



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0029742

(51)⁷ C11D 3/00; C11D 3/382; C11D 11/00

(13) B

(21) 1-2017-02506

(22) 22/12/2015

(86) PCT/EP2015/081008 22/12/2015

(87) WO2016/107793 A1 07/07/2016

(30) 14200701.2 31/12/2014 EP

(45) 25/10/2021 403

(43) 27/11/2017 356A

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, The Netherlands

(72) FLENDRIG Leonardus Marcus (NL); GOUDAPPEL Gerrit Jan Willem (NL);
KUIJK Anke (NL); LAM Stephanie (US); VEEN Sandra Joyce (NL); VELEV Orlin
Dimitrov (US); VELIKOV Krassimir Petkov (BG); VERHEIJ Jan Adrianus (NL).

(74) Công ty TNHH Trần Hữu Nam và Đồng sự (TRAN H.N & ASS.)

(54) CHẾ PHẨM LÀM SẠCH VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế thuộc lĩnh vực chế phẩm làm sạch. Cụ thể, sáng chế liên quan đến các chế phẩm làm sạch dạng lỏng, gel hoặc bột nhão, chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa. Sáng chế đề cập đến các chế phẩm làm sạch chứa nước, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa và chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có chứa các vi sợi. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp để điều chế chế phẩm làm sạch chứa nước, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa và chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có chứa các vi sợi, trong đó phương pháp này bao gồm bước xử lý lực cắt cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến chế phẩm làm sạch. Cụ thể là, sáng chế liên quan đến chế phẩm làm sạch chứa chất hoạt động bề mặt tẩy rửa và chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi chứa các vi sợi. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp điều chế chế phẩm làm sạch và chế phẩm thu được bằng phương pháp đó.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chế phẩm làm sạch chứa chất hoạt động bề mặt tẩy rửa được biết đến trong nhiều lĩnh vực ứng dụng, ví dụ như làm sạch bề mặt cứng, rửa chén đĩa, giặt giũ, chăm sóc da, chăm sóc da đầu và tóc, chăm sóc răng miệng. Hầu hết các chế phẩm chứa chất hoạt động bề mặt đều có xu hướng tạo bọt, đặc biệt là khi chúng được pha loãng để dùng. Trong nhiều ứng dụng như vậy, đặc biệt là khi người tiêu dùng tự pha chế xà phòng hoặc làm cho sủi bọt từ chế phẩm làm sạch, thì bọt đó được coi là dấu hiệu của khả năng tẩy rửa. Thông thường nó thậm chí còn được coi là điều kiện tiên quyết cho khả năng tẩy rửa. Do đó, tạo bọt tốt là đặc tính rất được mong đợi ở nhiều chế phẩm làm sạch. Đặc biệt mong muốn rằng lớp xà phòng hoặc bọt khi đã được hình thành thì sẽ không dễ dàng mất đi mà vẫn giữ nguyên để người tiêu dùng quan sát thấy. Tuy nhiên, việc tối ưu hoá công thức điều chế chế phẩm có được sự tạo bọt tối ưu lại có thể ảnh hưởng tiêu cực đến các đặc tính khác. Đặc biệt, cách phổ biến được biết để tăng cường tạo bọt là dùng một lượng lớn hơn chất hoạt động bề mặt trong công thức điều chế chế phẩm. Từ quan điểm môi trường bền vững, lại là điều rất không được mong muốn. Vì vậy, có mong muốn cung cấp một cách khác để làm tăng cường độ ổn định của bọt được tạo ra từ các chế phẩm làm sạch.

WO 2014/142651 bộc lộ việc sử dụng chất liệu xenluloza dạng hạt (ví dụ từ bột củ cải đường) để giữ các bong bóng khí lơ lửng trong chế phẩm gốc nước dạng lỏng. Các hạt xenluloza có kích thước trung bình theo trọng lượng thể tích trong phạm vi từ 25 đến 75 μm , được đo bằng phép đo nhiễu xạ ánh sáng laze và phải không bị tách sợi. Tương tự, WO 2014/017913 bộc lộ sản phẩm tẩy rửa dạng lỏng chứa cùng loại chất liệu xenluloza dạng hạt không bị tách sợi.

WO 2012/52306 liên quan đến chế phẩm tẩy rửa dạng dung dịch nước được cấu trúc bên ngoài, trong đó sợi cam không bị tách sợi được sử dụng để làm lơ lửng các hạt. WO 2013/160024 và WO 2013/160022 đề cập đến các chế phẩm tương tự, trong đó khuynh hướng sợi cam được hoạt hoá để tạo thành các dư lượng có thể nhìn thấy trên thành của bình chứa được khắc phục bằng việc bổ sung lần lượt polyacrylat và đất sét trương nở trong nước. WO 2014/82951 bộc lộ kem đánh răng chứa các hạt canxi cacbonat và sợi cam không bị tách sợi để cải thiện hiệu quả làm sạch của những hạt này.

US 2008/0108714 bộc lộ hệ chất hoạt động bề mặt được làm đặc bao gồm xenluloza vi sợi (xenluloza vi khuẩn) để cải thiện đặc tính làm lơ lửng của hệ chất. Cụ thể là sáng chế bộc lộ sự kết hợp của xenluloza vi khuẩn, gồm xanthan và carboxymetyl xenluloza là những hệ chất như vậy.

US 6 241 812 liên quan đến chất sát trùng và chất tẩy uế. Sáng chế bộc lộ sự kết hợp của xenluloza vi khuẩn dạng mắt lưới với chất hoạt động bề mặt cation và đồng tác nhân (như xenluloza hydroxyetyl cation, tinh bột cation biến tính, tinh bột cation thông thường, gồm guar cation, gồm tragacanth và chitosan) để điều chế chất phân tán sợi xenluloza có độ ổn định axit, có lượng kết tủa và sự keo tụ các sợi xenluloza được làm giảm.

US 5 998 349 bộc lộ các công thức điều chế chế phẩm khử cặn có chứa các vi sợi xenluloza có ít nhất 80% tế bào với vách sơ cấp với lượng từ 0,05 đến 1,5% trọng lượng, độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 2 và ít nhất một chất hoạt động bề mặt tẩy

rửa. Sợi xenluloza được sử dụng để cung cấp đặc trưng lưu biến giả dẻo, ổn định theo thời gian.

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm sạch mang lại các đặc tính cảm nhận được nâng cao cho người tiêu dùng. Vì vậy, nó cũng là mục đích của sáng chế để đề xuất chế phẩm làm sạch mang lại độ ổn định bọt được tăng cường, đặc biệt là không phải tăng lượng chất hoạt động bề mặt tẩy rửa. Đáng mong muốn rằng, độ ổn định bọt tăng cường có được khi pha loãng chế phẩm làm sạch để sử dụng. Mục đích khác của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm sạch thể hiện độ ổn định bọt được tăng cường mà không ảnh hưởng tiêu cực đến các đặc tính mong muốn khác của chế phẩm, chẳng hạn như hiệu quả của chất tẩy rửa, hình thức thể chất của chúng và/hoặc các thuộc tính cảm quan khác. Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm sạch có giảm thiểu tác động đến môi trường, mà không ảnh hưởng đến các đặc tính mong muốn khác. Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm làm sạch này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng một hoặc nhiều mục đích này có thể đạt được nhờ chế phẩm làm sạch theo sáng chế. Đặc biệt là, đã bất ngờ phát hiện ra rằng chất liệu vách tế bào sơ cấp bao gồm các vi sợi, đã được tách sợi đến mức thích hợp, sao cho thông số về độ đồng nhất về thành phần của chế phẩm, thông số tách sợi của chất liệu vách tế bào sơ cấp, hoặc thông số đồng nhất sợi của chất liệu vách tế bào sơ cấp có giá trị thích hợp có thể được sử dụng để tạo ra chế phẩm làm sạch mà khi pha loãng có độ tạo bọt tốt và bọt bền lâu hơn.

Theo đó, theo khía cạnh thứ nhất, mục đích của sáng chế là cung cấp chế phẩm làm sạch, chứa

a. nước

b. một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 70% trọng lượng và

c. chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi chứa các vi sợi với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% trọng lượng

trong đó

- chất liệu vách tế bào sơ cấp thu được từ mô nhu mô thực vật,
- ít nhất 80% trọng lượng của các vi sợi có đường kính nhỏ hơn 50 nm; và
- chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,030.

