



论著 • Article

混合茶树 / 桂油乳液的制备及其性能研究

刘泽鸿¹ 李小龙^{2,*}

(1. 广西科技大学 生物与化学工程学院 广西 柳州 545000; 2. 贺州学院 食品与生物工程学院 广西 贺州 542899)

摘要 为减少植物精油的挥发性及加强植物精油的储存性,本研究选择两种常见的有效抗菌精油:茶树油与桂油。将茶树油与桂油混合,采用低能乳化法制备精油微乳液。基于伪三元相图、粒径及电导率分析确定微乳液配方,并通过常温储存及离心实验评估其稳定性。结果表明,优化后的微乳液配方组分为桂油:茶树油:吐温 80:无水乙醇:水 = 0.15:0.15:1.8:0.9:7,粒径为 11.25 ± 0.11 nm,符合微乳液特征。本研究成功制备了稳定性良好的茶树油/桂油混合乳液。

关键词 植物精油; 茶树油; 桂油; 微乳液; 稳定性

文章编号 019-2025-3460

Study on the Preparation and Properties of Mixed Tea Tree/Cinnamon Oil Emulsion

Liu Zehong¹, Li Xiaolong²

(1. College of Biological and Chemical Engineering, Guangxi University of Science and Technology, Liuzhou 545000;
2. College of Food and Biotechnology, Hezhou University, Hezhou 542899, China)

Abstract To reduce the volatility of plant essential oils and enhance their storage stability, this study selected two common and effective antimicrobial essential oils: tea tree oil and cinnamon oil. Tea tree oil and cinnamon oil were mixed, and essential oil microemulsions were prepared using the low-energy emulsification method. The microemulsion formulation was determined based on pseudo-ternary phase diagrams, particle size, and conductivity analysis, and its stability was evaluated through room temperature storage and centrifugation experiments. The results showed that the optimized microemulsion formulation consisted of cinnamon oil:tea tree oil:Tween 80: absolute ethanol:water at a ratio of 0.15:0.15:1.8:0.9:7. The particle size was 11.25 ± 0.11 nm, which is characteristic of microemulsions. This study successfully prepared a stable tea tree oil/cinnamon oil mixed microemulsion.

Keywords Plant essential oil; Tea tree oil; Cinnamon oil; Microemulsion; Stability

收稿日期: 2025-11-26 录用日期: 2025-12-26

通讯作者: 李小龙, 单位: 贺州学院 食品与生物工程学院 广西 贺州

基金项目: 贺州香芋高效栽培及产业化关键技术研究与推广(2022年贺州市厅市会商专项)(编号: 2022AB20149)

引言

近年来,植物精油因其广谱抗菌性、低环境残留和生物可降解性受到广泛关注^[1]。其中,作为重要的植物源抗菌剂,茶树油和桂油均被证实具有显著的广谱抗微生物活性,对多种常见病原微生物表现出强效抑制作用。Tu, QB^[2]使用多种精油用于抑制青枯菌的生长,其中茶树油与桂油体现出较好的抗菌效果,对青枯菌能达到60%的抑制效果。György É^[3]的研究表面精油的组合能更加有效的防治植物病原菌。

然而,精油直接应用的局限性显著:水溶性差、易挥发、光热不稳定性导致田间持效期短,且高浓度可能对植物产生药害^[4]。因此,如何通过制剂技术提升精油的稳定性、靶向性和生物利用度成为研究热点。微乳液是一种有效提高精油稳定性的方法^[5],通过将精油包封于水包油(O/W)或油包水(W/O)型乳液中,可借助表面活性剂的稳定作用改善分散性,延长活性成分释放周期,并减少环境降解。Zhang S^[6]制备了混合丁香/肉桂精油,发现混合两种植物精油的乳液能产生协同作用,提升其抗菌效果,有效的减少精油的使用量。

到目前为止,关于使用茶树油跟桂油作为活性成分的微乳液的物理化学性质和抗菌活性的信息有限。因此,本研究的目的是制备茶树油桂油的水包油乳液,并研究其稳定性。本研究可为茶树/桂油微乳液的开发利用提供实用信息。

