

香精微胶囊的制备研究进展

赵鲜涛¹,肖超鹏²,陆少锋²

(1.东莞市广信纺织助剂有限公司,广东 东莞 523000;

2.西安工程大学 纺织科学与工程学院,陕西 西安 710048)

摘要:介绍了香精微胶囊的制备条件,综述了香精微胶囊的主要制备方法,总结了香精微胶囊几种制备方法的优缺点,并展望了香精微胶囊未来的发展和研究方向。

关键词:微胶囊;香精;制备方法

中图分类号:TS195.2

文献标识码:A

文章编号:1673-0356(2019)07-0003-04

香精在医疗保健^[1]、消毒杀菌^[2]、纺织服装^[3]等领域具有广泛的应用,由于香精是高挥发性物质,不能持久地发挥作用,尤其在经历水洗后香味明显消失,其本身具有挥发性强,留香时间短,热稳定性差,对光、热和氧敏感等固有缺陷,使香精的实际应用受到限制。香精微胶囊化是解决这些问题的有效方法之一^[4-5]。微胶囊技术是采用物理或化学方法对香精进行包覆,这种包覆技术是一种很有前景的存储方法^[6]。香精经微胶囊化后,受到胶囊囊壁的包裹,可以防止外部环境干扰,从而能够有效避免有效成分的挥发损失,使香精变得容易储存,使用安全方便,极大地提高了香精的留香时间、持久性和稳定性。

1 香精微胶囊的制备条件

1.1 芯材

香精微胶囊由聚合物外壁包裹芯材制成,其核心材料是各种芳香类香精、香料^[7]。应用的香精有很多类型,包括:(1)花香型香精,如玫瑰、茉莉等,多应用于化妆品中。(2)非花香型香精,如檀香、蜜香和皮革香等。(3)果味香型香精,如桔子、苹果等,这类香精大多应用于食品、洁齿用品中。(4)其他用途香型香精,主要用于化妆品、食品、饮料、烟酒等工业中。

1.2 壁材

为满足香精微胶囊的制备要求,囊壁材料不应与香精发生化学反应,并且应具有良好的化学稳定性。

目前用到的高分子材料主要有3种:天然高分子材料、半合成高分子材料与合成高分子材料。天然高分子材料主要包括明胶、阿拉伯树胶和琼脂等,这类壁材具有良好的生物相容性,符合环保要求,但存在耐水性差、产量小及价格昂贵等问题。半合成高分子材料主要包括羧甲基纤维素和邻苯二甲酸醋酸纤维素,这类材料的毒性小、黏度大,但易水解、不耐高温,需临时配制。全合成高分子材料主要包括聚乳酸、聚醚、聚脲和聚硅氧烷等,其成膜性好,化学稳定性好。

1.3 乳化剂

微胶囊化的基本技术包括使用香精作为油相,从而制备水包油型乳液,以及使用机械搅拌器或超声波技术将香精分散为连续相溶液中的微米油滴^[8]。典型的乳化剂是一类亲水亲油型材料,其分子结构的一端可溶于油相,另一端可溶于水相,乳化剂能在油滴和水溶液之间的界面处形成薄膜,通过避免两种不同液滴之间的直接接触降低了表面张力效应,得到了具有理想稳定性的乳液^[9]。

2 香精微胶囊的制备方法

香精微胶囊的制备方法主要包括物理法、化学法及物理化学法3大类^[10]。物理法主要包括喷雾干燥法、喷雾冷却法,化学法主要包括原位聚合法、界面聚合法,物理化学法主要包括复凝聚法、溶胶-凝胶法,其中应用最广泛的香精微胶囊的制备方法是物理法中的喷雾干燥法。

2.1 喷雾干燥法

喷雾干燥法制备香精微胶囊,首先是将香精在壁材内进行乳化均质,然后在热气流中雾化,使溶剂迅速蒸发除去,促使壁膜的形成与固化,最终获得固体粉末

收稿日期:2019-05-06;修回日期:2019-05-15

基金项目:国家自然科学基金项目(51403169);陕西省重点研发计划项目(2019GY-185)

