



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104073346 A

(43) 申请公布日 2014. 10. 01

(21) 申请号 201310101829. 6

(22) 申请日 2013. 03. 27

(71) 申请人 丽华(广州) 香精有限公司

地址 510540 广东省广州市白云区北太路
1633 号广州民营科技园科兴路 19 号

(72) 发明人 卢少明 卢健 马集锋

(74) 专利代理机构 广州市越秀区哲力专利商标
事务所(普通合伙) 44288

代理人 汤喜友

(51) Int. Cl.

C11B 9/00 (2006. 01)

B01J 13/02 (2006. 01)

B01J 13/20 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种纳米级微胶囊甜橙香精及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种纳米级微胶囊甜橙香精及其制备方法。所述的纳米级微胶囊甜橙香精通过以质量百分比计的甜橙香精 5-20% ;表面活性剂 3-10% ;有机硅溶胶前驱物 5~20% ;壳聚糖 0. 5~5% ;乙醇 0. 5~5% ;去离子水水余量, 经过香精乳化、有机硅溶胶前驱物的制备、制备壳聚糖溶液、微囊包裹等步骤, 本发明采用壳聚糖为纳米壁材, 以硅氧骨架为载体, 对乳化后的配方香精进行包裹, 得到纳米级别的微囊甜橙香精中易挥发组份不会率先发散完, 且表面积更大, 发香更自然、更持久, 壳聚糖表面的多羟基结构, 可以帮助更好的吸附在纺织品上, 经过多次洗涤也能保持其原有香气。本发明的制备方法包裹时间短, 包裹效率高。

1. 一种纳米级微胶囊甜橙香精,其特征在于其通过以质量百分比计的以下原料制备而成:

- 甜橙香精 5-20%;
- 表面活性剂 3-10%;
- 有机硅溶胶前驱物 5~20%;
- 壳聚糖 0.5~5%;
- 乙醇 0.5~5%;
- 去离子水水余量。

2. 根据权利要求1所述的纳米级微胶囊甜橙香精,其特征在于:其中所述有机硅溶胶前驱物是由有机硅溶胶与正硅酸乙酯40按照质量比为1:1的比例混合,添加0.1-1mol/L的盐酸调节pH值至1.5-2.0。

3. 根据权利要求1所述的纳米级微胶囊甜橙香精,其特征在于:所述表面活性剂为司盘、吐温、环氧有机硅中的任意一种或者两种以上混合。

4. 一种纳米级微胶囊甜橙香精的制备方法,其特征在于其包括以下步骤:

- 1) 香精乳化:将甜橙香精用去离子水溶解后,加入表面活性剂,搅拌均匀后制得芯材;
- 2) 有机硅溶胶前驱物的制备:将有机硅溶胶和正硅酸乙酯40混合并搅拌均匀,然后用0.1-1mol/L的盐酸调节pH值至1.5-2.0得到前驱物;
- 3) 制备壳聚糖溶液:将壳聚糖加入到乙醇溶液中,超声波处理20-50分钟,加入0.5-1.5mol/L的草酸溶液调节pH值至4-6,得到壁材;
- 4) 微囊包裹:先将步骤1)中的芯材加入到步骤2)中的前驱物中,边添加边搅拌,搅拌均匀之后再添加步骤3)中的壁材,搅拌均匀后在温水中水浴加热10-30分钟,然后在室温下自然冷却,得到产品。

5. 根据权利要求4所述的纳米级微胶囊甜橙香精的制备方法,其特征在于:其中原料的用量以质量百分比计分别为甜橙香精5-20%;表面活性剂3-10%;有机硅溶胶前驱物5~20%;壳聚糖0.5~5%;乙醇0.5~5%;去离子水水余量。

6. 根据权利要求4所述的纳米级微胶囊甜橙香精的制备方法,其特征在于:步骤3)中超声波的频率为25-80kHz。

7. 根据权利要求4所述的纳米级微胶囊甜橙香精的制备方法,其特征在于:步骤4)中温水的温度为40-70℃。

一种纳米级微胶囊甜橙香精及其制备方法

[0001]

技术领域

[0002] 本发明涉及日化领域用的香精,具体涉及一种纳米级微胶囊甜橙香精及其制备方法,主要用于洗涤剂。

[0003]

背景技术

[0004] 在水果香精中,以甜橙、柠檬、草莓、香蕉、菠萝、苹果等几种香型最为常见的,其中又以甜橙香型的最受人们的青睐,应用范围最广,几乎绝大多数日化商品都有甜橙香型的。目前,市场上所用的甜橙香精中含有大量的易挥发萜烯类物质,导致商品香气质量不稳定,易失真,且香气流失速度快,用在产品中,香气很难持久。

