



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 111920763 A

(43) 申请公布日 2020.11.13

(21) 申请号 202010989101.1  
(22) 申请日 2020.09.18  
(71) 申请人 成都中医药大学  
地址 610000 四川省成都市温江区柳台大道1166号  
(72) 发明人 卢君蓉 李文兵 许娜 傅超美  
王世宇 陈胡兰  
(74) 专利代理机构 成都高远知识产权代理事务所(普通合伙) 51222  
代理人 张娟 魏静  
(51) Int.Cl.  
A61K 9/06 (2006.01)  
A61K 47/44 (2017.01)  
A61K 36/8905 (2006.01)  
A61Q 19/00 (2006.01)  
A61P 37/08 (2006.01)  
A61P 17/00 (2006.01)  
A61K 8/92 (2006.01)  
A61K 8/86 (2006.01)  
A61K 8/36 (2006.01)  
A61K 8/41 (2006.01)  
A61K 8/46 (2006.01)  
A61K 8/81 (2006.01)  
A61K 8/31 (2006.01)

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

一种香附精油抗敏霜及其制备工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种香附精油抗敏霜及其制备工艺。具体提供了一种霜剂基质和该霜剂基质制得的香附精油抗敏霜,该霜剂基质是由下述重量百分比的原料制得的:甘油聚醚2.00%~10.00%、三乙醇胺2.00%~4.00%、卡波姆0.10%~0.50%、十二烷基硫酸钠0.50%~2.00%、羊毛脂1.00%~5.00%、凡士林10.00%~30.00%、硬脂酸4.0%~20.00%,其余为水。本发明提供的霜剂基质光泽度、细腻性、涂展性、成形性好,外观、离心稳定性、耐寒性、耐热性和pH值的综合性能优异。以该霜剂基质与香附精油为原料制得的香附精油抗敏霜不仅具有前述优异的综合性能,还具有具有良好的抗敏效果,有效成分含量高,质量稳定,具有优异的长期储存稳定性,应用前景广阔。

1. 一种霜剂基质,其特征在于:它是由下述重量百分比的原料制得的:甘油聚醚2.00%~10.00%、三乙醇胺2.00%~4.00%、卡波姆0.10%~0.50%、十二烷基硫酸钠0.50%~2.00%、羊毛脂1.00%~5.00%、凡士林10.00%~30.00%、硬脂酸4.0%0~20.00%,其余为水。

2. 根据权利要求1所述的霜剂基质,其特征在于:它是由下述重量百分比的原料制得的:甘油聚醚6.00%、三乙醇胺3.00%、卡波姆0.20%~0.40%、十二烷基硫酸钠1.25%~1.75%、羊毛脂2.00%、凡士林10.00%~12.00%、硬脂酸10.00%~14.00%,其余为水;

优选的,它是由下述重量百分比的原料制得的:甘油聚醚6.00%、三乙醇胺3.00%、卡波姆0.20%~0.39%、十二烷基硫酸钠1.25%~1.50%、羊毛脂2.00%、凡士林11.00%~11.49%、硬脂酸10.00%~14.00%,其余为水。

3. 根据权利要求2所述的霜剂基质,其特征在于:它是由下述重量百分比的原料制得的:甘油聚醚6.00%、三乙醇胺3.00%、卡波姆0.30%~0.39%、十二烷基硫酸钠1.25%~1.27%、羊毛脂2.00%、凡士林11.00%~11.49%、硬脂酸13.89%~14.00%,其余为水。

4. 根据权利要求1~3任一项所述的霜剂基质,其特征在于:所述甘油聚醚为甘油聚醚-26;

和/或,所述凡士林为白凡士林。

5. 根据权利要求1~4任一项所述的霜剂基质,其特征在于:所述霜剂基质中还包括防腐剂,所述防腐剂的重量百分比为0.05%~0.20%,优选为0.10%,所述防腐剂优选为尼铂金甲酯。

6. 权利要求1~5任一项所述霜剂基质的制备方法,其特征在于:所述方法包括以下步骤:

(1) 将甘油聚醚、三乙醇胺、卡波姆、十二烷基硫酸钠、水混合,加热融化,得水相;

(2) 将羊毛脂、凡士林、硬脂酸混合,加热融化,得油相;