作者简介:赵鲜涛(1979-),男,本科,主要从事印染助剂的研发及应用方面的工作,E-mail:Guangxintex@163.com。

状的香精微胶囊产品^[11]。

曹祥薇等^[12]制备了以明胶和麦芽糊精为复合囊壁的香精微胶囊,通过优化明胶和麦芽糊精的复合比例,确定香精微胶囊的最佳制备工艺为芯壁比3:2,明胶和麦芽糊精复配比1:1,微胶囊的包埋率最高可达80%以上。

刘楠楠^[13]以阿拉伯胶、大豆分离蛋白为壁材,制备了芝麻油微胶囊。通过正交试验优化了微胶囊的制备工艺,结果显示当阿拉伯胶和大豆分离蛋白比例为1:1,芯材占固形物含量的25%,固形物质量分数为23%时,微胶囊具有最高的包埋率,其值为81.4%。董增等^[14]以喷雾干燥法制备了茶油微胶囊,其以大豆分离蛋白和 β -麦芽糊精为壁材,采用正交试验优化配方后得出最佳工艺配比,所制备的茶油微胶囊包埋率为82.43%。

Chaiwanichsiri S等^[15]对澳洲坚果油进行包埋,运用响应面分析法得到酪蛋白酸钠与麦芽糖糊精的最佳比例为1:4,均质压力200 bar,最佳进料速度为1.1 kg/h,进风温度为167℃。Regiane Victória等^[16]以阿拉伯胶作为壁材包埋玫瑰精油,研究结果表明,在固含量为19.3%,进风温度为171℃,进料量为0.92 L/h,包埋效果最好。Tonon R等^[17]对亚麻籽油进行微胶囊化处理,研究发现以改性淀粉包埋油脂的包埋率高达97%,且所制得的产品含水量在2%以下。

苏娜^[18]选用乳清蛋白和麦芽糊精制备棕榈油微胶囊,抗氧化性强,营养价值高,货架寿命长。安淑英^[19]以麦芽糊精和 β -环糊精作为主要的复合囊壁,制备了牛奶香精微胶囊,数据显示微胶囊的包合效率为79.14%。汤慧民^[20]以阿拉伯胶和麦芽糊精为壁材制备了无花果微胶囊粉,结果显示所制备的微胶囊粉末呈乳白色,具有较好的稳定性,成本相对较低,适合工业化生产。

喷雾干燥法是制备香精微胶囊最常使用的方法,每年大约有90%的香精微胶囊都是由该方法生产的。这种方法制备香精微胶囊的优点主要在于所生产产品纯度高、干燥方便、物料反应温度较低、生产方法简单及分散性好。虽然喷雾干燥法在香精微胶囊的制备上应用广泛,但是该方法生产香精微胶囊的投资费用相对较高,另外在喷雾干燥的过程中需要使用到较高的温度,而且出口温度一般很难被直接控制,如果生产中温度控制不当会严重影响所制备微胶囊的分散性及稳

定性。

2.2 原位聚合法

原位聚合法是将反应单体悉数加入到分散介质中,芯材物质作为分散相。在一定条件下,使反应单体经历预聚过程和聚合过程,并沉积在芯材物质的表面,从而对芯材包覆形成微胶囊^[21]。

槐敏等^[22]将薰衣草精油微胶囊化后成功制得薰衣草香精微胶囊,并将香精微囊应用于刨花板,制得了香型刨花板。研究结果显示所制备的香精微胶囊具有较好的包覆性能,施香量为4.5%时所制得的香型刨花板,在放置60 d后,板材释放香味的半衰期为104 d。

宋晓秋等^[23]制备了全封闭型茉莉香精微胶囊,研究显示所制备的香精微胶囊密封性较好,其包埋率为18%。储鸿等^[24]以脲醛树脂为壁材制备出了流动性固体香精微胶囊。研究显示香精的包埋率高达32%,表明该微胶囊热稳定性良好且具有较好的缓释性能。谢长亭等^[25]以柠檬香精为芯材制备了香精微胶囊。结果显示,囊壁对柠檬香精的包覆效果较好,采用50℃烘箱模拟动态释放20 d时,微胶囊化后香精的质量损失率比纯香精大约低30%。