1 试验材料与主要仪器设备

1.1 试验材料

桂油、茶树油:上海麦克林生化科技股份有限公司;吐温80、丙三醇:广东光华科技股份有限公司;无水乙醇、葡萄糖、氯化钠:天

津市致远化学试剂有限公司;细菌学蛋白胨、技术琼脂粉、牛肉浸膏:广东环凯微生物科技有限公司,聚乙二醇200(PEG200)、聚乙二醇400(PEG400):天津市众联化学试剂有限公司。

1.2 主要仪器设备

分析天平:上海舜宇恒平科学仪器有限公司;紫外分光光度计:日本岛津公司;NanoZS90纳米电位分析操作仪,英国马尔文仪器有限公司;加热型磁力搅拌器:德国海道尔夫仪器公司。

2 实验方法

2.1 混合精油乳液的制备及助表面活性剂的筛选

参照陈光浩^[7]的方法并略有修改,采用低能乳化法制备微乳液体系,以吐温80为主表面活性剂,分别与无水乙醇、PEG200、PEG400及丙三醇四类助表面活性剂按 K_m (表面活性剂与助表面活性剂的质量比)=2复配形成混合表面活性剂。通过将茶树油与桂油按1:1质量比混合制备复合精油,并将其与混合表面活性剂以1:9至9:1的质量比梯度复配构建油相体系。在500rpm恒速搅拌条件下,采用水滴加法向油相中逐滴加入去离子水,当体系由透明态转为持续稳定的浑浊态时判定相转变临界点,记录水、油及表面活性剂的质量分数。基于临界点数据绘制以混合表面活性剂-油相-水为顶点的伪三元相图,通过对比不同助表面活性剂体系的微乳区域面积,筛选乳化效能最优的助表面活性剂。

2.2 K_m 值的确定

选定目标助表面活性剂后,以 $K_m=1/1.5/2.5/3$ 制得混合表面活性剂。保持油相构建方法及乳化参数的一致性,通过观察体系浊度突变确定相变临界点,记录三相组分比

例。基于不同复配比体系的临界点数据集构建系列伪三元相图，通过定量分析微乳区域面积随表面活性剂配比的变化规律，确立表面活性剂与助表面活性剂的最适配比例。

2.3 平均粒径及多分散指数

混合精油与混合表面活性剂以 9:1/8:2 的比例混合，加入去离子水稀释 50 倍，混合精油与混合表面活性剂比例为 9:1/8:2 的分别命名为 C1/C2。使用马尔文粒径电位分析仪，参照的方法，在 25℃，入射角为 90°下测量四种乳液的粒径及 PDI（多分散指数）值。根据测量的粒径及 PDI 值评价乳液的稳定性，并选择较好的比例，在该比例下将桂油及茶树油与混合表面活性剂混合，茶树油乳液命名为 A1、桂油乳液命名为 B1，并测量其粒径及 PDI。

2.4 电导率测试

将混合表面活性剂与混合精油按质量比 9:1 复配形成均质油相体系，在此基础上以 10% 为间隔梯度调节水相质量分数（10%–90%），在 25℃通过电导率测定法表征乳液体系的相行为特征，根据电化学参数变化规律判定乳液类型。

2.5 稳定性测试

温度对乳液的影响：将乳液放置在 5/15℃ 条件下放置 5 天。常温下放置 30 天，采用目测法观察乳液外观变化。

离心稳定性：在 4000/6000/8000/10000r/min 的转速下离心 30min。采用目测法观察乳液外观变化。

2.6 数据处理

采用 Origin2024 进行绘图，采用 ImageJ 软件测量伪三元相图微乳液面积，采用 IBM SPSS Statistics 27 进行数据分析。

3 结果与分析

3.1 单因素试验结果与分析

3.1.1 助表面活性剂的筛选

不同的助表面活性剂与吐温 80 混合后作为表面活性剂与混合精油的伪三元相图如图 1 所示，可以看出当乙醇作为助表面活性剂时伪三元相图乳液区面积最大，在吐温 80/ 桂油 / 水伪三元体系中，乙醇相较于 PEG200、PEG400 及甘油表现出显著扩大的单相区面积，具体原因可能是由于乙醇的小分子特性，使其能有效插入表面活性剂膜层，显著降低界面张力^[8]；PEG200、PEG400 和甘油加入导致胶束增溶能力的下降是乳液区面积较小的主要原因^[9]。因此选择乙醇作为助表面活性剂。

