

# 小桐子油乳状液制备的工艺优化及复配乳化剂对其杀虫活性的影响

朱君丽, 李育川, 余开聪, 穆爱秋, 李子航

(昆明学院 农学与生命科学学院, 昆明 650000)

**摘要:**小桐子油不溶于水,若将小桐子油制备成杀虫剂,必须先将小桐子油乳化,制备稳定的小桐子油乳状液。研究复配乳化剂、乳化温度、乳化方式及增溶水量对小桐子油乳状液稳定时间的影响,并研究复配乳化剂对小桐子油乳状液杀虫活性的影响。结果表明,小桐子油乳状液制备的最佳工艺条件为复配乳化剂 Tween-20/Span-60(0.12/0.88),乳化温度 20~30℃,乳化方式为先将复配乳化剂加入油相,再将水加入油相后搅拌均匀,增溶水量 27.5%。在最佳工艺条件下,小桐子油乳状液的稳定时间为 55 d,在小桐子油乳状液质量浓度为 0.10 mg/mL 时,试虫 72 h 的死亡率为 99.06%。小桐子油乳状液的杀虫活性随稳定时间的延长而增强。

**关键词:**小桐子油;乳状液;复配乳化剂;稳定时间;杀虫活性

中图分类号:TQ453;TQ645.1 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2022)06-0105-04

## Optimization of preparation of *Jatropha curcas* L. oil emulsion and effect of compound emulsifier on its insecticidal activity

ZHU Junli, LI Yuchuan, YU Kaicong, MU Aiqiu, LI Zihang

(College of Agriculture and Life Sciences, Kunming College, Kunming 650000, China)

**Abstract:** *Jatropha curcas* L. oil is insoluble in water. If *Jatropha curcas* L. oil is applied to prepare pesticides in agriculture, the *Jatropha curcas* L. oil need to be emulsified to prepare stable *Jatropha curcas* L. oil emulsion. The effects of compound emulsifiers, emulsification temperature, emulsification method and solubilization water amount on the stable time of *Jatropha curcas* L. oil emulsion were studied, and the effect of compound emulsifier on the insecticidal activity of *Jatropha curcas* L. oil emulsion was studied. The results showed that the optimal emulsification conditions of *Jatropha curcas* L. oil emulsion were obtained as follows: compound emulsifier Tween-20/Span-60 with mass ratio of 0.12/0.88, emulsification temperature 20-30℃, emulsification method of adding the compound emulsifier into the oil phase, then adding the water into the oil phase and stirring uniformly, and solubilization water amount 27.5%. Under these conditions, the stable time of *Jatropha curcas* L. oil emulsion was 55 d. When the mass concentration of *Jatropha curcas* L. oil emulsion was 0.10 mg/mL, the 72 h mortality rate of the test insects was 99.06%. The insecticidal activity of *Jatropha curcas* L. oil emulsion increased with the prolonging of stable time.

**Key words:** *Jatropha curcas* L. oil; emulsion; compound emulsifier; stable time; insecticidal activity

收稿日期:2021-04-26;修回日期:2022-01-26

基金项目:云南省教育厅科学研究基金项目(2021Y724)

作者简介:朱君丽(1997),女,在读硕士,研究方向为药用植物资源评价与利用(E-mail)3103633365@qq.com。

通信作者:李育川,教授,硕士生导师(E-mail)Lychuan72@163.com。

小桐子(*Jatropha curcas* L.),又名麻疯树、膏桐(云南),为大戟科(Euphorbiaceae)麻疯树属(*Jatropha*)半肉质小乔木或落叶灌木<sup>[1]</sup>。小桐子植株和种子中含有多种活性物质,种仁含油率高达50%~60%,具有较高的综合开发利用价值和广阔

