BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO
TRƯỜNG ĐẠI HỌC BÁCH KHOA HÀ NỘI

Đào Thị Chinh Thùy

NGHIÊN CỨU TẠO VẢI CHỨA VI NANG KHÁNG VIÊM THÂN THIỆN MÔI TRƯỜNG ĐỊNH HƯỚNG ỨNG DỤNG Y DƯỢC

Ngành: Công nghệ dệt, may
Mã số: 9540204

TÓM TẮT LUẬN ÁN TIẾN SĨ CÔNG NGHỆ DỆT MAY

Hà Nội – 2018

Công trình được hoàn thành tại:
Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

Người hướng dẫn khoa học:
PGS. TS. Chu Diệu Hương
PGS. TS. SINTES-ZYDOWICZ Nathalie

Phản biện 1: PGS. TS. Nguyễn Kiên Cường
Phản biện 2: TS. Nguyễn Văn Thông
Phản biện 3: PGS. TS. Trần Thu Hương

Luận án được bảo vệ trước Hội đồng đánh giá luận án tiến sĩ cấp Trường họp tại Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

Vào hồi …….. giờ, ngày ….. tháng ….. năm ……

Có thể tìm hiểu luận án tại thư viện:

1. Thư viện Tạ Quang Bửu - Trường ĐHBK Hà Nội
2. Thư viện Quốc gia Việt Nam

MỞ ĐẦU

Một trong những hướng phát triển vật liệu dệt chức năng thời gian gần đây là việc ứng dụng vi nang lên vải. Vi nang là những hạt kích thước rất nhỏ cỡ micromet, trong đó hoạt chất được bao gói bởi lớp vỏ polyme. Vi nang có tác dụng chính là kiểm soát quá trình giải phóng hoạt chất và bảo vệ hoạt chất khỏi các tác động của môi trường. Nhờ ứng dụng vi nang, trong lĩnh vực vật liệu dệt chức năng y dược, nhiều loại hoạt chất đã được đưa lên vải, được kiểm soát quá trình giải phóng và duy trì tác dụng lâu hơn qua nhiều lần giặt so với việc đưa hoạt chất trực tiếp lên vải. Các loại hoạt chất kháng viêm là một trong những loại hoạt chất y dược đã được nhiều nghiên cứu đánh giá khả năng ứng dụng lên vật liệu dệt bằng công nghệ vi nang.

Bên cạnh đó, quá trình sản xuất thân thiện môi trường đang là vấn đề cấp bách đối với toàn thể nền công nghiệp nói chung cũng như ngành dệt may nói riêng. Vì vậy, những năm qua trong ngành dệt may đã nổi lên xu thế ứng dụng các loại vi nang có nguồn gốc thân thiện môi trường.

Vì vậy, luận án lựa chọn đề tài nghiên cứu:

"Nghiên cứu tạo vải chứa vi nang kháng viêm thân thiện môi trường định hướng ứng dụng y dược".

Với các mục tiêu nghiên cứu:

- Tạo được vi nang chứa hoạt chất kháng viêm ibuprofen bằng phương pháp bay hơi dung môi phù hợp ứng dụng trên vật liệu dệt, sử dụng chất hoạt động bề mặt tự nhiên quillaja saponin và dung môi không halogen ethyl acetate.
- Lựa chọn được chế độ sấy phù hợp trong quá trình hoàn tất vải với vi nang để vi nang không bị biến dạng sau khi được đưa lên vải.
- Xác định được ảnh hưởng của các thông số cấu trúc vải dệt kim interlock (gồm nguyên liệu dệt, chiều dài vòng sợi, độ giãn của vải) tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang (gồm lượng vi nang đưa được lên vải, phân bố vi nang trên vải, khả năng giải phóng hoạt chất từ băng vải).

Những đóng góp mới của luận án

- Là công trình đầu tiên sử dụng chất hoạt động bề mặt tự nhiên quillaja saponin, kết hợp sử dụng dung môi không halogen ethyl acetate để tạo vi nang bằng phương pháp bay hơi dung môi, phù hợp ứng dụng trên vật liệu dệt.
- Là công trình đầu tiên trong lĩnh vực dệt kim nghiên cứu ảnh hưởng của loại nguyên liệu dệt và chiều dài vòng sợi tới lượng vi nang đưa được lên vải, phân bố vi nang trên vải và khả năng giải phóng hoạt chất của băng vải chứa vi nang.
- Luận án đã đưa ra một khái niệm mới là tỷ lệ vi nang che phủ sợi (K) để giải thích ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi tới sự phân bố vi nang trên vải dệt kim.

Ý nghĩa khoa học của luận án

- Luận án đã lựa chọn nồng độ saponin phù hợp để tạo vi nang chứa ibuprofen ứng dụng lên vật liệu dệt trên cơ sở khoa học là nồng độ mixen tới hạn của lô quillaja saponin sử dụng (S4521 của Sigma Aldrich).
- Luận án đã giải thích bản chất khoa học để lựa chọn chế độ sấy hợp lý trong quá trình đưa vi nang tạo ra lên vải dệt kim interlock bông. Độ ẩm môi trường sấy được lựa chọn dựa trên tỷ lệ nước và dung môi tồn dư trong vi nang ướt (chưa được sấy khô). Nhiệt độ sấy được lựa chọn dựa trên nhiệt độ thủy tinh hóa của polyme tạo vỏ.
- Luận án đã dựa vào cơ sở khoa học là mô hình vòng sợi trong vải interlock để giải thích bản chất ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi tới lượng vi nang đưa được lên vải và phân bố vi nang trên vải.

Ý nghĩa thực tiễn của luận án

- Luận án đóng góp vào sự phát triển các quá trình sản xuất thân thiện môi trường trong ngành dệt may:
    - Xây dựng được quy trình tạo vi nang đạt yêu cầu để ứng dụng trên vật liệu dệt bằng phương pháp bay hơi dung môi thân thiện môi trường, sử dụng chất hoạt động bề mặt tự nhiên và dung môi không halogen.

- Quá trình đưa vi nang lên vải cũng thân thiện môi trường, công thức hoàn tất là hệ huyền phù gồm vi nang được phân tán trong nước cất, không sử dụng các chất phụ gia và chất tạo liên kết ngang.

- Luận án đóng góp vào sự phát triển các sản phẩm dệt chức năng y dược ứng dụng vi nang:
  - Có được kết quả ảnh hưởng của loại nguyên liệu dệt trong vải dệt kim tới lượng vi nang đưa được lên vải, phân bố vi nang trên vải và khả năng giải phóng hoạt chất của băng vải. Kết quả này góp phần định hướng lựa chọn nguyên liệu dệt trong quá trình chế tạo vật liệu dệt chức năng y dược.
  - Có được kết quả ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi tới lượng vi nang đưa được lên vải, phân bố vi nang trên vải và khả năng giải phóng hoạt chất từ băng vải. Kết quả này góp phần định hướng lựa chọn chiều dài vòng sợi của vải nền trong quá trình chế tạo vật liệu dệt chức năng y dược.
  - Có được kết quả ảnh hưởng của độ giãn băng vải chứa vi nang tới khả năng giải phóng hoạt chất từ băng vải qua da. Kết quả này góp phần định hướng lựa chọn các thông số kích thước cho băng vải trong quá trình chế tạo băng đàn tính sử dụng vi nang chứa hoạt chất y dược.

BỐ CỤC LUẬN ÁN

Luận án dài 147 trang (không kể phụ lục), trong đó Chương 1 - Nghiên cứu tổng quan gồm 34 trang; Chương 2 - Đối tượng, nội dung, phương pháp nghiên cứu gồm 25 trang; Chương 3 - Kết quả nghiên cứu và bàn luận gồm 59 trang. Luận án gồm 83 hình vẽ và 31 bảng biểu.

1. CHƯƠNG 1: NGHIÊN CỨU TỔNG QUAN

1.1. Vi nang và ứng dụng vi nang trong ngành dệt may

1.1.1. Giới thiệu chung về vi nang

Vi nang là những hạt có kích thước rất nhỏ cỡ micromet mà trong đó các hoạt chất ở dạng rắn, lỏng hoặc khí được bao gói trong một vật liệu khác. Hoạt chất tạo thành lõi và vật liệu bao ngoài tạo thành vỏ vi nang. Vi nang có tác dụng chính là kiểm soát quá trình giải phóng hoạt chất.

