

# PREPARATION OF BETA-CYCLODEXTRIN / JASMINE OIL INCLUSION COMPOUNDS FOR DURABLE FRAGRANT LEATHER

## PREPARAREA COMPLECȘILOR DE INCLUZIUNE ULEI DE IASOMIE ÎN BETA-CICLODEXTRINĂ PENTRU REALIZAREA PIEILOR CU PARFUM DURABIL

Xiaoyan ZHANG<sup>1</sup>, Wuyong CHEN<sup>1\*</sup>, Xiaoling LIU<sup>1</sup>, Yan XIA<sup>1</sup>, Carmen GAIDAU<sup>2</sup>

<sup>1</sup>National Engineering Laboratory for Clean Technology of Leather Manufacture, Sichuan University, Chengdu 610065, Sichuan, P.R. China

<sup>2</sup>Leather and Footwear Research Institute, 93, Ion Minulescu St, sector 3, 031215, Bucharest, Romania

### PREPARATION OF BETA-CYCLODEXTRIN/JASMINE OIL INCLUSION COMPOUNDS FOR DURABLE FRAGRANT LEATHER

**ABSTRACT.** In this research, inclusion compounds of jasmine oil and  $\beta$ -cyclodextrin ( $\beta$ -CD) were prepared by saturated solution stirring method and applied in fragrance finishing of leather. The influencing factors of efficiency and yield in inclusion process were studied by orthogonal experiment. The best conditions to obtain the highest inclusion efficiency and yield are as follows: the mass ratio of jasmine and  $\beta$ -CD is 1:8, the sintering temperature is 50°C, and the inclusion time is 3 h. The formation of inclusion compounds was investigated by Fourier transform-infrared (FT-IR), X-ray diffraction (X-RD), with the mechanical mixture of jasmine and  $\beta$ -CD as a control. The results show that jasmine could be successfully wrapped with  $\beta$ -CD. The thermodynamic property of inclusion compounds was tested by Thermal gravimetry (TG). It shows that the inclusion could enhance the thermal stability of jasmine oil. In addition, the inclusion compounds were used in finishing process for fragrant leather and the flavor concentration volatilized from treated leather was ranked by sensory test. The results indicate that the odor retention of leather treated with inclusion compounds is significantly better than that treated with jasmine oil alone.

**KEY WORDS:** leather, fragrance,  $\beta$ -cyclodextrin.

### PREPARAREA COMPLECȘILOR DE INCLUZIUNE ULEI DE IASOMIE ÎN BETA-CICLODEXTRINĂ PENTRU REALIZAREA PIEILOR CU PARFUM DURABIL

**REZUMAT.** În această cercetare, complecșii de inclusiune cu ulei de iasomie și  $\beta$ -ciclodextrină ( $\beta$ -CD) au fost preparați prin metoda agitării soluției saturate și au fost aplicati la finisarea cu parfum a pieilor. S-au studiat factorii care influențează eficiența și randamentul în procesul de inclusiune prin experiment ortogonal. Cele mai bune condiții pentru obținerea celor mai mari randamente de inclusiune sunt următoarele: raportul de masă al iasomiei și al  $\beta$ -CD este 1:8, temperatura de sinterizare este de 50°C, iar timpul de inclusiune este de 3 h. Formarea complecșilor de inclusiune a fost investigată prin spectroscopie IR cu transformată Fourier (FT-IR), difracție de raze X (X-RD), având ca martor amestecul mecanic de iasomie și  $\beta$ -CD. Rezultatele arată că iasomia a putut fi amestecată cu  $\beta$ -CD cu succes. Caracteristica termodinamică a complecșilor de inclusiune a fost testată prin analiza termogravimetrică (TG). Aceasta arată că inclusiunea ar putea crește stabilitatea termică a uleiului de iasomie. În plus, complecșii de inclusiune au fost utilizati în procesul de finisare pentru realizarea pieilor parfumate, iar concentrația parfumului volatilizat din pielea tratată a fost evaluată prin testul senzorial. Rezultatele indică faptul că menținerea mirosului pielii tratate cu complecși de inclusiune este semnificativ mai bună decât la pielea tratată doar cu ulei de iasomie.

