

# 芳香微胶囊整理工艺优化与表征及留香效果研究

徐欣祥<sup>a</sup>, 李冰<sup>a</sup>, 胡毅<sup>b</sup>, 吴金丹<sup>c</sup>, 王际平<sup>c</sup>

(浙江理工大学, a. 材料与纺织学院、丝绸学院; b. 先进纺织材料与制备技术教育部重点实验室;  
c. 国家纺织与日用化学国际科技合作基地, 杭州 310018)

**摘要:** 提出了敲章法的芳香整理工艺, 利用敲章装置将芳香微胶囊转移至织物上或镶嵌入织物的组织结构中。该工艺对微胶囊利用率高, 无废水排放, 整理方法简单有效, 操作门槛和生产成本低, 符合节能减排趋势。该工艺与传统微胶囊整理方法(浸轧法、印花法)对比发现, 在相同留香效果下表现出更省水省时、经济实用等特点。该工艺最佳芳香整理参数为烘干温度 60 ℃, 烘干时间 300 s, 焙烘温度 100 ℃, 焙烘时间 150 s。优化后留香效果较好, 自然放置和洗涤中的香精损失量较少, 经过三次洗涤后保留了约 60% 的香精, 拥有较好的留香效果。

**关键词:** 香精微胶囊; 敲章法; 表征方法; 洗涤稳定性; 留香效果

**中图分类号:** TS190.18

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1673-3851(2017)02-0175-05

## 0 引言

纺织品作为皮肤与外界环境的第一层介质, 起到了御寒保温的基本功能。随着人民生活水平的不断提高, 纺织品为迎合消费者的不同需求, 正朝着高科技含量、高档次、高附加值、低成本、多功能化方向发展<sup>[1-2]</sup>。为了增加纺织品的附加值, 实现织物的多种长效功能整理, 目前最常用的方法是将功能物质通过缓释微胶囊包覆或吸附<sup>[3]</sup>。功能化纺织品所包含的具有特殊功效的物质可缓慢释放至皮肤表面, 具有清洁、香氛、润肤等功效, 并且对皮肤无副作用。纺织品功能化赋予纺织品新的价值<sup>[4-6]</sup>, 给消费者带来全新享受, 具有无穷发展潜力。

目前, 较为成熟的整理方法有浸轧、浸渍、涂层、印花等, 各方法虽可达到功能物质长效作用的效果, 但均存在着各自的缺点<sup>[7]</sup>。传统的香精微胶囊浸轧、印花法由于易压破微胶囊、无法有效吸附等原因造成整理效果差, 吸附率低; 浸渍法易造成香精大量浪费, 涂层法具有后续工艺较为繁琐等弊端<sup>[8-10]</sup>。

本文提出了一种敲章整理工艺, 该工艺是利用

印章装置将配制而成的功能性材料转印至织物上, 后经过烘干和焙烘处理, 使得交联剂、增稠剂的组分能够交联形成网络结构, 从而将功能性材料锚固于纤维表面及纤维间的缝隙中, 在提高所赋予功能耐久性的同时, 还使得织物具有较为柔软的手感。敲章法与浸轧法对比, 其压力小, 不易压破微胶囊, 无残液浪费, 更省水; 微胶囊不残留在废液中, 吸附率更高, 可根据生产要求, 在纺织品特定部位带香, 更灵活; 敲章法与印花法相比, 不用耗费长时间去制造筛网, 不用刮去多余浆料, 浆料利用率高, 成本更低<sup>[11-13]</sup>。本文同时观测了芳香整理后织物上微胶囊的形貌特征, 利用正交实验探究多因素对敲章法整理结果的影响, 测试了织物经敲章法整理后的自然放置留香和洗涤留香效果。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂

甲醇(分析纯, 杭州高晶精细化工有限公司), 洁语蔷薇微胶囊(工业级, 天津市双马香精香料新技术有限公司), 交联剂 AF6100(工业级, 赫特国际集团

有限公司),增稠剂 LYOPRINT PT-RV(工业级,亨斯迈有限公司),十甲基环五硅氧烷(工业级,蓝星化工新材料股份有限公司)。

## 1.2 仪器

P-A0/A1 轧车(杭州三锦科技有限公司),M-6 连续式定型烘干机(杭州三锦科技有限公司),JSM-5610LV 扫描电子显微镜(日本电子株式会社),Mastersizer 2000 激光粒度仪(英国马尔文仪器有限公司),Lambda35 紫外分光光度计(珀金埃尔默股份有限公司)。