的应用前景<sup>[2]</sup>。研究发现,小桐子种子中含有麻疯树萜醇 1 及毒蛋白 curcin 与 curcain<sup>[3]</sup>,可有效杀死血吸虫寄主的螺类<sup>[4-5]</sup>,其种子油中富含 12-脱氧-16-羟基佛波醇,对小菜蛾及家蝇具有极高的杀虫活性<sup>[6-7]</sup>,且与化学杀虫剂相比,具有对生态环境友好、低毒无残留的优点,但小桐子油不溶于水,在不乳化的情况下其有效成分固存于油脂中而无法被利用。因此,如何使小桐子油乳化为稳定的乳状液,并使其在乳化的基础上提高杀虫活性,是小桐子油在农业应用上的重要问题。小桐子油具有开发为杀虫剂的广阔前景,在前人的多数杀虫活性研究中,多选用单一乳化剂吐温-80 进行乳化,但经其乳化后的小桐子油乳状液无法进行长期的保存且杀虫活性有待提高,很大程度上限制了小桐子油作为农药原药研制植物源杀虫剂的推广,而复配乳化剂可有效弥补这一缺点。但目前还未见关于复配乳化剂乳化小桐子油在农业杀虫应用方面的研究报道。因此,本文采用复配乳化剂乳化小桐子油,以乳状液稳定时间为指标,对小桐子油乳状液的制备工艺进行优化,并考察复配乳化剂对其杀虫活性的影响,以期为后续以小桐子油为原料研制植物源杀虫剂提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

小桐子油(为云南省双柏县当年成熟自然干燥的小桐子种子通过低温压榨的方式获得),云南神宇新能源有限公司。吐温-80(Tween-80)、吐温-20(Tween-20)、司盘-60(Span-60),化学纯。

Bettersize3000Plus 激光图像粒度粒形分析仪,百特公司。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 小桐子油乳状液的制备

取 10 mL 小桐子油于 250 mL 烧杯中,加入复配乳化剂,置于一定温度的水浴中搅拌,使乳化剂充分溶解,然后加入适量的蒸馏水,静置 10 min,制成均匀乳状液,即为小桐子油乳状液。观察小桐子油乳状液室温条件下静置后的沉降、分层现象,以出现沉降、分层现象的时间为乳状液的稳定时间。采用激光图像粒度粒形分析仪测定乳状液粒径。

#### 1.2.2 复配乳化剂 HLB 值的计算

研究发现,制备稳定的 W/O 型乳状液需将复配乳化剂的 HLB 值控制在 5.0~6.5 之间<sup>[8]</sup>。复配乳化剂的 HLB 值( $V_{HLB}$ )采用下式计算。

$$V_{HLB} = \frac{W_A \cdot V_{HLB_A} + W_B \cdot V_{HLB_B} + \dots + W_i \cdot V_{HLB_i}}{W_A + W_B + \dots + W_i} \quad (1)$$

式中: $W_i$  为第  $i$  种乳化剂的质量分数; $V_{HLB_i}$  为第

$i$  种乳化剂的 HLB 值。

### 1.2.3 小桐子油乳状液杀虫活性的测定

#### 1.2.3.1 试虫饲养

选择在昆明学院温室大棚捕捉的蛴螬(选择虫龄相近、大小相近的健康蛴螬),采用在昆明学院温室大棚现采摘的新鲜青菜叶,用流动水将青菜叶表面的泥土冲洗干净并晾干表面水分后进行室内饲养,饲养后将试虫置于培养瓶中,移入光照培养箱中进行培养,培养条件:温度 25℃,相对湿度 80%,光暗比 14 h/10 h。

#### 1.2.3.2 样品测定

取小桐子油乳状液,用蒸馏水稀释成质量浓度为 0.10 mg/mL。在用打孔器处理过的新鲜青菜叶(3 cm×3 cm 的圆形叶片)上定量涂抹 100 μL 稀释后的小桐子油乳状液,晾干后饲喂事先饥饿处理 4 h 的蛴螬。间隔 12 h 替换新鲜的涂抹小桐子油乳状液的青菜叶,每处理进行 3 个重复,每重复 10 头试虫。以未涂抹小桐子油乳状液的作为对照组。在处理 24、48 h 及 72 h 后分别记录各组的死亡率并计算校正死亡率。死亡率以 3 个重复死亡率的平均值计算。校正死亡率( $d_c$ )按下式计算。

$$d_c = (d_2 - d_1) / (1 - d_1) \times 100\% \quad (2)$$

式中: $d_1$  为对照组死亡率; $d_2$  为处理组死亡率。

## 2 结果与分析

### 2.1 小桐子油乳状液制备的单因素试验

#### 2.1.1 复配乳化剂对乳状液稳定时间的影响

在乳化温度为 25℃,乳化方式为先将复配乳化剂加入油相,再将水加入油相,搅拌均匀,增溶水量为 27.5% (占小桐子油的体积,下同)的条件下,研究复配乳化剂对小桐子油乳状液稳定时间的影响,结果见表 1。