1.1.2. Ứng dụng và yêu cầu đối với vi nang sử dụng trong ngành dệt may

Yêu cầu đối với vi nang dùng trong ngành dệt may nói chung và trong lĩnh vực vật liệu dệt chức năng y dược nói riêng là cần có phân bố kích thước càng hẹp càng tốt, kích thước trung bình nên nằm trong khoảng 1÷100 µm, hiệu suất tạo vi nang càng cao càng tốt và vi nang cần an toàn với người sử dụng.

1.1.3. Xu hướng sử dụng vi nang có nguồn gốc thân thiện môi trường trong ngành dệt may

Việc ứng dụng vi nang có nguồn gốc thân thiện môi trường hiện rất được quan tâm trong ngành dệt may. Tuy nhiên tới nay phần lớn nghiên cứu mới hướng tới sử dụng các loại hoạt chất và polyme có nguồn gốc tự nhiên. Bên cạnh hoạt chất và polyme, chất hoạt động bề mặt và dung môi là hai thành phần không thể thiếu trong các quá trình tạo vi nang. Tới nay chưa có nghiên cứu nào về ứng dụng vi nang trong ngành dệt may đề cập tới việc giảm nguy cơ độc hại từ hai thành phần này.

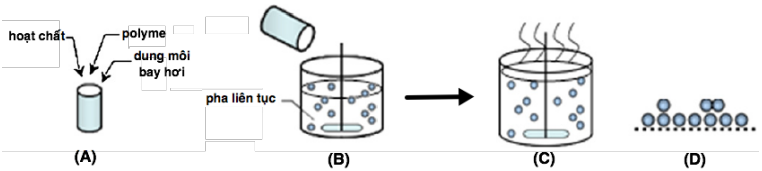
1.2. Các phương pháp tạo vi nang - Tạo vi nang bằng bay hơi dung môi

1.2.1. Các phương pháp tạo vi nang

1.2.2. Tạo vi nang bằng phương pháp bay hơi dung môi

1.2.2.1. Nguyên lý chung

Nguyên lý của phương pháp bay hơi dung môi từ nhũ tương dầu/nước gồm hai giai đoạn chính như sau:



Hình 1.6: Sơ đồ nguyên lý tạo vi nang bằng bay hơi dung môi (nguồn: [74])

1. Giai đoạn tạo nhũ tương:

   Pha dầu (pha phân tán, Hình 1.6A): là hỗn hợp đồng nhất của polyme, dung môi bay hơi (là dung môi mạnh của polyme và có nhiệt độ sôi thấp) và hoạt chất.

   Pha nước (pha liên tục, Hình 1.6B): là dung dịch nước của một chất hoạt động bề mặt thích hợp.

2. Giai đoạn bay hơi dung môi (Hình 1.6C,D): sử dụng phương pháp giảm áp hoặc nâng nhiệt để loại từ từ dung môi bay hơi khỏi giọt dầu. Quá trình bay hơi tiếp diễn sẽ khiến polyme kết tủa tại bề mặt liên pha và tạo thành lớp vỏ vi nang. Phần lõi vi nang lúc này chỉ còn chứa hoạt chất cần bọc.

Phương pháp tạo vi nang bằng bay hơi dung môi thường được áp dụng để tạo vi nang chứa các loại hoạt chất kháng viêm, vi nang tạo ra có kích thước khoảng 1 ÷ 50 µm, phù hợp ứng dụng trên vật liệu dệt may.

1.2.2.2. Các thông số quan trọng của phương pháp bay hơi dung môi

Một số thông số quan trọng của quá trình tạo vi nang bằng phương pháp bay hơi dung môi thường được đề cập trong các nghiên cứu tổng quan gồm: nồng độ chất hoạt động bề mặt, nồng độ polyme trong pha phân tán, khối lượng phân tử của polyme, tỷ lệ khối lượng hoạt chất/polyme trong pha phân tán, tỷ lệ thể tích pha phân tán/pha liên tục, tốc độ khuấy, tốc độ bay hơi dung môi.

1.2.2.3. Xu hướng sử dụng dung môi không halogen trong phương pháp bay hơi dung môi

Một nhược điểm lớn của phương pháp này là việc phải sử dụng các loại dung môi halogen độc hại để hòa tan polyme. Gần đây, xu hướng sử dụng dung môi không halogen (ít độc hại hơn cho con người và môi trường) để thay thế các dung môi halogen trong phương pháp bay hơi dung môi đã được quan tâm nghiên cứu.

1.2.2.4. Chất hoạt động bề mặt nguồn gốc tự nhiên quillaja saponin

Quillaja saponin là chất hoạt động bề mặt có nguồn gốc tự nhiên, được chứng nhận là an toàn với sức khỏe con người và đã được ứng dụng rộng rãi trong điều chế nhũ tương dầu/nước ở các ngành thực phẩm, dược phẩm và mĩ phẩm. Tuy nhiên tới nay chưa có nghiên cứu nào ứng dụng quillaja saponin làm chất hoạt động bề mặt trong quá trình tạo vi nang bằng phương pháp bay hơi dung môi.

1.3. Vật liệu dệt nền

Vật liệu dệt nền trong các sản phẩm dệt chức năng y dược có thể là vải dệt kim, vải dệt thoi hoặc vải không dệt. Trong đó, các loại vải dệt kim đơn giản như vải interlock được sử dụng khá phổ biến trong các loại băng gạc y tế.

1.3.1. Ảnh hưởng của cấu trúc vải nền tới lượng vi nang đưa được lên vải

Đã có nghiên cứu chỉ ra rằng chiều dài vòng sợi vải dệt kim có ảnh hưởng tới lượng vi nang đưa được lên vải, tuy nhiên bản chất khoa học của xu thế ảnh hưởng chưa được phân tích. Sự ảnh hưởng của các thông số cấu trúc khác như loại nguyên liệu dệt chưa được đề cập trong bất kì nghiên cứu nào trong lĩnh vực dệt kim.

1.3.2. Ảnh hưởng của cấu trúc vải nền tới phân bố vi nang trên vải

Tới nay, trong lĩnh vực dệt kim, chưa có nghiên cứu nào đề cập tới vấn đề này.

1.3.3. Ảnh hưởng của cấu trúc vải nền tới khả năng giải phóng hoạt chất của băng vải chứa vi nang

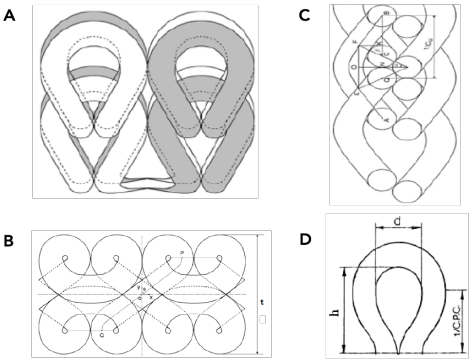
Tới nay trong lĩnh vực dệt kim, chưa có nghiên cứu nào đề cập tới vấn đề này.

1.3.4. Vải dệt kim interlock

Với nhiều ưu điểm như xốp, mềm, đàn hồi, không quăn mép và khó tuột vòng, vải interlock rất thích hợp làm vải nền cho các sản phẩm dệt chức năng y dược sử dụng vi nang, đặc biệt là trong các loại băng đàn tính.

Vòng sợi là đơn vị cấu trúc cơ bản nhất của vải. Mô hình vòng sợi là công cụ cơ bản nhất để mô hình hóa toàn bộ cấu trúc vải, hỗ trợ quá trình thiết kế và dự đoán các tính chất của vải.

Hai nhà khoa học Dabiryan và Jeddi đã đề xuất mô hình hình học vòng sợi vải interlock như Hình 1.7.



Hình 1.17: Mô hình vòng sợi vải interlock của Dabiryan-Jeddi:
(A) hình chiếu đứng, (B) hình chiếu bằng, (C) hình chiếu cạnh, (D) cấu trúc khung vòng

Theo các tác giả, nếu các giả thuyết của mô hình được đáp ứng, chiều dài sợi trong một rappo vải L_u (mm) được tính theo công thức:

$$L_u = 9.38768 \times h + 19.889 \times D \quad \text{(CT 1.10)}$$

Trong đó: h (mm) là chiều cao trong lòng khung vòng và D (mm) là đường kính sợi (Hình 1.17D).