原位聚合法制备香精微胶囊的工艺简单、成本低廉,形成的微胶囊致密性高,留香时间长,且具有较好的耐洗性能。虽然原位聚合法制备的香精微胶囊具有相对较好的致密性,可以让香精分子缓释,但其结构中含有甲醛,不利于健康环保。

2.3 复凝聚法

复凝聚法同样是制备香精微胶囊的常用方法,其原理是使用2种或2种以上水溶性高分子电解质为成膜材料,在适当条件下,由于电荷中和成膜材料从溶液中凝聚,将芯材包覆形成微胶囊,是一种高效率实用的微囊化方法^[26]。

Dong等^[27]以天然高分子明胶及阿拉伯树胶为囊壁制备出了薄荷油香精微胶囊。试验研究了香精微胶囊在不同分散介质中的释放情况,结果显示微胶囊的释放在热水中遵循一级释放动力学模型,而在高温炉中的释放则符合零级动力学模型。另外,香精微胶囊的释放速率还受到粒径大小的影响,较大的粒径增加了薄荷油的扩散距离,降低了微胶囊在释放后期的释放速率。最终优化分析结果表明,在冷水中存储40 d后,香精微胶囊仅释放7%的薄荷油,所制备的微胶囊表现出优异的贮存稳定性。

陈琳皓等^[28]制备了甜橙香精微胶囊,研究结果显示,明胶与阿拉伯胶的质量比为1:1.1、芯壁质量比为2.2:1、pH值为3.5、固化剂添加量为0.16%时,微胶囊的有效载量最高,达到73.16%。李志诚等^[29]以古龙香精为芯材制备了香精微胶囊,工艺优化结果显示当戊二醛用量为明胶质量的2.2倍、二硬脂酰胺乙基环氧丙基醋酸铵(ES)的质量分数为1.5%、ES和明胶质量比为1:0.3时,所制备的香精微胶囊表面形貌较好,此时胶囊的湿态粒径为2.1 μm。香精微胶囊的载香量为41.1%,包埋率达到95.3%。在80℃下缓释性能测试表明,香精微胶囊具有良好的缓释性能。盖旭等^[30]以明胶和阿拉伯胶为壁材制备了芥末油球形多核微胶囊。通过优化试验工艺参数,最终所制备的微胶囊产品的包埋率为92.66%。

复凝聚法制备香精微胶囊具有操作简单、条件温和等优点,另外所制备的微胶囊产品囊内芯材含量高、包埋率高,具有较为理想的留香时间,但与原位聚合法一样存在甲醛释放问题。

2.4 界面聚合法

界面聚合法适用于形成与最终聚合物壳紧密相连的两相或多相单体^[31],包括一种亲油性单体,一种亲水性单体,其中水是最常用的溶剂。在乳化过程中,香精材料和油溶性反应单体组成油相,亲水性单体分散在连续相中,油溶性反应单体和水溶性反应单体在两相的界面处反应,从而在油相液滴的表面形成一层薄膜对其进行包覆。

张姚等^[32]采用界面聚合法制备了香精微胶囊,结果发现芯壁比为4:1时,所制备的微胶囊在150℃时仍有80%的质量保留,而此时纯薄荷素油已经失重完全,另外,分析结果显示微胶囊中薄荷素油的包埋率可达84.09 wt%,粉末状微胶囊含油率为72.64 wt%,表明微胶囊化对芯材薄荷素油的释放有良好的缓释作用。

董利敏等^[33]以甲苯-2,4-二异氰酸酯(TDI)和聚乙二醇(PEG)为反应单体,制备了以橄榄油为芯材、聚氨酯为壁材的护肤微胶囊。结果表明所制备的微胶囊形貌规则,粒径大约为3~5 μm,且采用PEG-600比采用PEG-800所制备橄榄油微胶囊的释放性更好。