表 1 复配乳化剂对小桐子油乳状液稳定时间的影响

复配乳化剂	HLB 值	乳状液	
		外观	稳定时间
Tween-80/Span-60(0.06/0.94)	5.3	透明	15 d
Tween-80/Span-60(0.02/0.98)	4.6	半透明	5 d
Tween-80/Span-60(0.19/0.81)	6.3	乳白色	40 d
Tween-20/Span-60(0.12/0.88)	5.8	乳白色	55 d
Tween-20/Span-60(0.27/0.73)	7.1	透明	有轻微分层
Tween-20/Span-60(0.30/0.70)	7.3	透明	分层

注:括号内为两种乳化剂的质量比

由表 1 可知:由不同复配乳化剂制备的小桐子油乳状液外观明显不同,且稳定时间越长的乳状液外观越偏向乳白色;由不同复配乳化剂制备的小桐子油乳状液的稳定时间长短顺序为 Tween-20/Span-60(0.12/0.88) > Tween-80/Span-60

(0.19/0.81) > Tween-80/Span-60(0.06/0.94) > Tween-80/Span-60(0.02/0.98) > Tween-20/Span-60(0.27/0.73) > Tween-20/Span-60(0.30/0.70), 即 HLB 值 7.1、7.3 的复配乳化剂乳化的小桐子油乳状液稳定性较差。其中, 复配乳化剂为 Tween-20/Span-60(0.12/0.88) 时的小桐子油乳状液的稳定时间最长, 为 55 d, 明显优于其他 5 组。随存放时间的延长, 小桐子油酸值与过氧化值明显升高, 因此小桐子油乳状液的长期存放对其有效物质活性及杀虫活性是否有影响, 需进一步研究。

### 2.1.2 乳化温度对乳状液稳定时间的影响

在复配乳化剂为 Tween-20/Span-60(0.12/0.88), 乳化方式为先将复配乳化剂加入油相, 再将水加入油相, 搅拌均匀, 增溶水量为 27.5% 的条件下, 研究乳化温度分别为 20、30、40、45、50、60、70、80、90 °C 时对小桐子油乳状液稳定时间的影响。结果发现, 小桐子油乳状液稳定时间随乳化温度的升高而缩短。在乳化温度低于 45 °C 时, 小桐子油乳状液的稳定时间基本不变; 在乳化温度超过 45 °C 时, 小桐子油乳状液颜色由乳白色变为橙黄色, 稳定时间明显缩短。试验发现, 乳化温度越高, 器壁上附着的水珠也越多, 但乳化温度过低, 乳化剂会因团聚而析出。因此, 选择乳化温度为 20~30 °C。

### 2.1.3 乳化方式对乳状液稳定时间的影响

不同的乳化方式可能会影响乳状液形成, 进而对乳状液的稳定时间产生影响。在复配乳化剂为 Tween-20/Span-60(0.12/0.88), 乳化温度为 25 °C, 增溶水量为 27.5% 的条件下, 研究乳化方式对小桐子油乳状液稳定时间的影响, 结果见表 2。其中乳化方式 A 为先将复配乳化剂 Tween-20/Span-60(0.12/0.88) 加入油相, 再将水加入油相, 搅拌均匀; B 为先将 Span-60 加入油相, 将 Tween-20 加入水相, 再将水相滴入油相, 搅拌均匀; C 为先将 Span-60 加入水相, 将 Tween-20 加入油相, 再将水相滴入油相, 搅拌均匀。

由表 2 可知, 从稳定时间来看, 乳化方式 A 明显优于乳化方式 B、C, 且其制备的小桐子油乳状液的粒径(0.80 μm) 明显小于其他两种乳化方式(0.90 μm)。因此, 选择乳化方式 A。

表 2 乳化方式对小桐子油乳状液稳定时间的影响

项目	方式 A	方式 B	方式 C
外观	半透明	半透明	半透明
粒径/μm	0.80	0.90	0.90
类型	W/O	W/O	W/O
稳定时间/d	55	35	20