Bên cạnh đó, chiều dài sợi trong một rappo L_u (cm) và mật độ rappo vải S_u (số rappo/cm^2) có liên hệ theo công thức:

$$S_u \times L_u^2 = 169.44 \quad \text{(CT 1.11)}$$

1.4. Công nghệ đưa vi nang lên vải

1.4.1. Các phương pháp đưa vi nang lên vải

1.4.2. Ảnh hưởng của chế độ sấy tới hình thái vi nang trên vải sau hoàn tất

Các quá trình hoàn tất thường bao gồm công đoạn sấy, công đoạn này rất dễ gây biến dạng vi nang trên vải. Vì vậy, trong nghiên cứu ứng dụng vi nang trên vải, cần lựa chọn chế độ sấy phù hợp để không ảnh hưởng tới hình thái vi nang trên vải sau hoàn tất.

1.5. Kết luận phần tổng quan

2. CHƯƠNG 2: ĐỐI TƯỢNG, NỘI DUNG, PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Đối tượng nghiên cứu

2.1.1. Vải dệt kim interlock

Để khảo sát ảnh hưởng của nguyên liệu dệt tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang: sử dụng ba loại vải interlock được dệt từ sợi bông, peco 65/35 và polyester (với cùng chi số Ne 20) và được kí hiệu tương ứng là Cot, 6535 và Pet.

Để khảo sát ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi: sử dụng năm lô vải bông interlock (sợi Ne 40) có chiều dài vòng sợi 2.81, 2.83, 2.87, 2.96 và 3.05 mm và được kí hiệu tương ứng là B1, B2, B3, B4 và B5.

2.1.2. Hóa chất phục vụ quá trình tạo vi nang

Hoạt chất kháng viêm ibuprofen; miglyol 812 (dầu thực vật, giúp hòa tan ibuprofen ở lõi vi nang); polyme eudragit RSPO; chất hoạt động bề mặt nguồn gốc tự nhiên quillaja saponin (lô S4521 của Sigma Aldrich); dung môi không halogen ethyl acetate.

2.2. Nội dung nghiên cứu

1. Nghiên cứu tạo vi nang chứa thuốc kháng viêm ibuprofen bằng phương pháp bay hơi dung môi phù hợp ứng dụng trên vật liệu dệt, sử dụng chất hoạt động bề mặt tự nhiên quillaja saponin và dung môi không halogen ethyl acetate: 1.1. Nghiên cứu xác định khoảng kích thước vi nang phù hợp với vải dệt kim interlock bông sử dụng trong luận án; 1.2. Đánh giá tính chất hoạt động bề mặt của loại quillaja saponin sử dụng trong luận án; 1.3. Khảo sát ảnh hưởng của các thông số tạo nang tới hình thái, kích thước vi nang tạo ra; 1.4. Đánh giá lựa chọn lô vi nang phù hợp để ứng dụng lên vải dệt kim interlock bông sử dụng trong luận án.

2. Nghiên cứu ảnh hưởng của chế độ sấy tới hình thái vi nang trên vải sau quá trình hoàn tất: 2.1. Nghiên cứu ảnh hưởng của độ ẩm môi trường sấy; 2.2. Nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ sấy.

3. Nghiên cứu ảnh hưởng của các thông số cấu trúc vải dệt kim interlock tới các đặc tính của băng vải: 3.1. Nghiên cứu ảnh hưởng của loại nguyên liệu dệt; 3.2. Nghiên cứu ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi; 3.3. Nghiên cứu ảnh hưởng của độ giãn băng vải.

2.3. Phương pháp nghiên cứu

Phần này sử dụng một số chữ viết tắt: IMP (Trung tâm nghiên cứu Vật liệu Polyme, CNRS 5223, Pháp); UCBL (Đại học Tổng hợp Claude Bernard Lyon 1, Pháp); HUST (Đại học Bách Khoa Hà Nội).

2.3.1. Phương pháp xác định khoảng kích thước vi nang phù hợp

Kích thước vi nang cần lớn hơn khoảng cách nhỏ nhất và nhỏ hơn khoảng cách lớn nhất giữa các xơ trong vải. Vì vậy, kích thước vi nang phù hợp được kết luận dựa vào khoảng cách giữa các xơ trong vải (qua ảnh chụp SEM) kết hợp với nghiên cứu tổng quan.

2.3.2. Phương pháp đánh giá tính chất hoạt động bề mặt của quillaja saponin

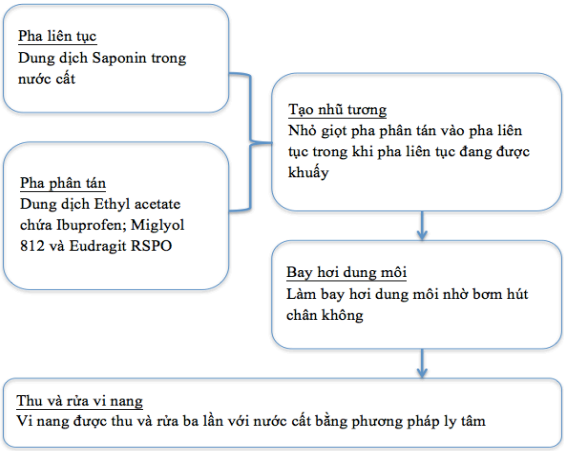
Sức căng bề mặt của loạt dung dịch saponin trong nước có nồng độ 0÷1 (wt%) được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D1331-11. Giá trị nồng độ dung dịch mà tại đó, nếu nồng độ dung dịch tiếp tục tăng lên thì sức căng bề mặt cũng không thay đổi là nồng độ mixen tới hạn của saponin. Độ hấp phụ Γ và diện tích chiếm chỗ của một phân tử tại bề mặt liên pha A được xác định từ phương trình Gibbs.

2.3.3. Phương pháp khảo sát ảnh hưởng của các thông số quá trình tạo vi nang tới đặc tính vi nang tạo ra

2.3.3.1. Phương pháp tạo vi nang

Quá trình tạo vi nang được mô tả ngắn gọn theo sơ đồ Hình 2.5.

Trong quy trình tạo vi nang, cơ sở khoa học và các yếu tố: hệ thống thiết bị tạo vi nang, nồng độ polyme và hoạt chất trong pha phân tán, tỷ lệ thể tích hai pha, thời gian tạo nhũ tương, thời gian và áp suất bay hơi dung môi, chế độ ly tâm để thu và rửa vi nang được kế thừa và phát triển từ kết quả nghiên cứu của P. Valot và cộng sự (2009) và kết quả nghiên cứu của Đề tài Nghị định thư "Hợp tác nghiên cứu sản xuất vải chức năng dược liệu sử dụng công nghệ tạo vi nang" (Mã số 05/2012-NĐT).



Hình 2.5: Sơ đồ quy trình tạo vi nang eudragit RSPO bọc ibuprofen bằng phương pháp bay hơi dung môi

2.3.3.2. Phương pháp đánh giá các đặc tính của vi nang

Hình thái vi nang được quan sát dưới kính hiển vi quang học và kính hiển vi điện tử quét QUANTA FEG 250 (IMP, UCBL) sử dụng kỹ thuật ESEM và cryo-SEM; Phân bố kích thước vi nang được xác định bằng phương pháp nhiễu xạ tia laze trên thiết bị Mastersizer 2000 (IMP, UCBL); Tỷ lệ hoạt chất và hiệu suất tạo vi nang được suy ra từ nồng độ ibuprofen trong heptane sau khi chiết tách hoàn toàn ibuprofen từ vi nang khô bằng heptane; Tỷ lệ dung môi tồn dư trong vi nang khô được xác định trên hệ thống sắc kí khí Agilent Technology 6890N (IMP, UCBL).

2.3.4. Phương pháp nghiên cứu ảnh hưởng của cấu trúc vải nền tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang

2.3.4.1. Phương pháp xác định các thông số cấu trúc vải dệt kim interlock

Chiều dài vòng sợi l, mật độ dọc P_d và mật độ ngang P_n, khối lượng vải trên một đơn vị diện tích $M_{vải}$, độ dày vải t được xác định theo các tiêu chuẩn TCVN 5799-1994, ISO 7211-2, ISO 3801:1997, ISO 5084:1997.

Chiều dài sợi trong một rappo vải L_u, mật độ diện tích P_s, mật độ rappo vải S_u, độ rỗng P được xác định theo các công thức (CT 2.6)-(CT 2.9).

2.3.4.2. Phương pháp nghiên cứu ảnh hưởng của loại nguyên liệu dệt tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang

Vi nang được đưa lên vải bằng phương pháp ngâm với nồng độ vi nang sử dụng là 12.5 mg/ml.

