



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113089333 A

(43) 申请公布日 2021. 07. 09

(21) 申请号 202110349850.2

D06P 1/00 (2006.01)

(22) 申请日 2021.03.31

B01J 13/02 (2006.01)

(71) 申请人 上海应用技术大学

地址 200000 上海市徐汇区漕宝路120-121号

(72) 发明人 肖作兵 徐雯雯 柯勤飞 寇兴然 牛云蔚

(74) 专利代理机构 上海段和段律师事务所 31334

代理人 李佳俊 郭国中

(51) Int. Cl.

D06M 23/12 (2006.01)

D06M 15/03 (2006.01)

D06M 13/00 (2006.01)

D06P 1/22 (2006.01)

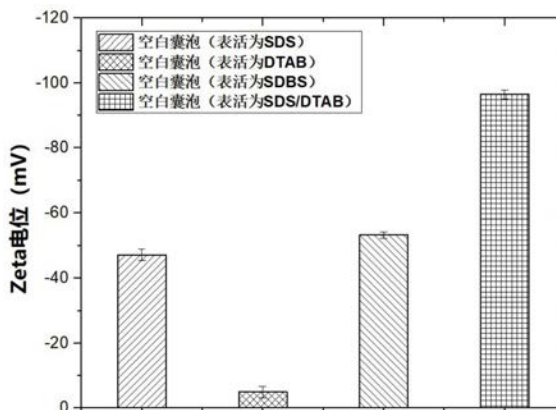
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

一种基于氯丙醇-β-环糊精的双包埋囊泡及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种基于氯丙醇-β-环糊精的双包埋囊泡及其制备方法。所述的双包埋囊泡,其原料由香精,染料,氯丙醇-β-环糊精,表面活性剂,去离子水组成。本发明的双包埋囊泡能够同时包埋疏水性薰衣草香精和偏亲水性染料靛蓝,此外,以氯丙醇修饰的改性β-环糊精作为壁材,在后续应用中可以将其进一步诱导闭环形成环氧基,利用活性基团与纤维素羟基之间的共价作用,使纳米材料与纤维表面牢固结合,达到美丽织物长久释香的目的。本发明所涉及的制备双包埋囊泡方法简单易行,所制备双包埋囊泡形貌规整,装载量高,易于工业化生产。



1. 一种双包埋囊泡,其特征在于,所述双包埋囊泡以氯丙醇-β-环糊精为壁材与表面活性剂自组装形成囊泡;所述囊泡的双层结构的外壳中包埋疏水性分子、内核中包埋偏亲水性分子。

2. 根据权利要求1所述的双包埋囊泡,其特征在于,所述疏水性分子为不溶于水的液体香精;所述偏亲水性分子为微溶于水的染料粉末。

3. 根据权利要求2所述的双包埋囊泡,其特征在于,所述香精为薰衣草香精;所述染料为靛蓝。

4. 根据权利要求1所述的双包埋囊泡,其特征在于,所述表面活性剂为混合离子型表面活性剂十二烷基硫酸钠/十二烷基三甲基溴化铵。

5. 一种根据权利要求1所述的双包埋囊泡的制备方法,其特征在于,以氯丙醇-β-环糊精为壁材,与混合离子型表面活性剂自组装形成囊泡,以疏水性分子和偏亲水性分子作为芯材,采用超声法制备得到以氯丙醇-β-环糊精为囊壁的双包埋囊泡。

6. 根据权利要求5所述的双包埋囊泡的制备方法,其特征在于,所述方法包括如下步骤:

S1、将氯丙醇-β-环糊精和去离子水搅拌溶解,制得水相I;所述水相I中氯丙醇-β-环糊精的浓度为10~20mM;

S2、将混合离子型表面活性剂SDS/DTAB和去离子水搅拌混合均匀,制得水相II;

S3、将水相I加入水相II中,混合均匀,溶液呈微蓝色,放置在温度为25℃的恒温箱中24-48小时以达到平衡形成囊泡水相III;

S4、每15mL囊泡水相III中加入14-20μL疏水性分子,在600-800rpm转速下充分搅拌5-15min,在同样的条件下再添加0.014-0.020g偏亲水性分子,最后在80-120w的条件下超声10-20min;透析,除去未包埋的偏亲水性分子和疏水性分子,即得所需的双包埋囊泡溶液。