### 2.1.4 增溶水量对乳状液稳定时间的影响

在复配乳化剂为 Tween-20/Span-60(0.12/0.88), 乳化温度为 25 °C, 乳化方式为先将复配乳化剂加入油相, 再将水加入油相, 搅拌均匀的条件下, 研究增溶水量对小桐子油乳状液稳定时间的影响, 结果见图 1。

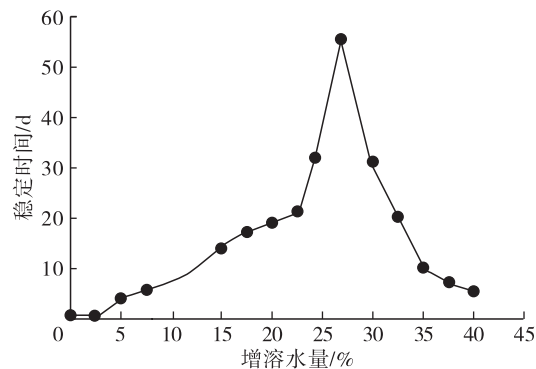


图 1 增溶水量对小桐子油乳状液稳定时间的影响

由图 1 可知, 随着增溶水量的增加, 小桐子油乳状液的稳定时间先延长后缩短, 增溶水量为 27.5% 时, 稳定时间最长, 为 55 d。这主要是因为适量的水有利于复配乳化剂之间的缔合<sup>[8]</sup>, 而增溶水量过多时, 复配乳化剂之间缔合分子断裂, 造成体系不稳定, 导致小桐子油乳状液的稳定时间缩短。因此, 选择增溶水量为 27.5%。

### 2.2 复配乳化剂对小桐子油乳状液杀虫活性的影响(见表 3)

表 3 复配乳化剂对小桐子油乳状液杀虫活性的影响

复配乳化剂	24 h		48 h		72 h	
	死亡率/%	校正死亡率/%	死亡率/%	校正死亡率/%	死亡率/%	校正死亡率/%
Tween-80/Span-60(0.06/0.94)	57.89 ± 0.47c	56.67 ± 0.31c	66.91 ± 0.45c	66.51 ± 0.77c	77.79 ± 0.31c	76.68 ± 0.67c
Tween-80/Span-60(0.02/0.98)	37.79 ± 1.12d	36.55 ± 0.71d	47.92 ± 0.92d	47.11 ± 0.88d	55.99 ± 0.97d	55.61 ± 1.12d
Tween-80/Span-60(0.19/0.81)	81.23 ± 0.67a	80.70 ± 0.31a	91.52 ± 0.86ab	90.91 ± 0.47ab	96.99 ± 0.21b	96.51 ± 0.76b
Tween-20/Span-60(0.12/0.88)	80.97 ± 0.14b	79.56 ± 0.13b	91.71 ± 0.36a	90.98 ± 0.81a	99.06 ± 0.17a	98.68 ± 0.59a
Tween-20/Span-60(0.27/0.73)	31.17 ± 0.46e	31.89 ± 0.78e	40.24 ± 0.97e	39.67 ± 0.37e	44.26 ± 0.51e	43.89 ± 0.53e
Tween-20/Span-60(0.30/0.70)	3.15 ± 0.89f	2.67 ± 0.17f	3.36 ± 0.19f	3.21 ± 0.27f	3.56 ± 0.77f	3.49 ± 0.25f

注: 同列数据不同字母表示差异显著( $p < 0.05$ )