Lượng vi nang đưa được lên vải được tính theo công thức:

$$MLC\ (\%) = \frac{M_2 - M_1}{M_1} \times 100\% \qquad \text{(CT 2.10)}$$

Trong đó M_1 và M_2 là khối lượng mẫu vải trước và sau khi xử lý với vi nang. Để kết luận về ảnh hưởng của nguyên liệu dệt tới lượng vi nang đưa được lên vải, luận án đã kiểm định dựa trên so sánh hai số trung bình qua hai mẫu độc lập với độ tin cậy 95%.

Phân bố vi nang trên vải được quan sát dưới kính hiển vi điện tử quét SEM QUANTA FEG 250 (IMP, UCBL). Diện tích các mảng vi nang kết dính trên vải được xác định bằng phần mềm Meander 3.1.2 của Peacock Media.

Khả năng giải phóng hoạt chất qua màng của băng vải chứa vi nang được khảo sát dựa trên quy trình được mô tả trong một số tài liệu tổng quan, trong đó băng vải được ngăn cách với dung dịch nhận (đệm phosphate pH 7÷7.4) bằng màng nhân tạo nitrocellulose. Nồng độ ibuprofen trong dung dịch nhận tại mỗi thời điểm nhất định được xác định trên hệ thống HPLC Shimadu (IMP, UCBL), từ đó xác định được tỷ lệ ibuprofen từ băng vải đã đi vào dung dịch nhận.

2.3.4.3. Phương pháp nghiên cứu ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang

Vi nang được đưa lên vải interlock bông bằng phương pháp tráng phủ (trên thiết bị tráng phủ Mini Coater tại Phòng thí nghiệm Công nghệ Dệt kim, HUST; nồng độ vi nang 14 và 24 mg/ml) và phương pháp ngâm (nồng độ vi nang 20 mg/ml).

Lượng vi nang đưa được lên vải được xác định tương tự như đã trình bày ở mục 2.3.4.2 ở trên.

Phân bố vi nang trên vải được đánh giá theo hai phương pháp: 1/ phân tích hình ảnh (dựa trên ảnh chụp SEM bề mặt vải đã xử lý với vi nang); 2/ tính toán dựa trên mô hình vòng sợi vải interlock của Dabiryan-Jeddi.

Phương pháp xác định lượng hoạt chất giải phóng qua da được tham khảo qua một số nghiên cứu về khả năng giải phóng hoạt chất qua da của các loại băng gạc, trong đó băng vải chứa vi nang được ngăn cách với dung dịch nhận bởi miếng da lợn (thường ở phần bụng). Nồng độ ibuprofen trong dung dịch nhận được xác định trên hệ thống HPLC Merck Hitachi (Viện kiểm nghiệm thuốc Trung Ương), từ đó xác định được tỷ lệ ibuprofen từ băng vải đã đi vào dung dịch nhận.

2.3.4.3. Phương pháp nghiên cứu ảnh hưởng của độ giãn băng vải tới khả năng giải phóng hoạt chất từ băng vải qua da

Thí nghiệm đánh giá khả năng giải phóng hoạt chất qua da tương tự mục 2.3.4.2. Trường hợp này, các mẫu vải được tạo độ giãn ở ba mức là 0, 33 và 60% bằng cách sử dụng các mảnh lưới thép không gỉ hình bán nguyệt.

Nồng độ ibuprofen trong dung dịch nhận được xác định trên hệ thống HPLC Merck Hitachi (Viện kiểm nghiệm thuốc Trung Ương), từ đó xác định được tỷ lệ ibuprofen từ băng vải đã đi vào dung dịch nhận.

2.3.5. Phương pháp nghiên cứu ảnh hưởng của điều kiện sấy tới hình thái vi nang trên vải

Vải sau khi được tráng phủ vi nang được sấy khô ở các điều kiện sấy khác nhau:

- Để khảo sát ảnh hưởng của độ ẩm môi trường sấy: ở nhiệt độ 25^{o}C, ba mức độ ẩm môi trường sấy được khảo sát là 0% (sấy chân không), 20% và 65% (trong tủ thuần hóa mẫu).

- Để khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ sấy: trong điều kiện sấy chân không, bốn mức nhiệt độ sấy được khảo sát là 25, 35, 45 và 60^{o}C.

Hình thái vi nang trên vải được quan sát trên kính hiển vi điện tử quét JEOL JSM - 7600F tại Phòng thí nghiệm Hiển vi điện tử và Vi phân tích, HUST.

3. CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ BÀN LUẬN

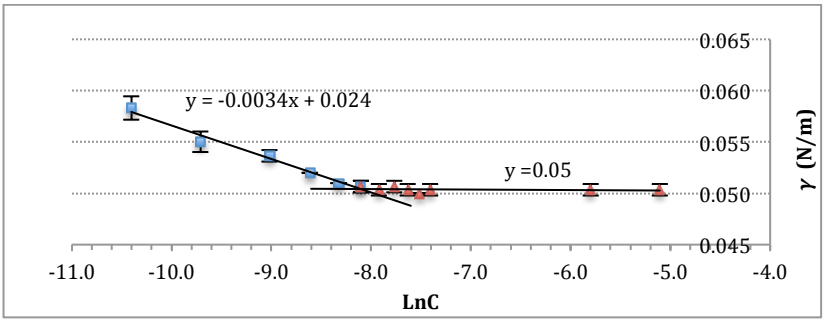
3.1. Kết quả nghiên cứu tạo vi nang

3.1.1. Kết quả xác định khoảng kích thước vi nang phù hợp

Bề mặt vải dệt kim interlock bông (chiều dài vòng sợi ở mức trung bình, 2.87 mm) được quan sát ở độ phóng đại x500. Kết quả trung bình của năm quan sát cho thấy khoảng cách giữa các xơ trong vải chủ yếu trong khoảng 5÷60 µm. Vậy, khoảng kích thước vi nang phù hợp để ứng dụng lên vải này là 5÷60 µm. Đây cũng là khoảng kích thước vi nang thường được sử dụng trên vải chức năng y dược với các loại vải nền là vải dệt thoi và dệt kim thông dụng.

3.1.2. Kết quả đánh giá tính chất hoạt động bề mặt của quillaja saponin S4521 (Sigma Aldrich)

Sức căng bề mặt của mỗi dung dịch saponin (với nồng độ 0 ÷ 1 wt%) được đo ba lần. Từ đồ thị tại Hình 3.4 xác định được nồng độ mixen tới hạn của saponin là khoảng 0.05 wt%. Từ đó tính được độ hấp phụ $\Gamma = 1356$ (nmol/m^2) và diện tích chiếm chỗ của một phân tử tại bề mặt liên pha A = 121 Å^2.



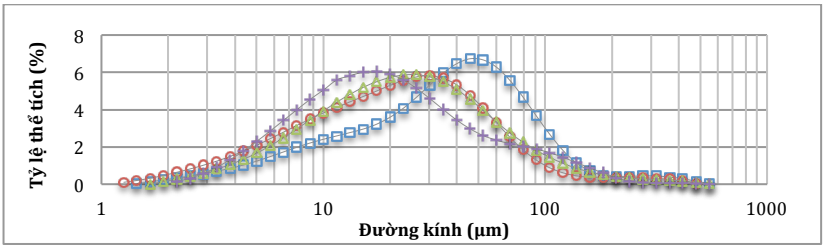
Hình 3.4: Ảnh hưởng của nồng độ tới sức căng bề mặt dung dịch saponin

3.1.3. Ảnh hưởng của các thông số tạo vi nang tới hình thái, kích thước vi nang

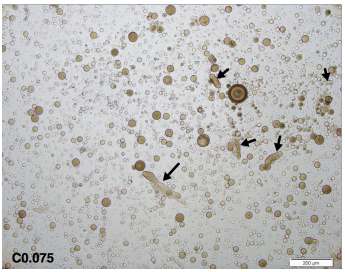
3.1.3.1. Ảnh hưởng của nồng độ saponin tới hình thái, kích thước vi nang

Trên cơ sở nồng độ mixen tới hạn của saponin là 0.05 wt%, nồng độ saponin trong pha liên tục được lựa chọn thay đổi theo bốn mức là 0.025, 0.05, 0.075 và 0.1 wt% với các lô vi nang tương ứng được kí hiệu là C0.025, C0.050, C0.075 và C0.100.