**CUVINTE CHEIE:** piele, parfum,  $\beta$ -ciclodextrină.

### LA PRÉPARATION DES COMPLEXES D'INCLUSION AVEC DE L'HUILE DE JASMIN / BETA-CYCLODEXTRINE POUR CUIR PARFUMÉ DURABLE

**RÉSUMÉ.** Dans cette recherche, les complexes d'inclusion avec de l'huile de jasmin et de  $\beta$ -cyclodextrine ( $\beta$ -CD) ont été préparés en remuant la solution saturée et ils ont été appliqués au finissage du cuir au parfum. On a étudié les facteurs qui influent sur l'efficience et le rendement dans le processus de l'intégration par l'expérience orthogonale. Les meilleures conditions pour assurer une plus grande efficacité et rendement de l'inclusion sont les suivantes: le rapport de masse de jasmin et de  $\beta$ -CD est de 1:8, la température de frittage est de 50°C, et le temps d'inclusion est de 3 h. La formation de complexes d'inclusion a été étudiée par la spectrométrie IR avec transformée de Fourier (FT-IR), la diffraction des rayons X (X-RD) avec le mélange mécanique de jasmin et de  $\beta$ -CD pour contrôle. Les résultats montrent que le jasmin peut être mélangé avec  $\beta$ -CD avec succès. La propriété thermodynamique des complexes d'inclusion a été testée par l'analyse thermogravimétrique (TG). Cela montre que l'inclusion pourrait augmenter la stabilité thermique de l'huile de jasmin. En outre, les complexes d'inclusion ont été utilisés dans le procédé de finissage pour le cuir parfumé et la concentration des arômes volatilisés du cuir traité a été évaluée par le test sensoriel. Les résultats indiquent que le maintien de l'odeur du cuir traité avec des complexes d'inclusion est nettement meilleur que dans le cuir traité uniquement avec de l'huile de jasmin.

**MOTS CLÉS:** cuir, parfum,  $\beta$ -cyclodextrine.

## INTRODUCTION

With the improvement of life quality, consumers are more and more interested in fragrance leather products which have lasting pleasant odor. Recently, as a non-toxic and flavour additive,  $\beta$ -cyclodextrin inclusion complex has been extensively studied. The

## INTRODUCERE

O dată cu îmbunătățirea calității vieții, consumatorii sunt din ce în ce mai interesați de produsele din piele parfumată cu miros plăcut, de durată. S-a studiat recent complexul de inclusiune  $\beta$ -ciclodextrină ca aditiv non-toxic și aromat. Rata de

\* Correspondence to: Wuyong CHEN, National Engineering Laboratory for Clean Technology of Leather Manufacture, Sichuan University, Chengdu 610065, Sichuan, P.R. China, email: wuyong.chen@163.com

release rate of perfume covered by  $\beta$ -cyclodextrin can be controlled and turned slow. Therefore, the flavor last time could be longer compared with perfume alone. Perfume  $\beta$ -cyclodextrin inclusion has been widely applied in textile [1], food [2], tobacco [3], cosmetics [4] etc. However, research about perfume  $\beta$ -cyclodextrin inclusion for leather fragrance finishing has not yet been found.

In this research, the leather fragrance finishing agent will be prepared by inclusion compounds of jasmine oil and  $\beta$ -cyclodextrin. The formation of inclusion compounds was investigated by Fourier transform-infrared (FT-IR), X-ray diffraction (X-RD), with the mixture of jasmine and  $\beta$ -CD as a control. The thermodynamic property of inclusion compounds was tested by Thermal gravimetry (TG). Then the application effect of jasmine and  $\beta$ -cyclodextrin inclusion in leather finishing was evaluated.

## EXPERIMENTAL

### Materials

The jasmine perfume was purchased from CARBONNEL S.A Company, Spain; ethanol (GR) and  $\beta$ -cyclodextrin (CD) were purchased from Kelon Chemical Company, Chengdu, China.

### Preparation of Inclusion Complexes

The inclusion was prepared by saturated solution stirring method. In the first series of experiments,  $\beta$ -CD was completely dissolved in water (form saturated solution) keep constant in a round flask. Jasmine previously diluted using ethanol was then dropped into the  $\beta$ -CD saturated solution and stirred for some hours, and then transferred to refrigerator (below 4°C) to store for above 12 hours. Finally, after filtrating, the sediment was washed with little deionized water and ethanol, and dried at a 40°C oven. Dried samples were sealed in plastic bags to protect them against changes in humidity.

In order to optimize the process condition, a series of orthogonal experiments were designed. The efficiency and yield of inclusion were as indexes, and the main factors selected were the stirring time (A), the ratio of jasmine oil and  $\beta$ -CD (B), the dropped rate of the

eliberare a parfumului în prezență  $\beta$ -ciclodextrinei poate fi controlată și încetinită. Prin urmare, aroma ar putea fi dura mai mult decât în cazul în care s-ar aplica doar parfumul. Includerea parfumului în prezență  $\beta$ -ciclodextrinei a fost aplicată pe scară largă în textile [1], în produse alimentare [2], în tutun [3], în cosmetice [4] etc. Cu toate acestea, nu există încă cercetări cu privire la incluziunile parfum în  $\beta$ -ciclodextrină pentru finisarea cu parfum a pieilor.

În această lucrare de cercetare, se va prepara agentul de finisare cu parfum a pieilor prin complecșii de ulei de iasomie și  $\beta$ -ciclodextrină. Formarea complecșilor de inclusiune a fost investigată prin spectroscopie IR cu transformată Fourier (FT-IR), difracție de raze X (X-RD), având ca martor amestecul de iasomie și  $\beta$ -CD. Caracteristica termodinamică a complecșilor de inclusiune a fost testată prin termogravimetrie (TG), apoi s-a evaluat efectul aplicării complecșilor de inclusiune iasomie și  $\beta$ -ciclodextrină la finisarea pielii.