Tương tự, theo khía cạnh thứ hai, mục đích của sáng chế là cung cấp chế phẩm làm sạch, chứa

a. nước

b. một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 70% trọng lượng và

c. chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi chứa các vi sợi với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% trọng lượng

trong đó

- chất liệu vách tế bào sơ cấp thu được từ mô nhu mô thực vật,
- ít nhất 80% trọng lượng của các vi sợi có đường kính nhỏ hơn 50 nm; và
- chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số đồng nhất sợi FHP ít nhất là 0,022.

Tương tự, theo khía cạnh thứ ba, mục đích của sáng chế là cung cấp chế phẩm làm sạch, chứa

a. nước

b. một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 70% trọng lượng và

c. chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi chứa các vi sợi với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% trọng lượng

trong đó

- chất liệu vách tế bào sơ cấp thu được từ mô nhu mô thực vật,

- ít nhất 80% trọng lượng của các vi sợi có đường kính nhỏ hơn 50 nm; và
- chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,10 Hz.

Các chế phẩm làm sạch theo sáng chế thường ở dạng lỏng, gel hoặc bột nhão.

Các chế phẩm làm sạch có đặc tính mong muốn bao gồm tăng cường độ ổn định bột có thể được điều chế bằng các phương pháp bao gồm bước xử lý làm biến dạng cao. Do đó, theo khía cạnh thứ tư, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm làm sạch, trong đó chế phẩm làm sạch chứa

a. nước

b. một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 70% trọng lượng và

c. chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi chứa các vi sợi với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1% trọng lượng;

và trong đó

- chất liệu vách tế bào sơ cấp thu được từ mô nhu mô thực vật,
- ít nhất 80% trọng lượng của các vi sợi có đường kính nhỏ hơn 50 nm;

và trong đó phương pháp bao gồm các bước

i. cung cấp nguồn chất liệu vách tế bào sơ cấp;

ii. phân tán chất liệu vách tế bào sơ cấp trong pha nước, từ đó tạo ra dung dịch phân tán trong nước chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1% trọng lượng;

iii. xử lý dung dịch phân tán trong nước để thu được dung dịch phân tán gồm chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi, qua đó việc xử lý bao gồm bước xử lý làm biến dạng cao được chọn từ quá trình đồng nhất áp suất cao với áp suất trong khoảng từ 500 đến 2000 bar và xử lý vi hóa lỏng với áp suất trong khoảng từ 500 đến 2000 bar;

Trong đó các thành phần khác của chế phẩm làm sạch được trộn độc lập vào pha nước trước bước ii, giữa các bước ii và iii, sau bước iii.

Tương tự như vậy, theo khía cạnh thứ năm, mục đích của sáng chế là cung cấp phương pháp điều chế chế phẩm làm sạch, trong đó chế phẩm làm sạch chứa

a. nước;

b. một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 70% trọng lượng và

c. chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi chứa các vi sợi với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% trọng lượng;

và trong đó

- chất liệu vách tế bào sơ cấp thu được từ mô nhu mô thực vật,
- ít nhất 80% trọng lượng của các vi sợi có đường kính nhỏ hơn 50 nm;

và trong đó phương pháp bao gồm các bước

i. cung cấp nguồn chất liệu vách tế bào sơ cấp;

ii. phân tán chất liệu vách tế bào sơ cấp trong pha nước, từ đó tạo ra dung dịch phân tán trong nước chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% trọng lượng;

iii. xử lý dung dịch phân tán trong nước để thu được dung dịch phân tán gồm chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi, qua đó việc xử lý bao gồm một hoặc nhiều bước xử lý làm biến dạng cao và trong quá trình xử lý sao cho thông số tách sợi FDP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 0,10 Hz hoặc thông số đồng nhất sợi FHP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 0,022;

trong đó các thành phần khác của chế phẩm làm sạch được trộn độc lập vào pha nước trước bước ii, giữa các bước ii và iii, hoặc sau bước iii.

Các phương pháp theo sáng chế mang lại chế phẩm làm sạch có các đặc tính mong muốn, bao gồm cả độ ổn định bột được tăng cường nói trên. Do đó, theo khía

cạnh thứ sáu, mục đích của sáng chế là cung cấp chế phẩm làm sạch có thể thu được bằng phương pháp theo khía cạnh thứ tư và/hoặc thứ năm của sáng chế.

Theo khía cạnh thứ bảy, mục đích của sáng chế là cung cấp cách dùng chất liệu vách tế bào được tách sợi có chứa các vi sợi để tăng độ ổn định bọt của chế phẩm làm sạch chứa nước và một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 70% trọng lượng, trong đó chế phẩm có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,030.

Theo khía cạnh thứ tám, mục đích của sáng chế là cung cấp cách dùng chất liệu vách tế bào được tách sợi có chứa các vi sợi để tăng độ ổn định bọt của chế phẩm làm sạch chứa nước và một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 70% trọng lượng, trong đó chế phẩm có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,010 Hz.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 thể hiện ảnh hiển vi đồng tiêu quét lazer của Ví dụ so sánh A.

Hình 2 thể hiện ảnh hiển vi đồng tiêu quét lazer của Ví dụ 3.

Mô tả chi tiết sáng chế

Bất kỳ đặc điểm nào của một khía cạnh của sáng chế này có thể được sử dụng ở bất kỳ khía cạnh nào khác của sáng chế. Từ "bao gồm" có nghĩa là "bao hàm" nhưng không nhất thiết là "hợp thành từ" hoặc "cấu thành từ". Nói cách khác, các bước hoặc các lựa chọn được liệt kê không cần phải đầy đủ. Cần lưu ý rằng các ví dụ đưa ra trong mô tả dưới đây nhằm mục đích làm sáng tỏ sáng chế và không nhằm để hạn chế sáng chế trong những ví dụ đó. Tương tự, tất cả phần trăm là tỷ lệ phần trăm trọng lượng trừ khi có chỉ định khác. Trừ những ví dụ vận hành và so sánh, hoặc những nơi được chỉ ra một cách rõ ràng, tất cả các số trong mô tả này thể hiện lượng chất hoặc các điều kiện phản ứng, các tính chất vật lý của chất và/hoặc cách dùng được hiểu như đã được sửa đổi bởi từ "khoảng". Trừ khi được

chỉ định khác, các dãy số được biểu diễn dưới dạng "từ x đến y" được hiểu là bao gồm cả x và y. Đối với điểm đặc trưng cụ thể, phạm vi ưu tiên được mô tả dưới dạng "từ x đến y", điều này được hiểu là tất cả các khoảng kết hợp các điểm cuối khác nhau cũng được dự tính. Với mục đích của sáng chế nhiệt độ môi trường xung quanh được định nghĩa là nhiệt độ khoảng 20 độ C.

Chế phẩm làm sạch

Chế phẩm làm sạch theo bất kỳ khía cạnh nào của sáng chế là chế phẩm dùng để hỗ trợ việc làm sạch, điển hình trong môi trường gia dụng. Chế phẩm làm sạch tốt hơn ở dạng lỏng, gel hoặc bột nhão, tốt hơn nữa là ở dạng lỏng. Do đó, được ưu tiên là chế phẩm làm sạch theo sáng chế là chế phẩm làm sạch dạng lỏng. Dạng và công thức điều chế chế phẩm chính xác của chế phẩm có thể thích hợp để thích nghi với kiểu ứng dụng dự định, như đã biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Ví dụ như, dạng được ưu tiên sẽ là chế phẩm rửa bát bằng tay, hoặc chế phẩm làm sạch bề mặt cứng. Tuy nhiên, các loại chế phẩm làm sạch khác cũng được tính đến. Chế phẩm làm sạch chứa nước, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa và chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi. Ngoài ra, chế phẩm làm sạch có thể chứa các thành phần khác điển hình cho các chế phẩm làm sạch này. Ví dụ như, chế phẩm cũng có thể chứa các chất hoạt động bề mặt không chứa chất tẩy rửa, chất bảo quản, v.v.