Đường kính d(0.5) của vi nang giảm khi nồng độ saponin tăng. Đặc biệt đường kính vi nang giảm mạnh từ 34.3 xuống 23.2 µm khi nồng độ saponin tăng từ 0.025 tới 0.05 wt%. Trên 0.05 wt%, sự tăng nồng độ saponin không còn ảnh hưởng đáng kể tới kích thước vi nang, lúc này tỷ lệ vi nang có kích thước trong khoảng 5÷60 µm lớn hơn 80 %.



Hình 3.5: Phân bố kích thước hạt các lô C0.025, C0.050, C0.075 và C0.100



Hình 3.7C: Ảnh chụp hiển vi quang học vi nang C0.075 (⟶: vi hạt bất thường)

Phân bố kích thước trở nên rộng hơn (Hình 3.5), đặc biệt span tăng mạnh từ 3.0 lên 3.9 khi nồng độ saponin tăng từ 0.075 lên 0.1 wt%. Ảnh chụp hiển vi quang học (Hình 3.7) cho thấy sự xuất hiện các vi hạt bất thường (hình que hoặc elip) trong cả bốn lô vi nang thu được.

Phân bố kích thước rộng và sự xuất hiện vi hạt bất thường có thể là hệ quả kết hợp giữa độ tan cao trong nước của dung môi ethyl acetate với tốc độ khuấy cao trong quá trình tạo nhũ tương. Do đó, luận án đã tiếp tục khảo sát ảnh hưởng của tốc độ khuấy và thể tích dung môi thêm

vào pha liên tục trước khi tạo nhũ tương tới hình thái và kích thước vi nang.

3.1.3.2. Ảnh hưởng của tốc độ khuấy tới hình thái, kích thước vi nang

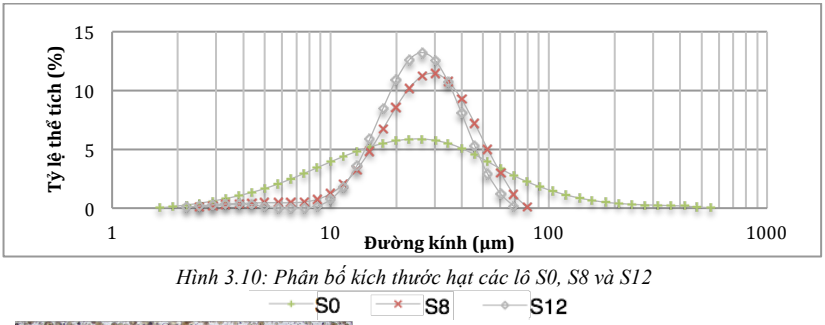
Tốc độ khuấy được thay đổi theo ba mức 700, 650 và 600 (vòng/phút), các lô vi nang tương ứng được kí hiệu là R700 (chính là lô C0.075), R650 và R600.

Giảm tốc độ khuấy không giúp giảm các vi hạt bất thường mà còn khiến kích thước trung bình của lô vi nang tăng và phân bố kích thước cũng trở nên rộng hơn. Do đó, luận án lựa chọn tốc độ khuấy 700 (vòng/phút) cho các khảo sát tiếp theo.

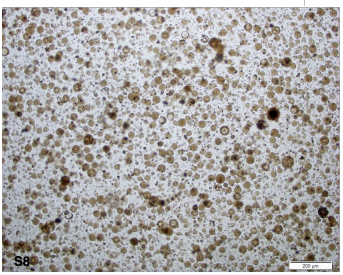
3.1.3.3. Ảnh hưởng của thể tích dung môi thêm vào pha liên tục trước khi tạo nhũ tương tới hình thái, kích thước vi nang

Ba mức dung môi thêm vào được khảo sát là 0, 8 và 12 ml, các lô vi nang tương ứng được kí hiệu là S0 (lô C0.075 và R700), S8 và S12.

Khi 8 ml dung môi ethyl acetate được thêm vào pha liên tục, đường kính d(0.5) của vi nang tăng từ 21.5 lên 29.5 µm, tuy nhiên độ rộng phân bố kích thước giảm rõ rệt từ 3.0 xuống 1.3 (Hình 3.10)



Hình 3.10: Phân bố kích thước hạt các lô S0, S8 và S12



Hình 3.11: Ảnh chụp hiển vi quang học vi nang S8

Việc thêm dung môi vào pha liên tục trước khi tạo nhũ tương cũng giúp giảm rõ rệt các vi hạt bất thường (Hình 3.11).

Như vậy, các vấn đề gặp phải về hình thái, kích thước vi nang đã được cải thiện, tuy nhiên việc thêm dung môi vào pha liên tục lại khiến

mức độ ngậm nước và dung môi của vi nang tăng hơn hai lần. Tỷ lệ nước và dung môi trong các vi nang S0, S8 và S12 trước khi sấy tương ứng là 40, 85 và 97 wt%. Cấu trúc vỏ polyme của vi nang S8 và S12 vì vậy mềm và yếu hơn của vi nang S0, do đó vi nang S8 và S12 bị biến dạng mạnh trong quá trình sấy.

3.1.4. Đánh giá lựa chọn thông số tạo vi nang phù hợp ứng dụng trên vật liệu dệt

Từ các kết quả khảo sát trên đây, luận án đánh giá vi nang lô C0.075 (nồng độ saponin 0.075 wt%, tốc độ khuấy 700 vòng/phút, không thêm dung môi vào pha liên tục) là phù hợp hơn cả để ứng dụng trên vải chức năng y dược. Vi nang tạo ra có dạng hình cầu, trong phân bố kích thước trên 80% vi nang có kích thước trong khoảng 5÷60 µm, phù hợp với yêu cầu về kích thước vi nang đã đề ra. Vi nang không bị biến dạng sau khi được tráng phủ lên vải và sấy chân không.

3.1.5. Đánh giá một số đặc tính khác của vi nang C0.075

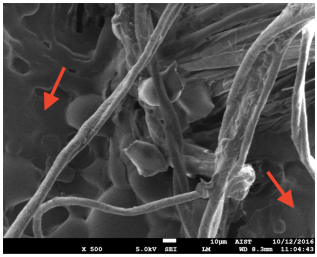
Vi nang C0.075 có cấu trúc đa nhân với các nhân con có đường kính dưới 0.5 µm. Tỷ lệ ibuprofen trong vi nang là 7.1% và hiệu suất tạo vi nang là 71%. Tỷ lệ dung môi tồn dư trong vi nang sau sấy là 0.4 wt%, nằm trong giới hạn tỷ lệ dung môi tồn dư cho phép trên các loại băng gạc theo quy định tại Dược điển Mỹ (0.5 wt%).

Vậy vi nang C0.075 phù hợp để ứng dụng lên vật liệu dệt chức năng y dược.

3.2. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của chế độ sấy tới hình thái vi nang trên vải sau hoàn tất

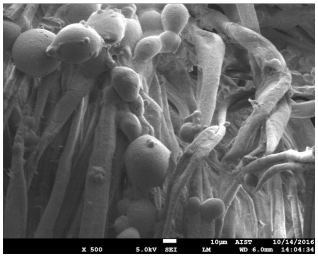
3.2.1. Ảnh hưởng của độ ẩm môi trường sấy tới hình thái vi nang trên vải sau hoàn tất

Trong phạm vi khảo sát, độ ẩm càng thấp càng giúp duy trì tốt hình thái vi nang sau quá trình sấy (Hình 3.15, 3.16, 3.17). Để duy trì dạng hình cầu của vi nang, nên sấy vải ở điều kiện chân không.