## PARTEA EXPERIMENTALĂ

### Materiale

Parfumul de iasomie a fost achiziționat de la firma CARBONNEL S.A, Spania; etanolul (GR) și  $\beta$ -ciclodextrinele (CD) au fost achiziționate de la Kelon Chemical Company, Chengdu, China.

### Prepararea complecșilor de inclusiune

Complecșii de inclusiune au fost preparați prin metoda agitării soluției saturate. În prima serie de experimente,  $\beta$ -CD s-a dizolvat complet într-un balon cu apă (sub formă de soluție saturată), cu agitare constantă. Extractul de iasomie diluat în prealabil în etanol a fost introdus prin picurare în soluția saturată de  $\beta$ -CD și s-a agitat timp de câteva ore, apoi a fost păstrată la rece (sub 4°C) timp de peste 12 ore. La final, după filtrare, sedimentul s-a spălat cu puțină apă deionizată și etanol, și s-a uscat într-o etuvă la 40°C. Probele uscate au fost sigilate în pungi de plastic pentru a le proteja împotriva modificărilor de umiditate.

Pentru a optimiza condițiile procesului, s-au conceput o serie de experimente ortogonale. Eficiența și randamentul de inclusiune au fost indicii experimentului, iar principalii factori selectați au fost: timpul de agitare (A), raportul dintre uleiul de iasomie și  $\beta$ -CD (B), raportul

jasmine ethanol solution (C) and the system temperature (D). Details of the four factors in the experiments are described in Table 1.

dintre numărul de picături de iasomie și etanol (C) și temperatura sistemului (D). Detaliile celor patru factori în cadrul experimentelor sunt descrise în Tabelul 1.

Table 1: Levels and factors of orthogonal experiment  $L_{16}(4^4)$   
Tabelul 1: Nivelurile și factorii experimentului ortogonal  $L_{16}(4^4)$

Factor <i>Factor</i>	Level <i>Nivel</i>			
	1	2	3	4
A (h)	1.0	1.5	2.0	3.0
B (Jasmine/β-CD mass ratio) <i>B (raportul de masă iasomie/β-CD)</i>	1:10	1:8	1:6	1:4
C (s/drop) <i>C (s/picătură)</i>	1	3	5	7
D (°C)	30	40	50	60

#### Evaluation of Jasmine Inclusion Efficiency and Yield by GC-MS

The efficiency of inclusion (%) is defined as the degree of jasmine wrapped by β-CD in the method, and calculated using the following formula:

$$E (\%) = \frac{m_{total}}{m_{added}} \times 100\% \quad (1)$$

where  $m_{total}$  is the total amount of jasmine in the inclusion,  $m_{added}$  is the amount of jasmine added.

The yield of inclusion (%) refers to the mass ratio of the dried inclusion ( $m_{inclus}$ ) to the β-CD and jasmine before used ( $m_{\beta-CD} + m_{jas}$ ).

#### Evaluarea eficienței și randamentului de incluziune a iasomiei prin GC-MS

Eficiența incluziunii (%) este definită ca fiind cantitatea de extract de iasomie acoperit de β-CD prin metoda utilizată, și se calculează utilizând următoarea formulă:

$$Y (\%) = \frac{m_{inclus}}{m_{\beta-CD} + m_{jas}} \times 100\% \quad (2)$$

#### Standard Curve of Jasmine Oil by GC-MS

Standard solution containing 0, 10, 20, 40, 80, 120 $\mu$ g mL<sup>-1</sup> jasmine oil was prepared. 1 $\mu$ L of standard

unde  $m_{total}$  este cantitatea totală de extract de iasomie din complecșii de incluziune,  $m_{added}$  este cantitatea de extract de iasomie adăugată.

Randamentul de incluziune (%) se referă la raportul de masă al incluziunii uscate ( $m_{inclus}$ ) față de β-CD și iasomie înainte de utilizare ( $m_{\beta-CD} + m_{jas}$ ).

#### Determinarea curbei standard a uleiului de iasomie prin GC-MS

S-a preparat soluția standard conținând 0, 10, 20, 40, 80, 120 $\mu$ g mL<sup>-1</sup> ulei de iasomie. 1 $\mu$ L din soluțiile

solution was respectively injected in Trace GC/DSQ (Thermo Electron Company, USA) gas chromatograph interfaced to a mass spectrometer (GC-MS). The acetic acid benzyl ester (which is the main component of jasmine oil) was isolated and then identified with XcaliburTM software, combining NIST2005 spectrum database. The integrated peak area of acetic acid benzyl ester in gas chromatogram was in linear relationship with the concentration of jasmine oil solution.

#### *Determination of the Total Amount of Jasmine Oil in Inclusion*

Jasmine inclusion (1.0 g) was extracted in 50 mL ethanol for 2 hours and then filtered. The filtrate was collected in 100 ml graduated flask and ethanol was added to make the volume up to exactly 100 ml. The jasmine oil content could then be determined according to the acetic acid benzyl ester GC-MS standard curve.

#### **Identification of Jasmine Inclusion**

The formation of inclusion compounds was investigated by Fourier transform-infrared (FT-IR), X-ray diffraction (X-RD), with the mixture of jasmine and  $\beta$ -CD as a control. The thermodynamic property of inclusion compounds was tested by Thermal gravimetry (TG).