Chất hoạt động bề mặt

Có rất ít hạn chế về loại hoặc lượng chất hoạt động bề mặt tẩy rửa. Chất hoạt động bề mặt tẩy rửa có thể là một loại chất hoạt động bề mặt, hoặc là hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt. Chất hoạt động bề mặt tổng hợp tốt hơn là tạo thành một phần chính trong một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa. Do đó, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa tốt hơn là được chọn từ một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt cation, chất hoạt động bề mặt không ion, chất hoạt động bề mặt lưỡng tính và chất hoạt động bề mặt ion

lượng tính. Tốt hơn nữa là, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa là chất hoạt động bề mặt anion, không ion, hoặc là sự kết hợp của chất hoạt động bề mặt anion và không ion. Các hỗn hợp của chất hoạt động bề mặt anion và không ion tổng hợp, hoặc hệ chất hoạt động bề mặt anion hoặc hỗn hợp các chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt không ion và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính hoặc ion lưỡng tính đều có thể được sử dụng tùy theo lựa chọn của người điều chế theo công thức đối với dung dịch làm sạch cần thiết và lượng cần thiết của chế phẩm làm sạch.

Nói chung, chất hoạt động bề mặt có thể được chọn từ các chất hoạt động bề mặt được mô tả trong sách giáo khoa nổi tiếng như "Surface Active Agents" tập 1, của Schwartz & Perry, Interscience 1949, tập 2 của Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958 và hoặc phiên bản hiện tại của "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" do Công ty Manufacturing Confectioners xuất bản hoặc trong "Tenside-Taschenbuch", H. Stache, 2nd Edn., Carl Hauser Verlag, 1981; "Handbook of Industrial Surfactants" (4th Edn.) của Michael Ash và Irene Ash; Synapse Information Resources, 2008.

Chất hoạt động bề mặt anion có thể bao gồm xà phòng (muối của axit béo). Được ưu tiên là xà phòng được làm bằng cách trung hòa axit béo của dừa được hydro hóa, ví dụ như Prifac® 5908 (của Croda). Hỗn hợp của axit béo bão hòa và không bão hòa cũng có thể được sử dụng.

Chất hoạt động bề mặt tẩy rửa không ion được biết đến trong kỹ thuật. Chất hoạt động bề mặt không ion được ưu tiên là rượu được etoxyl hóa có từ 12 đến 18 nguyên tử cacbon, bao gồm từ 3 đến 9 đơn vị etylen oxit trên mỗi phân tử. Được ưu tiên hơn nữa là rượu được etoxyl hoá mạch thẳng bậc một có từ 12 đến 15 nguyên tử cacbon với trung bình từ 5 đến 9 nhóm etylen oxit, tốt hơn nữa là trung bình 7 nhóm etylen oxit.

Các ví dụ về chất hoạt động bề mặt anion tổng hợp thích hợp bao gồm natri lauryl sulphat, natri lauryl ete sulphat, amoni lauryl sulphasuccinat, amoni lauryl

sulphat, amoni lauryl ete sulphat, natri cocoyl isethionat, natri lauroyl isethionat và natri N-lauryl sarcosinat. Được ưu tiên nhất là chất hoạt động bề mặt anion tổng hợp bao gồm chất hoạt động bề mặt anion tổng hợp alkylbenzen sulphonat mạch thẳng (LAS). Chất hoạt động bề mặt anion tổng hợp khác thích hợp trong sáng chế này là natri rượu etoxy-ete sulphat (SAES), tốt hơn là chứa hàm lượng cao natri rượu C12 etoxy ete sulphat (SLES). Tốt hơn là chế phẩm chứa LAS.

Trong một số phương án, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa tốt hơn là chứa anion tổng hợp với các chất hoạt tính tẩy rửa không ion và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính tùy chọn, bao gồm amin oxit.

Trong các phương án khác, được ưu tiên là một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa bao gồm hai chất hoạt động bề mặt anion khác nhau, tốt hơn là alkyl benzen sulphonat mạch thẳng và sulphat, ví dụ như LAS và SLES.

Các chất hoạt động bề mặt anion tổng hợp có thể có mặt, ví dụ như, với lượng trong khoảng từ 5% đến khoảng 70% trọng lượng của một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa.

Các chế phẩm làm sạch có thể chứa thêm chất hoạt động bề mặt lưỡng tính, trong đó chất hoạt động bề mặt lưỡng tính có mặt với nồng độ trong khoảng từ 1 đến 20% trọng lượng, tốt hơn là từ 2 đến 15% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 3 đến 12% trọng lượng của một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt. Các ví dụ điển hình về các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính và chất hoạt động bề mặt ion lưỡng tính thích hợp là alkyl betain, alkylamido betain, amin oxit, aminopropionat, aminoglyxinat, hợp chất imidazolinium lưỡng tính, alkyl dimethylbetain hoặc alkyl dipolyetoxybetain.

Chế phẩm làm sạch theo bất kỳ khía cạnh nào của sáng chế chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 70% trọng lượng. Tốt hơn là, chế phẩm làm sạch chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa trong khoảng ít nhất 0,2% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 0,5% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 1% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là

ít nhất 5% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là ít nhất 10% trọng lượng, và tốt hơn nữa là ít nhất 15% trọng lượng. Chế phẩm làm sạch tốt hơn là chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng tối đa 60% trọng lượng, tốt hơn nữa là đến 50% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là đến 40% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là lên đến 35% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là đến 30% trọng lượng và tốt hơn nữa là đến 25% trọng lượng. Do đó, chế phẩm làm sạch tốt hơn là chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 60% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 50% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là từ 1 đến 40% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 35% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 10 đến 30% trọng lượng và tốt hơn nữa là từ 15 đến 25% trọng lượng.

Chất liệu vách tế bào sơ cấp

Đối với mục đích của sáng chế, "chất liệu vách tế bào sơ cấp" được định nghĩa là chất liệu vách tế bào, từ đó tất cả các thành phần hòa tan trong nước lạnh đều được loại bỏ, tức là ở nhiệt độ khoảng 20 độ C. Điều này có thể dễ dàng đạt được bằng cách rửa bằng nước.

Chất liệu vách tế bào sơ cấp có nguồn gốc (tức là đã được điều chế) từ mô nhu mô thực vật. Các vi sợi trong chế phẩm làm sạch theo sáng chế là các vi sợi thu được từ chất liệu vách tế bào sơ cấp. Nguồn của mô nhu mô thực vật có thể là bất kỳ thực vật nào có chứa nhu mô thực vật có khung xenluloza. Vách tế bào thực vật thường chứa xenluloza và hemixenluloza, pectin và trong nhiều trường hợp là lignin (chất gỗ). Điều này trái ngược với các vách tế bào của nấm (được làm bằng chitin), và của vi khuẩn, được làm bằng peptidoglycan. Vách tế bào thực vật sơ cấp chỉ chứa lignin với số lượng nhỏ, nếu có. Chất liệu vách tế bào sơ cấp được sử dụng trong chế phẩm làm sạch theo sáng chế có thể chứa một số lignin, như dưới 10% trọng lượng tính trên tổng lượng chất liệu vách tế bào, nhưng tốt hơn là không chứa một lượng đáng kể các mô được lignin hóa. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp bao gồm chủ yếu là các mô không được lignin hóa như được hiểu bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực sinh học thực vật.

Tốt hơn là nguồn chất liệu vách tế bào sơ cấp được chọn từ mô nhu mô từ quả, rễ, củ, thân củ, hạt, lá và sự kết hợp của chúng; tốt hơn nữa là được chọn từ trái cây họ cam, quả cà chua, trái đào, quả bí đỏ, trái kiwi, trái táo, xoài, củ cải trắng, củ dền, củ cải, củ cải vàng, ngô, yến mạch, lúa mì, đậu Hà Lan và sự kết hợp của chúng; và thậm chí tốt hơn nữa là được chọn từ trái cây họ cam, cà chua và sự kết hợp của chúng. Nguồn chất liệu vách tế bào sơ cấp được ưu tiên nhất là mô nhu mô từ trái cây họ cam.

Chất liệu vách tế bào sơ cấp có thể tùy ý đã trải qua một số bước xử lý sơ bộ trước khi nó được đưa vào trạng thái tách sợi. Các phương pháp xử lý sơ bộ như vậy bao gồm nhưng không giới hạn việc gia nhiệt, nấu, rửa, tinh chế, phân giải pectin, miễn là chất liệu vách tế bào được tách có chứa vi sợi có mặt trong chế phẩm làm sạch theo yêu cầu của sáng chế. Do đó, mô nhu mô có thể được cung cấp ở dạng nguyên chất.