7. 根据权利要求6所述的双包埋囊泡的制备方法,其特征在于,步骤S2中,混合离子表面活性剂SDS/DTAB中SDS与DTAB的摩尔比为3:1,总浓度为10mM。

8. 根据权利要求6所述的双包埋囊泡的制备方法,其特征在于,步骤S4中,所述透析是将双包埋后的溶液转移到透析袋中,透析12-24h,以便除去未包埋的亲水性分子和疏水性分子。

9. 根据权利要求6所述的双包埋囊泡的制备方法,其特征在于,所述偏亲水性分子为靛蓝;所述疏水性分子为薰衣草香精。

## 一种基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的双包埋囊泡及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于香精纳米胶囊领域,涉及一种双包埋囊泡,具体来说是一种基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的双包埋囊泡及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着经济的飞速发展,国民生活水平的不断提高,人们对加香产品的需求越来越多样化。其中,纺织品的加香和染整在满足人们基本需求和保暖的基础上赋予了纺织品更多新的价值与功能,不仅具有色泽,同时还具有香味、抗菌、保健等性能。然而,香精中的组成成分一般是有机化合物,对光、热和氧敏感,稳定性低,容易挥发,不易保存。胶囊化后的香精和染料应用到纺织品中,不仅提高了香精的稳定性,还可以控制棉织品中香味的释放速度,大大延长了美丽织物的留香时间,并具有一定的耐洗性,使纺织品具有附加价值和功能性需求。

[0003] 环糊精是一类具有外侧亲水内腔疏水的特殊分子结构的大分子化合物,可以包含香精分子、天然药物活性组分和抗菌剂等功能化合物,是理想的胶囊壁材。然而,提高环糊精常温下的溶解度和与纤维素纺织品的结合牢度是需要解决的关键问题。

### 发明内容

[0004] 针对现有技术中的上述问题,本发明要解决的技术问题是提供一种基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的双包埋囊泡及其制备方法;这种以氯丙醇- $\beta$ -环糊精为壁材的双包埋囊泡及其制备方法,能够同时包埋偏亲水性和疏水性分子。

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明提供了以下技术方案:

[0006] 本发明涉及一种双包埋囊泡,所述双包埋囊泡以氯丙醇- $\beta$ -环糊精为壁材与表面活性剂自组装形成囊泡;所述囊泡的双层结构的外壳中包埋疏水性分子、内核中包埋偏亲水性分子。作为一个具体示例,包埋疏水性分子的装载量为10%,内核中包埋偏亲水性分子的装载量为9.73%。

[0007] 作为本发明的一个实施方案,所述双包埋囊泡原料组分包括:疏水性分子、偏亲水性分子、氯丙醇- $\beta$ -环糊精、表面活性剂和去离子水。

[0008] 作为本发明的一个实施方案,所述疏水性分子为不溶于水的液体香精;所述偏亲水性分子为微溶于水的染料粉末。

[0009] 作为本发明的一个实施方案,所述香精为薰衣草香精;所述染料为靛蓝。

[0010] 作为本发明的一个实施方案,所述表面活性剂为混合离子型表面活性剂十二烷基硫酸钠/十二烷基三甲基溴化铵(SDS/DTAB)。

[0011] 本发明还涉及一种所述的双包埋囊泡的制备方法,以氯丙醇- $\beta$ -环糊精为壁材,与混合离子型表面活性剂自组装形成囊泡,以疏水性分子和偏亲水性分子作为芯材,采用超声法制备得到以氯丙醇- $\beta$ -环糊精为囊壁的双包埋囊泡。

[0012] 作为本发明的一个实施方案,所述方法包括如下步骤:

[0013] S1、将氯丙醇-β-环糊精和去离子水搅拌溶解,制得水相I;所述水相I中氯丙醇-β-环糊精的浓度为10~20mM;

[0014] S2、将混合离子型表面活性剂SDS/DTAB和去离子水搅拌混合均匀,制得水相II;

[0015] S3、将水相I加入水相II中,混合均匀,溶液呈微蓝色,放置在温度为25℃的恒温箱中24-48小时以达到平衡形成囊泡水相III;

[0016] S4、每15mL囊泡水相III中加入14-20μL疏水性分子,在600-800rpm转速下充分搅拌5-15min,在同样的条件下再添加0.014-0.020g偏亲水性分子,最后在80-120w的条件下超声10-20min;透析,除去未包埋的偏亲水性分子和疏水性分子,即得所需的双包埋囊泡溶液。

