



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103861536 A

(43) 申请公布日 2014. 06. 18

(21) 申请号 201210550360. X

(22) 申请日 2012. 12. 18

(71) 申请人 香港理工大学

地址 中国香港九龙红磡

(72) 发明人 李鹏 汪国成 区伟文 钟慧仪

(74) 专利代理机构 深圳市顺天达专利商标代理有限公司 44217

代理人 郭伟刚

(51) Int. Cl.

B01J 13/04 (2006. 01)

D06M 23/12 (2006. 01)

D06M 11/76 (2006. 01)

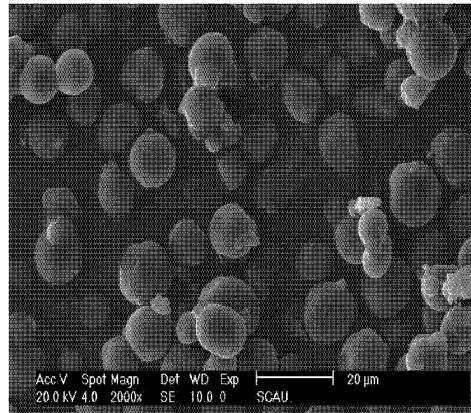
权利要求书1页 说明书10页 附图9页

(54) 发明名称

艾叶油复合微胶囊及其制备方法及多功能纺织品制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种艾叶油复合微胶囊，包括囊心原料和囊壁原料，其质量比为1:4~1:2，所述囊壁原料包括海藻酸钠和明胶，其质量比为1:2~1:8。本发明还提供了微胶囊制备方法，采用喷雾干燥法简单易行，条件温和，易生产；微胶囊制备以水为溶剂，避免使用有机溶剂所造成环境污染。本发明还提供了多功能纺织品制备方法，采用2D树脂做防皱交联剂，一方面通过化学键2D树脂发挥着桥梁嫁接作用，将复合微胶囊接枝到纺织品上，制得多功能纺织品；另一方面2D树脂释放的游离甲醛对微胶囊囊壁进行交联固化，降低整理纺织品的甲醛释放量，增加微胶囊囊壁的密封性，延长作用时间，经整理后纺织品上的微胶囊不溶于水，也提高了纺织品的耐水洗性。



1. 一种艾叶油复合微胶囊，其特征在于，包括囊心原料和囊壁原料，所述囊心原料与囊壁原料的质量比为 1:4~1:2。
2. 根据权利要求 1 所述的艾叶油复合微胶囊，其特征在于，所述囊壁原料包括海藻酸钠和明胶，所述海藻酸钠与明胶质量比为 1:2~1:8。
3. 根据权利要求 1 所述的艾叶油复合微胶囊，其特征在于，所述囊心原料为艾叶油，所述复合微胶囊粒径为 1~20 μ m。
4. 一种艾叶油复合微胶囊的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：
 - (1) 在磁力搅拌的作用下，将海藻酸钠溶于 80℃ 水中，配制成质量体积浓度为 0.5~4% 的海藻酸钠溶液；
 - (2) 将明胶溶于 45℃ 水中，配制成质量体积浓度为 4~10% 的明胶溶液；
 - (3) 分别取所述步骤(1)得到的海藻酸钠溶液和步骤(2)得到的明胶溶液各 100mL 混合均匀后，向混合溶液中加入乳化剂和艾叶油，搅拌均匀后高速剪切乳化，得到艾叶油复合微胶囊乳液；
 - (4) 将所述步骤(3)得到的艾叶油复合微胶囊乳液保持在 50~70℃，利用喷雾干燥仪，进行喷雾，制备得到白色粉末状的干燥艾叶油复合微胶囊。
5. 根据权利要求 4 所述的艾叶油复合微胶囊的制备方法，其特征在于，所述步骤(3)的乳化剂为吐温-80、司班-80 或聚乙二醇-600 中的一种或几种，所述乳化剂的质量体积浓度为混合溶液的 0.25~1%。
6. 根据权利要求 4 所述的艾叶油复合微胶囊的制备方法，其特征在于，所述步骤(3)的高速剪切乳化是在 1500~4000r/min 转速下剪切乳化 5~10min。
7. 根据权利要求 4 所述的艾叶油复合微胶囊的制备方法，其特征在于，所述步骤(4)的喷雾条件是进口温度为 140~180℃，进料速度为 6~8mL/min。
8. 一种含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：
 - (1) 将经过预处理的纺织品在整理剂中浸渍 30min，一浸一轧，轧余率为 70~100%；
 - (2) 将艾叶油复合微胶囊悬浮于乙醇中，配置得到质量浓度为 10% 悬浮液，经高压喷雾溅射到所述步骤(1)处理后的纺织品上；
 - (3) 将经所述步骤(2)整理后的纺织品在 80℃ ~100℃ 预烘干 2min，然后在 120~180℃ 中定型烘焙 1~3min，冷却后经水洗，干燥后便得到含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品。
9. 根据权利要求 8 所述的含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备方法，其特征在于，所述步骤(1)的预处理过程是指采用质量体积浓度为 6~12% 的 Na₂CO₃ 溶液浸泡待整理纺织品，通过采用弱碱性 Na₂CO₃ 溶液能破坏纺织品中纤维的结晶区。
10. 根据权利要求 8 所述的含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备方法，其特征在于，所述步骤(1)的整理剂是由质量百分比含量为 8~15% 的防皱交联剂、2.5~6% 的催化剂、0.2~2% 的渗透剂、4~10% 的柔软剂和余量为水相混合均匀制成。

艾叶油复合微胶囊及其制备方法及多功能纺织品制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及药物微胶囊制备技术及纺织品功能化处理领域,更具体地说,涉及一种采用喷雾干燥法制备的艾叶油复合微胶囊及其具体制备方法,及含有艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备方法与应用。

背景技术

[0002] 微胶囊技术是一种将具有反应活性、挥发性、敏感性或有不良气味的物质(芯材)通过成膜材料(壁材)包封起来,形成微小粒子的一种保护技术,包封的过程称为微胶囊化,形成的微小粒子称为微胶囊。微胶囊技术可以达到控制芯材释放,保护敏感成分,降低或掩盖不良味道,隔离组分,液态物质变成拟固态等目的。随着新材料、新设备的不断出现,微胶囊的制备方法已有很多,根据微胶囊的成囊机理和制备条件,主要可分为三类:化学方法、物理化学法和物理方法,物理方法操作简单,重复性好,适合大规模连续生产。

[0003] 喷雾干燥法是制备微胶囊的一种常用的物理方法,其制备微胶囊的原理是先将芯材物质在壁材物质的稀溶液中形成乳浊液或是悬浮液,然后通过泵输送到喷雾干燥机的雾化器中,利用雾化器喷射成细微的雾状液滴,并使雾状液滴混于流速一定的热气流中,溶剂迅速蒸发而使壁材物质在芯材物质表面析出成囊,从而制备得到所需要的干燥微胶囊粉末。喷雾干燥法制备微胶囊的主要优点在于:(1)该方法具有生产操作简单,生产效率高,易于实现工业化生产;(2)雾状液滴有非常大的比表面积,提高了传热传质效率,使得微胶囊制备周期短,并且微胶囊制备可以在适中或较低的温度中进行,非常适合热敏性物质的微胶囊制备;(3)液体状的乳浊液或悬浮液通过喷雾干燥可直接制备成粉末化微胶囊产品,适合连续化生产;(4)可直接制备得到粒径均匀、分散性、溶解性较好的微胶囊产品。由于上述优点,喷雾干燥法制备微胶囊已广泛应用于食品、医药、环保等领域。喷雾干燥法非常适合制备亲油性液体微胶囊。

[0004] 随着社会的发展,人们对纺织品的功能性和舒适性要求越来越高。纺织品功能化主要通过纺丝法和后整理法获得。纺丝法制备得到的功能纺织品性能持久,但只适合于合成或半合成纤维的纺织品,工艺复杂,设备要求高,对功能物质要求较高,因而通常采用后整理法制备功能纺织品。

[0005] 艾叶油是从菊科草本植物艾的干燥叶中提取出来的挥发油,香气浓烈,具有抗菌消炎、抗病毒、镇痛、止血、平喘、祛痰等功能效果,是医药、香精和食品等工业领域的重要原材料。研究表明艾叶油对肺炎链球菌、金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、溶血性链球菌、流感病毒等均有抑制作用,已成为常用的中药挥发油之一。对艾叶油的理化性能研究表明,艾叶油中含有易挥发成分,其有效成分不稳定,加之它为液体油脂,限制了应用领域。

[0006] 中国专利CN 101591859A公开了一种艾叶油微胶囊纺织品整理剂及其应用,采用复凝聚法以艾叶油为芯材,明胶与阿拉伯胶为壁材,甲醛、戊二醛或乙二醛为固化剂制备艾叶油微胶囊水乳液,并复配制得艾叶油微胶囊复合整理剂,通过浸轧法将其应用于纺织品的抗菌防皱整理。陕西科技大学黄玲、林桂顺、刘淑芳研究了壳聚糖-艾蒿油微胶囊抗菌