A mechanical mixture was prepared by adding jasmine oil to  $\beta$ -CD. The jasmine/ $\beta$ -CD mass ratio was maintained as described for inclusion complex preparation.

#### **Application of Jasmine Inclusion on Leather Finishing**

Jasmine inclusion was applied in ground, middle and top coating of automotive leather. And then the leathers treated with jasmine inclusion and jasmine oil were heated in oven at 50°C for 4 h. The leather samples were smelled directly, and the leather odor was evaluated by using sensory test.

## **RESULTS AND DISCUSSION**

#### **Optimization of the Condition for Inclusion**

The orthogonal experiment results and their range analysis are shown in Table 2, respectively using

standard au fost injectate în cromatograful de gaze Trace GC/DSQ (Thermo Electron Company, SUA) conectat la spectrometrul de masă (GC-MS). Esterul acetic de benzil (principalul component al uleiului de iasomie) a fost izolat și apoi identificat utilizând programul XcaliburTM, combinând baza de date a spectrelor NIST2005. Regiunea picurilor integrate ale esterului acetic de benzil în cromatogramă s-a aflat în relație liniară cu concentrația soluției de ulei de iasomie.

#### *Determinarea cantității totale de ulei de iasomie în complecșii de incluziune*

Cantitatea de iasomie din complecșii de incluziune (1,0 g) s-a extras în 50 mL etanol timp de 2 ore, apoi s-a filtrat. Filtratul a fost colectat într-un balon gradat de 100 ml și s-a adăugat etanol pentru a aduce volumul exact la 100 ml. Apoi a putut fi determinat conținutul de ulei de iasomie din curba de etalonare GC-MS pentru esterul acetatului de benzil.

#### **Identificarea complecșilor de incluziune ai iasomiei**

Formarea complecșilor de incluziune a fost investigată prin spectroscopie IR cu transformată Fourier (FT-IR), difracție de raze X (X-RD), având ca martor amestecul de iasomie și  $\beta$ -CD. Caracteristica termodinamică a complecșilor de incluziune a fost testată prin termogravimetrie (TG).

Un amestec mecanic a fost preparat adăugând ulei de iasomie la  $\beta$ -CD. Raportul de masă iasomie /  $\beta$ -CD s-a menținut după cum s-a descris mai sus pentru prepararea complecșilor de incluziune.

#### **Aplicarea complexului de incluziune cu iasomie la finisarea pieilor**

S-a aplicat complexul de incluziune cu iasomie în stratul de bază, intermediu și de fixare al finisajului pieilor de tapițerie pentru automobile. Apoi pielea tratată cu complecșii de incluziune cu ulei de iasomie a fost menținută în etuvă la 50°C timp de 4 h. Probele de piele au fost evaluate direct din punct de vedere olfactiv, prin testul senzorial.

## **REZULTATE ȘI DISCUȚII**

#### **Optimizarea condițiilor pentru incluziune**

Rezultatele experimentului ortogonal și analiza domeniului de valori sunt prezentate în Tabelul 2, utilizând

efficiency and yield of inclusion as index.

ca indici eficiență și randamentul de incluziune.

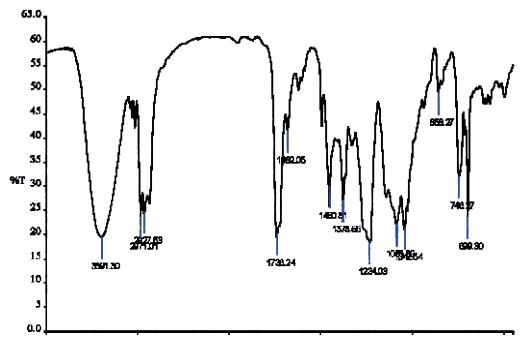
Table 2: Design of experiments and interpretation of results  
Tabelul 2: Conceperea experimentelor și interpretarea rezultatelor

No. Nr.	A	B	C	D	Yield (%) Randament (%)	Efficiency (%) Eficiență (%)
1	1	1	1	1	45.21	13.83
2	1	2	2	2	48.93	27.99
3	1	3	3	3	56.20	35.32
4	1	4	4	4	47.54	25.22
5	2	1	2	3	68.24	44.11
6	2	2	1	4	54.93	46.14
7	2	3	4	1	46.87	29.34
8	2	4	3	2	49.64	29.80
9	3	1	3	4	50.57	32.22
10	3	2	4	3	71.71	62.64
11	3	3	1	2	51.40	33.82
12	3	4	2	1	55.92	25.23
13	4	1	4	2	63.73	47.47
14	4	2	3	1	80.83	38.12
15	4	3	2	4	56.45	57.63
16	4	4	1	3	70.15	65.91
K1	49.47	56.93	55.42	57.20		
K2	54.92	64.09	57.38	53.42		
K3	57.39	52.72	59.31	66.57		
K4	67.79	55.81	57.46	52.37		
Range/Domeniu	18.32	11.37	3.89	14.21		
k1	25.59	34.41	39.92	26.63		
k2	37.35	43.73	38.74	34.77		
k3	38.48	39.03	33.86	51.99		
k4	52.29	36.54	41.17	40.30		
Range/Domeniu	26.70	9.32	7.31	25.36		

From the range analysis we can see that the sequence of the four main influencing factors (according to the contribution to the efficiency and yield of inclusion) was A> D> B> C, and the optimal conditions to obtain the highest efficiency and yield of inclusion are as follows: the mass ratio of jasmine and  $\beta$ -CD is 1:8, the sintering temperature is 50°C, and the inclusion time is 3 h.