(3) 将水相和油相混合均匀,凝固后即得;

优选的,步骤(1)中,所述加热温度为75~85℃;和/或,步骤(2)中,所述加热温度为75~85℃;和/或,步骤(3)中,所述混合时的温度为75~85℃。

7. 一种香附精油抗敏霜,其特征在于:它是由香附精油和霜剂基质组成的,霜剂基质如权利要求1~5任一项所述,香附精油和霜剂基质的重量之比为(1~5):100。

8. 根据权利要求7所述的香附精油抗敏霜,其特征在于:所述香附精油和霜剂基质的重量之比为3:100。

9. 根据权利要求7或8所述的香附精油抗敏霜,其特征在于:所述香附精油的制备方法为:取香附,加水加热提取,收集挥发油,即得;所述香附与水的质量体积比优选为1:(2~8)g/ml,更优选为1:5g/ml;所述加热温度为100℃;所述提取时间为3~7小时,优选为5小时。

10. 权利要求7~9任一项所述香附精油抗敏霜的制备方法,其特征在于:所述方法包括以下步骤:

(1) 将甘油聚醚、三乙醇胺、卡波姆、十二烷基硫酸钠、水混合,加热融化,得水相;

(2) 将羊毛脂、凡士林、硬脂酸混合,加热融化,得油相;

(3) 将香附精油、水相和油相混合均匀,凝固后即得;

优选的,步骤(1)中,所述加热温度为75~85℃;和/或,步骤(2)中,所述加热温度为75

～85℃；和/或，步骤(3)中，所述混合时的温度为75～85℃。

## 一种香附精油抗敏霜及其制备工艺

### 技术领域

[0001] 本发明属于药剂制备领域,具体涉及一种香附精油抗敏霜及其制备工艺。

### 背景技术

[0002] 常见的皮肤过敏反应在医学上称作超敏反应,又称变态反应,是指机体受到某些抗原刺激时,出现以生理功能紊乱或组织细胞损伤为主的异常的特异性免疫应答。随着全球生态环境的不断恶化,加上人们对皮肤健康意识的提高,皮肤敏感与刺激的感知率和关注度逐渐上升。据不完全统计,全球自我感觉敏感性肌肤的人群越来越多,其中男性占38%,女性占61%。因此,抗过敏化妆品受到了越来越广泛的关注。抗过敏化妆品的种类繁多,包括抗敏霜、抗敏乳液、抗敏面膜、抗敏洁面乳、抗敏沐浴露等等,其中,抗敏霜是一种霜剂,其由于使用方便、易携带、易储存等优点而被大多数人所接受。

[0003] 抗敏霜中包括抗敏活性成分和霜剂基质,其中,霜剂基质中通常包括乳化剂、增稠剂、保湿剂等成分,一般分为水相和油相。霜剂基质的成分和配比是影响抗敏霜的外观(比如光泽、细腻性、涂展性、成形性)和稳定性的关键因素。研究出一种稳定性、光泽度、细腻性、涂展性、成形性等综合性能优异的抗敏霜一直是本领域研究者的目标。

[0004] 抗敏霜中的抗敏活性成分是发挥抗过敏作用的成分。为了提高抗过敏化妆品对皮肤的安全性,从植物中提取得到的安全无毒的抗敏活性成分引起了人们的关注。

[0005] 香附是莎草科植物莎草 *Cyperus rotundus* L. 的干燥根茎,被称为“疏肝理气之良药”,在不断的研究中发现香附还具有治疗其他疾病的作用。早在《雷公炮制药性解》中曾提到香附有消风祛痒的功效,在现代研究中,相继有文献报道发现香附有抗过敏抗炎的作用。Jeong Ho Jin等(Anti-allergic activity of sesquiterpenes from the rhizomes of *Cyperus rotundus*. Archives of Pharmacal Research, 2011, 34(2).)研究了香附抗过敏作用的机制,并发现倍半萜类是其发挥抗过敏作用的主要成分。香附挥发油是香附根茎的主要活性部位,是生物活性挥发性次生代谢产物的主要来源,而香附挥发油的主要成分就是倍半萜类物质,如氧化倍半萜烯衍生物、倍半萜烯醛、倍半萜烯环氧化物、倍半萜烯炔和倍半萜烯酮。