剂,采用单凝聚法,以艾蒿油为芯材,壳聚糖为壁材,戊二醛为固化剂制备了壳聚糖-艾蒿油微胶囊,再配制含上述微胶囊的工作液通过浸轧法制备得到抗菌棉纺织品。上述专利和研究通过凝聚法,以戊二醛、甲醛或乙二醛为固化剂制备得到艾叶(蒿)油微胶囊,其中戊二醛、甲醛、乙二醛是有细胞毒性的物质;在纺织品整理时,上述专利和研究均未考虑到纺织品的预处理,即未考虑到增加纺织品与整理剂的反应亲和性,会影响纺织品整理反应的效率;同时上述专利和研究均采用将微胶囊放入整理剂中通过浸轧工艺来制备微胶囊纺织品,然而使得微胶囊的利用率较低,也会影响纺织品整理反应效果。

发明内容

[0007] 本发明要解决的技术问题在于,针对现有技术中艾叶油微胶囊存在细胞毒性的物质的缺陷,提供一种艾叶油复合微胶囊;本发明要解决的另一技术问题在于,针对现有技术中制备工艺复杂且制得的微胶囊利用率低的缺陷,提供一种艾叶油复合微胶囊的制备方法;本发明要解决的又一技术问题在于,针对现有技术中制备的微胶囊纺织品整理反应效果不好的缺陷,提供一种含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备方法。

[0008] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:构造一种艾叶油复合微胶囊,包括囊心原料和囊壁原料,所述囊心原料与囊壁原料的质量比为1:4~1:2。

[0009] 在本发明所述的艾叶油复合微胶囊中,所述囊壁原料包括海藻酸钠和明胶,所述海藻酸钠与明胶质量比为1:2~1:8。

[0010] 在本发明所述的艾叶油复合微胶囊中,所述囊心原料为艾叶油,所述复合微胶囊粒径为1~20 μ m。

[0011] 本发明解决其另一技术问题所采用的技术方案是:构造一种艾叶油复合微胶囊的制备方法,包括以下步骤:

[0012] (1)在磁力搅拌的作用下,将海藻酸钠溶于80℃水中,配制成质量体积浓度为0.5~4%的海藻酸钠溶液;

[0013] (2)将明胶溶于45℃水中,配制成质量体积浓度为4~10%的明胶溶液;

[0014] (3)分别取所述步骤(1)得到的海藻酸钠溶液和步骤(2)得到的明胶溶液各100mL混合均匀后,向混合溶液中加入乳化剂和艾叶油,搅拌均匀后高速剪切乳化,得到艾叶油复合微胶囊乳液;

[0015] (4)将所述步骤(3)得到的艾叶油复合微胶囊乳液保持在50~70℃,利用喷雾干燥仪,进行喷雾,制备得到白色粉末状的干燥艾叶油复合微胶囊。

[0016] 在本发明所述的艾叶油复合微胶囊的制备方法中,所述步骤(3)的乳化剂为吐温-80、司班-80或聚乙二醇-600中的一种或几种,所述乳化剂的质量体积浓度为混合溶液的0.25~1%。

[0017] 在本发明所述的艾叶油复合微胶囊的制备方法中,所述步骤(3)的高速剪切乳化是在1500~4000r/min转速下剪切乳化5~10min。

[0018] 在本发明所述的艾叶油复合微胶囊的制备方法中,所述步骤(4)的喷雾条件是进口温度为140~180℃,进料速度为6~8mL/min。

[0019] 本发明解决其又一技术问题所采用的技术方案是:构造一种含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备方法,包括以下步骤:

[0020] (1) 将经过预处理的纺织品在整理剂中浸渍 30min, 一浸一轧, 轧余率为 70~100%;

[0021] (2) 将艾叶油复合微胶囊悬浮于乙醇中, 配置得到质量浓度为 10% 悬浮液, 经高压喷雾溅射到所述步骤(1) 处理后的纺织品上;

[0022] (3) 将经所述步骤(2) 整理后的纺织品在 80 °C ~100 °C 预烘干 2min, 然后在 120~180 °C 中定型烘焙 1~3min, 冷却后经水洗, 干燥后便得到含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品。

[0023] 在本发明所述的含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备方法中, 所述步骤(1) 的预处理过程是指采用质量体积浓度为 6~12% 的 Na₂CO₃ 溶液浸泡待整理纺织品, 通过采用弱碱性 Na₂CO₃ 溶液能破坏纺织品中纤维的结晶区。

[0024] 在本发明所述的含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备方法中, 所述步骤(1) 的整理剂是由质量百分比含量为 8~15% 的防皱交联剂、2.5~6% 的催化剂、0.2~2% 的渗透剂、4~10% 的柔软剂和余量为水相混合均匀制成。

[0025] 实施本发明的艾叶油复合微胶囊及其制备方法及多功能纺织品制备方法, 具有以下有益效果:

[0026] 1) 本发明用喷雾干燥法制备艾叶油复合微胶囊, 制备方法简单易行, 条件较温和, 容易实现工业化生产。微胶囊制备以水为溶剂, 避免使用有机溶剂所造成环境污染。

[0027] 2) 本发明制备的艾叶油复合微胶囊, 其囊壁材料海藻酸钠和明胶均为天然高分子, 来源丰富, 安全无毒, 具有良好的生物相容性, 其中海藻酸钠具有消炎、杀毒、止血等功效, 明胶具有一定的促进伤口愈合的能力, 良好的皮肤亲和性; 其囊心材料艾叶油为传统中药, 具有抗菌消炎、抗病毒、镇痛、止血、平喘、祛痰等功能效果。微胶囊化后, 能有效提高艾叶油的稳定性, 延长药效作用时间, 微胶囊化使得艾叶油的外观状态从液态变成拟固态, 方便了艾叶油的使用, 扩大其使用范围。

[0028] 3) 本发明采用 Na₂CO₃ 溶液浸泡待整理纺织品, 破坏纺织品中纤维的结晶区, 使更多的纤维羟基暴露出来, 有利于整理反应的进行。

[0029] 4) 本发明将复合微胶囊乙醇悬浮液喷雾溅射到浸泡过整理液并经压轧的纺织品上。喷雾溅射复合微胶囊带纺织品上一方面提高了微胶囊的利用率, 另一方面有利于微胶囊进入纺织品内部的纤维上, 使得微胶囊在纺织品纤维上的分布较均匀。

[0030] 5) 本发明解决了采用喷雾干燥法制备的水溶性的微胶囊不能用于纺织品整理及其耐水性差的问题。采用 2D 树脂做防皱交联剂, 通过 2D 树脂的连接作用, 将微胶囊接枝到纺织品棉纤维上; 同时由于在整理时 2D 树脂会释放出甲醛, 甲醛与微胶囊囊壁上的活性基团发生交联反应, 使微胶囊囊壁密封, 增加了囊壁强度与疏水性, 同时大幅降低整理纺织品的甲醛释放量。

[0031] 6) 本发明所制备的纺织品同时具有持久的抗菌、防皱免烫功能。若在艾叶油中加入山茶油、维生素 E、迷迭香精油等, 所制备的纺织品不仅具有抗菌防皱性能, 而且具有抗氧化、防紫外等功效。纺织品多功能整理技术路线简单易行, 设备常规, 原料丰富, 价格低廉, 易于工业化生产。

附图说明

[0032] 图 1 是本发明实施例 1 艾叶油复合微胶囊乳液的显微镜照片图 (×100)。

- [0033] 图 2 是本发明实施例 1 艾叶油复合微胶囊的扫描电镜照片图(×2000)。
- [0034] 图 3 是本发明实施例 1 艾叶油复合微胶囊粒径及其分布图。
- [0035] 图 4 是本发明实施例 1 含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的扫描电镜照片图(×500)。
- [0036] 图 5 是本发明实施例 2 艾叶油复合微胶囊的扫描电镜照片图(×4000)。
- [0037] 图 6 是本发明实施例 2 含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的扫描电镜照片图(×1000)。
- [0038] 图 7 是本发明实施例 3 含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的扫描电镜照片图(×2000)。
- [0039] 图 8 是本发明实施例 4 含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的扫描电镜照片图(×1000)。
- [0040] 图 9 是未经整理的纺织品的扫描电镜照片图(×500)。

具体实施方式

[0041] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0042] 实施例 1

[0043] 一、艾叶油复合微胶囊的制备

[0044] 1、在磁力搅拌作用下,将海藻酸钠溶于 80℃水中,配制成质量体积浓度为 0.5% 的海藻酸钠溶液,即 1 升水中含海藻酸钠质量为 5 毫克;