### Identification of Jasmine Inclusion

#### Fourier Transform-Infrared Spectra

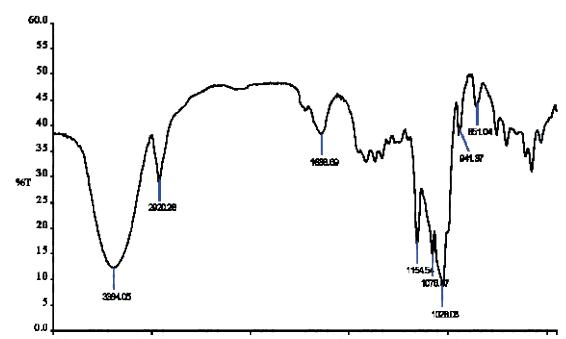


a

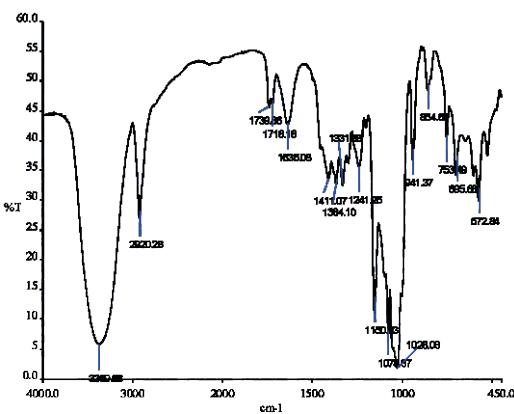
Din analiza domeniului de valori se observă că secvența celor patru factori de influență principali (conform contribuției la eficiență și randamentul de incluziune) a fost A>D>B>C, iar condițiile optime pentru obținerea celor mai mari eficiențe și randamente de incluziune sunt următoarele: raportul de masă iasomie :  $\beta$ -CD este 1:8, temperatura de sinterizare este de 50°C, iar timpul de incluziune este de 3 h.

#### Identificarea iasomiei în complexii de incluziune

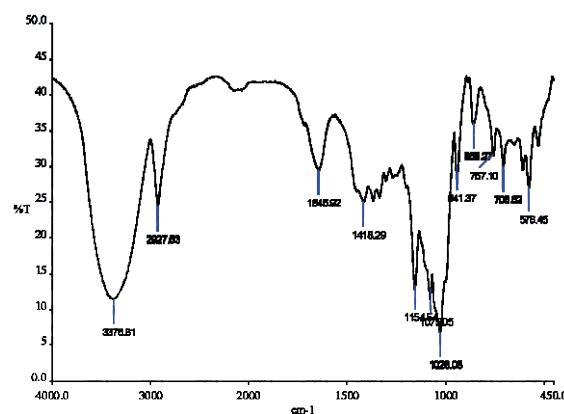
#### Spectrele IR cu transformată Fourier



b



c



d

Figure 1. FT-IR spectra of system of  $\beta$ -CD and jasmine oil  
a. jasmine oil; b.  $\beta$ -CD; c. jasmine /  $\beta$ -CD inclusion; d. mechanical mixture

Figura 1. Spectrele FT-IR ale sistemului de  $\beta$ -CD și ulei de iasomie  
a. ulei de iasomie; b.  $\beta$ -CD; c. complexii de incluziune iasomie /  $\beta$ -CD; d. amestec mecanic

The FT-IR spectra of jasmine,  $\beta$ -CD, jasmine inclusion and mixture are shown in Figure 1. There are three characteristic peaks in FT-IR spectra of jasmine oil. One located at  $3400\text{ cm}^{-1}$ , which occurs because of O-H stretching vibration, and the second one centered at  $1736\text{ cm}^{-1}$ , attributed to C=O stretching vibration, the third one at  $1234\text{ cm}^{-1}$ , depending on C-O stretching vibration (Figure 1, a).  $\beta$ -CD presents two characteristic peaks depending on O-H stretching vibration at  $3384\text{ cm}^{-1}$  and cyclodextrin ring vibration at  $1638\text{ cm}^{-1}$  (Figure 1, b). However, FT-IR spectrum of mixture is a superposition of  $\beta$ -CD and jasmine oil, just the peak intensity at  $1736\text{ cm}^{-1}$  which is the characteristic weakened peak of jasmine oil (Figure 1, d). But FT-IR spectrum of inclusion is different from the mixture. Particularly, the stretching vibration of C=O at  $1736\text{ cm}^{-1}$ , and C-O at  $1234\text{ cm}^{-1}$  as the characteristic peaks of jasmine oil FT-IR spectra disappeared. Moreover, the  $1638\text{ cm}^{-1}$  which is  $\beta$ -CD ring skeleton vibration wavelength shifted toward  $1645\text{ cm}^{-1}$  (Figure 1, c). These indicate that the molecule of jasmine main compound embedded in the hydrophobic cavity of  $\beta$ -CD, so that the characteristic peaks of jasmine were buried. Also, the above results preliminarily suggested the inclusion action indeed occurred.