[0005] 中国专利申请 CN101142997A 公开了一种纳米甜橙香精的制备方法,通过该方法制备的纳米甜橙香精的平均粒径小于 1000nm,并能有效解决香精香气缓释的问题,并主要应用于口香糖、软糖、饼干等食品中,但是这种制备方法还存在包裹时间长,包裹效果差等缺陷。

[0006]

发明内容

[0007] 为克服现有技术的缺陷,本发明的目的在于提供一种纳米级微胶囊甜橙香精,稳定性及缓释性好,包覆后的纳米香精可以对纺织物形成有效的吸附,使织物香气持久。

[0008] 本发明的另一目的在于提供一种纳米级微胶囊甜橙香精的制备方法,缩短包裹时间,提高包裹效率,延长香精的缓释时间。

[0009] 为实现上述目的本发明所采用的技术方案如下:

一种纳米级微胶囊甜橙香精,其通过以质量百分比计的以下原料制备而成:

甜橙香精 5-20%;

表面活性剂 3-10%;

有机硅溶胶前驱物 5~20%;

壳聚糖 0.5~5%;

乙醇 0.5~5%;

去离子水水余量。

[0010] 上述方案中,在配方中添加有机硅溶胶前驱物的作用是确保凝胶过程中壳聚糖能够有效包裹乳化后的香精,优选的方案中,所述有机硅溶胶前驱物是由有机硅溶胶与正硅酸乙酯 40 按照质量比为 1:1 的比例混合,添加 0.1-1mol/L 的盐酸调节 pH 值至 1.5-2.0。正硅酸乙酯在酸性条件下水解与乙醇反应,快速形成一种硅氧骨架,作为香精配方的载体,香精吸附在载体上有助于壳聚糖对其进行有效包裹,形成纳米级颗粒物质;通过氢键和范

德华力作用包覆后的纳米香精可以对纺织物形成有效的吸附,在壳聚糖外壁慢慢释放,香精可以在纺织物上持久留香;在正硅酸乙酯水解过程中,加入一种硅溶胶,并且不断搅拌,有助于缩短水解时间,加深水解程度,使生成的硅氧骨架结构大小均匀,能更好的固定配方香精,从而提高壳聚糖对香精的包裹率。正硅酸乙酯在碱性介质中水解反应较难控制,因此当在酸性条件下水解时,必须对 pH 值进行控制, pH 值越大,水解液越不稳定,例如当 pH 值为 6 时,水解液大约经过 1 分钟就可能胶化;综合考虑水解液的稳定性,上述方案中选定 pH 值为 1.5-2.0, 较佳的 pH 值为 2.0。

[0011] 上述方案中,本发明所采用的壳聚糖是一种天然的阳离子聚合物,机械稳定性好,其中含有亲水性的羟基和在一定条件下质子化的氨基,是一种理想的微胶囊壁材。

[0012] 在本发明中乳化剂的作用是使香精能完全溶解于水液体中,充分得到利用。优选的方案中,本发明所述表面活性剂为司盘、吐温、环氧有机硅中的任意一种或者两种以上混合。

[0013] 一种纳米级微胶囊甜橙香精的制备方法,其包括以下步骤:

- 1) 香精乳化:将甜橙香精用去离子水溶解后,加入表面活性剂,搅拌均匀后制得芯材;
- 2) 有机硅溶胶前驱物的制备:将有机硅溶胶和正硅酸乙酯 40 混合并搅拌均匀,然后用 0.1-1mol/L 的盐酸调节 pH 值至 1.5-2.0 得到前驱物;
- 3) 制备壳聚糖溶液:将壳聚糖加入到乙醇溶液中,超声波处理 20-50 分钟,加入 0.5-1.5mol/L 的草酸溶液调节 pH 值至 4-6,得到壁材;
- 4) 微囊包裹:先将步骤 1) 中的芯材加入到步骤 2) 中的前驱物中,边添加边搅拌,搅拌均匀之后再添加步骤 3) 中的壁材,搅拌均匀后在温水中水浴加热 10-30 分钟,然后在室温下自然冷却,得到产品。

[0014] 其中原料的用量以质量百分比计分别为甜橙香精 5-20%;表面活性剂 3-10%;有机硅溶胶前驱物 5~20%;壳聚糖 0.5~5%;乙醇 0.5~5%;去离子水水余量。

[0015] 在上述制备方法中,选用乙醇溶液分散剂,用于溶解壳聚糖,有利于分散大颗粒的壳聚糖,起到分散助溶的作用,采用超声波处理,壳聚糖被有效的水解或破碎成小颗粒物质,能进一步提高壳聚糖对乳化后香精的包裹率。优选的方案中,本发明的步骤 3) 中超声波的频率为 25-80kHz。