[0006] 目前还没有将香附精油用来制备抗敏霜的报道,更没有报道给出如何制得稳定性、光泽度、细腻性、涂展性、成形性等综合性能优异的香附精油抗敏霜的启示。

### 发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供一种香附精油抗敏霜及其制备工艺。

[0008] 本发明提供了一种霜剂基质,它是由下述重量百分比的原料制得的:甘油聚醚2.00%~10.00%、三乙醇胺2.00%~4.00%、卡波姆0.10%~0.50%、十二烷基硫酸钠0.50%~2.00%、羊毛脂1.00%~5.00%、凡士林10.00%~30.00%、硬脂酸4.0%~20.00%,其余为水。

[0009] 进一步地,它是由下述重量百分比的原料制得的:甘油聚醚6.00%、三乙醇胺

3.00%、卡波姆0.20%~0.40%、十二烷基硫酸钠1.25%~1.75%、羊毛脂2.00%、凡士林10.00%~12.00%、硬脂酸10.00%~14.00%，其余为水；

[0010] 优选的，它是由下述重量百分比的原料制得的：甘油聚醚6.00%、三乙醇胺3.00%、卡波姆0.20%~0.39%、十二烷基硫酸钠1.25%~1.50%、羊毛脂2.00%、凡士林11.00%~11.49%、硬脂酸10.00%~14.00%，其余为水。

[0011] 进一步地，它是由下述重量百分比的原料制得的：甘油聚醚6.00%、三乙醇胺3.00%、卡波姆0.30%~0.39%、十二烷基硫酸钠1.25%~1.27%、羊毛脂2.00%、凡士林11.00%~11.49%、硬脂酸13.89%~14.00%，其余为水。

[0012] 进一步地，所述甘油聚醚为甘油聚醚-26；

[0013] 和/或，所述凡士林为白凡士林。

[0014] 进一步地，所述霜剂基质中还包括防腐剂，所述防腐剂的重量百分比为0.05%~0.20%，优选为0.10%，所述防腐剂优选为尼铂金甲酯。

[0015] 本发明还提供了上述霜剂基质的制备方法，所述方法包括以下步骤：

[0016] (1) 将甘油聚醚、三乙醇胺、卡波姆、十二烷基硫酸钠、水混合，加热融化，得水相；

[0017] (2) 将羊毛脂、凡士林、硬脂酸混合，加热融化，得油相；

[0018] (3) 将水相和油相混合均匀，凝固后即得；

[0019] 优选的，步骤(1)中，所述加热温度为75~85℃；和/或，步骤(2)中，所述加热温度为75~85℃；和/或，步骤(3)中，所述混合时的温度为75~85℃。

[0020] 本发明还提供了一种香附精油抗敏霜，它是由香附精油和霜剂基质组成的，霜剂基质如上所述，香附精油和霜剂基质的重量之比为(1~5):100。

[0021] 进一步地，所述香附精油和霜剂基质的重量之比为3:100。

[0022] 进一步地，所述香附精油的制备方法为：取香附，加水加热提取，收集挥发油，即得；所述香附与水的质量体积比优选为1:(2~8)g/ml，更优选为1:5g/ml；所述加热温度为100℃；所述提取时间为3~7小时，优选为5小时。

[0023] 本发明还提供了上述香附精油抗敏霜的制备方法，所述方法包括以下步骤：

[0024] (1) 将甘油聚醚、三乙醇胺、卡波姆、十二烷基硫酸钠、水混合，加热融化，得水相；

[0025] (2) 将羊毛脂、凡士林、硬脂酸混合，加热融化，得油相；

[0026] (3) 将香附精油、水相和油相混合均匀，凝固后即得；

[0027] 优选的，步骤(1)中，所述加热温度为75~85℃；和/或，步骤(2)中，所述加热温度为75~85℃；和/或，步骤(3)中，所述混合时的温度为75~85℃。

[0028] 本发明中，香附挥发油即香附精油。

[0029] 实验结果表明，本发明提供的霜剂基质光泽度、细腻性、涂展性、成形性好，外观、离心稳定性、耐寒性、耐热性和pH值的综合性能优异。以该霜剂基质与香附精油为原料制得的香附精油抗敏霜不仅具有前述优异的综合性能，还具有良好的抗敏效果，有效成分含量高，质量稳定，具有优异的长期储存稳定性，应用前景广阔。