[0017] 作为一个实施示例,所述水相I中氯丙醇-β-环糊精的浓度为16mM。

[0018] 作为本发明的一个实施方案,步骤S2中,混合离子表面活性剂SDS/DTAB中SDS与DTAB的摩尔比为3:1,总浓度为10mM。在本申请的体系中,该摩尔比的比例过高或过低会导致表面活性剂自身就形成囊泡或体系不稳定产生沉淀;总浓度过高会导致后续体系没法形成囊泡,总浓度过低会导致体系固含量太低,没有实际意义。

[0019] 作为本发明的一个实施方案,步骤S4中,所述透析是将双包埋后的溶液转移到透析袋中,透析12-24h,以便除去未包埋的亲水性分子和疏水性分子。

[0020] 作为本发明的一个实施方案,所述透析袋MWC0=5000。

[0021] 作为本发明的一个实施方案,所述偏亲水性分子为靛蓝;所述疏水性分子为薰衣草香精。

[0022] 本发明所应用的原理如下:由于β-环糊精常温下在水中的溶解度只有1.85%,使用氯丙醇修饰的改性β-环糊精水溶性大大提高,常温下即可迅速溶解。以氯丙醇基团修饰的改性β-环糊精作为壁材,在后续应用中可以将其进一步诱导闭环形成环氧基,利用活性基团与纤维素羟基之间的共价作用,使纺织品增香处理后留香时间更持久,耐水洗能力更好,织物留香时间更长。囊泡是由两亲性物质在选择性溶剂中自组装形成的一种类似于磷脂双分子层的核壳结构。囊泡的双层膜是由亲水链段与疏水链段的两端形成的两层类似磷脂双分子层的薄膜,同时疏水层隔离了内部亲水的核心与外部介质的直接接触。亲水的核心用来包埋亲水的分子,疏水部位则包埋疏水的物质。最终,以氯丙醇修饰的改性β-环糊精作为壁材自组装形成的双包埋囊泡,在后续应用中可以将其进一步诱导闭环形成环氧基,利用活性基团与纤维素羟基之间的共价作用,使纳米材料与纤维表面牢固结合,达到美丽织物长久释香的目的。此外,并非任意能使得水溶性显著提高的改性β-环糊精就能实现本发明的目的;如选用6-(2-葡萄糖基氨基)-β-环糊精,将无法得到本发明所需的双包埋囊泡。

[0023] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:

[0024] 1) 以氯丙醇-β-环糊精为壁材,与混合阴阳离子表面活性剂自组装形成囊泡,以薰衣草香型香精和染料靛蓝作为芯材,采用超声法制备以氯丙醇-β-环糊精为囊壁的双包埋囊泡;其中水相是氯丙醇-β-环糊精、表面活性剂、靛蓝及去离子水,油相是薰衣草香精;水相、油相混合后经高速剪切形成乳液,将香精包覆在其中;

[0025] 2) 囊泡易于制备且具有出色的结构可塑性,通过把疏水性物质(薰衣草香精)包埋在双层的外壳中,偏亲水性物质(染料靛蓝)包裹在内核中,从而达到双包埋的效果;所涉及

的制备双包埋囊泡方法简单易行,所制备双包埋囊泡形貌规整,装载量高,易于工业化生产。

### 附图说明

[0026] 通过阅读参照以下附图对非限制性实施例所作的详细描述,本发明的其它特征、目的和优点将会变得更明显:

[0027] 图1是实施例1和各对比比例的囊泡的zeta电位对比图;

[0028] 图2是本发明实施例1的双包埋囊泡的透射电镜图;

[0029] 图3是本发明实施例1的双包埋囊泡的激光共聚焦图;

[0030] 图4是本发明实施例1的双包埋囊泡的激光共聚焦图。

### 具体实施方式

[0031] 下面结合实施例对本发明进行详细说明。以下实施例将有助于本领域的技术人员进一步理解本发明,但不以任何形式限制本发明。应当指出的是,对本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干调整和改进。这些都属于本发明的保护范围。

[0032] 实施例1

[0033] 本实施例提供了一种基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的香精纳米胶囊的制备方法,具体步骤如下:

[0034] (1) 水相I的配制:

[0035] 将氯丙醇- $\beta$ -环糊精(16mM)和去离子水置于反应釜中,在电动搅拌器的作用下充分溶解,制得水相I;

[0036] (2) 水相II的配制:

[0037] 将混合离子表面活性剂SDS/DTAB( $R=3:1, C_t=10\text{mM}$ )和去离子水置于反应釜中,在电动搅拌器的作用下充分混合均匀,制得水相II;

[0038] (3) 空白囊泡的制备

[0039] 将水相I逐渐加入水相II中,混合均匀,溶液呈微蓝色,放置在温度为25℃的恒温箱中24小时以达到平衡形成水相III,即基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的空白囊泡。将所制备的空白囊泡通过动态光散射法(DLS)测定其zeta电位,如图1所示,结果表明zeta电位为-96.47mV。zeta电位可以显示粒子之间吸引力和排斥力的强度,因此,越高的zeta电位(负或正)表示体系具有越高的稳定性。混合离子表面活性剂SDS/DTAB具有较高的zeta电位,说明该条件下制备的空白囊泡具有较高的稳定性。

[0040] (3) 双包埋囊泡的制备

[0041] 将17 $\mu\text{L}$ 薰衣草香精缓慢添加至15mL囊泡水相III中,在800rpm转速下充分搅拌10min,紧接着在同样的条件下再缓慢添加0.017g靛蓝,最后在100w的条件下超声15min。将双包埋后的溶液转移到透析袋(MWC0=5000)中,透析12h,分别在3h,3h,6h换一次去离子水,以便除去未包埋的靛蓝和香精,待透析完成后,即为所需的双包埋囊泡溶液

[0042] (4) 双包埋囊泡的表征

[0043] 双包埋囊泡的粒径、形态,可由透射电子显微镜和激光共聚焦等方法检测得到。如

图2和3所示,双包埋囊泡颗粒形貌规整,大小及分布均一,透射电子显微镜与激光共聚焦测试结果一致。如图4所示,疏水性物质薰衣草香精(使用尼罗红染色)包埋在囊泡双层的外壳中,亲水性物质染料靛蓝包裹在囊泡内核中。

[0044] 对比例1

[0045] 本对比例提供了一种基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的香精纳米胶囊的制备方法,具体步骤如下:

[0046] (1) 水相I的配制:

[0047] 将氯丙醇- $\beta$ -环糊精(16mM)和去离子水置于反应釜中,在电动搅拌器的作用下充分溶解,制得水相I;

[0048] (2) 水相II的配制:

[0049] 将阴表面活性剂SDS(10mM)和去离子水置于反应釜中,在电动搅拌器的作用下充分混合均匀,制得水相II;

[0050] (3) 空白囊泡的制备

[0051] 将水相I逐渐加入水相II中,混合均匀,溶液呈微蓝色,放置在温度为25℃的恒温箱中24小时以达到平衡形成水相III,即基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的空白囊泡。将所制备的空白囊泡通过动态光散射法(DLS)测定其zeta电位,如图1所示,结果表明zeta电位为-47.23mV。

[0052] (3) 双包埋囊泡的制备

[0053] 将17 $\mu$ L薰衣草香精缓慢添加至15mL囊泡水相III中,在800rpm转速下充分搅拌10min,紧接着在同样的条件下再缓慢添加0.017g靛蓝,最后在100w的条件下超声15min。将双包埋后的溶液转移到透析袋(MWCO=5000)中,透析12h,分别在3h,3h,6h换一次去离子水,以便除去未包埋的靛蓝和香精,待透析完成后,即为所需的双包埋囊泡溶液。

[0054] 对比例2

[0055] 本对比例提供了一种基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的香精纳米胶囊的制备方法,具体步骤如下:

[0056] (1) 水相I的配制:

[0057] 将氯丙醇- $\beta$ -环糊精(16mM)和去离子水置于反应釜中,在电动搅拌器的作用下充分溶解,制得水相I;

[0058] (2) 水相II的配制:

[0059] 将阳离子表面活性剂DTAB(10mM)和去离子水置于反应釜中,在电动搅拌器的作用下充分混合均匀,制得水相II;

[0060] (3) 空白囊泡的制备

[0061] 将水相I逐渐加入水相II中,混合均匀,溶液呈微蓝色,放置在温度为25℃的恒温箱中24小时以达到平衡形成水相III,即基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的空白囊泡。将所制备的空白囊泡通过动态光散射法(DLS)测定其zeta电位,如图1所示,结果表明zeta电位为-4.97mV。

[0062] (3) 双包埋囊泡的制备

[0063] 将17 $\mu$ L薰衣草香精缓慢添加至15mL囊泡水相III中,在800rpm转速下充分搅拌10min,紧接着在同样的条件下再缓慢添加0.017g靛蓝,最后在100w的条件下超声15min。将