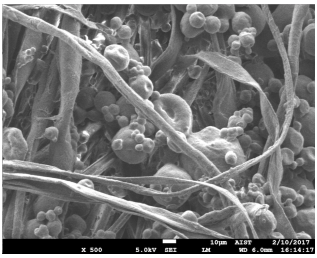


Hình 3.15: Vải interlock bông được tráng phủ vi nang và sấy ở nhiệt độ 25°C và độ ẩm 65%

⟶: các vi nang bị chảy tạo thành màng polyme trên bề mặt vải

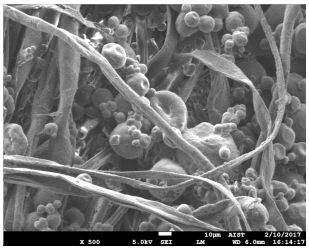


Hình 3.16: Vải interlock bông được tráng phủ vi nang và sấy ở nhiệt độ 25°C và độ ẩm 20%

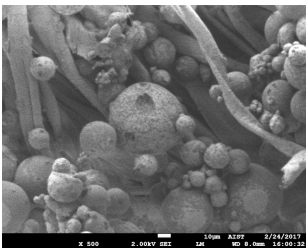


Hình 3.17: Vải interlock bông được tráng phủ vi nang và sấy ở nhiệt độ 25°C và độ ẩm 0%

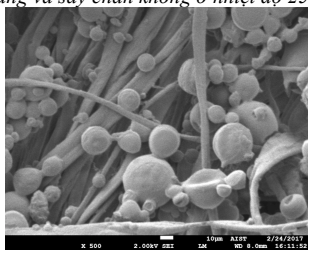
3.2.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy tới hình thái vi nang trên vải sau hoàn tất



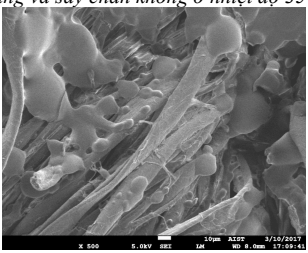
Hình 3.18: Vải interlock bông tráng phủ vi nang và sấy chân không ở nhiệt độ 25°C



Hình 3.19: Vải interlock bông tráng phủ vi nang và sấy chân không ở nhiệt độ 35°C



Hình 3.20: Vải interlock bông tráng phủ vi nang và sấy chân không ở nhiệt độ 45°C



Hình 3.21: Vải interlock bông tráng phủ vi nang và sấy chân không ở nhiệt độ 60°C

Khi tăng nhiệt độ sấy từ 45^{o}C lên 60^{o}C, các vi nang trên vải bị biến dạng mạnh, chúng gần như chảy hoàn toàn tạo thành lớp màng bao phủ lên xơ sợi (Hình 3.21). Một số tài liệu tổng quan thông báo nhiệt độ thủy tinh hóa T_g của eudragit RSPO nằm trong khoảng 61 - 67^{o}C. Ở khoảng nhiệt độ này, polyme chuyển từ trạng thái thủy tinh (giòn) sang trạng thái cao su (mềm). Đó có thể là lí do khiến vi nang bị biến dạng khi sấy ở nhiệt độ 60^{o}C.

Như vậy, trong phạm vi khảo sát của luận án, điều kiện sấy thích hợp cho băng vải chứa vi nang là nhiệt độ không quá 45^{o}C trong điều kiện sấy chân không.

3.3. Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của các thông số cấu trúc vải dệt kim interlock tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang

3.3.1. Ảnh hưởng của nguyên liệu dệt tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang

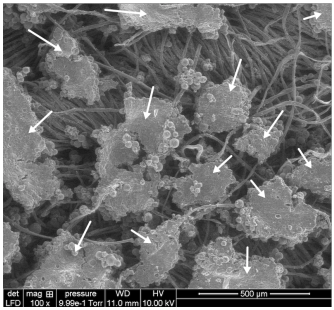
3.3.1.1. Ảnh hưởng của nguyên liệu dệt tới lượng vi nang đưa được lên vải

Với mỗi loại vải, sử dụng năm mẫu thí nghiệm. Giá trị lượng vi nang đưa được lên vải trung bình là 17.1, 16.0 và 15.4% tương ứng với vải bông, peco 65/35 và polyester. Kết quả kiểm định theo chuẩn student (t-test) cho thấy với độ tin cậy 95%, trong phạm vi khảo sát của luận án, loại nguyên liệu dệt không ảnh hưởng tới lượng vi nang đưa được lên vải. Kết quả này có thể là do vi nang được đưa lên vải bằng phương pháp ngâm với thời gian ngâm vải khá lâu (12 giờ) và trong thời gian xử lý lâu như vậy, sự khác biệt về ái lực với vi nang của các loại nguyên liệu dệt khác nhau không đủ để tạo ra sự khác biệt về lượng vi nang đưa được lên vải.

3.3.1.2. Ảnh hưởng của nguyên liệu dệt tới phân bố vi nang trên vải

Trên bề mặt các mẫu vải đều xuất hiện các mảng vi nang, đó là những khối gồm nhiều vi nang bị dính vào nhau và bị biến dạng mạnh (Hình 3.22A). Các mảng vi nang kết dính là kết quả không mong muốn trong quá trình đưa vi nang lên vải vì chúng làm giảm tổng diện tích bề mặt của các vi nang trên vải do đó làm giảm khả năng giải phóng hoạt chất của băng vải, hoạt chất chứa trong các vi nang nằm sâu trong các khối này thậm chí không thể được giải phóng.

Để đánh giá mức độ phân bố đồng đều của vi nang trên các loại vải khác nhau, luận án đã sử dụng phần mềm Meander 3.1.2 của Peacock Media để xác định diện tích các mảng vi nang trên ảnh SEM thu được. Với mỗi loại vải, 3 ảnh SEM ở độ phóng đại x100 (hình ảnh vùng vải có kích thước 1290 x 1480 µm) ứng với 3 vị trí quan sát khác nhau được phân tích.



Hình 3.22A: Ảnh chụp SEM vải bông được xử lý với vi nang

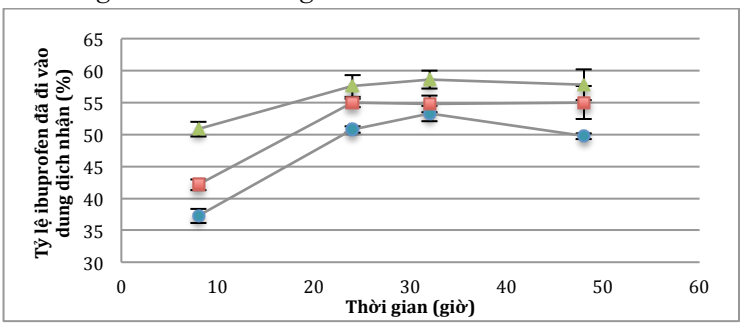
mảng vi nang kết dính

Bảng 3.8: Kết quả thống kê giá trị diện tích mảng vi nang kết dính trên các lô vải có nguyên liệu dệt khác nhau

Lô vải	Diện tích trung bình (μm^2)
Bông	78891 ± 20324
Peco 65/35	49408 ± 10693
Polyester	38850 ± 8766

Kết quả thống kê diện tích các mảng vi nang kết dính trên ba loại vải khác nhau tại Bảng 3.8 cho thấy khi tỷ lệ xơ bông trong vải giảm, diện tích trung bình các mảng vi nang kết dính giảm, chứng tỏ vi nang phân bố trên vải đồng đều hơn. Điều này có thể là do ái lực với vi nang (có vỏ là polyme kị nước eudragit RSPO) của xơ polyester (xơ kị nước) cao hơn của xơ bông (xơ ưa nước).

3.3.1.3. Ảnh hưởng của nguyên liệu dệt tới khả năng giải phóng hoạt chất của băng vải chứa vi nang



Hình 3.25: Tốc độ giải phóng ibuprofen từ các băng vải có loại nguyên liệu dệt khác nhau

bông Peco 65/35 Polyester

Vì phân bố vi nang kém đồng đều hơn, kết hợp với việc có thể ái lực với ibuprofen của xơ bông cao hơn của xơ polyester nên tốc độ giải phóng ibuprofen thấp hơn từ vải có tỷ lệ xơ bông cao hơn. Sau 8 giờ giải phóng, tỷ lệ ibuprofen đi vào dung dịch nhận tăng dần theo thứ tự 37.3, 42.2 và 50.9% tương ứng với vải bông, vải peco 65/35 và vải polyester. Đồng thời, tỷ lệ ibuprofen cao nhất có thể giải phóng từ băng vải (đạt được sau 24 giờ) cũng tăng dần theo thứ tự 50.8, 55.0 và 57.6% tương ứng với vải bông, vải peco 65/35 và vải polyester.