由表 3 可知:由不同复配乳化剂制备的小桐子油乳状液对蛭蟥的杀虫活性不同,且均表现为随处理时间延长杀虫活性增加;在处理时间为 24 h 时,杀虫活性最高的是 Tween - 80/Span - 60 (0.19/0.81),蛭蟥死亡率为 81.23%,其次为 Tween - 20/Span - 60 (0.12/0.88),蛭蟥死亡率为 80.97%;随处理时间继续延长至 48 h,杀虫活性最高的是 Tween - 20/Span - 60 (0.12/0.88),蛭蟥死亡率为 91.71%,其次为 Tween - 80/Span - 60 (0.19/0.81),蛭蟥死亡率为 91.52%,两者无显著差异;在处理时间为 72 h 时,杀虫活性最高的仍是 Tween - 20/Span - 60 (0.12/0.88),蛭蟥死亡率为 99.06%,其次为 Tween - 80/Span - 60 (0.19/0.81),蛭蟥死亡率为 96.99%,两者差异显著 ( $p < 0.05$ )。Tween - 20/Span - 60 (0.12/0.88) 乳化的小桐子油乳状液的杀虫活性较高,且随处理时间的延长,其优势越发明显,具有缓释持久的杀虫作用,推测是复配乳化剂 Tween - 20/Span - 60 (0.12/0.88) 使小桐子油中的杀虫物质溶解于乳状液中,提高了小桐子油的杀虫活性。Tween - 80/Span - 60 (0.19/0.81) 乳化的小桐子油乳状液在起始阶段的杀虫活性较强,但随处理时间的延长其杀虫活性较 Tween - 20/Span - 60 (0.12/0.88) 的下降,表明其使小桐子油中的杀虫物质随时间的延长在乳状液中的溶解度下降,极大程度上影响了后续的杀虫效果。处理时间为 72 h 时,6 种复配乳化剂制备的小桐子油乳状液的杀虫活性从大到小依次为 Tween - 20/Span - 60 (0.12/0.88) > Tween - 80/Span - 60 (0.19/0.81) > Tween - 80/Span - 60 (0.06/0.94) > Tween - 80/Span - 60 (0.02/0.98) > Tween - 20/Span - 60 (0.27/0.73) > Tween - 20/Span - 60 (0.30/0.70)。

结合表 1 可知,稳定时间最长 (55 d) 的复配乳化剂 Tween - 20/Span - 60 (0.12/0.88) 乳化的小桐子油乳状液的杀虫活性也最强,且杀虫活性高低顺序与表 1 的稳定时间长短顺序相同,表明稳定时间长的的小桐子油乳状液的杀虫活性明显增强,即乳状

液稳定时间与其杀虫活性呈正相关。

### 3 结论

研究了小桐籽油乳状液制备的最佳工艺条件及复配乳化剂对小桐子油乳状液杀虫活性的影响。小桐籽油乳状液制备的最佳工艺条件为:复配乳化剂 Tween - 20/Span - 60 (0.12/0.88),乳化温度 20 ~ 30 °C,乳化方式为先将复配乳化剂加入油相,再将水加入油相后搅拌均匀,增溶水量 27.5%。在最佳工艺条件下,小桐子油乳状液的稳定时间为 55 d。在小桐子油乳状液质量浓度为 0.10 mg/mL 时,蛭蟥 72 h 的死亡率为 99.06%,其杀虫持效期长,表现为强胃毒作用。小桐子油乳状液的杀虫活性随稳定时间的延长而增强。实际生产中若直接以小桐子油为植物源农药原药材料,可减少因有效物质的提取而增加的成本,使得小桐子油能以较低的经济投入创造较大的经济效益。

### 参考文献:

- [1] 朱华. 麻风树等 13 个品种质量评价与标准研究[D]. 南宁:广西中医药大学,2018.
- [2] 王辉,杜官本. 我国小桐子产业现状及发展趋势探析[J]. 中国粮油学报,2020,35(6):190-195.
- [3] 夏咸松,浦恩堂,严胜骄,等. 小桐子活性成分在农药方面的研究进展[J]. 现代农药,2009,8(2):42-45.
- [4] 杨忠,殷关麟,范崇正,等. 麻风树籽提取物杀灭钉螺的实验研究[J]. 中国血吸虫病防治杂志,2003(5):364-366.
- [5] 姚万红. 麻风树对血吸虫幼虫和螺类宿主的毒性研究[J]. 国外医学:寄生虫病分册,2002(2):72-73.
- [6] 李静,吴芬宏,陈延燕,等. 麻疯树种子提取物对几种害虫的杀虫活性[J]. 农药,2006(1):57-58,65.
- [7] 郑如刚,张宇博,陈祎平,等. 小桐子种子提取物对小菜蛾、家蝇杀虫活性初探[J]. 热带生物学报,2012,3(1):69-72.
- [8] 张倩洁,段国兰,张婉萍. 乳化剂及油脂结构对 O/W/O 多重乳液形成及稳定的影响[J]. 日用化学工业,2020,50(11):735-742.