[0045] 2、将明胶溶于 45℃水中,配制成质量体积浓度为 4% 的明胶溶液,即 1 升水中含明胶质量为 40 毫克;

[0046] 3、分别取步骤 1 得到的海藻酸钠溶液和步骤 2 得到的明胶溶液各 100mL 混合均匀后,向混合溶液中加入 0.5g 乳化剂吐温 -80、艾叶油 1g,搅拌均匀后以 1500r/min 的转速高速剪切乳化 5min,得艾叶油复合微胶囊乳液,参见如图 1;

[0047] 4、将步骤 3 得到的艾叶油复合微胶囊乳液保持在 50℃,利用喷雾干燥仪,在进口温度为 140℃,进料速度为 6mL/min,出口温度为 70℃条件下进行喷雾,制备得到白色粉末状的干燥艾叶油复合微胶囊。

[0048] 进一步地,步骤 1 与步骤 2 的水均为蒸馏水。

[0049] 进一步地,步骤 4 的喷雾干燥法制备艾叶油复合微胶囊,制备方法简单易行,条件较温和,容易实现工业化生产。微胶囊制备以水为溶剂,避免使用有机溶剂所造成环境污染。

[0050] 艾叶油复合微胶囊:

[0051] 1、外观形态:白色粉末,球形规则,如图 2 所示。

[0052] 2、粒径大小:粒径主要分布在 10~20 μ m,干燥微胶囊通过激光粒度仪测试粒径及其分布如图 3 所示。

[0053] 3、微胶囊化产率:60%,微胶囊的载药量:38.37%。

[0054] 本实施例 1 中微胶囊的载药量的测定方法如下:

[0055] 精确称取一定量的干燥艾叶油复合微胶囊,置于一定体积正己烷中,超声破碎,离心除去不溶物,用紫外分光光度计在 288nm 处测定上清液吸光度,根据艾叶油标准曲线测得上清液中艾叶油质量,计算得出载药量,载药量由下式求得:

[0056] 载药量 = 艾叶油质量 / 艾叶油复合微胶囊质量 × 100%

[0057] 本实施例 1 中微胶囊化产率通过如下公式计算:

[0058] 微胶囊化产率 = 艾叶油复合微胶囊质量 / (囊壁材料质量 + 囊芯材料质量) × 100%。

[0059] 二、含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备:

[0060] 1、将经过预处理的纺织品在整理剂中浸渍 30min,一浸一轧,轧余率为 70~100%;

[0061] 2、将艾叶油复合微胶囊悬浮于乙醇中,配置得到质量浓度为 10% 悬浮液,经高压喷雾溅射到所述步骤 1 处理后的纺织品上;

[0062] 3、将经所述步骤 2 整理后的纺织品在 80℃ ~100℃ 预烘干 2min,然后在 120~180℃ 中定型烘焙 1~3min,冷却后经水洗,干燥后便得到含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品。

[0063] 步骤 1 的整理剂是由质量百分比含量为 8~15% 的防皱交联剂、2.5~6% 的催化剂、0.2~2% 的渗透剂、4~10% 的柔软剂和余量为水相混合均匀制成。

[0064] 具体地,含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备方法,包括以下步骤:

[0065] 1、将待整理织物(30×30cm,100% 棉)采用质量体积浓度为 12% 的 Na₂CO₃ 溶液浸泡 30min,清水洗净,干燥后备用;

[0066] 2、称取 16g 2D 树脂,5g 氯化镁,0.4g 渗透剂 JFC,16g 氨基聚硅氧烷,158.6g 水,搅拌混合均匀后得整理液。将经过预处理的纺织品在整理剂中浸渍 30min,一浸一轧,轧余率为 100%;

[0067] 3、将 0.6g 艾叶油复合微胶囊悬浮于乙醇中,配置得到质量浓度为 10% 悬浮液,经高压喷雾溅射到步骤 2 处理后的纺织品上;

[0068] 4、将经步骤 3 整理后的纺织品在 80℃ 预烘 2min,然后在 140℃ 中定型烘焙 2min,冷却后经水洗,干燥后便得到含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品。

[0069] 步骤 2 中所述的预处理过程是指采用质量体积浓度为 12% 的 Na₂CO₃ 溶液浸泡待整理纺织品,通过采用弱碱性 Na₂CO₃ 溶液能破坏纺织品中纤维的结晶区,从而使更多的纤维羟基暴露出来,有利于整理反应的进行。

[0070] 进一步地,所述的防皱交联剂为 2D 树脂,其能将纺织品的纤维采用化学接枝的方法与微胶囊连接起来;

[0071] 进一步地,所述的催化剂为氯化镁;

[0072] 进一步地,所述的渗透剂为 JFC (渗透剂);

[0073] 进一步地,所述的柔软剂为氨基聚硅氧烷;

[0074] 进一步地,所述的水为蒸馏水、自来水中的一种或以上,在本实施例 1 中,优选为蒸馏水。

[0075] 进一步地,所述的整理剂的制备,是将防皱交联剂、催化剂、柔软剂、渗透剂和水混合均匀即得。

[0076] 进一步地,步骤 2 的艾叶油复合微胶囊用于纺织品整理的量为每平方米纺织品 5~15g。

[0077] 本发明制备的艾叶油复合微胶囊粒径较小且分布均匀,具有缓释性能良好,能溶于水,囊壁上具有较多活泼的羟基、氨基。微胶囊通过高压喷雾溅射,不仅停留在纺织品表面纤维上,也溅射到纺织品内部纤维上。在制备含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品时,采用 2D 树脂做防皱交联剂,一方面通过化学键 2D 树脂发挥着桥梁嫁接作用,将复合微胶囊接枝到纺织品上,制备得到具防皱、抗菌等多功能纺织品;另一方面 2D 树脂释放的游离甲醛将对艾叶油复合微胶囊囊壁进行交联固化,大幅降低整理纺织品的甲醛释放量,增加微胶囊囊壁的密封性,延长功能物的作用时间,经整理后纺织品上的微胶囊不溶于水,也提高了纺织品的耐水洗性。

[0078] 整理后的多功能微胶囊纺织品:外观形貌如图 4 所示,折皱回复角 293°,大肠杆菌、金黄色葡萄球菌抑菌率均为 100%,洗涤 15 次后对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌抑菌率均在 80% 以上;15 天后艾叶油相对累积释放量为 40.5%。

[0079] 本实施例 1 中含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品中艾叶油体外缓释性能的测定方法如下:

[0080] 精确称取新制备且已测出载药量的微胶囊纺织品各三份,置于 37℃、24.0%RH(相对湿度)环境中,定时取样溶于正己烷中,超声破碎,待艾叶油释放完全,离心用紫外光分光度计测其上清液吸光度。对照标准曲线,可计算得某段时间内纺织品中艾叶油的含量,由此可求得艾叶油在某段时间内的相对累积释放量。

[0081] 本实施例 1 根据 GB/T 20944.3-2008 标准采用振荡烧瓶法来测定含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的抗菌性。根据 GB/T3819~1997 标准使用 LLY-02 型折皱回复角测试仪来测定纺织品折皱回复角。

[0082] 实施例 2

[0083] 一、艾叶油复合微胶囊的制备

[0084] 1、在磁力搅拌作用下,将海藻酸钠溶于 80℃水中,配制成质量体积浓度为 1% 的海藻酸钠溶液,即 1 升水中含海藻酸钠质量为 10 毫克;

[0085] 2、将明胶溶于 45℃水中,配制成质量体积浓度为 6% 的明胶溶液,即 1 升水中含明胶质量为 60 毫克;

[0086] 3、分别取步骤 1 得到的海藻酸钠溶液和步骤 2 得到的明胶溶液各 100mL 混匀后,向混合溶液中加入 1g 乳化剂吐温 -80、艾叶油 2g,搅拌均匀后以 3000r/min 的转速高速剪切乳化 5min,得艾叶油复合微胶囊乳液。

[0087] 4、将步骤 3 得到的艾叶油复合微胶囊乳液保持在 60℃,利用喷雾干燥仪,在进口温度为 160℃,进料速度为 7mL/min,出口温度为 80℃条件下进行喷雾,制备得到淡黄色粉末状的干燥艾叶油复合微胶囊。

[0088] 进一步地,步骤 1 与步骤 2 的水均为蒸馏水。

[0089] 艾叶油复合微胶囊:

[0090] 1、外观形态:淡黄色粉末,球形规则,如图 5。

[0091] 2、粒径大小:粒径主要分布在 5~15 μ m。

[0092] 3、微胶囊化产率:82%,微胶囊的载药量:40.43%。

[0093] 本实施例 2 中微胶囊的载药量的测定方法如下:

[0094] 精确称取一定量的干燥艾叶油复合微胶囊,置于一定体积正己烷中,超声破碎,离

心除去不溶物,用紫外分光光度计在 288nm 处测定上清液吸光度,根据艾叶油标准曲线测得上清液中艾叶油质量,计算得出载药量,载药量由下式求得:

[0095] 载药量 = 艾叶油质量 / 艾叶油复合微胶囊质量 × 100%

[0096] 本实施例 2 中微胶囊化产率通过如下公式计算:

[0097] 微胶囊化产率 = 艾叶油复合微胶囊质量 / (囊壁材料质量 + 囊芯材料质量) × 100%。

[0098] 二、含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备:

[0099] 1、将待整理织物(30×30cm, 100% 棉)采用质量体积浓度为 10% 的 Na₂CO₃ 溶液浸泡 30min, 清水洗净, 干燥后备用;

[0100] 2、称取 20g 2D 树脂, 8g 氯化镁, 1g 渗透剂 JFC, 8 氨基聚硅氧烷, 163g 水, 搅拌混合均匀后得整理液。将经过预处理的纺织品在整理剂中浸渍 30min, 一浸一轧, 轧余率为 80%;

[0101] 3、将 0.8g 艾叶油复合微胶囊悬浮于乙醇中, 配置得到质量浓度为 10% 悬浮液, 经高压喷雾溅射到步骤 2 处理后的纺织品上;

[0102] 4、将经步骤 3 整理后的纺织品在 90℃ 预烘 2min, 然后在 160℃ 中定型烘焙 2min, 冷却后经水洗, 干燥后便得到含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品。

[0103] 整理后的多功能微胶囊纺织品: 外观形貌如图 6 所示, 折皱回复角 306°, 大肠杆菌、金黄色葡萄球菌抑菌率均为 100%, 洗涤 20 次后对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌抑菌率均在 75% 以上; 15 天后艾叶油相对累积释放量为 38.5%。

[0104] 本实施例 2 中含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品中艾叶油体外缓释性能的测定方法如下:

[0105] 精确称取新制备且已测出载药量的微胶囊纺织品各三份, 置于 37℃、24.0%RH (相对湿度) 环境中, 定时取样溶于正己烷中, 超声破碎, 待艾叶油释放完全, 离心用紫外光分光度计测其上清液吸光度。对照标准曲线, 可计算得某段时间内纺织品中艾叶油的含量, 由此可求得艾叶油在某段时间内的相对累积释放量。

[0106] 本实施例 2 根据 GB/T 20944.3-2008 标准采用振荡烧瓶法来测定含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的抗菌性。根据 GB/T3819~1997 标准使用 LLY-02 型折皱回复角测试仪来测定纺织品折皱回复角。

[0107] 实施例 3

[0108] 一、艾叶油复合微胶囊的制备

[0109] 1、在磁力搅拌作用下, 将海藻酸钠溶于 80℃ 水中, 配制成质量体积浓度为 2% 的海藻酸钠溶液, 即 1 升水中含海藻酸钠质量为 20 毫克;

[0110] 2、将明胶溶于 45℃ 水中, 配制成质量体积浓度为 8% 的明胶溶液, 即 1 升水中含明胶质量为 80 毫克;

[0111] 3、分别取步骤 1 得到的海藻酸钠溶液和步骤 2 得到的明胶溶液各 100mL 混匀后, 向混合溶液中加入 1g 乳化剂吐温 -80、艾叶油 3g, 搅拌均匀后以 3000r/min 的转速高速剪切乳化 10min, 得艾叶油复合微胶囊乳液。

[0112] 4、将步骤 3 得到的艾叶油复合微胶囊乳液保持在 60℃, 利用喷雾干燥仪, 在进口温度为 160℃, 进料速度为 8mL/min, 出口温度为 90℃ 条件下进行喷雾, 制备得到白色粉末状的干燥艾叶油复合微胶囊。

[0113] 进一步地,步骤 1 与步骤 2 的水均为蒸馏水。

[0114] 艾叶油复合微胶囊 :

[0115] 1、外观形态 :白色粉末,球形规则。

[0116] 2、粒径大小 :粒径主要分布在 2~10 μm。

[0117] 3、微胶囊化产率 :85%,微胶囊的载药量 :43.78%。

[0118] 本实施例 3 中微胶囊的载药量的测定方法如下 :

[0119] 精确称取一定量的干燥艾叶油复合微胶囊,置于一定体积正己烷中,超声破碎,离心除去不溶物,用紫外分光光度计在 288nm 处测定上清液吸光度,根据艾叶油标准曲线测得上清液中艾叶油质量,计算得出载药量,载药量由下式求得 :

[0120] 载药量 = 艾叶油质量 / 艾叶油复合微胶囊质量 × 100%

[0121] 本实施例 3 中微胶囊化产率通过如下公式计算 :

[0122] 微胶囊化产率 = 艾叶油复合微胶囊质量 / (囊壁材料质量 + 囊芯材料质量) × 100%。

[0123] 二、含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备 :

[0124] 1、将待整理织物(30×30cm,100% 棉)采用质量体积浓度为 8% 的 Na₂CO₃ 溶液浸泡 30min,清水洗净,干燥后备用;

[0125] 2、称取 30g 2D 树脂,10g 氯化镁,3g 渗透剂 JFC,16g 氨基聚硅氧烷,141g 水,搅拌混合均匀后得整理液。将经过预处理的纺织品在整理剂中浸渍 30min,一浸一轧,轧余率为 70%;

[0126] 3、将 0.9g 艾叶油复合微胶囊悬浮于乙醇中,配置得到质量浓度为 10% 悬浮液,经高压喷雾溅射到步骤 2 处理后的纺织品上;

[0127] 4、将经步骤 3 整理后的纺织品在 100 °C 预烘 2min,然后在 180 °C 中定型烘焙 1.5min,冷却后经水洗,干燥后便得到含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品。

[0128] 整理后的多功能微胶囊纺织品 :外观形貌如图 7 所示,折皱回复角 318°,大肠杆菌、金黄色葡萄球菌抑菌率均为 100%,洗涤 20 次后对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌抑菌率均在 85% 以上;15 天后艾叶油相对累积释放量为 43.7%。

[0129] 本实施例 3 中含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品中艾叶油体外缓释性能的测定方法如下 :

[0130] 精确称取新制备且已测出载药量的微胶囊纺织品各三份,置于 37 °C、24.0%RH(相对湿度)环境中,定时取样溶于正己烷中,超声破碎,待艾叶油释放完全,离心用紫外光分光度计测其上清液吸光度。对照标准曲线,可计算得某段时间内纺织品中艾叶油的含量,由此可求得艾叶油在某段时间内的相对累积释放量。

[0131] 本实施例 3 根据 GB/T 20944.3-2008 标准采用振荡烧瓶法来测定含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的抗菌性。根据 GB/T3819~1997 标准使用 LLY-02 型折皱回复角测试仪来测定纺织品折皱回复角。

[0132] 实施例 4

[0133] 一、艾叶油复合微胶囊的制备

[0134] 1、在磁力搅拌作用下,将海藻酸钠溶于 80 °C 水中,配制成质量体积浓度为 4% 的海藻酸钠溶液,即 1 升水中含海藻酸钠质量为 40 毫克;

[0135] 2、将明胶溶于45℃水中,配制成质量体积浓度为10%的明胶溶液,即1升水中含明胶质量为100毫克;

[0136] 3、分别取步骤1得到的海藻酸钠溶液和步骤2得到的明胶溶液各100mL混匀后,向混合溶液中加入2g乳化剂聚乙二醇、艾叶油4g,搅拌均匀后以4000r/min的转速高速剪切乳化10min,得艾叶油复合微胶囊乳液。

[0137] 4、将步骤3得到的艾叶油复合微胶囊乳液保持在70℃,利用喷雾干燥仪,在进口温度为180℃,进料速度为8mL/min,出口温度为90℃条件下进行喷雾,制备得到白色粉末状的干燥艾叶油复合微胶囊。

[0138] 进一步地,步骤1与步骤2的水均为蒸馏水。

[0139] 艾叶油复合微胶囊:

[0140] 1、外观形态:白色粉末,球形规则。

[0141] 2、粒径大小:粒径主要分布在1-7μm。

[0142] 3、微胶囊化产率:80%,微胶囊的载药量:32.64%。

[0143] 本实施例4中微胶囊的载药量的测定方法如下:

[0144] 精确称取一定量的干燥艾叶油复合微胶囊,置于一定体积正己烷中,超声破碎,离心除去不溶物,用紫外分光光度计在288nm处测定上清液吸光度,根据艾叶油标准曲线测得上清液中艾叶油质量,计算得出载药量,载药量由下式求得:

[0145] 载药量 = 艾叶油质量 / 艾叶油复合微胶囊质量 × 100%

[0146] 本实施例4中微胶囊化产率通过如下公式计算:

[0147] 微胶囊化产率 = 艾叶油复合微胶囊质量 / (囊壁材料质量 + 囊芯材料质量) × 100%。

[0148] 二、含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的制备:

[0149] 1、将待整理织物(30×30cm,100%棉)采用质量体积浓度为8%的Na₂CO₃溶液浸泡30min,清水洗净,干燥后备用;

[0150] 2、称取25g2D树脂,12g氯化镁,4g渗透剂JFC,20g氨基聚硅氧烷,139g水,搅拌混合均匀后得整理液。将经过预处理的纺织品在整理剂中浸渍30min,一浸一轧,轧余率为70%;

[0151] 3、将1.2g艾叶油复合微胶囊悬浮于乙醇中,配置得到质量浓度为10%悬浮液,经高压喷雾溅射到步骤2处理后的纺织品上;

[0152] 4、将经步骤3整理后的纺织品在90℃预烘2min,然后在160℃中定型烘焙3min,冷却后经水洗,干燥后便得到含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品。

[0153] 整理后的多功能微胶囊纺织品:外观形貌如图8所示,折皱回复角289°,大肠杆菌、金黄色葡萄球菌抑菌率均为100%,洗涤20次后对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌抑菌率均在80%以上,15天后艾叶油相对累积释放量为50.7%。

[0154] 本实施例4中含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品中艾叶油体外缓释性能的测定方法如下:

[0155] 精确称取新制备且已测出载药量的微胶囊纺织品各三份,置于37℃、24.0%RH(相对湿度)环境中,定时取样溶于正己烷中,超声破碎,待艾叶油释放完全,离心用紫外光分光度计测其上清液吸光度。对照标准曲线,可计算得某段时间内纺织品中艾叶油的含量,由此

可求得艾叶油在某段时间内的相对累积释放量。

[0156] 本实施例4根据 GB/T 20944.3-2008 标准采用振荡烧瓶法来测定含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品的抗菌性。根据 GB/T3819~1997 标准使用 LLY-02 型折皱回复角测试仪来测定纺织品折皱回复角。

[0157] 通过以上实施例可以看出本发明制备的艾叶油复合微胶囊粒径较小且分布均匀，具有缓释性能良好，能溶于水，囊壁上具有较多活泼的羟基、氨基。微胶囊通过高压喷雾溅射，不仅停留在纺织品表面纤维上，也溅射到纺织品内部纤维上。在制备含艾叶油复合微胶囊的多功能纺织品时，采用 2D 树脂做防皱交联剂，一方面通过化学键 2D 树脂发挥着桥梁嫁接作用，将复合微胶囊接枝到纺织品上，制备得到具防皱、抗菌等多功能纺织品；另一方面 2D 树脂释放的游离甲醛将对艾叶油复合微胶囊囊壁进行交联固化，大幅降低整理纺织品的甲醛释放量，增加微胶囊囊壁的密封性，延长功能物的作用时间，经整理后纺织品上的微胶囊不溶于水，也提高了纺织品的耐水洗性。

[0158] 尽管通过以上实施例对本发明进行了揭示，但本发明的保护范围并不局限于此，在不偏离本发明构思的条件下，对以上各构件所做的变形、替换等均将落入本发明的权利要求范围内。