## 1.3 材料

100%纯棉机织布(45 根/cm $\times$ 30 根/cm,克重 128.4 g/m<sup>2</sup>,厚度 0.237 mm),印花筛网(200 目,面积为 0.10 m $\times$ 0.05 m),敲章装置(橡皮章,面积为 0.07 m $\times$ 0.09 m)。

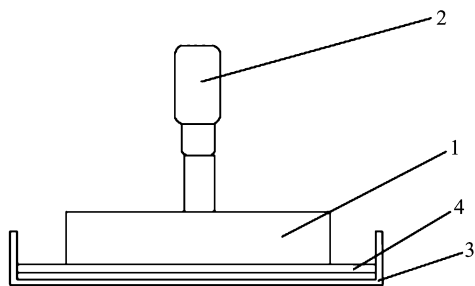
## 1.4 实验方法

### 1.4.1 浸轧整理

称取 0.01 g 洁语蔷薇微胶囊液和 0.2 g 交联剂于 200 mL 烧杯中,用水配制成 100 mL 的整理液浸轧织物,二浸二轧(轧率率 75%),然后在 80 ℃ 的温度下烘干 300 s,最后 120 ℃ 的温度下焙烘 120 s 后待测试。

### 1.4.2 敲章、印花整理

称取 0.01 g 洁语蔷薇芳香微胶囊液溶解于 49.0 mL 的水中,加入 0.2 g 交联剂和 1.0 g 增稠剂并不断搅拌,充分搅拌后加入 50.0 g 十甲基环五硅氧烷,混匀后作为整理浆料使用。印花法将整理浆料通过筛网整理到织物上,来回刮印各 1 次。敲章法装置如图 1 所示。



1. 用于盖印整理液的盖印部;2. 与盖印部 1 相连的伸缩杆;  
3. 盛放整理液的盛液器;4. 海绵层

图 1 敲章装置示意图

敲章法整理简要步骤如下:

- 准备好印章、芳香微胶囊浆料、器皿和布样等;
- 将印章蘸入带有芳香微胶囊浆料的器皿;
- 将蘸匀芳香微胶囊浆料的印章印压在纤维

品特定位置;

d) 将印章取走,重复此流程在其余特定位置都印压好后,把布样进行烘干焙烘。

### 1.4.3 芳香整理后织物的表面形貌观测

采用扫描电子显微镜观测经浸轧法、印花法和敲章法整理后的织物表面形貌。

### 1.4.4 纯香精标准曲线的绘制

表征纺织品上的香精浓度,测试整理效果,用甲醇准确配制 5、10、15、20、25、30、55、80 ppm 的不同浓度香精溶液用紫外分光光度计测试仪测试<sup>[14]</sup>,绘制洁语蔷薇纯双马香精的紫外吸收标准曲线。

### 1.4.5 香精萃取实验

将经芳香微胶囊整理过后的织物剪碎,准确称取 1.0 g 放入圆底烧瓶内,用甲醇溶液浸没,在 75 ℃ 下蒸馏回流 1 h,并用磁石不停地搅拌,在高温、搅拌环境下蒸馏破坏微胶囊,使香精完全融入甲醇中,过滤,将滤液用甲醇定容到 10 mL,采用紫外分光光度计测定其吸光度<sup>[15]</sup>。根据香精浓度-吸光度标准曲线计算出此吸光度所对应的香精浓度,求出织物上香精的含量<sup>[16]</sup>。

### 1.4.6 烘干、焙烘整理工艺的优化

设计正交实验方案探究在不同烘干、焙烘参数下芳香整理织物的留香效果<sup>[17]</sup>,利用香精标准曲线、萃取方法和紫外分光光度法做定量检测,表征敲章法工艺的优化结果,正交实验设计方案如表 1 所示。

表 1 正交实验设计

水平	(A)烘干 温度/℃	(B)烘干 时间/s	(C)焙烘 温度/℃	(D)焙烘 时间/s
1	60	300	100	90
2	80	400	120	120
3	100	500	140	150