Các vi sợi

Trong bối cảnh của sáng chế này, các vi sợi có trong hoặc có nguồn gốc từ chất liệu vách tế bào sơ cấp là các cấu trúc sợi tự liên kết bền vững thường được tìm thấy trong các vách tế bào thực vật. Trong mô thực vật tự nhiên, chúng thường có mặt dưới dạng khối kết tụ từ vài chục nanomet đến vài micromet. Những khối kết tụ này bao gồm các vi sợi không phân tách được. Những vi sợi không phân tách được này đã được biết đến. Vi sợi điển hình thường bao gồm khoảng 36 chuỗi polyme glucoza beta-1-4 được sắp xếp.

Chế phẩm làm sạch theo sáng chế chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi chứa các vi sợi với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% trọng lượng. Ở đây, % trọng lượng của toàn bộ chế phẩm dựa trên trọng lượng khô của chất liệu vách tế bào sơ cấp, từ đó tất cả các thành phần hòa tan trong nước lạnh đều được loại bỏ (tức là phần không hòa tan, cũng được hiểu là phần sợi). Lượng chất liệu vách tế bào được tách sợi có thể được chọn phù hợp để thu được hiệu quả mong muốn và phụ thuộc vào dạng sản phẩm tổng thể. Ví dụ, nó có thể phụ thuộc vào

mức độ pha loãng điển hình khi sử dụng và lượng chất liệu vách tế bào được tách sợi cần thiết trong chất sủi bọt khi tạo thành để cung cấp độ ổn định bọt được tăng cường cho chất sủi bọt. Tốt hơn là, lượng chất liệu vách tế bào được tách sợi trong chế phẩm làm sạch theo sáng chế nằm trong khoảng từ 0,2 đến 3% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 2% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,5% trọng lượng và thậm chí tốt hơn nữa là từ 0,7 đến 1,2% trọng lượng.

Tốt hơn là, các vi sợi thu được từ chất liệu vách tế bào sơ cấp bằng cách loại bỏ đường hòa tan và đường không liên kết, protein, polysacarit, các loại dầu hòa tan trong dầu, sáp và phytochemical (ví dụ caroten, lycopene). Điều này đạt được một cách thích hợp bằng việc sử dụng các kỹ thuật đã biết bao gồm cắt các chất liệu vách tế bào, nấu, rửa, ly tâm, lắng gạn và sấy khô như đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực.

Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp chứa các vi sợi với lượng nằm trong khoảng ít nhất là 50% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 60% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 70% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là ít nhất 80% trọng lượng, thậm chí còn tốt hơn nữa là ít nhất 90% trọng lượng và tốt nhất là chất liệu vách tế bào sơ cấp bao gồm chủ yếu là các vi sợi. Ở đây % trọng lượng được dựa trên trọng lượng khô của chất liệu vách tế bào sơ cấp và các vi sợi.

Vách tế bào thực vật, đặc biệt là mô nhu mô bao gồm hemixenluloza và pectin thêm vào xenluloza. Do đó, các vi sợi trong chất liệu vách tế bào sơ cấp thường có thể bao gồm xenluloza, hemixenluloza, và pectin. Tuy nhiên, chất liệu vách tế bào sơ cấp của sáng chế không nhất thiết phải chứa hemixenluloza và/hoặc pectin. Hemixenluloza hoặc một phần của chúng có thể đã được loại bỏ khi chất liệu vách tế bào sơ cấp được điều chế từ mô nhu mô thực vật. Do đó, chất liệu vách tế bào sơ cấp của sáng chế bao gồm tùy chọn hemixenluloza, ví dụ như với lượng từ 0 đến 40% trọng lượng. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp bao gồm hemixenluloza, tốt hơn là với lượng lên đến 40% trọng lượng, ví dụ như từ 5 đến

40% trọng lượng, và tốt hơn nữa là với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 30% trọng lượng.

Tương tự như vậy, pectin hoặc một phần của chúng có thể đã được loại bỏ khi các chất liệu vách tế bào sơ cấp được điều chế từ mô nhu mô thực vật. Do đó, chất liệu vách tế bào sơ cấp của sáng chế bao gồm tùy chọn pectin, ví dụ như với lượng từ 0 đến 30% trọng lượng. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp bao gồm pectin, tốt hơn là với lượng lên đến 30% trọng lượng, ví dụ như từ 5 đến 30% trọng lượng, và tốt hơn nữa là với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 20% trọng lượng.

Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp theo sáng chế bao gồm hemixenluloza và pectin.

Chất liệu vách tế bào sơ cấp trong chế phẩm làm sạch theo sáng chế chứa chất liệu vách tế bào được tách sợi, tức là các vi sợi tạo nên những sợi có trong vách tế bào sơ cấp ít nhất cũng được tách rời một phần mà không phá vỡ chúng. Mức độ thoát rời vào nhau cung cấp chế phẩm làm sạch theo sáng chế với các đặc tính đáng ngạc nhiên của nó. Các thông số CHP, FHP và FDP đều tương quan với mức độ thoát rời vào nhau này.

Tốt hơn là chiều dài trung bình của các vi sợi từ chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi là lớn hơn 1 micromet và tốt hơn là lớn hơn 5 micromet.

Ít nhất 80% trọng lượng của các vi sợi có đường kính nhỏ hơn 50 nm. Tốt hơn là ít nhất 80% trọng lượng của các vi sợi có đường kính nhỏ hơn 40 nm, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 30 nm, thậm chí tốt hơn nữa là nhỏ hơn 20 nm và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 10 nm. Đường kính vi sợi có thể được xác định phù hợp bằng cách sử dụng phương pháp mô tả trong phần Ví dụ dưới đây.

Chất liệu tế bào sơ cấp được tách sợi một cách thích hợp bằng cách tác động nó bằng năng lượng cơ học và/hoặc tạo khoảng trống do đó do đó tách rời các vi sợi chứa xenluloza. Điều này có thể được thực hiện như là một phần của quy trình để thu được các vi sợi từ chất liệu vách tế bào sơ cấp, do đó tạo ra chất liệu vách tế bào được tách sợi được phân lập có chứa các vi sợi. Ngoài ra, chất liệu vách tế bào

sơ cấp có thể được kết hợp với một hoặc nhiều thành phần khác của chế phẩm làm sạch (kể cả ví dụ chất hoạt động bề mặt), trong đó hỗn hợp cuối phải chịu năng lượng cơ học và/hoặc tạo khoảng trống, do đó làm thoát rời vào nhau các vi sợi trong các sợi xenluloza. Mức tách sợi cần thiết cũng có thể đạt được bằng một loạt các phương pháp xử lý thoát rời vào nhau khác nhau, ví dụ như bằng cách trước tiên xử lý lực cắt cao phân tán của chất liệu vách tế bào sơ cấp và ở giai đoạn sau đó tiếp tục xử lý lực cắt cao hỗn hợp trộn trước của chế phẩm làm sạch. Ngoài ra, nếu quá trình xử lý sơ bộ của chất liệu vách tế bào sơ cấp cung cấp đủ độ thoát rời vào nhau để tạo ra mức tách sợi cần thiết trong chế phẩm làm sạch thành phẩm, thì có thể đáp ứng nhu cầu nếu các bước sản xuất trong đó chất liệu vách tế bào sơ cấp được kết hợp với các thành phần khác của chế phẩm làm sạch chỉ bao gồm các bước trộn lực cắt tương đối thấp.

Xenluloza trong các vi sợi trong chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi trong chế phẩm bất kỳ theo sáng chế này tốt hơn là có mức độ kết tinh trung bình dưới 50%. Tốt hơn là mức độ kết tinh trung bình của xenluloza trong các vi sợi là dưới 40%, tốt hơn nữa là dưới 35% và thậm chí tốt hơn nữa là dưới 30%. Bảng dưới đây cho thấy mức độ kết tinh trung bình của các nguồn vi sợi xenluloza điển hình. Bảng cho thấy xenluloza trong chất liệu vách tế bào sơ cấp có nguồn gốc từ mô nhu mô thực vật thường có độ kết tinh dưới 50% trọng lượng.