[0030] 本发明霜剂基质与香附精油的制备方法简单、条件温和、耗时短，适合商业化生产。

[0031] 显然，根据本发明的上述内容，按照本领域的普通技术知识和惯用手段，在不脱离本发明上述基本技术思想前提下，还可以做出其它多种形式的修改、替换或变更。

[0032] 以下通过实施例形式的具体实施方式,对本发明的上述内容再作进一步的详细说明。但不应将此理解为本发明上述主题的范围仅限于以下的实例。凡基于本发明上述内容所实现的技术均属于本发明的范围。

### 具体实施方式

[0033] 本发明所用原料与设备均为已知产品,通过购买市售产品所得。

[0034] 实施例1:空白霜剂的制备

[0035] 空白霜剂由水相和油相组成,其中,水相组成为:甘油聚醚-26 6g、三乙醇胺3g、卡波姆0.39g、十二烷基硫酸钠1.27g、水61.96g;油相组成为:羊毛脂2g、白凡士林11.49g、硬脂酸13.89g。

[0036] 制备方法如下:将油相与水相分别在75~85℃水浴加热熔化,保温;然后在不断搅拌下将熔化后的油相加入水相,搅拌均匀、放凝固后即得空白霜剂。

[0037] 实施例2:香附精油抗敏霜的制备

[0038] 香附精油抗敏霜由霜剂基质和香附挥发油组成,香附挥发油的重量为霜剂基质重量的3%。

[0039] 霜剂基质由水相和油相组成,其中,水相组成为:甘油聚醚-26 6g、三乙醇胺3g、卡波姆0.39g、十二烷基硫酸钠1.27g、水61.96g;油相组成为:羊毛脂2g、白凡士林11.49g、硬脂酸13.89g。

[0040] 制备方法如下:

[0041] (1) 制备香附挥发油:取100g香附,加500ml水(料液比1:5g/ml),在100℃下提取5小时,收集挥发油,即得香附挥发油。

[0042] (2) 油相与水相分别在75~85℃水浴加热熔化,保温;将香附挥发油加入油相搅拌均匀,再在不停搅拌下将熔化后的水相加入油相,搅拌均匀、放凝固后即得香附精油抗敏霜。

[0043] 实施例3:空白霜剂的制备

[0044] 空白霜剂由水相和油相组成,其中,水相组成为:甘油聚醚-26 6g、三乙醇胺3g、卡波姆0.3g、十二烷基硫酸钠1.25g、水62.45g;油相组成为:羊毛脂2g、白凡士林11g、硬脂酸14g。

[0045] 制备方法同实施例1。

[0046] 实施例4:香附精油抗敏霜的制备

[0047] 香附精油抗敏霜由霜剂基质和香附挥发油组成,香附挥发油的重量为霜剂基质重量的3%。

[0048] 霜剂基质由水相和油相组成,其中,水相组成为:甘油聚醚-26 6g、三乙醇胺3g、卡波姆0.3g、十二烷基硫酸钠1.25g、水62.45g;油相组成为:羊毛脂2g、白凡士林11g、硬脂酸14g。

[0049] 制备方法同实施例2。

[0050] 以下通过实验例证明本发明的有益效果。

[0051] 实验例1:基质处方筛选实验

[0052] 1、实验对象

[0053] 按照表1所示的比例,以甘油聚醚-26(6g)、三乙醇胺(3g)、卡波姆(见表1)、十二烷基硫酸钠(见表1)、水(总重量100g,其余为水)为水相,以羊毛脂(2g)、白凡士林(见表1)、硬脂酸(见表1)为油相,参照实施例1的方法制得不同配方的未载药的霜剂基质(即空白霜剂)。

## [0054] 2、评价方法

[0055] (1) 外观:以霜剂的光泽,细腻性,涂展性,成形性为考察指标,在室温和非阳光直射下目测观察,测试霜剂的外观得分。外观得分=光泽\*5%+细腻性\*15%+细腻性\*60%+涂展性\*20%。