### 1.4.7 织物洗涤实验

参照标准 GB/T8629—2001《纺织品 试验用家庭洗涤和干燥程序》操作。

## 2 结果与讨论

### 2.1 芳香微胶囊织物的形貌特征

扫描电镜结果如图 2 所示。从图 2 中可看出,原布样纤维之间不存在增稠剂,表面光滑,纹理清晰。经印花和敲章工艺整理后,织物上覆盖一层增稠剂,棉纤维表面纹理不清,改变了织物手感;微胶囊形态完好,并未出现破裂和表面凹凸,其嵌入程度不深,大部分吸附在纤维表面,小部分在纤维与纤维

之间。通过浸轧法处理的织物,由于不含增稠剂,织物表面纹理清晰,手感最好。通过印花法、敲章法处理的织物,微胶囊形态完好,同时由于增稠剂的作用,

织物表面纹理清晰度有所下降,手感较差。其中敲章法不刮去多余浆料,布样上增稠剂最多,织物表面纹理清晰度最差,手感较差。

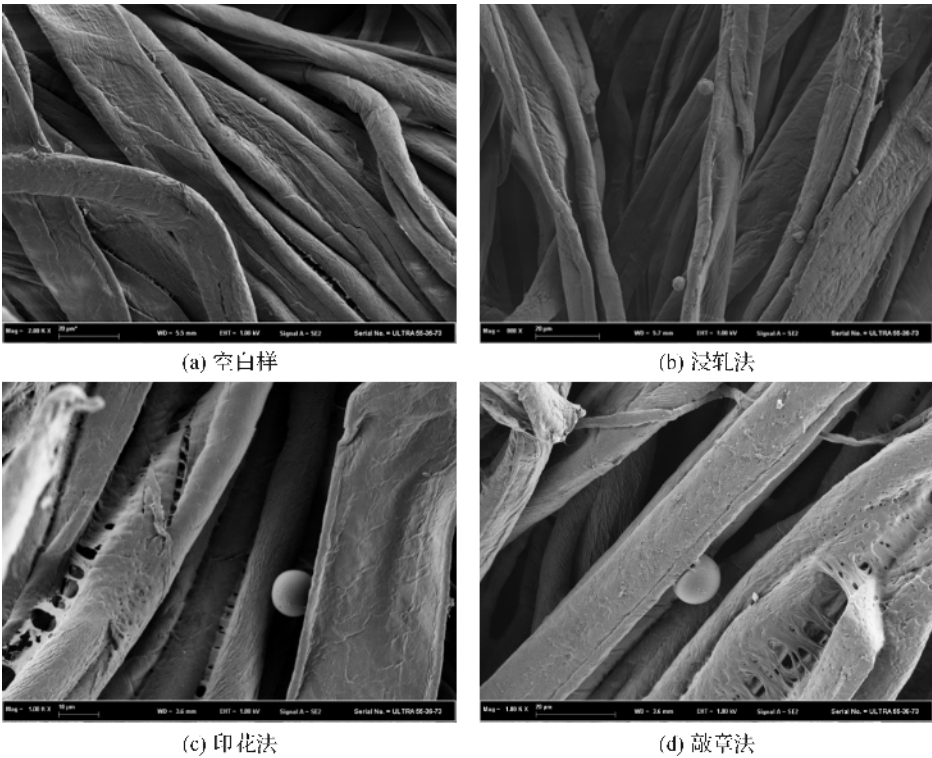


图 2 芳香微胶囊在不同工艺整理后的织物布样电镜照片

2.2 纯香精标准曲线的绘制

洁语蔷薇双马香精的紫外吸收光谱曲线如图 3 所示。从图 3 中可以看出,纯香精和其萃取液最大吸光度横坐标都位于 297 nm 处,而纵坐标反应其

浓度大小,所以纯香精紫外吸收标准曲线可用于萃取液中香精浓度的测定。洁语蔷薇双马香精紫外吸收标准曲线的具体数值见表 2。

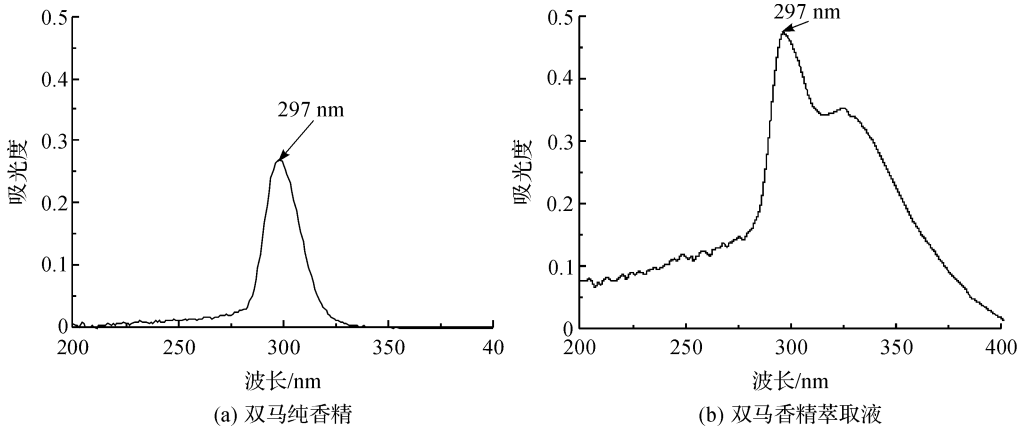


图 3 双马香精和萃取液的紫外吸收光谱曲线图

表 2 不同浓度双马香精的最大吸收波长处吸光度数值

浓度/ppm	5	10	15	20	25	30	55	80
吸光度	0.043280	0.097170	0.137400	0.181180	0.226390	0.267850	0.495950	0.713870

由表2的吸光度值,绘制最大吸收波长 $\lambda_{\max}=297\text{ nm}$ 的标准曲线,得出计算公式为:

$$y=0.00345-0.00888x,$$

其中: $y$ 为该溶液在 $297\text{ nm}$ 处吸光度; $x$ 为该溶液香精含量, $\text{mg}/\text{m}^3$ 。相关系数为 $0.99927$ 。以下实验研究过程中,所得的布样上香精含量均是以此处绘制的标准曲线及其运算公式计算获得<sup>[4]</sup>。