[0016] 优选的方案中,上述制备方法的步骤 4) 中温水的温度为 40-70℃。

[0017] 相比现有技术,本发明的有益效果在于:本发明采用壳聚糖为纳米壁材,以硅氧骨架为载体,对乳化后的配方香精进行包裹,制备得到纳米级别的微囊甜橙香精中易挥发组份不会率先发散完,且表面积更大,发香更自然、更持久,壳聚糖表面的多羟基结构,可以帮助更好的吸附在纺织品上,免去使用交联剂和粘合剂进行处理的工艺,经过多次洗涤也能保持其原有香气。本发明的制备方法包裹时间短,包裹效率高。

[0018] 下面结合具体的实施方式对本发明作进一步详细说明。

[0019]

具体实施方式

[0020] 实施例 1

一种纳米级微胶囊甜橙香精,通过以下方法制备而成:

- 1) 香精乳化 : 将甜橙香精用去离子水溶解后, 加入表面活性剂, 搅拌均匀后制得芯材 ;
- 2) 有机硅溶胶前驱物的制备 : 将有机硅溶胶和正硅酸乙酯 40 混合并搅拌均匀, 然后用 0.11/L 的盐酸调节 pH 值至 1.5 得到前驱物 ;
- 3) 制备壳聚糖溶液 : 将壳聚糖加入到乙醇溶液中, 超声波处理 20 分钟, 加入 1.5mol/L 的草酸溶液调节 pH 值至 4, 得到壁材 ;
- 4) 微囊包裹 : 先将步骤 1) 中的芯材加入到步骤 2) 中的前驱物中, 边添加边搅拌, 搅拌均匀之后再添加步骤 3) 中的壁材, 搅拌均匀后在 70℃ 的温水中水浴加热 10 分钟, 然后在室温下自然冷却, 得到产品。

[0021] 其中原料的用量(以质量百分比计) 分比为 :

- 甜橙香精 20% ;
- 表面活性剂 10% ;
- 有机硅溶胶前驱物 5% ;
- 壳聚糖 0.5% ;
- 乙醇 0.5% ;
- 去离子水水余量。

[0022]

实施例 2

一种纳米级微胶囊甜橙香精, 通过以下方法制备而成 :

- 1) 香精乳化 : 将甜橙香精用去离子水溶解后, 加入表面活性剂, 搅拌均匀后制得芯材 ;
- 2) 有机硅溶胶前驱物的制备 : 将有机硅溶胶和正硅酸乙酯 40 混合并搅拌均匀, 然后用 1mol/L 的盐酸调节 pH 值至 2 得到前驱物 ;
- 3) 制备壳聚糖溶液 : 将壳聚糖加入到乙醇溶液中, 超声波处理 50 分钟, 加入 0.5-1.5mol/L 的草酸溶液调节 pH 值至 5, 得到壁材 ;
- 4) 微囊包裹 : 先将步骤 1) 中的芯材加入到步骤 2) 中的前驱物中, 边添加边搅拌, 搅拌均匀之后再添加步骤 3) 中的壁材, 搅拌均匀后在 40℃ 的温水中水浴加热 30 分钟, 然后在室温下自然冷却, 得到产品。

[0023] 其中原料的用量(以质量百分比计) 分比为 :

- 甜橙香精 5% ;
- 表面活性剂 3% ;
- 有机硅溶胶前驱物 20% ;
- 壳聚糖 5% ;
- 乙醇 5% ;
- 去离子水水余量。

[0024] 性能测试 :

1. 热稳定性 : 在 120℃ 的烘箱中, 烘 30min, 然后按国标 GB/T 14454.2-2008 对产品的香气进行评定 ; 检测结果见表 1。

[0025] 2. 缓释性(产品对纺织物进行加香处理后的留香时间) : 将纺织物置于溶有 5% 纳米香精产品的水溶液中, 浸泡 1 个小时, 取出, 拧干水, 于 110℃ 下烘干, 然后将纺织物于室温下放置, 每隔一段时间按国标 GB/T 14454.2-2008 对加香纺织物的香气进行评定 ; 检测

结果见表 1。

[0026] 3. 耐洗涤程度(加香纺织物的耐洗涤程度):将经过加香整理的纺织物,置于溶解有 0.5%洗衣液的水中,浸泡 30min,然后用清水洗涤 2~3 次,取出,拧干水,于室温下风干,按国标 GB/T 14454. 2-2008 对加香纺织物的香气进行评定;重复洗涤,以测定经过多少次洗涤后其香气基本消失,检测结果见表 1。

[0027] 表 1 :检测结果

稳定性	缓释性	应用效果
120℃下烘烤 30min, 特征香气质量和强度无明显变化。	室温, 自然放置 6 个月, 香气质量和强度较好。	无需添加化学胶联剂, 纳米香精的吸附效率达到 80%以上, 织物的耐洗涤性达到 60 次。

上述实施方式仅为本发明的优选实施方式,不能以此来限定本发明保护的范围,本领域的技术人员在本发明的基础上所做的任何非实质性的变化及替换均属于本发明所要求保护的范围。