[0056] 光泽:白色为最佳100分,乳黄色80分,黄色为60分,棕色0分。

[0057] 细腻性:无颗粒状物、细小斑点、气泡100分;有少量颗粒状物、细小斑点、气泡80分;有大量颗粒状物和细小斑点、气泡60分;有块状物及白斑、气泡40分;全部结块0分。

[0058] 涂展性:基质极易涂抹且表面无白条100分;基质易涂抹,表面有少许白条残留80分;基质易涂布但表面有大量白条60分;基质不易涂布且表面有大量白条残留40分;基质黏度太大无法涂布0分。

[0059] 成形性:清爽湿润无油腻感且黏度刚好100分;轻微油腻且黏度刚好80分;轻微油腻但稍稀或稍微黏度大60分;轻微油腻且太稀40分;油腻且黏度大20分;非常油腻无法涂抹且黏度非常大0分。

[0060] (2) 离心稳定性:于离心管中注入试样约2/3高度(3.5ml)并装实,用塞子塞好。然后放入预先调节到38℃的电热恒温培养箱内,保持1 h后,立即移入离心机中,并将离心机调整到2000r/min的离心速度,离心30min取出观察霜剂有无分层现象。以总分100分为最高分进行评价,即离心稳定性得分=100-30(分层严重);得分=100-20(中等分层);得分=100-10(轻微分层)。(分层距离, $\leq 0.2$ ml的分层属于轻微分层, $0.2\sim 0.5$ ml分层为中等分层, $\geq 0.5$ ml分层属于严重分层)。

[0061] (3) 耐寒性:将试样倾入两只相同试管内,高度不超过80mm,塞上干净的塞子。把一支待验的试管置于预先调节至 $\sim 8^{\circ}\text{C}$ 的冰箱内,经24h后取出,恢复至室温后与另一支试管的试样进行目测比较有无粘结出水分层现象。以总分100分为最高分进行评价。霜剂的耐寒性得分=100-30(分层严重);得分=100-20(中等分层);得分=100-10(轻微分层)。(分层距离, $\leq 0.2$ ml的分层属于轻微分层, $0.2\sim 0.5$ ml分层为中等分层, $\geq 0.5$ ml分层属于严重分层)。

[0062] (4) 耐热性:将试样倾入两只相同试管内,高度不超过80mm,塞上干净的塞子。把一支待验的试管置于预先调节至40℃的恒温培养箱内,经24h后取出,恢复至室温后与另一支试管的试样进行目测比较有无油水分离现象。耐热性得分=100-30(分层严重);得分=100-20(中等分层);得分=100-10(轻微分层)。(分层距离, $\leq 0.2$ ml的分层属于轻微分层, $0.2\sim 0.5$ ml分层为中等分层, $\geq 0.5$ ml分层属于严重分层)。

[0063] (5) pH值测定:按GB/T13531.1-2008<sup>[9]</sup>中规定的方法测定(稀释法)霜剂pH值,称取霜剂1份(精确至0.1g),加入经煮沸冷却后的实验室用水9份,加热至80℃,冷却后过滤去除油块,进行测定。pH值的测定结果以两次测量的平均值表示,判断其是否符合标准GB/T29665-2013<sup>[10]</sup>中pH 4.0-8.5的要求。以总分100分为最高分进行评价,得分=100分( $4.5 < \text{pH} < 6.5$ );得分=80分( $4 \leq \text{pH} \leq 4.5$ 或 $6.5 \leq \text{pH} \leq 8.5$ );得分=0分( $\text{pH} < 4.0$ 或 $\text{pH} > 8.5$ )