### 2.3 烘干、焙烘整理工艺的优化

敲章法工艺结果如表3所示。从表3中分析正交实验结果可以看出:a) $K_{1A}>K_{2A}>K_{3A}$ 、 $K_{1B}>K_{2B}>K_{3B}$ 、 $K_{1C}>K_{2C}>K_{3C}$ 、 $K_{1D}>K_{2D}>K_{3D}$ ;b) 烘干温度:香精含量之和最大为 $K_1=159.08$ ,极差为 $34.93$ ,因此最佳烘干温度为 $60\text{ }^\circ\text{C}$ ;c) 烘干时间:香精含量之和最大为 $K_1=170.97$ ,极差为 $71.39$ ,因此最佳烘干时间为 $300\text{ s}$ ;d) 焙烘温度:香精含量之和最大为 $K_1=166.08$ ,极差为 $42.04$ ,因此最佳焙烘温度为 $100\text{ }^\circ\text{C}$ ;e) 焙烘时间:香精含量之和最大为 $K_3=162.58$ ,极差为 $31.07$ ,因此最佳焙烘时间为 $150\text{ s}$ ;f) 根据极差分析,各列指标对敲章工艺的影响大小从高到低依序为:烘干时间、焙烘温度、烘干温度、焙烘时间。综上所述,敲章工艺下确定最优整理工艺为: $A_1B_1C_1D_3$ ,即烘干温度 $60\text{ }^\circ\text{C}$ ,烘干时间 $300\text{ s}$ ,焙烘温度 $100\text{ }^\circ\text{C}$ ,焙烘时间 $150\text{ s}$ 。

表3 敲章法的正交实验结果

实验 序号	(A)烘干 温度/ $^\circ\text{C}$	(B)烘干 时间/ $\text{s}$	(C)焙烘 温度/ $^\circ\text{C}$	(D)焙烘 时间/ $\text{s}$	香精含量 /( $\text{mg}\cdot\text{m}^{-3}$ )
1	60	300	100	90	62.17
2	60	400	120	120	62.19
3	60	500	140	150	34.72
4	80	300	120	120	67.11
5	80	400	140	150	47.63
6	80	500	100	90	43.16
7	100	300	140	150	41.69
8	100	400	100	90	60.75
9	100	500	120	120	21.71
$K_1$	159.08	170.97	166.08	131.51	影响因素 大小顺序 为:B、C、A、D
$K_2$	147.38	170.57	151.01	147.04	
$K_3$	124.15	99.59	124.04	162.58	
R	34.93	71.38	42.04	31.07	