Bảng 1: Mức độ kết tinh trung bình của xenluloza (tất cả các xenluloza I đa hình)

Nguồn	Độ kết tinh trung bình (%)
Sợi cà chua	32
Sợi cam (Citrus Fiber AQ + N)	29
Nata de Coco	74
Bông	72
Sợi bột gỗ (Meadwestvaco)	61

Sợi củ cải màu trắng (Nordix Fibrex)	21
Sợi hạt đậu (PF200vitacel)	42
Sợi yến mạch (780 Sunopta)	43
Vỏ hạt ngô (Z-trim)	48
Sợi mía đường (Ultracel)	49

Mức độ kết tinh trung bình có thể được xác định phù hợp theo mô tả trong phần Ví dụ dưới đây.

Thông số đồng nhất về thành phần CHP

Theo khía cạnh đầu tiên của sáng chế, chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,030. CHP cung cấp thước đo cho mức độ mà chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi, dựa trên kính hiển vi đồng tiêu quét laze (CSLM) được thực hiện trên một mẫu được chuẩn hóa bao gồm chất liệu vách tế bào được tách sợi. CHP của chế phẩm làm sạch được thiết lập theo quy trình sau. Các quy trình để thiết lập các thông số bao gồm ba phần: điều chế mẫu, kính hiển vi CSLM để thu được hình ảnh hiển vi của mẫu, và phân tích hình ảnh kỹ thuật số để tính giá trị CHP.

Do đó, quy trình bao gồm các bước điều chế mẫu gồm

a. điều chế 300 ml mẫu dung dịch nước có nồng độ được chuẩn hóa ở nhiệt độ phòng từ chế phẩm làm sạch, trong đó mẫu có nồng độ được chuẩn hóa chứa các vi sợi có trong chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi với nồng độ 0,100% trọng lượng so với trọng lượng của mẫu được chuẩn hóa;

b. phân bố đồng đều chất liệu vách tế bào sơ cấp trên khối lượng mẫu có nồng độ được chuẩn hóa bằng cách khuấy mẫu với máy khuấy đĩa Silverson được trang bị màn hình nhỏ có lỗ 1mm ở tốc độ 2000 vòng/phút trong 60 giây;

c. nhuộm các vi sợi bằng cách cung cấp dung dịch nước cất 0,5% trọng lượng/thể tích của thuốc nhuộm Congo Red và cho phần phân ước của mẫu được

chuẩn hóa tiếp xúc với lượng dung dịch Congo Red, trong đó lượng là 1,0% thể tích so với thể tích của phần phân ước của mẫu được chuẩn hóa;

d. đồ đầy dụng cụ chứa mẫu phù hợp để thực hiện CSLM với phần phân ước của mẫu được chuẩn hóa đã nhuộm.

Ví dụ, trong bước c, 2ml mẫu được chuẩn hóa được tiếp xúc với 20 μ l dung dịch Congo Red. Để đảm bảo phân bố thuốc nhuộm trong cả mẫu, nó có thể được lắc nhẹ.

Dụng cụ chứa mẫu của bước d thích hợp bao gồm hai mặt ngoài cách nhau bằng miếng đệm có lỗ khoan có khối lượng đủ để cho phép ghi lại đủ các ảnh hiển vi để phân tích hình ảnh kỹ thuật số như mô tả dưới đây.

Để có được các ảnh hiển vi, quy trình bao gồm các bước sau:

e. hình ảnh mẫu được chuẩn hóa được nhuộm với kính hiển vi laze quét đồng vị được trang bị đèn lưỡng cực được bơm laze trạng thái rắn phát ra ở bước sóng 561 nm và hoạt động với công suất laze cố định, sử dụng thấu kính 10x với khẩu độ số là 0,40 và do đó ghi ít nhất là 25 ảnh chụp độc lập ở độ phân giải 1024 x 1024 pixel, mỗi pixel đại diện cho một kích thước mẫu trong phạm vi từ 1490 x 1490 nm đến 15400 x 1540 nm, điều chỉnh cường độ và các thiết lập lại sao cho trong mỗi hình ảnh nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% pixel là các điểm ảnh đều bão hòa và ghi lại các ảnh hiển vi ở độ sâu màu ít nhất là 8 bit/pixel.

CHP là thước đo liên quan đến chất liệu vách tế bào sơ cấp. Do đó, các ảnh hiển vi nên được ghi lại trong khi tránh hình ảnh của bong bóng khí hoặc cạnh mẫu. Tương tự như vậy, cần cẩn thận để tránh hình ảnh các vật thể khác có kích thước vĩ mô không bắt nguồn từ chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi. Điều này có thể được thực hiện thuận tiện ví dụ bằng cách loại bỏ những vật thể có kích thước vĩ mô trong quy trình điều chế mẫu ở bước a hoặc bằng cách tránh chúng trong mẫu trong khi thu thập ảnh vi mô.

Thông thường, một hoặc nhiều đèn ống nhân quang điện được sử dụng như máy dò ánh sáng trong kính hiển vi. Tốt hơn là kính hiển vi được trang bị ba đèn

ống nhân quang điện (PMTs). Các ảnh vi mô độc lập là các ảnh vi mô không chồng chéo, cả trên mặt phẳng x-y và theo hướng z. Các ảnh vi mô có thể được ghi lại ở độ sâu màu cao hơn 8 bit (ví dụ ở 24 bit RGB), vì điều này có thể dễ dàng chuyển đổi sang độ sâu màu thấp hơn bằng các phương tiện đã biết.

Phân phân tích hình ảnh kỹ thuật số của quy trình bao gồm các bước sau:

f. đảm bảo rằng các ảnh vi mô có mặt dưới dạng hoặc được chuyển đổi thành định dạng với giá trị cường độ duy nhất cho mỗi pixel;

g. chuẩn hóa từng ảnh vi mô riêng lẻ bằng cách tính lại các giá trị pixel của hình ảnh sao cho phạm vi các giá trị pixel được sử dụng trong bức ảnh bằng với phạm vi tối đa cho độ sâu màu nhất định, do đó yêu cầu 0,4% các điểm ảnh trở nên bão hòa;

h. thu được từng ảnh vi mô riêng lẻ của từng biểu đồ hình ảnh và loại bỏ đột biến từ mỗi biểu đồ bằng cách kiểm tra bằng mắt;

i. với từng biểu đồ hình ảnh riêng lẻ xác định độ rộng tối đa tại nửa cực đại (FWHM), bằng cách trước tiên xác định số đếm tối đa trong biểu đồ và kênh có số lượng tối đa này (kênh tối đa), sau đó đếm số N của các kênh giữa kênh đầu tiên chứa giá trị bằng hoặc cao hơn một nửa cực đại và kênh cuối cùng có chứa giá trị bằng hoặc cao hơn một nửa cực đại do đó bao gồm cả kênh đầu tiên và cuối cùng này trong số N và sau đó tính toán FWHM bằng cách chia số N cho tổng số kênh;

j. tính thông số đồng nhất về thành phần CHP, trong đó CHP là giá trị trung bình của các giá trị FWHM thu được cho từng ảnh vi mô riêng lẻ.

Các bước phân tích hình ảnh kỹ thuật số có thể được thực hiện bằng cách sử dụng phần mềm phân tích hình ảnh nổi tiếng bao gồm ví dụ ImageJ. Kết quả của bước f phải là hình ảnh có định dạng, trong đó cường độ cho mỗi điểm ảnh được thể hiện dưới dạng một giá trị duy nhất. Đây là ví dụ trường hợp nếu hình ảnh là hình ảnh "dải màu xám". Ngược lại, các hình ảnh ở định dạng RGB hoặc định dạng có liên quan có ba giá trị cường độ trên mỗi điểm ảnh nên được chuyển đổi. Điều này dễ dàng đạt được bởi các hoạt động đã biết trong lĩnh vực phân tích hình ảnh

kỹ thuật số. Ví dụ về định dạng đầu ra phù hợp sẽ là hình ảnh dải màu xám với 8 bit trên mỗi điểm ảnh.