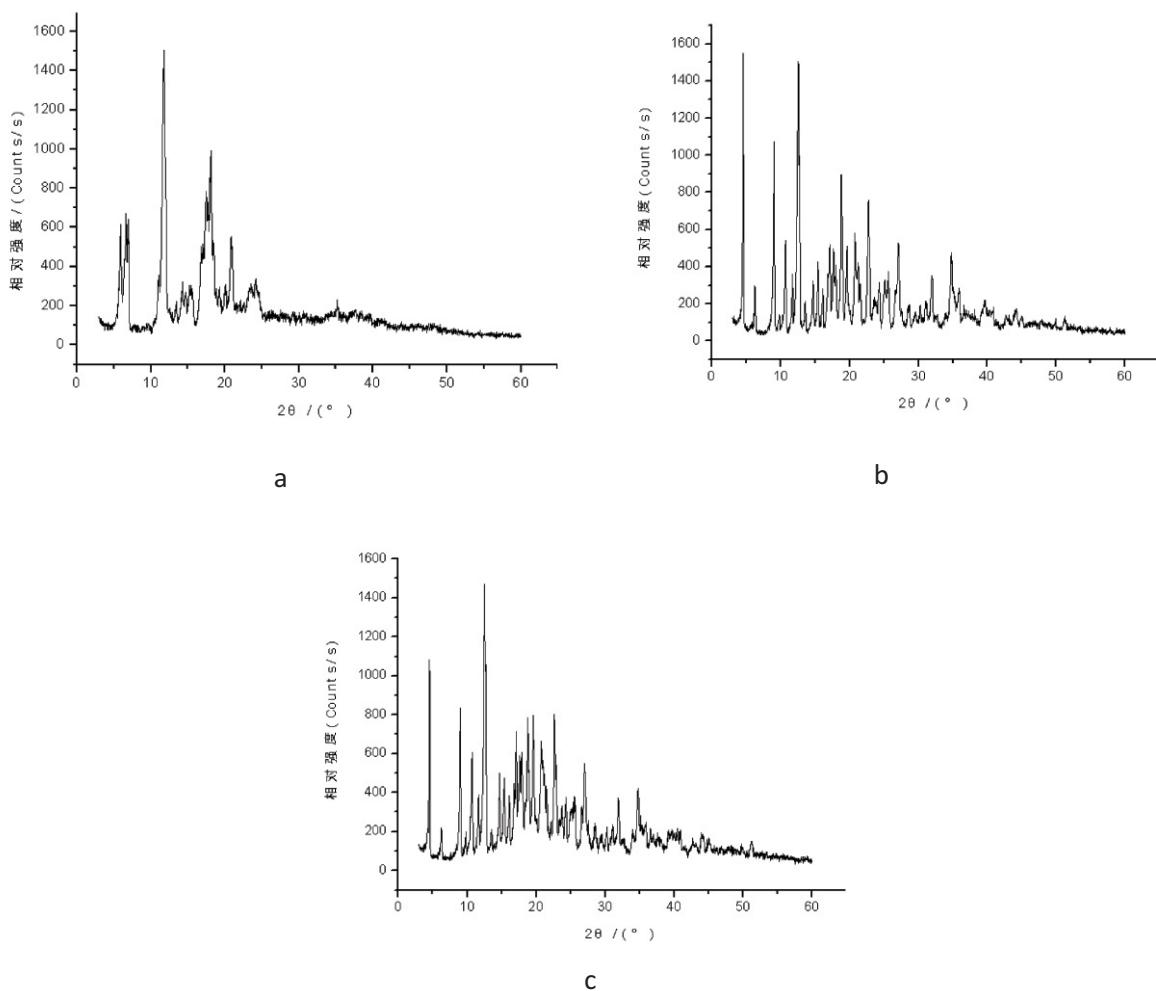
#### X-ray Diffraction Spectra

The X-RD pattern of jasmine inclusion,  $\beta$ -CD and mechanical mixture are shown in Figure 2. It can be seen that regardless of the diffraction peak position, intensity or number, the X-RD pattern of mechanical mixture is almost similar to that of  $\beta$ -CD, but significantly different from that of jasmine inclusion. Furthermore, the main diffraction peak of  $\beta$ -CD does not exist in inclusion X-RD pattern, otherwise the diffraction angle would be altered. The results show that the crystal configuration of  $\beta$ -CD changed greatly before and after inclusion. It also indicates that the jasmine inclusion is not a simple mechanical mixture, but a new phase which is different from  $\beta$ -CD and jasmine mechanical mixture.

