] NAZAROFF W W, WESCHLER C J. Cleaning products and air fresheners: exposure to primary and secondary air pollutants[J]. Atmospheric Environment, 2004, 38(18):2841-2865.

[4] 上海市质量技术监督局.车用空气清新剂的质量安全风险监测[J].质量与认证,2015(10):74-75.

[5] 范张姣.空气清新剂研究现状[J].科技信息,2012(2):206.

[6] 葛永红,张继方,杨昕霖,等.中药挥发油空气清新剂的制备及抑菌性能评价[J].生物化工,2019,5(4):92-94.

[7] WANG L, LI T X, XIN B J, et al. Preparation and characterization of wormwood-oil-contained microcapsules[J]. Journal of Microencapsulation, 2020, 37(4):324-331.

[8] ABDELGALEIL S A M, ABBASSY M A, BELAL A S H, et al. Bioactivity of two major constituents isolated from the essential oil of *Artemisia judaica* L. [J]. Bioresource Technology, 2008, 99(13): 5947-5950.

[9] 权春梅,周光姣,朱勇,等.水蒸气蒸馏法提取芍花精油研究[J].长江大学学报(自然科学版),2017,14(8):8-11.

[10] ZHANG M L, ZENG G M, PAN Y Z, et al. Difference research of pectins extracted from tobacco waste by heat reflux extraction and microwave-assisted extraction[J]. Biocatalysis and Agricultural Biotechnology, 2018, 15:359-363.

[11] YAN Z, ZHONG Y, DUAN Y, et al. Antioxidant mechanism of teapolyphenols and its impact on health benefits[J]. Animal Nutrition, 2020, 6(2):115-123.

[12] 范贤哲,何福林,刘小文,等.生姜油微囊的制备及其质量评价[J].中国药房,2019,30(21):2920-2925.

[13] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:三部[M].北京:中国医药科技出版社,2015:16.

[14] 方亮,吕万良,吴伟,等.药剂学[M].北京:人民卫生出版社,2016:275.