[0064] (6) 综合得分=外观\*70%+离心稳定性\*5%+耐寒性5%+耐热性\*5%+pH值\*15%。  
总分100分。

[0065] 3、实验结果

[0066] 表1不同原料比例下所得霜剂基质的综合得分对比

| 编号 | A       | B       | C           | D        | 综合得分  |
|----|---------|---------|-------------|----------|-------|
|    | 卡波姆 (g) | 硬脂酸 (g) | 十二烷基硫酸钠 (g) | 白凡士林 (g) |       |
| 1  | 0.2     | 10      | 1.5         | 11       | 92.1  |
| 2  | 0.4     | 12      | 1.5         | 12       | 77.4  |
| 3  | 0.4     | 12      | 1.25        | 11       | 85.8  |
| 4  | 0.4     | 14      | 1.5         | 11       | 88.6  |
| 5  | 0.2     | 12      | 1.5         | 10       | 88.6  |
| 6  | 0.3     | 10      | 1.5         | 10       | 75.3  |
| 7  | 0.3     | 12      | 1.25        | 12       | 66.9  |
| 8  | 0.3     | 12      | 1.5         | 11       | 83.7  |
| 9  | 0.3     | 10      | 1.5         | 12       | 60.6  |
| 10 | 0.4     | 10      | 1.5         | 11       | 69    |
| 11 | 0.3     | 12      | 1.75        | 10       | 77.4  |
| 12 | 0.4     | 12      | 1.75        | 11       | 83.7  |
| 13 | 0.3     | 12      | 1.5         | 11       | 77.4  |
| 14 | 0.3     | 14      | 1.25        | 11       | 97    |
| 15 | 0.2     | 12      | 1.25        | 11       | 78.1  |
| 16 | 0.3     | 14      | 1.75        | 11       | 85.8  |
| 17 | 0.3     | 12      | 1.5         | 11       | 75.3  |
| 18 | 0.3     | 14      | 1.5         | 12       | 75.3  |
| 19 | 0.4     | 12      | 1.5         | 10       | 80.2  |
| 20 | 0.3     | 12      | 1.5         | 11       | 75.3  |
| 21 | 0.2     | 12      | 1.5         | 12       | 75.3  |
| 22 | 0.2     | 12      | 1.75        | 11       | 83.7  |
| 23 | 0.3     | 14      | 1.5         | 10       | 88.6  |
| 24 | 0.3     | 12      | 1.5         | 11       | 75.3  |
| 25 | 0.3     | 10      | 1.75        | 11       | 77.4  |
| 26 | 0.3     | 12      | 1.25        | 10       | 83.7  |
| 27 | 0.3     | 10      | 1.25        | 11       | 77.4  |
| 28 | 0.2     | 14      | 1.5         | 11       | 75.3  |
| 29 | 0.3     | 12      | 1.25        | 12       | 88.6  |
| 30 | 0.39    | 13.89   | 1.27        | 11.49    | 95.13 |

[0069] 由表1可以看出,以本发明特定种类的水相、油相组成的霜剂基质,当控制霜剂基质中甘油聚醚-26为6g、三乙醇胺为3g、羊毛脂为2g、卡波姆为0.2~0.4g、十二烷基硫酸钠为1.25~1.75g、白凡士林为10~12g、硬脂酸为10~14g、其余为水(霜剂基质总重量100g)时,所得霜剂基质外观、离心稳定性、耐寒性、耐热性和pH值的综合效果良好。

[0070] 当进一步控制卡波姆为0.3~0.4g、十二烷基硫酸钠为1.25~1.5g、白凡士林为10~11.49g、硬脂酸为13~14g时,所得霜剂基质外观、离心稳定性、耐寒性、耐热性和pH值的综合效果显著提高,综合评分均在80分以上。

[0071] 当进一步控制卡波姆为0.3~0.39g、十二烷基硫酸钠为1.25~1.27g、白凡士林为



11~11.49g、硬脂酸为13.89~14g时,所得霜剂基质外观、离心稳定性、耐寒性、耐热性和pH值的综合评分均在95分以上。

[0072] 实验例2:香附精油抗敏霜的载药量筛选实验

[0073] 1、实验对象

[0074] 以实验例1中序号30所示原料为霜剂基质处方,按照表2所示不同的载药量,参照实施例2的方法制得不同载药量的香附精油抗敏霜。

[0075] 载药量=香附挥发油的质量/霜剂基质的质量 $\times 100\%$

[0076] 2、评价方法

[0077] 同实验例1。

[0078] 3、实验结果

[0079] 表2不同载药量香附精油抗敏霜的综合评分结果

| [0080] | 载药量 | 色泽  | 细腻度 | 油腻性 | 涂展性 | 离心稳定性 | 耐寒性 | 耐热性 | pH值 | 综合得分 |
|--------|-----|-----|-----|-----|-----|-------|-----|-----|-----|------|
|        | 1%  | 100 | 100 | 80  | 80  | 100   | 100 | 100 | 80  | 85.8 |
| [0081] | 3%  | 80  | 100 | 80  | 100 | 100   | 100 | 100 | 80  | 87.9 |
|        | 5%  | 60  | 80  | 80  | 100 | 100   | 100 | 100 | 80  | 85.1 |