双包埋后的溶液转移到透析袋(MWCO=5000)中,透析12h,分别在3h,3h,6h换一次去离子水,以便除去未包埋的靛蓝和香精,待透析完成后,即为所需的双包埋囊泡溶液。

[0064] 对比例3

[0065] 本对比例提供了一种基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的香精纳米胶囊的制备方法,具体步骤如下:

[0066] (1) 水相I的配制:

[0067] 将氯丙醇- $\beta$ -环糊精(16mM)和去离子水置于反应釜中,在电动搅拌器的作用下充分溶解,制得水相I;

[0068] (2) 水相II的配制:

[0069] 将阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠SDBS(10mM)和去离子水置于反应釜中,在电动搅拌器的作用下充分混合均匀,制得水相II;

[0070] (3) 空白囊泡的制备

[0071] 将水相I逐渐加入水相II中,混合均匀,溶液呈微蓝色,放置在温度为25℃的恒温箱中24小时以达到平衡形成水相III,即基于氯丙醇- $\beta$ -环糊精的空白囊泡。将所制备的空白囊泡通过动态光散射法(DLS)测定其zeta电位,如图1所示,结果表明zeta电位为一53.34mV。

[0072] (3) 双包埋囊泡的制备

[0073] 将17 $\mu$ L薰衣草香精缓慢添加至15mL囊泡水相III中,在800rpm转速下充分搅拌10min,紧接着在同样的条件下再缓慢添加0.017g靛蓝,最后在100w的条件下超声15min。将双包埋后的溶液转移到透析袋(MWCO=5000)中,透析12h,分别在3h,3h,6h换一次去离子水,以便除去未包埋的靛蓝和香精,待透析完成后,即为所需的双包埋囊泡溶液。

[0074] 以上对本发明的具体实施例进行了描述。需要理解的是,本发明并不局限于上述特定实施方式,本领域技术人员可以在权利要求的范围内做出各种变形或修改,这并不影响本发明的实质内容。