Hoạt động chuẩn hóa của bước g thường được biết đến như là thao tác kéo dài biểu đồ hoặc tăng độ tương phản. Việc chuẩn hóa được thực hiện bằng cách cho phép một tỷ lệ nhỏ điểm ảnh trong hình ảnh trở nên bão hòa. Độ bão hòa ở đây bao gồm cả giá trị tối thiểu và tối đa cho độ sâu màu đã cho. Trong hình ảnh dải màu xám 8 bit, giá trị tối thiểu sẽ là 0 và thường được hiển thị bằng màu đen, trong khi giá trị tối đa là 255 và thường được hiển thị bằng màu trắng. Biểu đồ ảnh của bước h là đặc tính đã biết đối với các hình ảnh kỹ thuật số, đại diện cho sự phân bố của các điểm ảnh trên các cường độ có thể thực hiện được, bằng cách cung cấp số điểm ảnh cho mỗi kênh cường độ. Đối với mục đích loại bỏ đột biến ở bước h, giá trị của kênh cụ thể được coi là tăng đột ngột nếu nó cao hơn đáng kể so với giá trị của các kênh liền kề, điển hình ít nhất là yếu tố lớn hơn 1,5. Kênh thấp hơn nửa cực đại ở bước i tương ứng với kênh có chứa một nửa số cực đại xa nhất so với kênh cực đại ở phía cường độ thấp của kênh cực đại. Tương tự, kênh nửa cực đại trên tương ứng với kênh có chứa một nửa số cực đại xa nhất so với kênh cực đại ở phía cường độ cao của kênh cực đại. FWHM thu được trong bước i sẽ là giá trị giữa 0 và 1.

Cách được ưu tiên để thiết lập CHP cho chế phẩm làm sạch là bằng cách làm theo quy trình theo cách được mô tả trong phần Ví dụ dưới đây. Quy trình trên và các ví dụ cung cấp các phương pháp đo CHP. Tuy nhiên, CHP cũng có thể được xác định bằng quy trình khác, miễn là quy trình đó dẫn đến kết quả vật lý tương tự, nghĩa là nó sẽ tạo ra CHP tương tự cho chế phẩm làm sạch cụ thể như quy trình trên.

Tốt hơn là chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,031, tốt hơn nữa là ít nhất 0,032, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,033, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,040 và còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,050. Tốt hơn là, chế phẩm làm sạch có CHP nhiều nhất là 0,20, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,15, và thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất là 0,10.

Thông số đồng nhất sợi FHP

Theo khía cạnh thứ hai của sáng chế, mức độ tách sợi của chất liệu vách tế bào sơ cấp trong chế phẩm làm sạch được đặc trưng bởi thông số đồng nhất sợi FHP. Giống như CHP, FHP được đo dựa trên phân tích các ảnh hiển vi CSLM, nhưng khác về cách mẫu được điều chế. FHP được xác định cho chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi trong nước. Nghĩa là, FHP được xác định đối với chất liệu vách tế bào sơ cấp riêng biệt, không phải cho chế phẩm làm sạch được tạo ra.

Do đó, chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi của chế phẩm làm sạch theo khía cạnh thứ tư của sáng chế có thông số đồng nhất sợi FHP ít nhất là 0,022. Chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi tốt hơn là có thông số đồng nhất sợi FHP ít nhất là 0,025, tốt hơn nữa là ít nhất 0,030, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,035, còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,040, còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,045 và còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,050. Chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FHP nhiều nhất là 0,20, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,15 và tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,10.

Quy trình để thiết lập FHP bao gồm ba phần: điều chế mẫu, kính hiển vi CSLM để thu các ảnh vi mô của mẫu và phân tích hình ảnh kỹ thuật số để tính giá trị FHP, tương tự như quy trình để thiết lập CHP.

Do đó, quy trình bao gồm các bước điều chế mẫu gồm

a. điều chế 300 ml mẫu dung dịch nước có nồng độ được chuẩn hóa ở nhiệt độ phòng từ chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi, trong đó mẫu có nồng độ được chuẩn hóa chứa các vi sợi có trong chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi với nồng độ 0,100% trọng lượng so với trọng lượng của mẫu được chuẩn hóa;

b. phân phối đồng đều chất liệu vách tế bào sơ cấp trên khối lượng mẫu có nồng độ được chuẩn hóa bằng cách khuấy mẫu với máy khuấy đĩa Silverson được trang bị một màn hình nhỏ có lỗ 1mm ở tốc độ 2000 vòng/phút trong 60 giây;

c. nhuộm các vi sợi bằng cách cung cấp dung dịch nước cất 0,5% trọng lượng/thể tích của thuốc nhuộm Congo Red và cho phần phân ước của mẫu được

chuẩn hóa tiếp xúc với lượng dung dịch Congo Red, trong đó lượng là 1,0% thể tích so với thể tích phân phân ước của mẫu được chuẩn hóa;

d. làm đầy dụng cụ chứa mẫu phù hợp để thực hiện CSLM với phân phân ước của mẫu được chuẩn hóa đã được nhuộm.

Mẫu được chuẩn hóa của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thể được điều chế theo những cách khác nhau, có thể được lựa chọn phù hợp tùy thuộc vào điều kiện điều chế chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi và/hoặc chế phẩm làm sạch. Do đó, ví dụ, mẫu được chuẩn hóa có thể được điều chế bằng cách sử dụng phân phân tán bao gồm chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi về cơ bản bị phân tán trong nước, trong đó dung dịch phân tán cuối cùng từ quá trình tách sợi. Điều này đặc biệt hữu ích, nếu chất liệu vách tế bào sơ cấp phải được tách sợi trước khi nó tiếp xúc với các thành phần khác của chế phẩm làm sạch. Giải pháp thay thế có thể là tách chất liệu vách tế bào sơ cấp khỏi các thành phần khác của chế phẩm làm sạch, sau khi các thành phần khác đã điều chế xong.

Để thu được các ảnh hiển vi, quy trình bao gồm các bước sau

e. hình ảnh mẫu được chuẩn hóa được nhuộm với kính hiển vi laze quét đồng vị được trang bị đèn lưỡng cực được bơm laze trạng thái rắn phát ra ở chiều dài bước sóng 561 nm và hoạt động với công suất laze cố định, sử dụng thấu kính 40x được ngâm dầu với khẩu độ số là 1,25 và do đó ghi ít nhất là 25 ảnh chụp độc lập ở độ phân giải 1024 x 1024 pixel, mỗi điểm ảnh đại diện cho một kích thước mẫu trong phạm vi từ 350 x 350 nm đến 400 x 400 nm, điều chỉnh cường độ và các thiết lập lại sao cho trong mỗi hình ảnh nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% điểm ảnh đều bão hòa và ghi lại các ảnh hiển vi ở độ sâu màu ít nhất 8 bit/điểm ảnh.

Đáng chú ý, vật kính (tức là thấu kính 40x được ngâm dầu) được sử dụng trong quy trình để xác định FHP khác với vật kính được sử dụng trong quy trình để xác định CHP (tức là thấu kính 10x).

Các phần khác của quy trình để xác định FHP - cụ thể là phân tích hình ảnh kỹ thuật số - theo các bước tương tự như các bước từ f đến j của quy trình được mô

tả ở trên để xác định CHP, với điều kiện rằng trong bước j, thông số đồng nhất sợi FHP được tính là trung bình của các giá trị FWHM thu được từ các ảnh hiển vi riêng lẻ.

Cách để thiết lập FHP cho chế phẩm làm sạch được ưu tiên là cách theo quy trình được mô tả trong phần ví dụ dưới đây cho CHP, trong khi phải tính đến các khác biệt trên giữa các phương pháp đo CHP và FHP. Các quy trình ở trên và các ví dụ cung cấp phương pháp đo FHP. Tuy nhiên, FHP cũng có thể được xác định bằng quy trình khác, miễn là quy trình đó sẽ dẫn đến kết quả vật lý tương tự, tức là nó sẽ tạo ra cùng một FHP cho chế phẩm làm sạch cụ thể như quy trình trên.

Thông số tách sợi FDP

Theo khía cạnh thứ ba của sáng chế, mức tách sợi của chất liệu vách tế bào sơ cấp trong chế phẩm làm sạch được đặc trưng bởi thông số tách sợi FDP thích hợp. Các FDP cung cấp thước đo cho mức độ mà các chất liệu tế bào sơ cấp bị tách sợi, dựa trên phương pháp NMR (hạt nhân cộng hưởng từ) được thực hiện trên mẫu được chuẩn hóa chứa các chất liệu vách tế bào được tách sợi. Giống như FHP, FDP được xác định cho chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi phân tán trong nước. Nghĩa là, FDP được xác định cho chất liệu vách tế bào sơ cấp riêng biệt, không phải cho chế phẩm làm sạch được điều chế hoàn chỉnh.