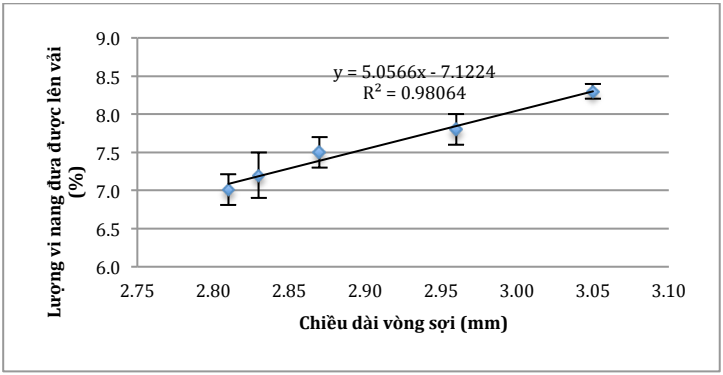
3.3.1.4. Kết luận về ảnh hưởng của nguyên liệu dệt tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang

3.3.2. Ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang

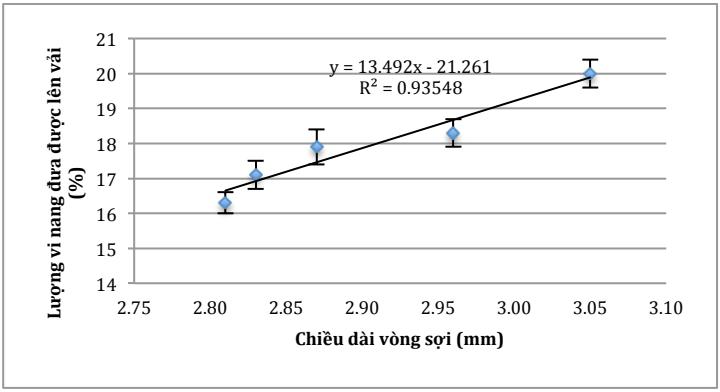
3.3.2.1. Ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi tới lượng vi nang đưa được lên vải

1. Trường hợp đưa vi nang lên vải bằng phương pháp tráng phủ

Luận án đã sử dụng hai mức nồng độ vi nang dùng tráng phủ vải là 14 và 24 (mg/ml). Vi nang được đưa lên các lô vải có chiều dài vòng sợi 2.81, 2.83, 2.87, 2.96 và 3.05 (mm). Tại mỗi mức nồng độ vi nang, ứng với mỗi mức chiều dài vòng sợi, thí nghiệm đưa vi nang lên vải được lặp ba lần. Kết quả cho thấy lượng vi nang đưa được lên vải nằm trong khoảng 7 ÷ 20% và lượng vi nang đưa được lên vải đều tỷ lệ thuận với chiều dài vòng sợi (Hình 3.26, 3.27).



Hình 3.26: Sự phụ thuộc của lượng vi nang đưa được lên vải vào chiều dài vòng sợi khi nồng độ vi nang dùng xử lý vải là 14 (mg/ml)



Hình 3.27: Sự phụ thuộc của lượng vi nang đưa được lên vải vào chiều dài vòng sợi khi nồng độ vi nang dùng xử lý vải là 24 (mg/ml)

Trên cơ sở mô hình vòng sợi của Dabiryan-Jeddi, luận án đã tính toán và chứng minh được khi chiều dài vòng sợi trong vải interlock tăng lên thì mật độ vải giảm và độ rỗng vải tăng, do đó lượng hỗn hợp tráng phủ có thể đi sâu vào cấu trúc vải tăng lên, nhiều hơn các vi nang có thể đi sâu vào cấu trúc vải nên lượng vi nang đưa được lên vải tăng.

Các thông số cấu trúc vải xác định bằng thực nghiệm cũng cho thấy khi chiều dài vòng sợi tăng 8.5% từ 2.81 lên 3.05 (mm), mật độ diện tích vải giảm 16.6% từ 295 xuống 247 (vòng sợi/cm^2), độ rỗng vải tăng 2% từ 81.0% lên 82.6%. Ảnh chụp SEM mặt dưới các mẫu vải có chiều dài vòng sợi thấp nhất (2.81 mm) và cao nhất (3.05 mm) cũng chỉ ra rằng chiều dài vòng sợi tăng đã giúp nhiều vi nang hơn có thể đi sâu vào trong cấu trúc vải.

2. Trường hợp đưa vi nang lên vải bằng phương pháp ngâm

Vi nang được đưa lên các lô vải có chiều dài vòng sợi 2.87, 2.96 và 3.05 (mm). Ba mẫu vải được sử dụng để đánh giá cho mỗi lô vải. Giá trị trung bình lượng vi nang đưa được lên vải là 31.8, 31.8 và 32.2% tương ứng với chiều dài vòng sợi 2.87, 2.96 và 3.05 (mm). Kết quả kiểm định t-test chỉ ra rằng lượng vi nang đưa được lên vải trong trường hợp này không phụ thuộc vào chiều dài vòng sợi.

3.3.2.2. Ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi tới phân bố vi nang trên vải

1. Trường hợp đưa vi nang lên vải bằng phương pháp tráng phủ

Năm lô vải được khảo sát là B1, B2, B3, B4 và B5 với chiều dài vòng sợi tương ứng là 2.81, 2.83, 2.87, 2.96 và 3.05 (mm).

Bề mặt các mẫu vải đã được tráng phủ vi nang và đã sấy khô hoàn toàn được quan sát dưới kính hiển vi điện tử quét ở độ phóng đại x100. Trên bề mặt các mẫu vải, bên cạnh các vi nang phân bố riêng lẻ và không bị biến dạng còn có các mảng vi nang gồm nhiều vi nang bị dính vào nhau và bị biến dạng. Luận án đã sử dụng phần mềm Meander 3.1.2 để đo diện tích các mảng vi nang kết dính trên vùng bề mặt vải có kích thước 840 x 1200 µm, trên mỗi lô vải quan sát trên ba vùng nằm ở vị trí bất kì khác nhau, kết quả được trình bày tại Bảng 3.17.

Bảng 3.17: Kết quả thống kê giá trị diện tích mảng vi nang kết dính trên các lô vải có chiều dài vòng sợi khác nhau trường hợp đưa vi nang lên vải bằng phương pháp tráng phủ

Lô vải	Chiều dài vòng sợi (mm)	Diện tích trung bình (μm^2)
B1	2.81	9439 ± 2642
B2	2.83	7537 ± 2110
B3	2.87	8600 ± 2058
B4	2.96	13379 ± 2806
B5	3.05	16020 ± 3418

Kết quả thống kê tại Bảng 3.17 cho thấy khi chiều dài vòng sợi tăng dần, biến thiên diện tích mảng vi nang kết dính có xu hướng tăng, diện tích trung bình của mảng vi nang kết dính cũng tăng, chứng tỏ phân bố vi nang trên vải kém đồng đều hơn.

Để giải thích kết quả thu được bằng phân tích hình ảnh, luận án đã đề xuất khái niệm tỷ lệ vi nang che phủ sợi K, là tỷ lệ giữa tổng diện tích mặt cắt ngang của tất cả các vi nang trên một đơn vị diện tích vải S_{vn} so với tổng diện tích bề mặt sợi mà vi nang có thể chiếm giữ trong cùng diện tích vải đó $S_{sợi}$, tức là $K = \frac{S_{vn}}{S_{sợi}}$. Với định nghĩa như vậy, K càng lớn thì khả năng hình thành các mảng vi nang kết dính trên vải càng cao, khiến phân bố vi nang trên vải càng kém đồng đều. Luận án đã tính toán giá trị S_{vn} dựa trên lượng vi nang trên vải và phân bố kích thước của vi nang, đã tính $S_{sợi}$ dựa trên mô hình vòng sợi vải interlock của Dabiryan-Jeddi, từ đó tính được giá trị tỷ lệ vi nang che phủ sợi K như tại Bảng 3.21.

Bảng 3.21: Kết quả tính toán tỷ lệ vi nang che phủ sợi K trường hợp đưa vi nang lên vải bằng phương pháp tráng phủ

Lô vải	B1	B2	B3	B4	B5
Chiều dài vòng sợi (mm)	2.81	2.83	2.87	2.96	3.05
Tỷ lệ vi nang che phủ sợi K	0.42	0.44	0.44	0.47	0.49

Kết quả tại Bảng 3.21 cho thấy tỷ lệ vi nang che phủ sợi K tăng khi chiều dài vòng sợi trong vải tăng, tức là khả năng hình thành các mảng vi nang kết dính trên vải càng lớn. Kết quả này giúp giải thích hiện tượng quan sát thấy trên ảnh chụp SEM như đã được thống kê tại Bảng 3.17.