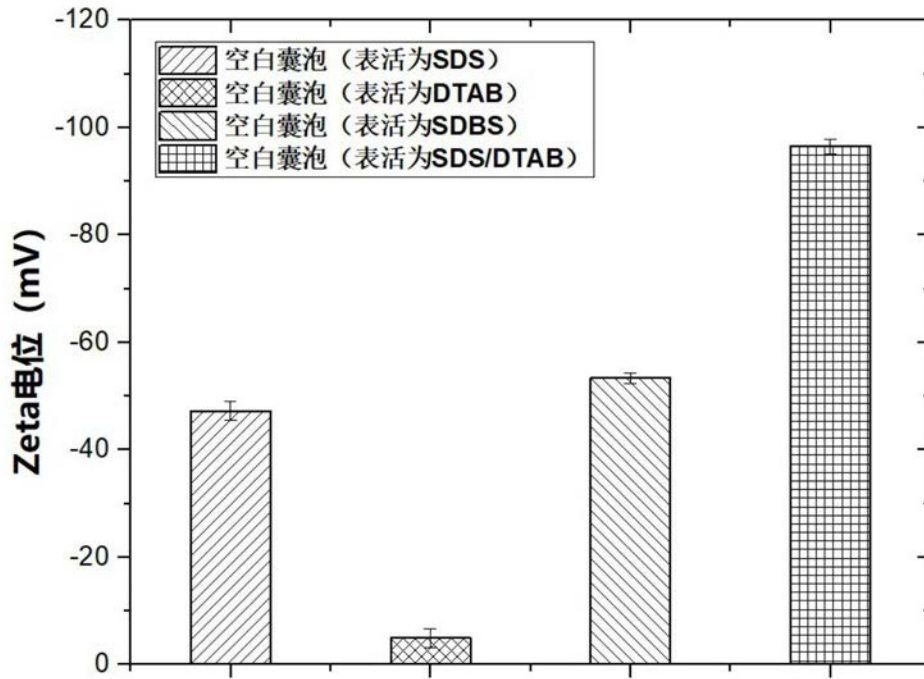


图1

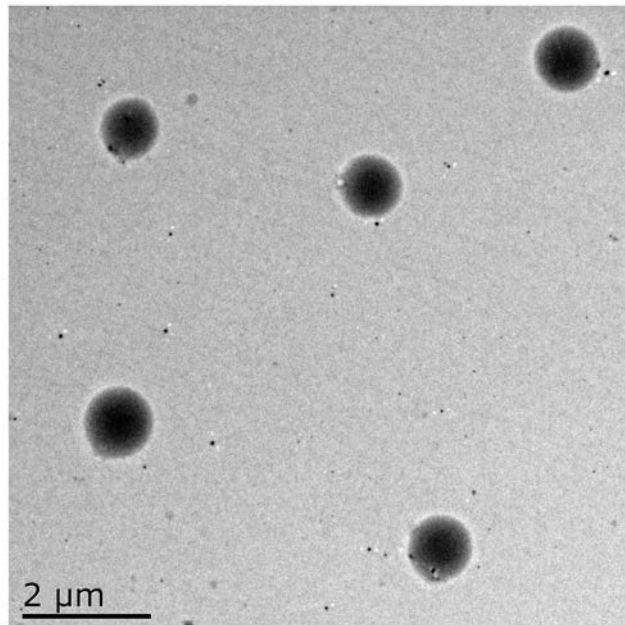


图2



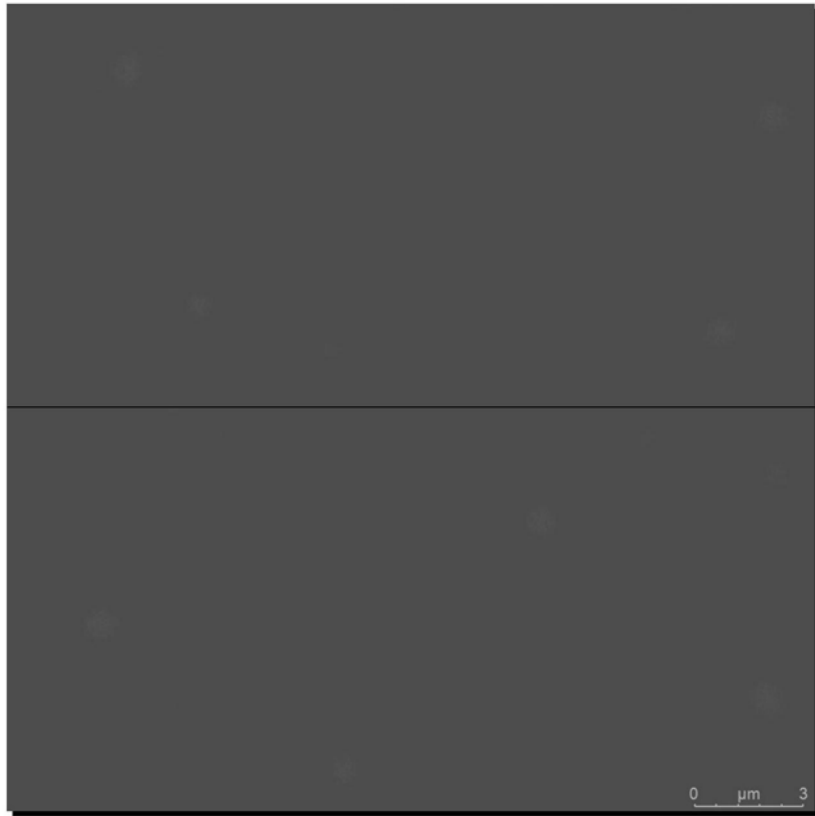


图3

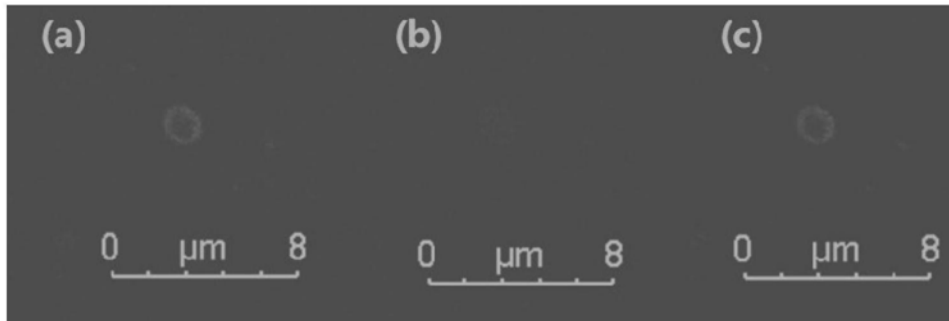


图4