Spectrele FT-IR ale iasomiei, ale  $\beta$ -CD, ale extractului de iasomie și ale amestecului sunt indicate în Figura 1. Există trei picuri caracteristice în spectrele FT-IR ale uleiului de iasomie. Unul din acestea este localizat la  $3400\text{ cm}^{-1}$ , care apare datorită vibrației de întindere O-H, iar al doilea la  $1736\text{ cm}^{-1}$ , atribuit vibrației de întindere C=O, al treilea se află la  $1234\text{ cm}^{-1}$ , determinat de vibrația de întindere C-O (Figura 1, a).  $\beta$ -CD prezintă două picuri caracteristice determinate de vibrația de întindere O-H la  $3384\text{ cm}^{-1}$  și de vibrația inelului ciclodextrinei de la  $1638\text{ cm}^{-1}$  (Figura 1, b). Cu toate că spectrele FT-IR ale amestecului de  $\beta$ -CD și ulei de iasomie se suprapun, se observă intensitatea picului de la  $1736\text{ cm}^{-1}$ , caracteristică uleiului de iasomie, de intensitate redusă (Figura 1, d). Spectrul FT-IR al complecșilor de incluziune este diferit de cel al amestecului. Se observă mai ales că au dispărut vibrațiile de întindere C=O de la  $1736\text{ cm}^{-1}$  și C-O de la  $1234\text{ cm}^{-1}$ , care reprezintă picuri caracteristice ale spectrului FT-IR al uleiului de iasomie. Mai mult decât atât, lungimea de undă a vibrației inelului  $\beta$ -CD de la  $1638\text{ cm}^{-1}$  s-a deplasat spre  $1645\text{ cm}^{-1}$  (Figura 1, c). Acestea indică faptul că molecula complexului principal de iasomie a fost încorporată în cavitatea hidrofobă a  $\beta$ -CD, astfel încât picurile caracteristice ale iasomiei nu se mai văd. Rezultatele de mai sus au sugerat ca o concluzie preliminară că incluziunea a avut loc într-adevăr.

#### Difracția de raze X

Spectrul X-RD al incluziunii iasomiei, al  $\beta$ -CD și al amestecului mecanic este prezentat în Figura 2. Se poate observa că, indiferent de poziția, intensitatea sau numărul picurilor de difracție, spectrul X-RD al amestecului mecanic este aproape identic cu cel al  $\beta$ -CD, dar diferă în mod semnificativ de cel al complexului de incluziune cu iasomie. Mai mult, picul de difracție principal al  $\beta$ -CD nu există în spectrul X-RD al incluziunii, altfel, unghiul de difracție s-ar fi modificat. Rezultatele arată schimbarea foarte mare a configurației cristalului de  $\beta$ -CD înainte și după incluziune. Acestea indică, de asemenea, că incluziunea iasomiei nu este un amestec mecanic simplu, ci o nouă fază, diferită de  $\beta$ -CD.

Figure 2. XRD spectra of system of  $\beta$ -CD and jasmine oila. jasmine inclusion; b.  $\beta$ -CD; c. mechanical mixture of  $\beta$ -CD and jasmine oilFigura 2. Curba XRD a sistemului de  $\beta$ -CD și ulei de iasomiea. complexul de incluziune cu iasomie; b.  $\beta$ -CD; c. amestec mecanic de  $\beta$ -CD și ulei de iasomie

### Thermal Analysis

$\beta$ -CD, jasmine inclusion, mechanical mixture and jasmine oil were subjected to TG analysis. Figure 3 shows the TG curves of the materials. It can be seen that the jasmine oil evaporated slowly from 30°C and exhausted up to 140°C (Figure 3, curve 4). As to the TG curve of the jasmine  $\beta$ -CD inclusion, a mass loss (18.18%) was recorded before 140°C, there was also no mass change observed in the interval between 120 and 240°C, while in the interval between 269.6 and 286.6°C, a small mass loss (2.87%) was detected and can be attributed to the release of oil from its inclusion (Figure 3, curve 2). The curve of mechanical mixture is between

### Analiza termică

$\beta$ -CD, extractul de iasomie, amestecul mecanic și uleiul de iasomie au fost supuse analizei TG. Figura 3 prezintă curbele TG ale materialelor. Se poate observa că uleiul de iasomie s-a evaporat lent de la 30°C și s-a epuizat până la 140°C (Figura 3, curba 4). În ceea ce privește curba TG a complexului de incluziune iasomie și  $\beta$ -CD, s-a înregistrat o pierdere de masă (18,18%) înainte de 140°C; de asemenea, nu s-a observat nicio modificare a masei în intervalul 120-240°C, în timp ce în intervalul 269,6-286,6°C, s-a detectat o mică pierdere de masă (2,87%), care poate fi atribuită eliberării uleiului din complexul de incluziune (Figura 3, curba 2). Curba amestecului mecanic se află între curbele

guest and host curves, from room temperature to 140°C, 30.12% mass loss was recorded and more than that of inclusion in this interval, which indicates the thermal stability of the mechanical mixture is worse than that of inclusion (Figure 3, curve 3). In a word, the inclusion could enhance the thermal stability of jasmine oil.

oaspete și gazdă, de la temperatura camerei la 140°C, s-a înregistrat o pierdere de masă de 30,12%, mai mare decât cea a complecșilor de incluziune în acest interval, ceea ce indică faptul că stabilitatea termică a amestecului mecanic este mai slabă decât cea a complecșilor de incluziune (Figura 3, curba 3). Într-un cuvânt, incluziunea ar putea îmbunătăți stabilitatea termică a uleiului de iasomie.