[0082] 从表2可以看出,当载药量为1%~5%时,所得香附精油抗敏霜外观、离心稳定性、耐寒性、耐热性和pH值的综合评价都较好,其中,当载药量为3%时,综合得分最高。

[0083] 说明本发明特定原料种类、特定原料比例组成的霜剂基质与3%载药量的香附挥发油制得的香附精油抗敏霜的综合效果最佳。

[0084] 实验例3:香附挥发油的抗敏效果

[0085] 1、实验方法

[0086] 利用对二硝基氯苯(DNCB)诱导的小鼠迟发型超敏反应(DTH)实验来研究香附挥发油(实施例2步骤(1)制得)的抗敏效果。具体操作如下:

[0087] 取昆明种小鼠30只,随机均分为空白对照组(K组)、模型组(M组)、香附挥发油低剂量组(D)、中剂量组(Z)、高剂量组(G)(12、16、20g/ml)、阳性对照组(Y组)。除空白对照组注射丙酮溶液外,其余各组每只小鼠背部皮下注射20 $\mu$ l 5%DNCB丙酮溶液致敏,各组以1ml/kg的剂量小鼠连续给药(涂抹香附挥发油)7日,1次/日(空白对照组、模型组给予等体积2%吐温溶液,阳性对照组给予盐酸多塞平乳膏0.117g/kg)。末次给药1h后,以1%DNCB溶液均匀涂于小鼠右耳,每只20 $\mu$ l,激发过敏反应,左耳为对照(空白对照组涂抹丙酮溶液)。涂耳24h后,脱颈椎处死小鼠,剪下双耳耳廓,以直径8mm打孔器摘取左右耳片称重,以两侧耳重的差值作为迟发型超敏反应值,计算肿胀度;摘取胸腺、脾脏称重,以10g体重小鼠的胸腺和脾重量表示脾指数和胸腺指数,并计算致敏潜伏期和抓挠次数。

[0088] 3、实验结果

[0089] 表3香附挥发油对小鼠迟发性过敏反应的影响( $X \pm s$ , n=10)

|        | 分组 | 动物只数/只 | 给药剂量      | 初始致敏潜伏期/S    | 初始抓挠次数/次    | 二次致敏潜伏期/S       | 二次抓挠次数/次     |
|--------|----|--------|-----------|--------------|-------------|-----------------|--------------|
| [0090] | K  | 5      | /         | 47.4±3.4     | 45.8±3.76   | 150.6±23.166    | △△31±3.209   |
|        | M  | 5      | /         | 52±9.726     | 29.6±2.731  | **26±5.167      | **85.4±3.655 |
|        | Y  | 4      | 0.117g/kg | 28±4.435     | 72.5±17.419 | **△△86.5±19.985 | *85.75±9.259 |
|        | D  | 5      | 12 g/ml   | **23.6±1.6   | 51.2±2.922  | **△70.6±11.192  | *△△54±3.209  |
|        | Z  | 5      | 16 g/ml   | **21.2±2.417 | 43.8±3.441  | **36±3.647      | 135±23.141   |
|        | G  | 4      | 20 g/ml   | 46.75±5.677  | 79±7.439    | **△83.25±11.339 | **75±4.021   |

[0091] 表3中,与空白对照组比较,\*\* $P<0.01$ ,\* $P<0.05$ ;与模型组比较,△△ $P<0.01$ ,△ $P<0.05$ 。

[0092] 结果如表3所示。与空白对照组比较,模型组、阳性对照组、香附挥发油低剂量组、中剂量组及高剂量组的二次致敏潜伏期都有所缩短,有显著性差异( $P<0.01$ );与模型组相比,阳性对照组与香附挥发油低剂量组的二次致敏潜伏期均有显著性差异,且相比于模型组,其余各给药组二次致敏潜伏期均有延长;二次致敏潜伏期与初次致敏潜伏期比较,除模型组潜伏期缩短外,其余各组潜伏期均有不同程度的延长;与空白对照组比较,除中剂量组外,其余各组二次抓挠次数均与其有显著性差异;二次抓挠次数与模型组比较,空白对照组与低剂量组均有显著性差异( $P<0.01$ ),抓挠次数均小于模型组。