### 2.4 最优整理工艺条件下的自然放置留香分析

将整理后的织物自然放置一段时间,香精会自然挥发,测试布样上香精含量变化,两种整理方法得到的结果如图4所示。从图4中可以看出:a)随着放置时间的推移,织物香精含量逐渐减少,但减少趋势变小,从数据中可以推测出20天后香精含量逐渐趋于稳定,这是由于芳香微胶囊的毛细释放机理:较小的香精微粒透过微胶囊壁的孔隙缓慢释放,较大

的香精微粒无法透过微胶囊壁释放出来,所以随着时间的推移,布样上香精含量趋于稳定;b)放置同样天数,敲章法和印花法香精含量相近,且变化量基本一致,在放置20 d后敲章法香精损失量为初始值的 $23.69\%$ ,印花法香精损失量为初始值的 $25.14\%$ ,说明在相同整理浆料下,整理的方法不同,不影响香精缓释过程<sup>[16]</sup>。该优化方案总体保留了大量的香精,达到了良好的留香效果。

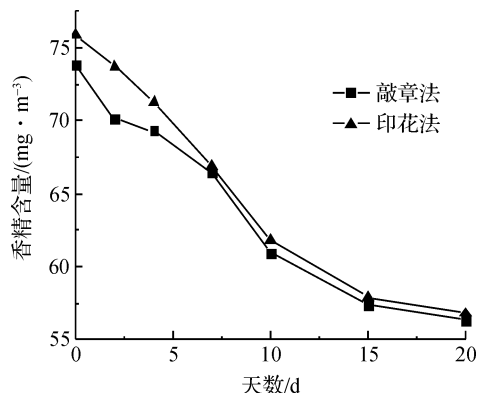


图4 自然放置留香效果

### 2.5 最优整理工艺条件下的洗涤留香分析

敲章法整理布样按标准 GB/T8629—2001《纺织品 试验用家庭洗涤和干燥程序》,洗涤晾干后萃取布样上的香精,测试结果如表4所示。从表4中可看出:a)洗涤1次后,香精损失了 $16.40\%$ ,洗涤2次后;香精损失了 $14.66\%$ ,洗涤3次后,香精损失了 $17.02\%$ ,洗涤3次的布样香精与初始值相比一共损失了 $40.80\%$ 。b)经过每次洗涤香精损失量百分比基本相同,约 $15\%$ ,经过三次洗涤后保留了约 $60\%$ 的香精,达到了较好的留香效果,若应用在家纺中,能达到良好的预期效果。

表4 洗涤实验结果

洗涤次数/次	香精含量/( $\text{mg}\cdot\text{m}^{-3}$ )
0	52.87
1	44.20
2	37.72
3	31.30

## 3 结 论

a) 本文提出了利用敲章整理法将芳香微胶囊转移至织物上或镶嵌入织物的组织结构中,对芳香微胶囊的利用率高,无废水排放;该工艺与传统印花法相比,其简单而有效,操作门槛低,若产业化应用可降低生产成本;其次敲章法耗时短,不刮去多余浆料,香精利用率高,避免浪费,符合节能减排趋势。

b) 通过正交实验分析,优化后敲章法最佳工艺参数为烘干温度 $60\text{ }^\circ\text{C}$ ,烘干时间 $300\text{ s}$ ,焙烘温度



100℃, 焙烘时间 150 s。在该工艺条件下, 布样上香精含量较高, 总体达到了较好的留香效果。

c) 自然放置过程中, 随着时间的推移, 布样上香精含量趋于稳定, 在放置 20 天后印花法和敲章法香精损失量约为初始值的 24%, 敲章法与印花法基本达到同样的放置留香效果。另外敲章法在洗涤过程中, 每次洗涤香精损失量百分比约为 15%, 经过三次洗涤后保留约 60% 的香精, 能保持较好的留香效果。若应用在家纺中, 能满足人们需求, 达到良好的预期效果。