Do đó, chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi của chế phẩm làm sạch theo khía cạnh thứ ba của sáng chế có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,10 Hz. Tốt hơn là các chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,11 Hz, tốt hơn nữa là ít nhất 0,12 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,13 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,15 Hz và còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,18 Hz. Tốt hơn là các chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP nhiều nhất là 0,50 Hz, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,40 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,30 Hz và còn tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,20 Hz.

Quy trình để thiết lập thông số tách sợi FDP bao gồm ba phần: điều chế mẫu, đo NMR để thu thập dữ liệu phân rã phục hồi CPMG, và phân tích dữ liệu để tính giá trị FDP.

Do đó, quy trình bao gồm các bước điều chế mẫu gồm

a. điều chế 300 ml mẫu dung dịch nước có nồng độ được chuẩn hóa ở nhiệt độ phòng từ chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi, trong đó mẫu có nồng độ được chuẩn hóa chứa các vi sợi có trong chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi với nồng độ 0,100% trọng lượng so với trọng lượng của mẫu được chuẩn hóa;

b. phân phối đồng đều chất liệu vách tế bào sơ cấp trên khối lượng mẫu có nồng độ được chuẩn hóa bằng cách khuấy mẫu với máy khuấy đĩa Silverson được trang bị màn hình nhỏ có lỗ 1mm ở tốc độ 2000 vòng/phút trong 60 giây;

c. điều chỉnh độ pH của mẫu có nồng độ được chuẩn hóa đến $3,3 \pm 0,1$;

d. chuyển phân phân ước của mẫu có nồng độ được chuẩn hóa và độ pH chuẩn đến ống NMR đáy phẳng có đường kính 10mm, đảm bảo chiều cao đổ đầy sao cho khi đặt mẫu trong quang phổ NMR của bước h, chiều cao đổ đầy nằm trong vùng mà trường sóng vô tuyến của cuộn quang phổ NMR là đồng nhất.

Mẫu được chuẩn hóa của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thể được điều chế theo những cách khác nhau, có thể được lựa chọn phù hợp tùy thuộc vào điều kiện điều chế của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi và/hoặc chế phẩm làm sạch. Do đó, ví dụ, mẫu được chuẩn hóa có thể được điều chế bằng cách sử dụng dung dịch phân tán chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi về cơ bản bị phân tán trong nước, trong đó dung dịch phân tán là kết quả từ quá trình tách sợi. Cách điều chế mẫu được chuẩn hóa này được ưu tiên và đặc biệt hữu ích nếu chất liệu vách tế bào sơ cấp phải được tách sợi trước khi tiếp xúc với các thành phần khác của chế phẩm làm sạch. Giải pháp thay thế có thể là tách chất liệu vách tế bào sơ cấp khỏi các thành phần khác của chất làm sạch, sau khi đã được điều chế sẵn.

Bước phân phối b nhằm mục đích tạo ra sự phân bố đồng đều chất liệu vi sợi trên khối lượng mẫu, trong khi có hiệu quả hạn chế và được kiểm soát đối với mức độ tách sợi của mẫu. Trong bước c, độ pH được chuẩn hóa phù hợp với sự trợ giúp của axit xitric. Chiều cao đồ tối ưu trong bước d có thể phụ thuộc vào loại quang phổ NMR được sử dụng, như được biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật. Nó thường khoảng 1 cm.

Trong các bước tiếp theo của quy trình, mẫu có nồng độ được chuẩn hóa và độ pH được chuẩn hóa sẽ được gọi là mẫu chuẩn.

Phân tích dữ liệu đòi hỏi phải so sánh đường phân phối T_2 (xem bên dưới) của mẫu được chuẩn hóa với các khung mẫu đối chiếu, tốt hơn là không nên có chất liệu vi sợi. Do đó, quy trình cũng bao gồm các bước:

e. điều chế khung mẫu đối chiếu bằng cách ly tâm phân phân ước của mẫu được chuẩn hóa trong cốc Eppendorf dung tích 2 ml với lực ly tâm tương đối là 15000 trong 10 phút và chuyển phần nổi phía trên sang ống NMR đáy phẳng có đường kính 10mm, đảm bảo rằng chiều cao đồ đầy sao cho khi đặt mẫu trong quang phổ NMR của bước h, chiều cao đồ đầy nằm trong vùng mà trường sóng vô tuyến của cuộn quang phổ NMR là đồng nhất.

Sau đó, để thu thập và phân tích dữ liệu, quy trình bao gồm các bước:

f. cân bằng các ống NMR ở nhiệt độ 20°C;

g. ghi lại dữ liệu phân rã phục hồi của mẫu được chuẩn hóa ở 20°C trên quang phổ NMR hoạt động ở tần số cộng hưởng proton 20 MHz, sử dụng trình tự xung phục hồi CPMG (Carr Purcell Mayboom Gill) T_2 , với khoảng xung 180° của 200 phần triệu giây, và thời gian trễ phục hồi lại là 30 giây;

h. ghi lại dữ liệu phân rã phục hồi của khung mẫu đối chiếu trong các điều kiện tương tự như trong bước h;

i. thực hiện chuyển đổi Laplace ngược với dữ liệu phân rã phục hồi thu được của cả mẫu được chuẩn hóa và khung mẫu đối chiếu, yêu cầu T_2 nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10 giây;

j. xác định đỉnh tương ứng với proton nước trong đường phân phối T_2 của mẫu được chuẩn hóa trong đó T_2 được tính trung bình bằng cách trao đổi giữa pha nước lớn và bề mặt của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi và xác định đỉnh tương ứng với pha nước lớn trong đường phân phối T_2 của các khung mẫu đối chiếu;

k. tính T_2 (mẫu), được xác định là giá trị T_2 trung bình có trọng số cho đỉnh xác định trong đường phân phối T_2 của mẫu được chuẩn hóa và tính T_2 (khung) tương tự được xác định là giá trị T_2 trung bình có trọng số cho đỉnh đã xác định trong đường phân phối T_2 của khung mẫu đối chiếu;

l. tính các giá trị của R_2 (mẫu) và R_2 (khung), trong đó:

$$R_2 (\text{mẫu}) = 1/T_2 (\text{mẫu}), \text{ và}$$

$$R_2 (\text{khung}) = 1/T_2 (\text{khung});$$

m. tính thông số tách sợi FDP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi

$$FDP = R_2 (\text{mẫu}) - R_2 (\text{khung}).$$

Trình tự xung phục hồi CPMG T_2 đã biết trong trường quang phổ NMR (Xem *Effects of diffusion on free precession in nuclear magnetic resonance experiments*, Carr, H. Y., Purcell, E. M., *Physical Review*, Volume 94, Issue 3, 1954, Pages 630-638/*Modified spin-echo method for measuring nuclear relaxation times*, Meiboom, S., Gill, D., *Review of Scientific Instruments*, Volume 29, Issue 8, 1958, Pages 688-691) Quang phổ NMR miền thời gian thích hợp đã biết để thực hiện, loại hình quang phổ này là đã biết. Tương tự, các biện pháp thông thường để đảm bảo việc ghi lại các dữ liệu đáng tin cậy được biết đến trong trường quang phổ NMR miền thời gian. Ví dụ, trường nên được đồng nhất đủ ở điểm nơi khối lượng mẫu được đặt. Tính đồng nhất của trường có thể được kiểm tra bằng cách xác minh liệu mẫu đối chiếu của nước tinh khiết, có tạo ra T_2^* (T-hai sao) cho proton nước nhiều hơn 2 phần ngàn giây.

Sự chuyển đổi Laplace ngược của bước i có thể được thực hiện một cách thích hợp bằng việc sử dụng thuật toán bình phương nhỏ nhất không âm lsqnonneg

(Lawson, C. L. and R. J. Hanson, *Solving Least Squares Problems*, Prentice-Hall, 1974, Chapter 23, p. 161), thông số lamda đúng theo quy tắc đặt thành 0,2. Các gói phần mềm phù hợp để thực hiện các thuật toán và thực hiện các biến đổi đã được biết đến, Matlab là một ví dụ về phần mềm như vậy.