3.1.2 Km 值的确定

Km 参数影响纳米乳体系的形成和稳定性。当表面活性剂与助表面活性剂处于最佳质量比时，助表面活性剂完全嵌入到表面活性剂

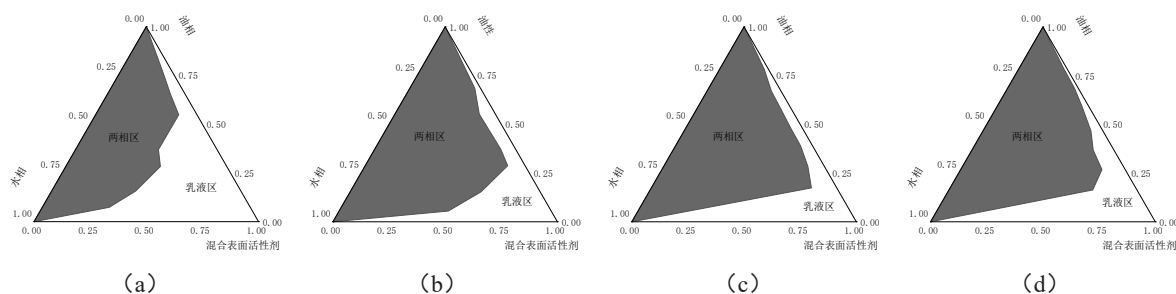


图 1 不同助表面活性剂的伪三元相图：(a) 混油乙醇 2:1，占 46.59%；(b) 混油 peg200 2:1，占比 22.75%；(c) 混油 peg400 2:1，占比 22.22%；(d) 混油甘油 2:1，占比 23.24%

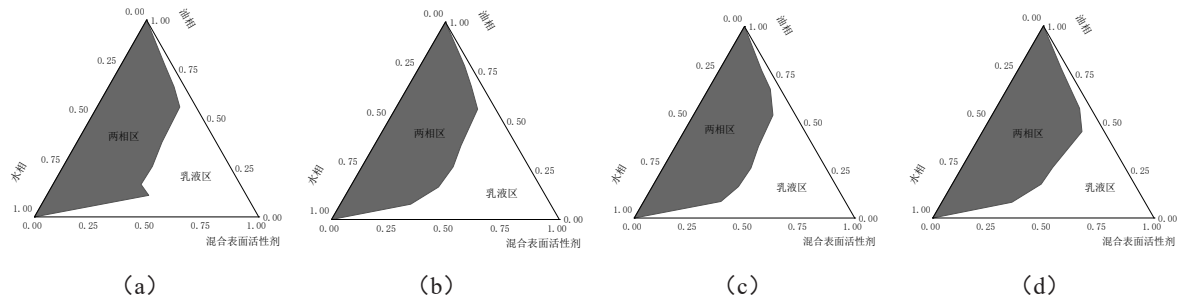


图2 不同 K_m 比的伪三元相图: (a) 乙醇 1.5:1, 占 43.71%; ; (b) 乙醇 1:1, 占 44.55%; (c) 乙醇 2.5:1, 占 44.80%; (d) 乙醇 3:1, 占 41.54%

中, 从而形成最大程度的油相增溶空间。这表明, 最佳的 K_m 值会使油乳液体系具有最高的稳定性^[10]。不同 K_m 比的伪三元相图如图 2 所示。通过伪三元相图, 可以发现在 K_m 值为 2 时, 乳液区面积最大, 在 K_m 值从 1-2 过程中, 乳液区面积增大, K_m 值从 2-3 过程中, 乳液区面积变小, 呈现先上升后下降的趋势, 原因可能是在 k_m 值较小时, 表面活性剂的乳化能力不够, 随着表面活性剂的增加, 乳化能力增强, 因此出现上升趋势^[11]。当主表面活性剂浓度逐渐增大时, 体系变为反胶束, 极性基团之间由于斥力减小导致反胶束减小, 增大空间位阻, 所以乳液区面积逐渐下降^[12]。最终选择 $K_m=2$ 作为乳液配方。