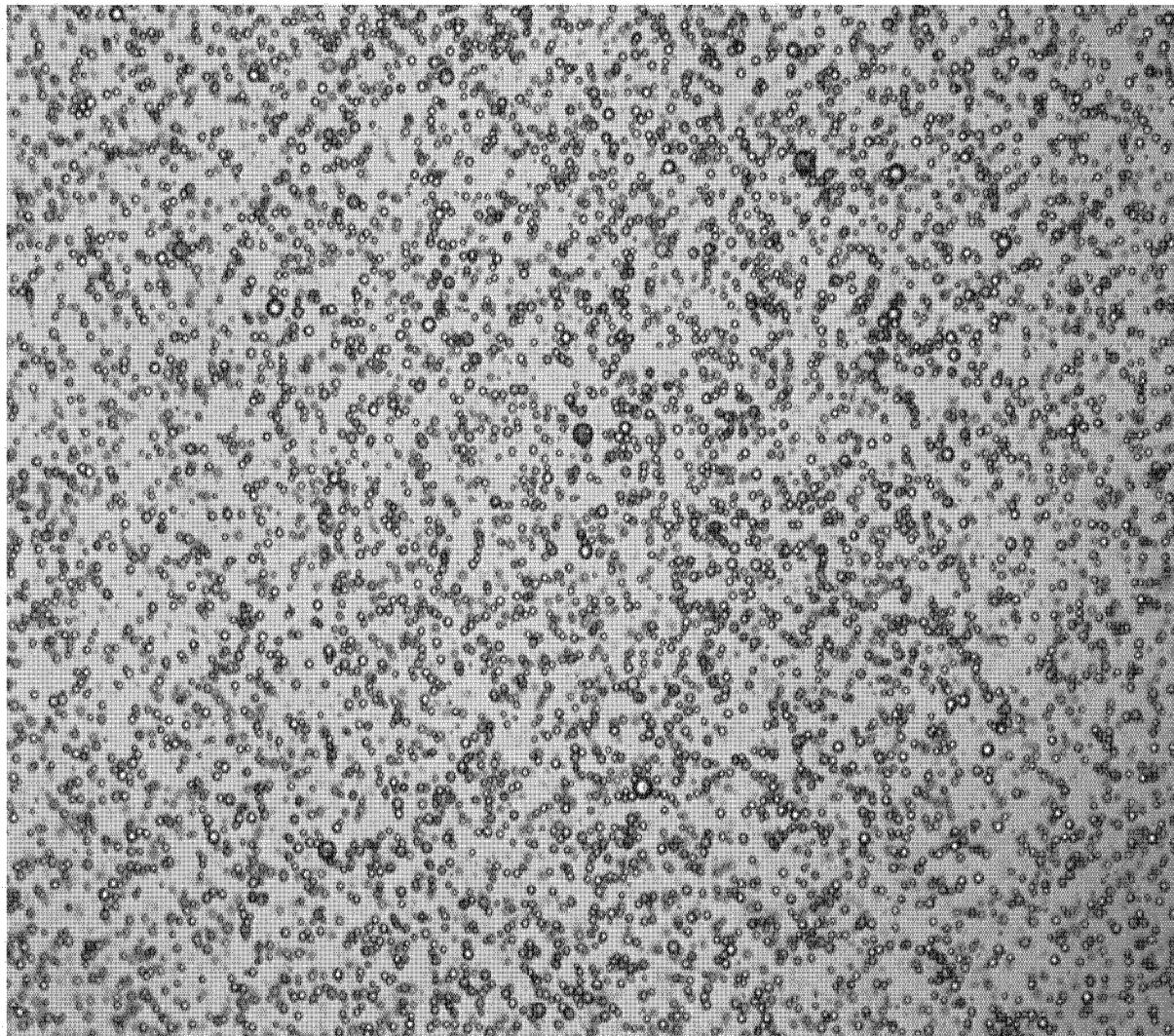


图 1

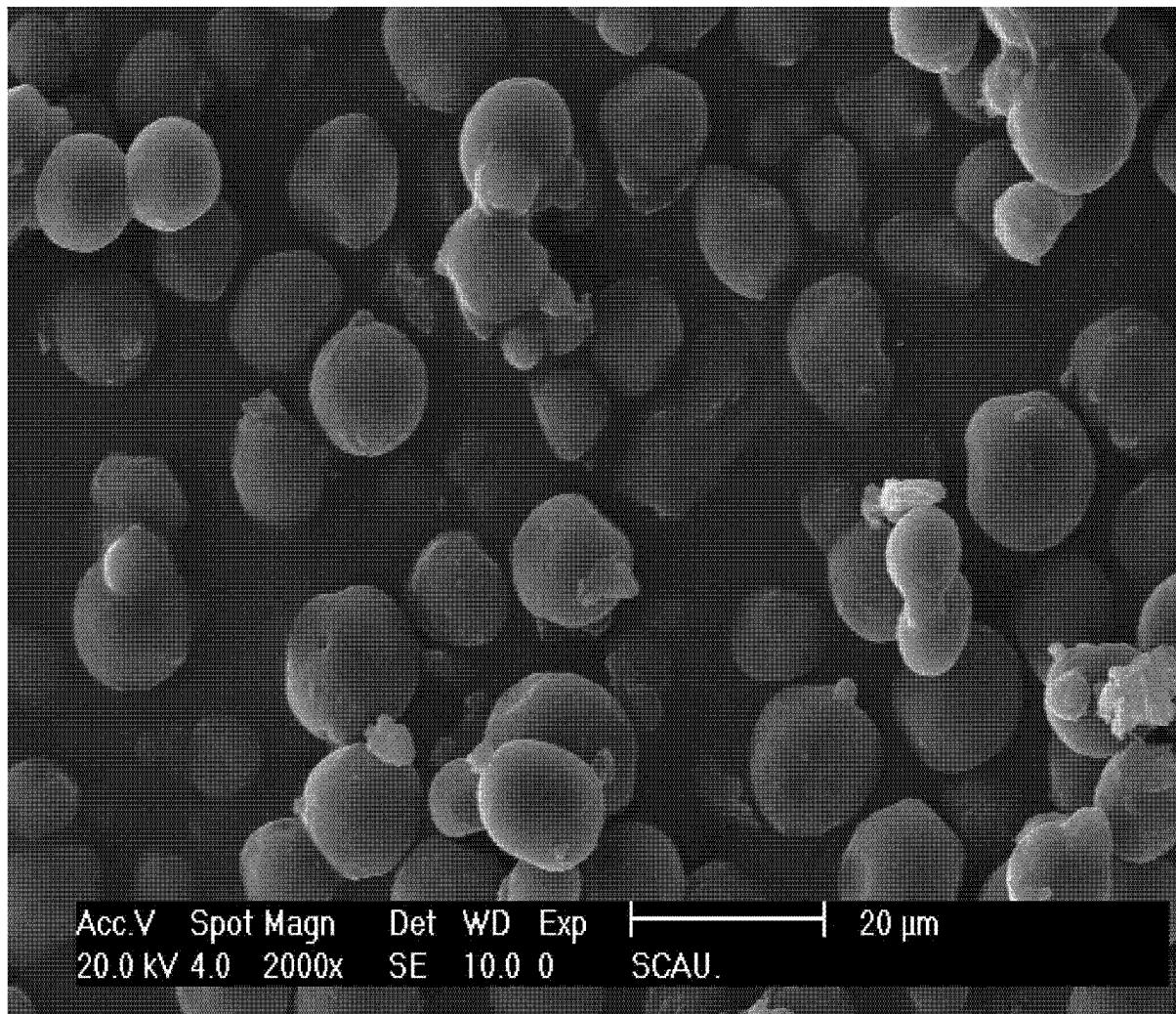


图 2

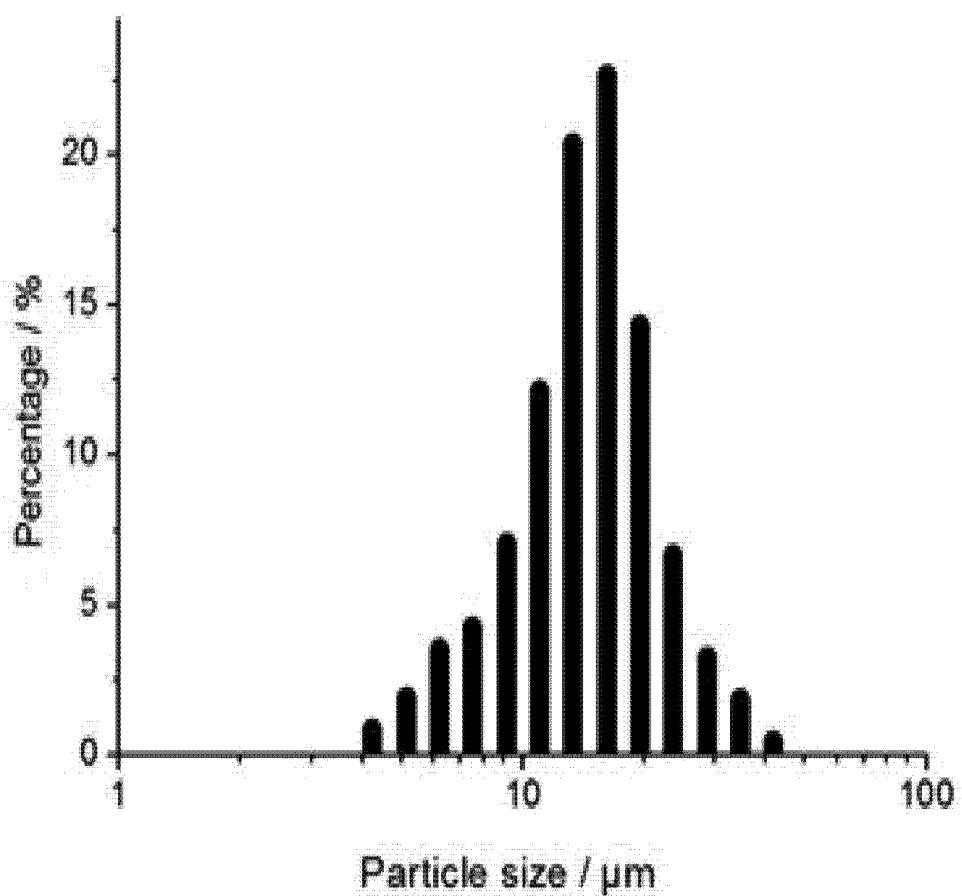


图 3