冯喜庆^[34]以乙二胺和对苯二甲酰氯为单体制备了茉莉香精微胶囊,结果显示该香精微胶囊稳定存在的最高温度为70℃,在70℃以下香味可以稳定存在,

将香精微胶囊添加到香味纸上的最佳添加量为8%,试验中微胶囊的最高留着率可达83.52%。

采用界面聚合法进行香精微胶囊的制备时,制备工艺简单、反应速度快,具有价格低廉、质量稳定等优势,而且克服了明胶-阿拉伯胶、三聚氰胺甲醛树脂和蜜胺树脂微胶囊中存在甲醛的问题^[35],所制备的微胶囊产品更加健康和环保,受到了研究者的广泛关注,但由于其微胶囊囊壁的致密性较差,从而影响了香精微胶囊的留香时间和稳定性,今后仍有很多研究工作需要继续开展。

3 香精微胶囊的释放

香精微胶囊中香精的释放方式主要分为2种,分别是全封闭型香精微胶囊和缓释型香精微胶囊。由于2种香精微胶囊的释香机理不同,因而2种微胶囊在不同应用领域的适用性也不同。

全封闭型香精微胶囊由于香精被完全包覆在微胶囊的囊壁内,释香需要通过机械外力的作用,如加压、摩擦等方式,或采用化学方法,通过相应的酶作用、溶剂的溶解等方式破坏微胶囊的囊壁来实现。因而,全封闭型香精微胶囊受外界环境的影响相对较小,其香味的稳定性更好。缓释型香精微胶囊是指香精通过微胶囊囊壁的孔隙缓慢地向环境中释放,一般不需要外加条件,其释香的强度及持久性主要取决于微胶囊囊壁孔隙的大小以及香精自身挥发性的强弱。另外,环境温度也会影响缓释型香精微胶囊的释香程度,温度越高,释香越快,也就意味着持久性越短。洗涤剂中的香精微胶囊一般情况下要求缓慢释放,以保持香味在织物上的持久性^[36]。

4 结语

香精微胶囊的制备主要集中在喷雾干燥法、原位聚合法、复凝聚法和界面聚合法上,几种制备方法都有其各自的优缺点。目前,对于香精香料的微胶囊化已经取得了很大的进展,但是仍然需要进一步研究。今后的研究重点仍在于如何提高香精微胶囊的稳定性、载香量、包埋率和持久性,并且开发多功能性产品以便能更好地满足生产和生活的需要,在此基础上,研究如何降低香精微胶囊的生产成本,从而实现工业化等问题。相信随着未来科学技术的发展以及生产水平的不断提高,香精香料的微胶囊化技术也将会越来越完善。

参考文献:

- [1] 王潮霞. 芳香医疗保健纺织品的研制[D]. 上海: 东华大学, 2003.
- [2] 胡静, 王宇轩. 洗涤剂用香精微胶囊的制备及其性能研究[J]. 中国洗涤用品工业, 2016, (8): 42-47.
- [3] 梁冰滢. 芳香织物低温耐久性整理工艺探讨[D]. 上海: 东华大学, 2016.
- [4] CABALLERO-GALLARDO K, OLIVERO-VERBEL J, STASHENKO E E. Repellent activity of essential oils and some of their individual constituents against *tribolium castaneum* herbst [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2011, 59(5): 1 690-1 696.
- [5] SLAMENOVA D, HORVATHOVA E. Cytotoxic, anticarcinogenic and antioxidant properties of the most frequent plant volatiles[J]. *Neoplasma*, 2013, 60(4): 343-354.
- [6] EDRIS A E, MALONE C F R. Preferential solubilization behaviours and stability of some phenolic-bearing essential oils formulated in different microemulsion systems[J]. *International Journal of Cosmetic Science*, 2012, 34(5): 441-450.
- [7] 潘勇军, 薛寒兵, 张飞, 等. 茉莉香精微胶囊的制备和表征[J]. 染整技术, 2009, 31(11): 33-37.
- [8] AL-SHANNAQ R, FARID M, AI-MUHTASEB S, *et al*. Emulsion stability and cross-linking of PMMA microcapsules containing phase change materials[J]. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 2015, 132: 311-318.
- [9] ZANG Y, YE M, HAN A, *et al*. Preparation of nano-encapsulated polyethylene wax particles for color toner by in-situ emulsion polymerization[J]. *Journal of Applied Polymer Science*, 2017, 134(2): 1-8.
- [10] 彭飞飞. 面向建筑节能的石蜡相变微胶囊的制备及性能研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2014.
- [11] 陈穗, 何松, 陈永泉. 微胶囊技术在香精香料中的应用进展[J]. 中国畜产与食品, 2000, (3): 136-138.
- [12] 曹祥薇, 胡蓓, 侯宁, 等. 明胶/麦芽糊精复合壁材制备香精微胶囊[J]. 黑龙江大学工程学报, 2017, 8(2): 51-54.
- [13] 刘楠楠. 喷雾干燥法制备芝麻油微胶囊的研究[J]. 食品与机械, 2013, 29(1): 219-222.
- [14] 董增, 姚宏燕, 翟科峰, 等. 茶油微胶囊化制备及其特性研究[J]. 宿州学院学报, 2016, 31(9): 118-120.
- [15] CHAIWANICH SIRI S. Microencapsulation of Macadamia oil by spray drying[J]. *Procedia Food Science*, 2011, 1(1): 1 660-1 665.
- [16] FERNANDES R V D B, BORGES S V, BOTREL D A, *et al*. Microencapsulation of rosemary essential oil: characterization of particles[J]. *Drying Technology*, 2013, 31(11): 1 245-1 254.
- [17] TONON R, PEDRO R B, GROSSO C F, *et al*. Microencapsulation of flaxseed oil by spray drying: effect of oil load and type of wall material[J]. *Drying Technology*, 2012, 30(13): 1 491-1 501.
- [18] 苏娜. 富维棕榈液油及其微胶囊的制备和特性研究[D]. 海口: 海南大学, 2015.
- [19] 安淑英. 牛奶香精微胶囊化技术研究[J]. 现代食品, 2017, (9): 122-124.
- [20] 汤慧民. 喷雾干燥法制备无花果微胶囊的研究[J]. 食品工业, 2012, 33(4): 11-13.
- [21] 黄睿. 醚化氨基树脂微胶囊的微观结构调控研究[D]. 天津: 天津工业大学, 2018.
- [22] 槐敏, 王进, 王喆, 等. 含香精微胶囊刨花板的微观构造及释香特性[J]. 东北林业大学学报, 2014, 42(12): 126-129.
- [23] 宋晓秋, 段玉萍. 全封闭型茉莉香精微胶囊的制备和表征[J]. 材料研究学报, 2017, 31(1): 29-33.
- [24] 储鸿, 俞佳德, 倪忠斌, 等. 微胶囊法制备高效缓释型芳香塑料[J]. 中国塑料, 2013, 27(2): 60-64.
- [25] 谢长亭, 吕建平. PVA 缩醛-氨基树脂双层香精微胶囊的研制及应用[J]. 安徽化工, 2014, 40(6): 31-33.
- [26] YAN W H, CHI P. The effect of chitosan and sodium alginate on the root growth and enzyme activity of soybean [J]. *东北农业大学学报(英文版)*, 2002, 9(1): 16-21.
- [27] DONG Z, MA Y, HAYAT K, *et al*. Morphology and release profile of microcapsules encapsulating peppermint oil by complex coacervation[J]. *Journal of Food Engineering*, 2011, 104(3): 455-460.
- [28] 陈琳皓, 单杨, 李高阳, 等. 复凝聚法制作甜橙香精微胶囊工艺研究[J]. 食品与机械, 2016, 32(3): 198-202.
- [29] 李志诚, 石光. 复凝聚法制备明胶/ES 香精微胶囊[J]. 精细化工, 2013, 30(1): 89-93.
- [30] 盖旭, 李荣, 姜子涛. 明胶-阿拉伯胶复凝聚法制备芥末油微胶囊[J]. 中国调味品, 2013, 38(9): 48-51.
- [31] JAMEKHORSHID A, SADRAMELI S M, FARID M. A review of microencapsulation methods of phase change materials (PCMs) as a thermal energy storage (TES) medium[J]. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2014, 31(2): 531-542.