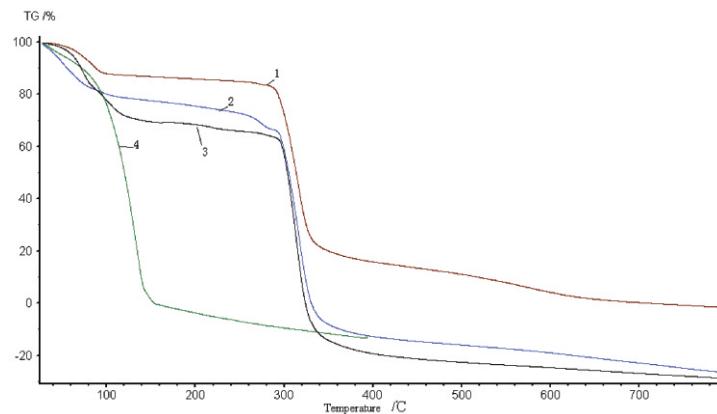


Figure 3. TG curves of the system of  $\beta$ -CD and jasmine oil  
1.  $\beta$ -CD; 2. jasmine inclusion; 3. mechanical mixture; 4. jasmine oil  
Figura 3. Curvele TG ale sistemului de  $\beta$ -CD și ulei de iasomie  
1.  $\beta$ -CD; 2. extract de iasomie; 3. amestec mecanic; 4. ulei de iasomie

## Application of Jasmine Inclusion on Leather Finishing

It can be found that whatever jasmine inclusion applied in the ground, middle or top coating materials, with the dosage increase, the rank of flavor concentration volatilized from treated leather is raised. Besides, it can be found that the odor retention of leather treated with inclusion compounds is significantly better than that treated by jasmine oil alone, particularly, this rule of leather samples applied in top coating is more obvious, which indicates that jasmine inclusion is a material that can control flavor release and make the odor preservation time longer.

## CONCLUSIONS

This study presents the preparation of jasmine  $\beta$ -CD inclusion and application in finishing for durable

## Aplicarea complecșilor de incluziune cu iasomie la finisarea pieilor

Se poate constata că indiferent de modul de aplicare al complecșilor de incluziune cu iasomie în stratul de bază, intermediar sau de fixare al finisajului pieilor, cu creșterea concentrației aplicate, crește nivelul concentrației parfumului volatilizat din pielea tratată. În plus, păstrarea parfumului pielii tratate cu complecși de incluziune este semnificativ mai bună decât la piele tratate doar cu ulei de iasomie; această regulă a fost valabilă în special la aplicarea lor în stratul de fixare. Complecșii de incluziune cu iasomie reprezintă un material care permite eliberarea controlată a parfumului și conservarea pe termen mai lung în piele.

## CONCLUZII

Studiul prezintă prepararea complecșilor de incluziune iasomie și  $\beta$ -CD și aplicarea acestora la finisarea pieilor pentru realizarea pieilor cu parfum durabil. S-au

fragrant leather. The optimal conditions for the highest inclusion efficiency and yield are obtained. The inclusion was indeed formed and could enhance the thermal stability of jasmine oil. The results indicate the inclusion is a new alternative for manufacturing durable fragrant leather.

#### Acknowledgements

The authors wish to thank the Ministry of Science and Technology of China and the Science and Technology Bureau of Sichuan Province for financial support (Item No. 2009DFA42850 and 2009HH0004).

determinat condițiile optime pentru cea mai bună eficiență și cel mai mare randament de incluziune. Incluziunea s-a realizat și a îmbunătățit stabilitatea termică a uleiului de iasomie. Rezultatele indică faptul că utilizarea complecșilor de incluziune reprezintă o nouă alternativă pentru fabricarea pielii cu parfum durabil.

#### Mulțumiri

Autorii doresc să mulțumească Ministerului Științei și Tehnologiei din China și Biroului Științei și Tehnologiei din Provincia Sichuan pentru sprijin finanțier (articole nr. 2009DFA42850 și 2009HH0004).

## REFERENCES

1. Chen, L., Wang, C., "Application of Cyclodextrins in Textile Processing", *Textile Auxiliaries*, **2009**, 26(3), 6-9.
2. Zong, W., Miao, R., Yuan, W., "Application of Cyclodextrin in Food Industry", *J. Food Eng.*, **2009**, (9), 13-14.
3. Li, F., Liu, Z., "Several Essence and Flavor of Microencapsulation and its Application in Tobacco", *Michihiko Hygiene*, Kunming Institute of Technology, **2009**, 31(3), 34-36.
4. Valerian, T.D. et al., "Introduction and General Overview of Cyclodextrin Chemistry", *J. Chem. Rev.*, **1998**, 98(5), 1731.