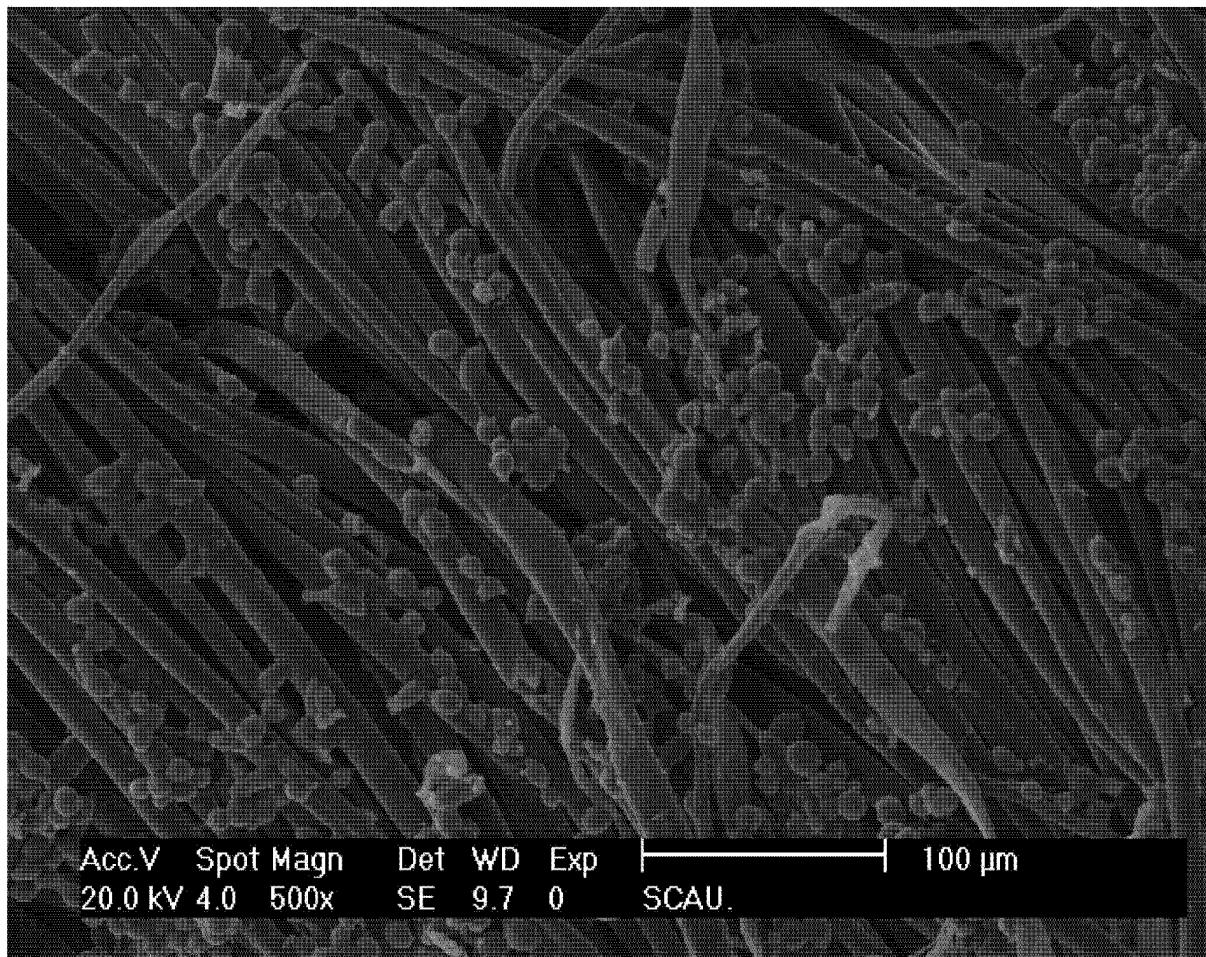


图 4

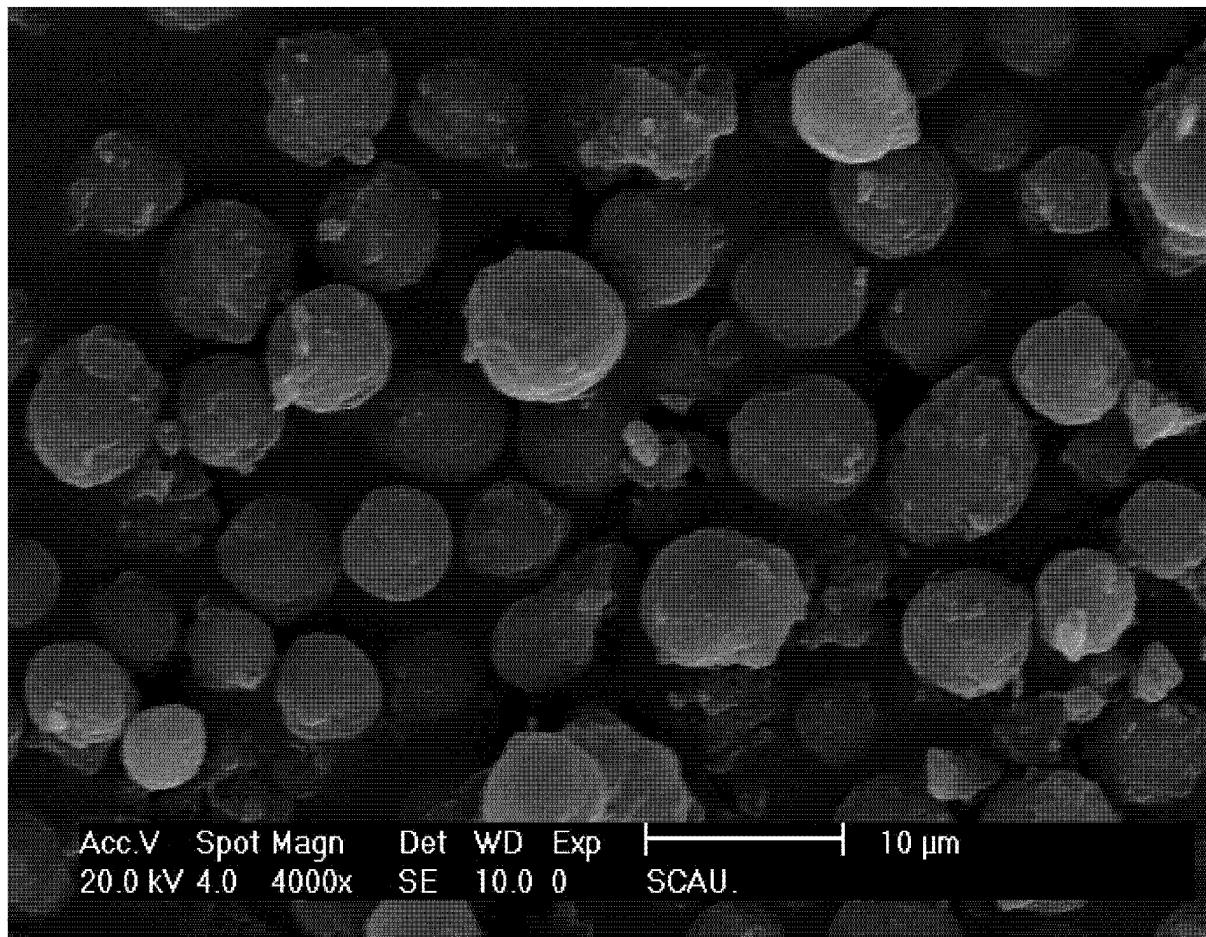


图 5

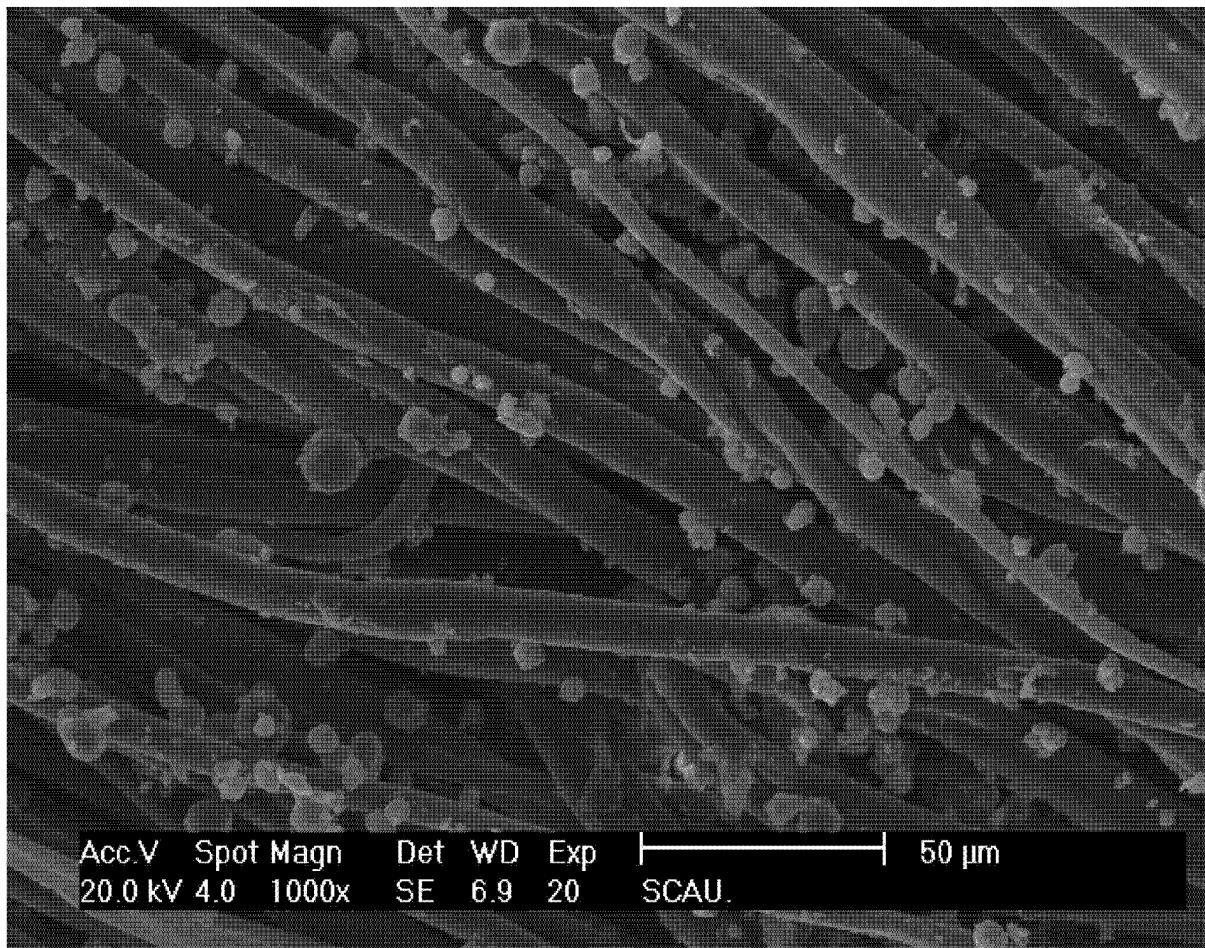


图 6