展前景广大,但也存在一些需要解决的问题,只有解决好这些问题,非传统定制行业才能得到进一步的发展。

参考文献:

- [1] 焦圣雅,支浩然,祖雅妮,等.基于大数据和网络的服装精准定制模式研究[J/OL].中国经贸导刊(中),2019(8):109-110[2019-03-29].http://219.216.227.196:9020/kcms/detail/11.3876.F.20190314.1713.086.html.
- [2] 陆洁.国内高端定制服装中的传统手工艺[J].现代丝绸科学与技术,2019,34(1):26-29.
- [3] 林燕玲.高级服装定制产业的创新[J].西部皮革,2019,41(2):27.
- [4] 俞璐.国内服装定制品牌服务设计方案研究[J].西部皮

- 革,2019,41(1):74.
- [5] 纪振宇.定制产业的“第一次”[J].中国服饰,2019,(1):62.
- [6] 刘静.基于互联网+时代下服装个性化定制的设计与实现[J].西部皮革,2018,40(24):21.
- [7] 马思文.服装规模定制因素对顾客购买意愿的影响研究[D].北京:北京服装学院,2019.
- [8] 马思文.我国服装规模定制发展现状[J].中国市场,2018,(31):64-65.
- [9] 王银明.现代私人服装定制策略研究[N].中国服饰报,2018-08-31(011).
- [10] 张玉斌,刘艳华,胡玉良,等.大规模服装定制与智能生产系统网络集成[J].天津纺织科技,2018,(4):26-28.

Analysis of Non-traditional Customization Mode

HU Yao-wen, CHEN Xiao-ling*

(Institute of Hunan Engineering, Xiangtan 411100, China)

Abstract: With the rise of the Internet, garment customization was not a traditional mode of renting a facade or office building for customization. A variety of new clothing customization mode have gradually appeared. Through the analysis of several non-traditional clothing customization mode and clothing marketing mode, the conformity of clothing customization and the problems faced in the development process were discussed.

Key words: clothing customization; non-traditional customization mode; marketing mode

(上接第6页)

- [32] 张姚,赵迪,焦鑫,等.以聚脲为囊壁薄荷素油微胶囊的制备及表征[J].高分子学报,2016,(1):46-52.
- [33] 董利敏,邵建中,柴丽琴,等.基于界面聚合法的橄榄油-聚氨酯微胶囊制备[J].纺织学报,2009,30(8):74-78.
- [34] 冯喜庆.界面聚合法制备香精微胶囊及其在香味纸中的

- 应用[D].哈尔滨:东北林业大学,2015.
- [35] 王韶辉,胡心怡.纺织用芳香微胶囊及其主要性能对比分析[J].现代纺织技术,2007,15(6):50-51.
- [36] 刘乔卉,侯彦秋,权桂英.洗涤剂中香料香精微胶囊研究进展[J].河南科技,2018,(8):133-134.

Research Progress in Preparation of Flavor Microcapsules

ZHAO Xian-tao¹, XIAO Chao-peng², LU Shao-feng²

(1. Dongguan Guangxin Textile Auxiliaries Co., Ltd., Dongguan 523000, China)

(2. College of Textile Science and Engineering, Xi'an Polytechnic University, Xi'an 710048, China)

Abstract: The preparation conditions of flavor microcapsules were introduced, and the main methods of preparation of flavor microcapsules were reviewed. The advantages and disadvantages of several preparation methods of flavor microcapsules were summarized, and the future development and research direction of flavor microcapsules were prospected.

Key words: microcapsule; flavor; preparation method