2. Trường hợp đưa vi nang lên vải bằng phương pháp ngâm

Ba lô vải được khảo sát là B3, B4 và B5 với chiều dài vòng sợi tương ứng là 2.87, 2.96 và 3.05 (mm).

Phương pháp khảo sát tương tự trường hợp đưa vi nang lên vải bằng phương pháp tráng phủ.

Bảng 3.22: Kết quả thống kê giá trị diện tích mảng vi nang kết dính trên các lô vải trường hợp đưa vi nang lên vải bằng phương pháp ngâm

Lô vải	Chiều dài vòng sợi (mm)	Diện tích trung bình (μm^2)
B3	2.87	30522 ± 5640
B4	2.96	32562 ± 6208
B5	3.05	44228 ± 7350

Bảng 3.24: Kết quả tính toán tỷ lệ vi nang che phủ sợi K trường hợp đưa vi nang lên vải bằng phương pháp ngâm

Lô vải	B3	B4	B5
Chiều dài vòng sợi (mm)	2.87	2.96	3.05
Tỷ lệ vi nang che phủ sợi K	1.61	1.65	1.68

Kết quả tính toán tỷ lệ vi nang che phủ sợi K (Bảng 3.24) cho thấy K tăng khi chiều dài vòng sợi tăng, giúp giải thích hiện tượng vi nang phân bố kém đồng đều hơn trên vải (kết quả thống kê tại Bảng 3.22) và tương tự với xu thế quan sát thấy khi đưa vi nang lên vải bằng phương pháp tráng phủ.

3.3.2.3. Ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi tới khả năng giải phóng hoạt chất từ băng vải qua da

Khi chiều dài vòng sợi tăng, do phân bố vi nang trên vải kém đồng đều hơn với các mảng vi nang kết dính lớn hơn nên khả năng giải phóng ibuprofen từ băng vải qua da giảm. Sau 24 giờ, tỷ lệ ibuprofen từ băng vải đã đi vào dung dịch nhận là 5.43, 5.68 và 2.06% tương ứng với chiều dài vòng sợi 2.87, 2.96 và 3.05 mm.

3.3.2.4. Kết luận về ảnh hưởng của chiều dài vòng sợi tới các đặc tính của băng vải chứa vi nang

3.3.3. Ảnh hưởng của độ giãn băng vải tới khả năng giải phóng hoạt chất từ băng vải qua da

Tăng độ giãn băng vải giúp tăng rõ rệt khả năng giải phóng hoạt chất từ băng vải qua da lợn. Sau 24 giờ, ứng với các mức độ giãn của băng vải là 0, 33 và 60%, tỷ lệ ibuprofen từ băng vải dệt kim interlock bông đã đi vào dung dịch nhận là 35.8, 38.9 và 44.8%.

3.4. Kết luận Chương 3

4. KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

4.1. Kết luận

1. Luận án đã đạt mục tiêu chế tạo vi nang chứa hoạt chất kháng viêm ibuprofen phù hợp với ứng dụng trên vật liệu dệt bằng phương pháp bay hơi dung môi, sử dụng chất hoạt động bề mặt nguồn gốc tự nhiên quillaja saponin (lô S4521 của Sigma Aldrich) và dung môi không halogen ethyl acetate. Các thông số quá trình tạo vi nang được lựa chọn dựa trên nồng độ mixen tới hạn của quillaja saponin. Vi nang tạo ra có dạng hình cầu với kích thước trung bình khoảng 21.5 µm. Hiệu suất tạo vi nang đạt 71%. Tỷ lệ dung môi ethyl acetate tồn dư trong vi nang sau sấy là 0.4 wt%, nằm trong giới hạn cho phép về tỷ lệ dung môi tồn dư trên các loại băng gạc theo quy định tại Dược điển Mỹ USP 29.
2. Trong quá trình hoàn tất vải dệt kim interlock bông sử dụng vi nang, để vi nang không bị biến dạng trên vải sau hoàn tất, quá trình sấy nên được thực hiện trong chân không ở nhiệt độ không quá $45^{o}C$.
3. Trong phạm vi nghiên cứu, khi vi nang được đưa lên vải dệt kim interlock bông với chiều dài vòng sợi trong khoảng 2.81 ÷ 3.05 (mm) bằng phương pháp tráng phủ, lượng vi nang đưa được lên vải đạt 7 ÷ 20 % và tỷ lệ thuận với chiều dài vòng sợi của vải.
4. Phân bố vi nang trên vải dệt kim interlock phụ thuộc vào loại nguyên liệu dệt và chiều dài vòng sợi. Với ba loại vải dệt kim interlock từ bông, peco 65/35 và polyester có cùng chiều dài vòng sợi là 3.75 ± 0.03 (mm), phân bố vi nang trên vải có tỷ lệ xơ bông cao hơn thì kém đồng đều hơn. Với vải dệt kim interlock bông có

chiều dài vòng sợi thay đổi trong khoảng 2.81 ÷ 3.05 (mm), phân bố vi nang trên vải kém đồng đều hơn khi chiều dài vòng sợi tăng lên do tỷ lệ vi nang che phủ sợi K tăng.

5. Tốc độ giải phóng ibuprofen từ băng vải chứa vi nang phụ thuộc vào nguyên liệu dệt và chiều dài vòng sợi. Tỷ lệ ibuprofen đã đi vào dung dịch nhận sau 8 giờ từ các băng vải dệt kim interlock bông, peco 65/35 và polyester (có cùng chiều dài vòng sợi là 3.75 ± 0.03 mm) tương ứng là 37.3, 42.2 và 50.9%, tỷ lệ này tăng khi hàm lượng xơ bông trong vải giảm. Từ băng vải dệt kim interlock bông có chiều dài vòng sợi trong khoảng 2.81 ÷ 3.05 (mm), tỷ lệ ibuprofen đã đi vào dung dịch nhận sau 8 giờ là 2.1 ÷ 5.7%, tỷ lệ này giảm khi chiều dài vòng sợi của vải tăng.
6. Việc tăng độ giãn băng vải chứa vi nang giúp tăng rõ rệt khả năng giải phóng hoạt chất từ băng vải qua da lợn. Sau 24 giờ, tỷ lệ ibuprofen từ băng vải dệt kim interlock bông có chiều dài vòng sợi 2.87 (mm) đã đi vào dung dịch nhận là 35.8, 38.9 và 44.8% ứng với các mức độ giãn của băng vải là 0, 33 và 60%.

4.2. Hướng nghiên cứu tiếp theo

Để góp phần vào sự phát triển của vật liệu dệt chức năng y dược sử dụng vi nang, luận án đề xuất một số hướng nghiên cứu tiếp theo như sau:

1. Nâng cao hơn nữa chất lượng vi nang tạo ra (thu hẹp hơn nữa phân bố kích thước, tăng hiệu suất tạo vi nang...), đặc tính hóa một số tính chất khác của vi nang (tỷ lệ dầu lõi trong vi nang, ái lực của vi nang với các loại vật liệu dệt...).
2. Cải thiện phân bố vi nang trên vải đồng đều hơn (giảm số lượng và diện tích các mảng vi nang kết dính trên vải).
3. Nghiên cứu ứng dụng vi nang chứa các loại hoạt chất y dược khác trên vật liệu dệt.

DANH MỤC CÁC CÔNG TRÌNH ĐÃ CÔNG BỐ CỦA LUẬN ÁN

1. Dao Thi Chinh Thuy, Chu Dieu Huong (2014), *The influence of woven structure and yarn density on microcapsule laoding capability of fabric*. Journal of Science and Technology Technical Universities, ISSN 0868-3980, No.100-2014, pp. 51-54.
2. Chu Dieu Huong, Dao Thi Chinh Thuy, Nathalie Sintes-Zydowicz (2015), *Influence of yarn type and yarn count on microcapsule loading capability of fabrics*. Magazine Textile and Clothing, ISSN 1310-912X, No. 5-2015, pp. 118-122.
3. Dao Thi Chinh Thuy, Chu Dieu Huong (2016), *Investigate the influence of loop length and fabric elongation on transdermal drug release from knitted fabric containing ibuprofen-loaded microcapsules*. Journal of Science and Technology Technical Universities, ISSN 2354-1083, No.112-2016, pp. 51-54.
4. Dao Thi Chinh Thuy, Chu Dieu Huong (2017), *The influence of loop length on microcapsule loading capability of Interlock knitted fabric*. Journal of Science and Technology Technical Universities, ISSN 2354-1083, No. 122-2017, pp. 67-72.