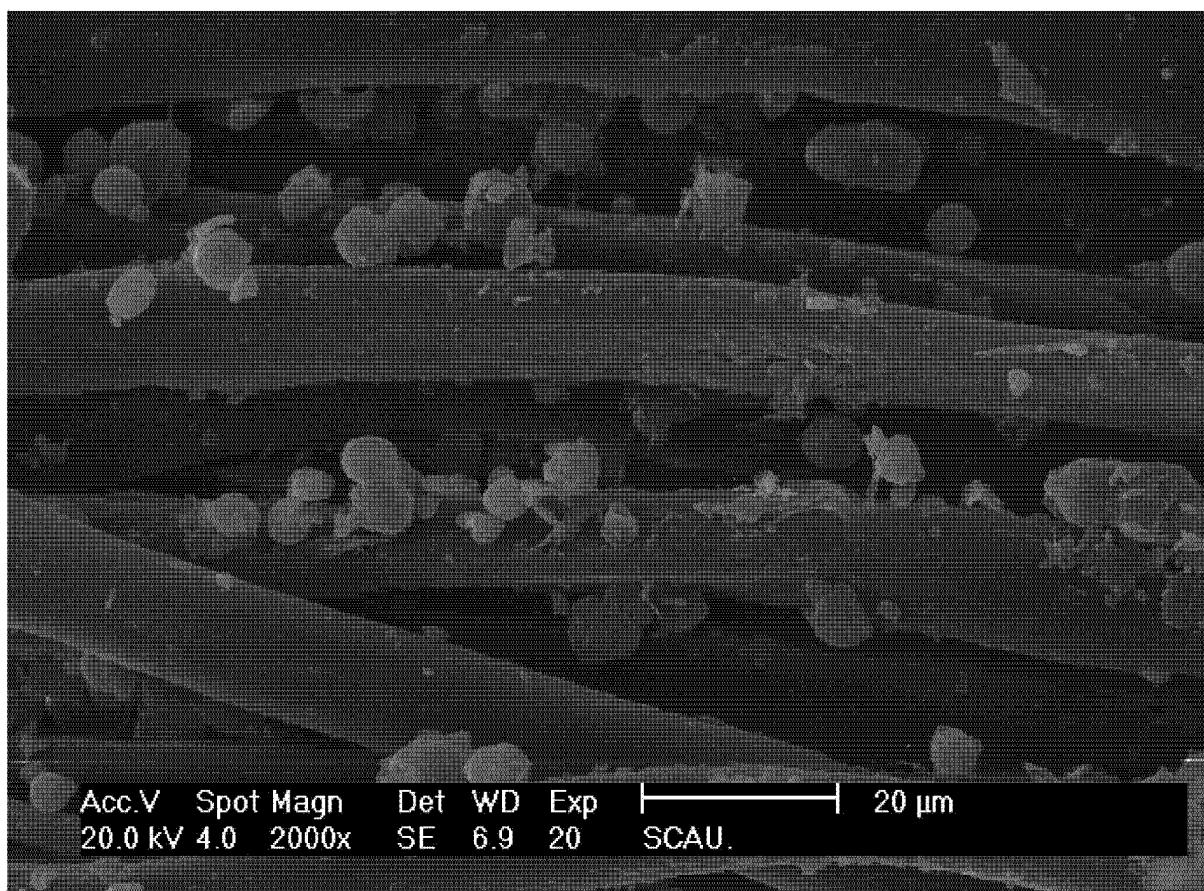


图 7

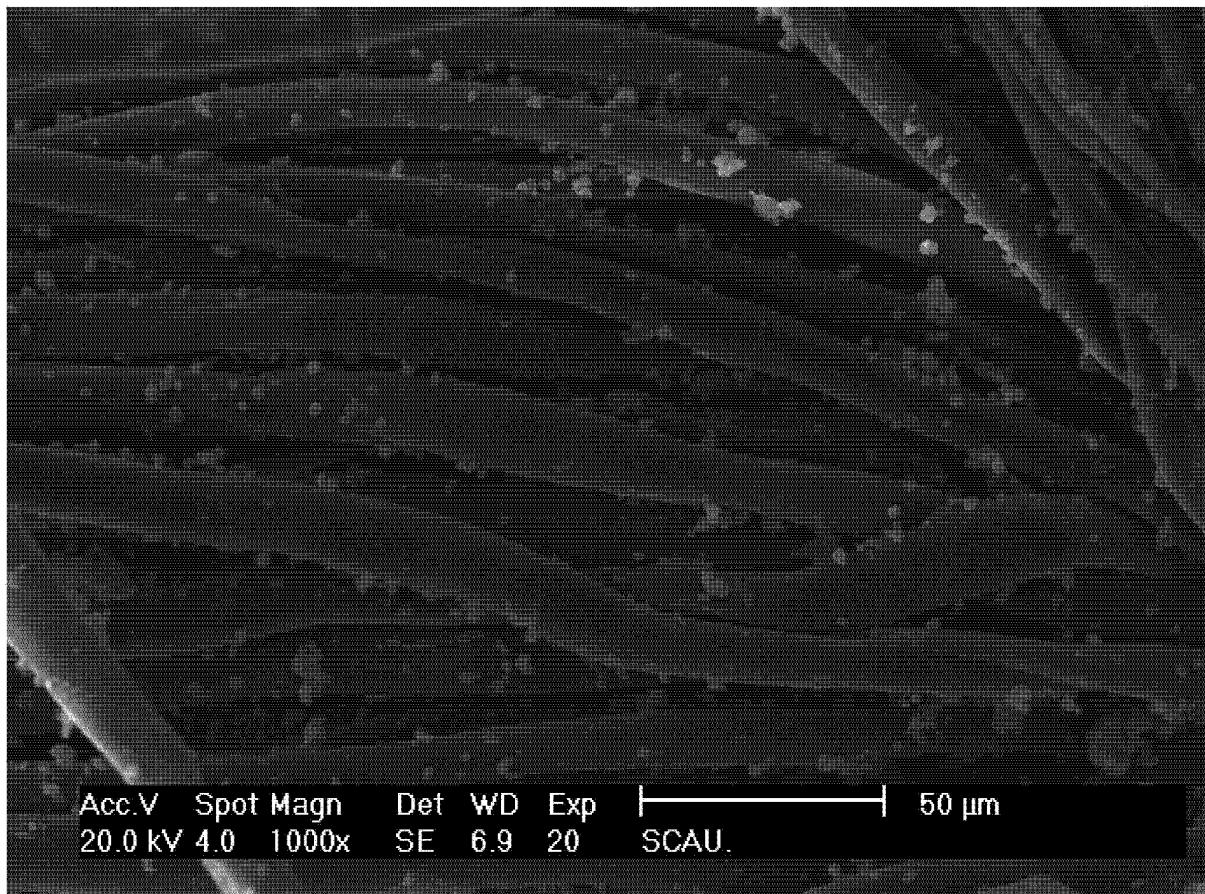


图 8

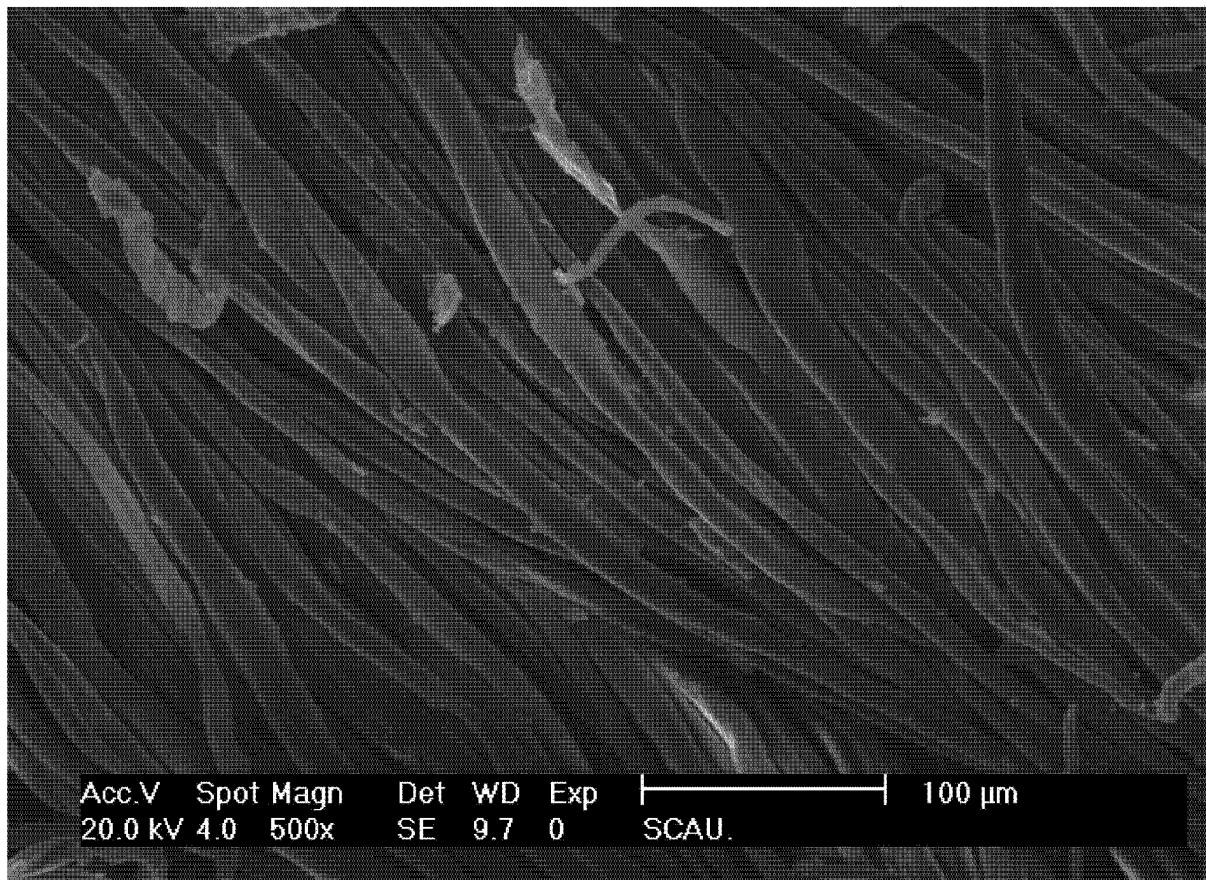


图 9