#### 参考文献:

- [1] 魏菊, 王瑾, 刘向. 纯棉织物芳香微胶囊整理的探讨[J]. 染整技术, 2008, 30(7): 30-32.
- [2] MONLLOR P, BONET M A, CASES F. Characterization of the behaviour of flavour microcapsules in cotton fabrics[J]. European Polymer Journal, 2007, 43(6): 2481-2490.
- [3] 唐杰, 吴赞敏. 微胶囊技术在毛织物染整加工中的应用[J]. 毛纺科技, 2013, 41(11): 26-30.
- [4] 徐宁, 俞丹, 刘保江, 等. 棉织物的原位聚合和紫外固化微胶囊芳香整理[J]. 印染, 2012(2): 10-14.
- [5] 李月霞, 宋晓秋, 王景文, 等.  $\beta$ -环糊精微胶囊对真丝织物的加香整理[J]. 丝绸, 2013, 50(1): 19-23.
- [6] 张美艳, 王炜, 钟毅. 茉莉香精微胶囊的结构调控与性能研究[J]. 印染助剂, 2011(6): 31-34.
- [7] 倪昭玉, 王瑄, 万明, 等. 用于纺织品的香精微胶囊化壁材研究[J]. 现代纺织技术, 2016, 24(1): 61-64.
- [8] 张永波, 高来宝, 曹虹霞. 芳香整理用聚氨酯微胶囊的研制[J]. 纺织学报, 2003, 24(6): 117-120.
- [9] 李孟轩, 刘星, 王瑞, 等. 药物微胶囊在纺织品中的应用研究[J]. 轻纺工业与技术, 2014, 43(4): 74-77.
- [10] 肖艳. 微胶囊功能整理技术在纺织品加工中的应用[J]. 染整技术, 2016, 38(2): 23-28.
- [11] 张美艳, 王炜, 钟毅. 芳香功能整理织物的制备与性能研究[C]//“亚伯”杯 2011 年全国纺织印染助剂学术交流会. 宁波: 中国纺织工程出版社, 2011: 25-28.
- [12] 鲍杰. 聚氨酯微胶囊芳香整理的试制及其在织物上的应用[J]. 上海毛麻科技, 2012(4): 2-22.
- [13] 王进, 槐敏, 王喆, 等. 微胶囊技术在缓释香味刨花板制备中的应用[J]. 林产工业, 2015, 42(2): 18-22.
- [14] TIAN X N, JIANG Z T, LI R. Inclusion interactions and molecular microcapsule of *Salvia sclarea*, L. essential oil with  $\beta$ -cyclodextrin derivatives [J]. European Food Research and Technology, 2012, 227(4): 1001-1007.
- [15] 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.
- [16] NELSON G. Application of microencapsulation in textiles [J]. International Journal of Pharmaceutics, 2014, 242(1/2): 55-62.
- [17] 彭微微, 何莎莎, 张颖. 香味纳米胶囊对丝绸织物的整理工艺研究[J]. 现代纺织技术, 2015, 23(5): 26-29.

## Research on Fragrant Microcapsule Finishing Process Optimization Representation and Fragrant Effect

XU Xinxiang<sup>a</sup>, LI Bing<sup>a</sup>, HU Yi<sup>b</sup>, WU Jindan<sup>c</sup>, WANG Jiping<sup>c</sup>

(a. College of Materials and Textiles, Silk Institute; b. Key Laboratory of Advanced Textile Materials and Manufacturing Technology, Ministry of Education; c. National Base for International Science and Technology Cooperation in Textiles and Consumer-Goods Chemistry, Zhejiang Sci-Tech University, Hangzhou 310018, China)

**Abstract:** This paper presents a stamp knocking method for fragrant finishing process. By using stamps, the fragrant microcapsules were transferred to the fabric or inlaid into the fabric texture. The method is simple with high microcapsule utilization rate, high efficiency and low cost and without waste water discharge, which conforms to the trend of energy conservation and emissions reduction. By comparing it with the traditional microcapsule finishing methods (padding and printing method), it is found that the stamp knocking method has the advantages in time saving and water saving under the same fragrant effect. The optimal process parameters are as follows: drying temperature 60℃, duration 300 s, curing temperature 100℃, duration was 150 s. Fragrant effect is better after the optimization. After being placed in ambient atmosphere, the fragrance lost is very slowly. After being washed for three cycles, about 60% of the essence is retained, which proves that the textiles finished by the stamp knocking method has long-lasting fragrance.

**Key words:** fragrant microcapsules; stamp knocking method; representation methods; washing stability; fragrant effect

(责任编辑: 唐志荣)