3.2 平均粒径及 PDI

微乳液粒径通常在 100 nm 以内^[13], PDI 越小则证明乳液粒径分布越窄, 乳液越稳定, PDI 过高时, 体系易发生聚集沉降, 稳定性较差^[14]。四种精油乳液的粒径与 PDI 值如表 1 所示。只有足够的表面活性剂才足够溶解溶解油相并调节界面张力, 降低形成乳液的粒径及稳定性。因此, 油与表面活性剂的比例至关重要。选择两种油 - 混合表面活性剂的比例, 在油与混合表面活性剂为 1:9 时, 粒径为 11.25 ± 0.11 nm, 小于 100 nm, 属于微乳液。当油与混合表面活性剂的比例为 2:8 时, 粒径显

著增大, 达到 204.23 ± 0.85 nm, 大于微乳液范围, 且 PDI 由 1:9 时的 0.11 增加到 0.54, 说明体系较为不稳定。因此选择 1:9 作为乳液的配方, 通过对该比例合成的茶树油乳液及桂油乳液进行粒径测试, 发现茶树油也能够形成微乳液且稳定性较好, 而桂油在该比例下, 乳液粒径达到 152.83 ± 3.43 , 可能原因是由于吐温 80 的乳化能力不足。粒径分布于强度图如图 3 所示

表 1 粒径与 PDI

名称	粒径 (nm)	PDI
C1	11.25 ± 0.11	0.11 ± 0.00
C2	204.23 ± 0.85	0.54 ± 0.00
B1	152.83 ± 3.43	0.36 ± 0.02
A1	12.23 ± 0.12	0.062 ± 0.00

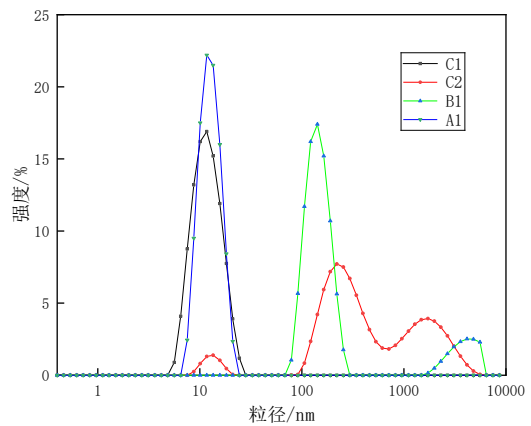


图3 不同组分下微乳液粒径变化图

示,可以看出 C1 跟 A1 分布较窄,强度较高,证明 C1 与 A1 稳定性好,粒径较小。

3.3 电导率

乳液类型可以通过电导率的变化来判断^[15]。实验测得的电导率随水相比比例变化的趋势图如图 4 所示。实验测得混合精油乳液电导率随水相比比例增加呈非线性变化。通过水相比比例 - 电导率图可以看出在水相为 0 时,电导率较低,此时电导率为油相与混合表面活性剂的电导率,所以电导率大小也趋于纯油相的电导率^[16]。当水相比比例提升时,电导率也逐渐增大,由于油相几乎不导电只能靠水相液滴移动产生微弱的导电能力。当水相含量超过 20% 时,电导率随水相含量的增多而迅速增大此时乳液为油包水型。当水相含量在 60% 到 70% 之间时,电导率缓慢上升,此时为双相连续型^{[15][17]},在 70% 水相含量下达到最高的电导率值,为 111.3 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 。当水分含量超过 70% 时,随着水分含量不断增加,离子浓度逐渐降低,电导率也随之下降低,此时乳液为水包油乳液。因此,后续选用油 - 混合表面活性剂 - 水的比例 0.3:2.7:7 作为微

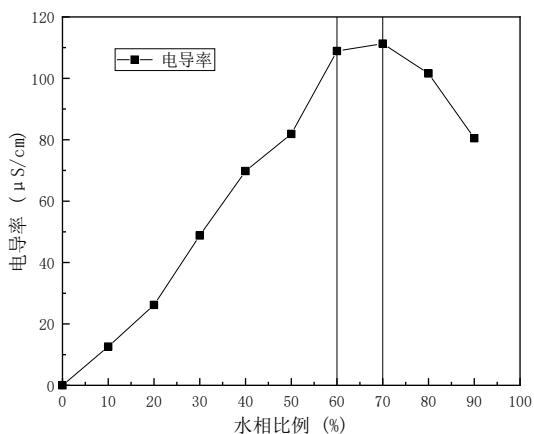


图 4 电导率—水相比比例图

乳液保存配方。

3.4 稳定性

3.4.1 温度稳定性

三种精油乳液的外观及其在常温放置 30 天、5/15 摄氏度下放置 5 天的外观变化如图 5 所示:

常温储存 30 天后,三种乳液均保持澄清透明,证明体系具备基础稳定性。然而桂油乳液在 15℃ 及以下温度出现可逆浑浊现象,原因

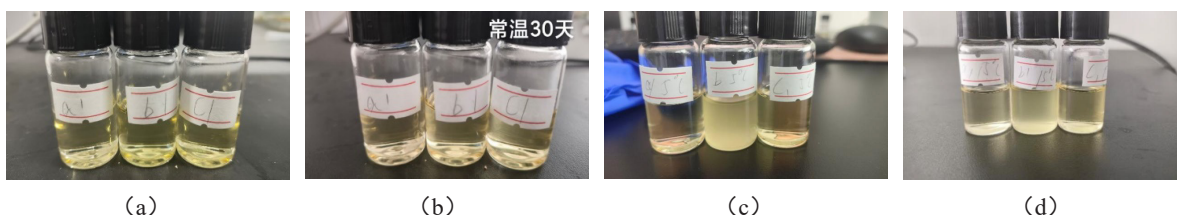


图 5 乳液外观图: (a) 精油乳液; (b) 常温放置 30 天的精油乳液; (c) 5℃ 环境下储存 5 天的精油乳液; (d) 15℃ 环境下储存 5 天的精油乳液

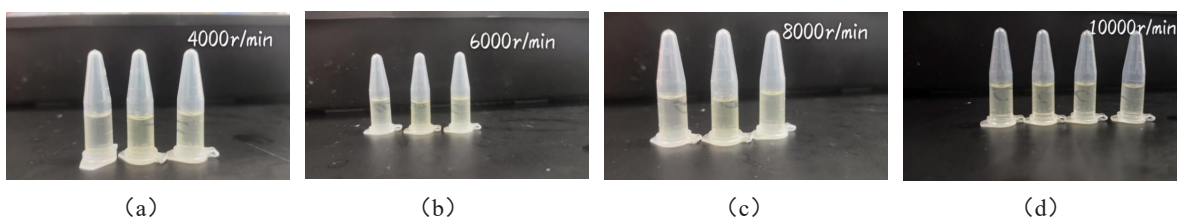


图 6 乳液离心稳定性: (a) 4000r/min 离心 30min 的乳液; (b) 6000r/min 离心 30min 的乳液; (c) 8000r/min 离心 30min 的乳液; (d) 10000r/min 离心 30min 的乳液

可能是吐温 80 的 HLB (亲水亲油平衡值) 随温度的下降而降低, 当温度低于 15℃ 时, 吐温 80 的 HLB 值下降, 不足以乳化桂油, 且分子间运动减弱, 三相之间相互渗透能力降低, 导致乳液浑浊^[18], 当温度恢复后, 表面活性剂的 HLB 值升高, 表现为乳液重新变为透明。

3.4.2 离心稳定性

混合精油乳液离心稳定性如图 6 所示, 在 4000/6000/8000/10000r/min 的转速下, 混合精油乳液均未分层, 且保持清澈透明的外观, 说明该乳液的离心稳定性较好。

4 结论

本研究成功采用低能乳化法制备了一种稳定的水包油 (O/W) 型混合茶树油 / 桂油微乳液。优化的配方组成为吐温 80: 无水乙醇: 混合精油 (茶树油: 桂油 = 1:1): 去离子水, 质量比为 1.8:0.9:0.3:7。该配方在伪三元相图中展现出 46.59% 的微乳区域面积, 形成的乳液粒径细小, 为 11.25 ± 0.11 nm、分布均匀 PDI=0.12, 符合微乳液特征; 电导率 111.3 ± 2.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 进一步证实了其水包油结构。稳定性测试表明, 该混合精油乳液在常温储存及高速离心条件下均表现良好。

本实验制备的混合茶树油 / 桂油微乳液, 因其优异的理化性质和精油本身固有的生物活性, 在抗菌领域具有广阔的应用前景。未来的研究可以进一步聚焦于特定的微生物种类, 评估其最小抑菌浓度 (MIC) 和最小杀菌浓度 (MBC), 并通过体外和体内实验验证其抗菌效力, 并开发相应的终端产品。