[0093] 实验结果表明,本发明采用的香附挥发油对小鼠迟发性过敏反应的确具有抗敏效果。

[0094] 实验例4:香附挥发油、香附精油抗敏霜中香附烯酮的含量测定

[0095] 1、实验方法

[0096] 采用HPLC方法测试本发明实施例2制得的香附挥发油、实施例2制得的香附精油抗敏霜中的指标性成分香附烯酮的含量。

[0097] (1) 色谱条件:色谱柱kromasil C18(250mm×4.6ID);流动相为甲醇B—水A(68:32);流速为1.0ml/min;柱温为30℃;检验波长为242nm;进样量为10μl。

[0098] (2) 对照品溶液的制备:精密称取香附烯酮1.054mg,置于10ml容量瓶中,加甲醇适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,即,浓度为0.1054mg/ml的香附烯酮对照品液。

[0099] (3) 供试品溶液的制备:

[0100] a. 香附挥发油供试品溶液的制备:精密称取香附挥发油7mg,置25mL容量瓶中加甲醇定容,即得;

[0101] b. 香附精油抗敏霜供试品溶液的制备:精密称取香附精油抗敏霜0.2g,置容量瓶中加25ml甲醇溶解,密塞,称重,超声1h,放冷,称重用甲醇补足减失质量,摇匀滤过,取续滤液,即得。

[0102] (4) 香附烯酮标准曲线测试

[0103] 精密吸取浓度为0.1054mg/ml的香附烯酮对照品溶液,分别进样2、4、6、8、10、12μl,测定香附烯酮色谱峰峰面积。以对照品进样量(μg)为横坐标,色谱峰峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,计算回归方程和 $r^2$ 值。

[0104] 2、测试结果

[0105] 香附烯酮标准曲线为: $y=28.312x+0.0001$ ;相关系数 $r^2=1$ ;线性范围:0.2003μg~1.2021μg。

[0106] 利用上述方法测得本发明实施例2制得的香附挥发油中香附烯酮的含量为

26.585mg/g,本发明实施例2制得的香附精油抗敏霜中香附烯酮的含量为8.045mg/g。

[0107] 实验例5:香附精油抗敏霜的稳定性测试

[0108] 1、实验方法

[0109] (1) 按照实施例2的方法制得4批香附精油抗敏霜,分别加入0.1%的尼铂金甲酯(起防腐作用),将其在常温常压条件下放置30天。按照实验例1的方法评价香附精油抗敏霜放置前、后的外观、离心稳定性、耐寒性、耐热性和pH值,得放置前、后的综合得分。

[0110] (2) 按照实施例2的方法制得1批香附精油抗敏霜,分别加入0.1%的尼铂金甲酯(起防腐作用),将其在常温常压条件下放置24小时。采用实验例4的HPLC方法,分别在0h、2h、4h、6h、8h、12h、24h测试香附精油抗敏霜中香附烯酮的含量,评价其稳定性。

[0111] 2、实验结果

[0112] (1) 放置前,香附精油抗敏霜的综合得分平均值为96.07,放置30天后,香附精油抗敏霜的综合得分平均值为95.13,无明显变化。

[0113] (2) 在0h、2h、4h、6h、8h、12h、24h测得香附精油抗敏霜中香附烯酮峰面积的相对标准偏差RSD(n=7)为0.5703%,表明供试品溶液在24h内稳定。

[0114] 实验结果表明,本发明制得的香附精油抗敏霜长期存储稳定性好。

[0115] 综上,本发明提供了一种霜剂基质和该霜剂基质制得的香附精油抗敏霜。该霜剂基质光泽度、细腻性、涂展性、成形性好,外观、离心稳定性、耐寒性、耐热性和pH值的综合性能优异。以该霜剂基质与香附精油为原料制得的香附精油抗敏霜不仅具有前述优异的综合性能,还具有良好的抗敏效果,有效成分含量高,质量稳定,具有优异的长期储存稳定性,应用前景广阔。