利益冲突声明: 本文不存在任何利益冲突。

作者贡献声明: ①刘泽鸿负责设计论文框架, 起草论文; ②李小龙负责论文意见提出并指导论文写作及定稿。

参考文献

- [1] Dunan L, Malanga T, Benhamou S, et al. Effects of essential oil-based formulation on biopesticide activity[J]. *Industrial Crops and Products*, 2023, 202: 117006.
- [2] Tu, Q B., Wang, P Y., Sheng, S. et al. Microencapsulation and Antimicrobial Activity of Plant Essential Oil Against *Ralstonia solanacearum*. *Waste Biomass Valor* 11, 5273–5282 (2020).
- [3] György É, Laslo É, Kuzman I H, et al. The effect of essential oils and their combinations on bacteria from the surface of fresh vegetables[J]. *Food Science & Nutrition*, 2020, 8(10): 5601-5611.
- [4] Pavoni L, Perinelli D R, Bonacucina G, et al. An overview of micro- and nanoemulsions as vehicles for essential oils: Formulation, preparation and stability[J]. *Nanomaterials*, 2020, 10(1): 135
- [5] Rana A S, Nazeer M, Abd El-Gawad H H, et al. Microemulsions as potential pesticidal carriers: a review[J]. *Journal of Molecular Liquids*, 2023, 390: 122969.
- [6] Zhang S, Zhang M, Fang Z, et al. Preparation and characterization of blended cloves/cinnamon essential oil nanoemulsions[J]. *Lwt*, 2017, 75: 316-322.
- [7] 陈光浩, 胡茵, 范鹏辉, 等. 山苍子精油微乳液的制备及其性质表征 [J]. *林产化学与工业*, 2025, 45(02): 33-41.
- [8] 谢小丽, 胡璇, 黄英, 等. 益智精油 O/W 型微乳液的制备及其性能研究 [J]. *日用化学工业 (中英文)*, 2024, 54(10): 1201-1210.
- [9] Kawakami K, Oda N, Miyoshi K, et al. Solubilization behavior of a poorly soluble drug under combined use of surfactants and cosolvents[J]. *European journal of pharmaceutical sciences*, 2006,

- 28(1-2): 7-14.
- [10] Jivan M J, Abbasi S. Nano based lutein extraction from marigold petals: optimization using different surfactants and co-surfactants. *Heliyon* 5 (4): e1572[EB/OL].(2019)
- [11] Parveen R, Baboota S, Ali J, et al. Oil based nanocarrier for improved oral delivery of silymarin: in vitro and in vivo studies[J]. *International journal of pharmaceutics*, 2011, 413(1-2): 245-253.
- [12] 王莎莎. 水包油型蛇油微乳液的制备及稳定性的研究 [D]. 上海应用技术大学, 2023.
- [13] 刘梅雪, 欧阳五庆, 宋冰, 等. 百里香酚纳米乳的制备及其稳定性 [J]. *上海交通大学学报 (农业科学版)*, 2011, 29(06): 29-34.
- [14] He X, Chen J, Li Y, et al. Preparation of water-in-oil (W/O) cinnamaldehyde microemulsion loaded with epsilon-polylysine and its antibacterial properties[J]. *Food Bioscience*, 2022, 46: 101586.
- [15] Tartaro G, Mateos H, Schirone D, et al. Microemulsion microstructure (s): A tutorial review[J]. *Nanomaterials*, 2020, 10(9): 1657.
- [16] Dogra A, Rakshit A K. Phase behavior and percolation studies on microemulsion system water/SDS+ Myrj45/cyclohexane in the presence of various alcohols as cosurfactants[J]. *The Journal of Physical Chemistry B*, 2004, 108(28): 10053-10061.
- [17] Wang N, Wang J, Li Y, et al. Reverse microemulsion prepared by AOT/CTAB/SDS/Tween80 for extraction of tea residues protein[J]. *Journal of Molecular Liquids*, 2020, 320: 114474.
- [18] 吴顺芹, 李三鸣, 郎轶咏, 等. 水包油型微乳形成因素的考察 [J]. *沈阳药科大学学报*, 2005, (02): 96-99+114.