Trong bước j, đỉnh được chọn trong đường phân phối T_2 của mẫu được chuẩn hóa, điển hình là đỉnh chi phối, nếu hệ thống đủ đồng nhất. Nói chung, đỉnh cần được chọn trong đường phân phối T_2 là đỉnh tương ứng với proton nước mà T_2 được tính trung bình bởi sự khuếch tán và trao đổi hóa học giữa các khối lượng lớn và các vị trí bề mặt của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi. Đỉnh này được xác định rõ ràng cụ thể nếu chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi được phân bố đều trên mẫu được chuẩn hóa. Trong hầu hết các trường hợp điển hình, chỉ có duy nhất một đỉnh như vậy có thể thấy trong các ví dụ trong phần ví dụ dưới đây.

T_2 có trọng số trung bình trong bước 1 là ví dụ được tính toán một cách hợp lý bởi phép lấy tổng

$$\frac{\sum I(T_2) \cdot T_2}{\sum I(T_2)}$$

Ở đây, $I(T_2)$ là cường độ ở giá trị T_2 và cả hai tổng kết đều trên chiều rộng của đỉnh.

Được ưu tiên là cách để thiết lập FDP cho chế phẩm làm sạch là cách theo quy trình được mô tả trong phần Ví dụ dưới đây cho FDP. Quy trình trên và các ví dụ cung cấp phương pháp đo FDP. Tuy nhiên, FDP cũng có thể được xác định bởi quy trình khác, miễn là quy trình đó sẽ dẫn đến cùng một kết quả vật lý, tức là nó sẽ mang lại cùng một FDP cho chế phẩm làm sạch cụ thể như quy trình trên.

Kết hợp các thông số

Các chế phẩm làm sạch trong đó các yêu cầu nêu trên đối với CHP, FHP, và FDP đồng thời đáp ứng được nhiều hơn một trong số CHP, FHP, và FDP cũng được dự kiến. Ví dụ, chế phẩm làm sạch trong đó thông số đồng nhất về thành phần

CHP có giá trị như đã nêu ở trên và đồng thời thông số tách sợi FDP như được xác định ở trên được ưu tiên. Tương tự như vậy, chế phẩm làm sạch trong đó thông số đồng nhất sợi FHP có giá trị như đã nêu ở trên và đồng thời thông số tách sợi FDP như được xác định ở trên cũng được ưu tiên.

Phương pháp

Theo khía cạnh thứ tư và thứ năm, sáng chế liên quan đến các phương pháp điều chế chế phẩm làm sạch như được định nghĩa ở trên. Chế phẩm làm sạch được làm theo các phương pháp này mang lại độ ổn định của bột được tăng cường đáng kể, đặc biệt là khi chế phẩm được pha loãng để tạo ra xà phòng hoặc bột sủi. Những đặc tính đáng ngạc nhiên này được cho là do điều kiện điều biến đặc biệt và ảnh hưởng của chúng đối với chất liệu vách tế bào sơ cấp chứa các vi sợi.

Các phương pháp theo sáng chế là các phương pháp mà trong đó chế phẩm làm sạch chứa nước, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa, và chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có chứa các vi sợi.

Phương pháp theo bất kỳ khía cạnh nào của sáng chế tốt hơn là phương pháp điều chế chế phẩm làm sạch theo sáng chế như được mô tả ở trên. Do đó, bất kỳ ưu tiên nào liên quan đến chế phẩm làm sạch theo sáng chế cũng áp dụng ở đây. Tốt hơn là phương pháp điều chế chế phẩm làm sạch là phương pháp ở dạng phù hợp cho sử dụng ở quy mô gia đình (bao gồm cả các công thức điều chế chế phẩm rửa bát dành cho tay). Cụ thể, được ưu tiên là nó là phương pháp điều chế chế phẩm làm sạch theo khía cạnh thứ nhất của sáng chế hoặc theo khía cạnh thứ hai của sáng chế hoặc theo khía cạnh thứ ba của sáng chế.

Chất liệu vách tế bào sơ cấp tốt hơn là có nguồn gốc được chỉ ra cho chế phẩm làm sạch ở trên. Đặc biệt được ưu tiên là chất liệu vách tế bào sơ cấp chứa sợi cam.

Phương pháp theo khía cạnh thứ tư của sáng chế

Bước ii của phương pháp theo khía cạnh thứ tư của sáng chế liên quan đến sự phân tán chất liệu vách tế bào sơ cấp trong pha nước. Bất kỳ phương pháp phân

tán chất liệu vách tế bào sơ cấp nào cũng được xem xét, miễn là nó tạo ra dung dịch phân tán thích hợp cho việc xử lý trong bước iii. Do đó, bước phân tán có thể liên quan đến khuấy, trộn, hoặc xử lý lực cắt tương đối thấp khác, chẳng hạn như xử lý bằng máy khuấy đũa hoặc máy trộn trực tiếp Silverson.

Dung dịch phân tán của bước ii chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1% trọng lượng. Tốt hơn là, nó chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 1,5% trọng lượng.

Việc xử lý ở bước iii để thu được dung dịch phân tán chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi liên quan đến việc chất liệu vách tế bào sơ cấp phải chịu lực cắt cơ học và/hoặc tạo khoảng trống. Để đạt được điều này, việc xử lý bao gồm bước xử lý lực cắt cao được chọn từ quá trình đồng nhất hóa áp suất cao với áp suất nằm trong khoảng từ 500 đến 2000 bar và xử lý vi hóa lỏng với áp suất nằm trong khoảng từ 500 đến 2000 bar.

Cả hai quá trình đồng nhất hóa áp suất cao và quá trình xử lý vi hóa lỏng là các kỹ thuật đã biết, liên quan đến các thiết bị đã biết. Tốt hơn là, bước xử lý lực cắt cao là quá trình đồng nhất hóa áp suất cao theo quy định, tốt hơn nữa, đó là quá trình đồng nhất hóa áp suất cao với áp suất nằm trong khoảng từ 500 đến 1000 bar, và thậm chí tốt hơn nữa là với áp suất nằm trong khoảng từ 600 đến 800 bar.

Do đó, đặc biệt ưu tiên là pha nước của bước ii chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1% trọng lượng và bước xử lý lực cắt cao của bước iii là quá trình đồng nhất hóa áp suất cao với áp suất nằm trong khoảng từ 600 đến 800 bar.

Áp suất chính xác và số lần vượt qua và/hoặc các giai đoạn của quá trình xử lý – có thể là quá trình đồng nhất hóa áp suất cao hoặc xử lý vi hóa lỏng - cần thiết để thu được những lợi ích của sáng chế này có thể phụ thuộc vào nồng độ của chất liệu vách tế bào sơ cấp và về mức nghiền nhỏ/xử lý sơ bộ trước bước này, nhưng dễ dàng xác định bằng thử nghiệm.

Việc xử lý ở bước iii là sao cho trong bước xử lý này, thông số đồng nhất sợi FHP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi là ít nhất 0,022. Ở đây, thông số đồng nhất sợi FHP được xác định và làm rõ như mô tả ở trên. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số đồng nhất sợi FHP ít nhất là 0,025, tốt hơn nữa là ít nhất 0,030, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,035, còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,040, nhưng tốt hơn nữa là ít nhất 0,045 và còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,050. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FHP nhiều nhất là 0,20, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,15 và thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,10.

Tương tự như vậy, cũng được ưu tiên là việc xử lý trong bước iii tốt hơn là sao cho trong bước xử lý này, thông số tách sợi FDP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 0,10 Hz. Ở đây, thông số tách sợi FDP được xác định và làm rõ như mô tả ở trên. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,11 Hz, tốt hơn nữa là ít nhất 0,12 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,13 Hz, tốt hơn nữa là ít nhất 0,15 Hz và thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,18 Hz. Chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP nhiều nhất là 0,50 Hz, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,40 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,30 Hz và vẫn còn tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,20 Hz.

FHP và/hoặc FDP đặc biệt có thể được xác định thích hợp nếu dung dịch phân tán trong nước chứa nước và chất liệu vách tế bào sơ cấp, vì trong trường hợp đó, bước điều chế mẫu của các quy trình xác định FDP và/hoặc FHP tương đối dễ hiểu.

Các đặc tính có ích đáng kinh ngạc của chế phẩm làm sạch được làm bằng phương pháp này (về sự tăng cường độ ổn định của bọt khi duy trì các đặc tính mong muốn khác) thu được khi xử lý ở bước iii sao cho các yêu cầu ưu tiên trên đối với FDP và/hoặc FHP được đáp ứng.

Các thành phần của chế phẩm làm sạch ngoài chất liệu vách tế bào sơ cấp được trộn độc lập vào pha nước trước bước ii, giữa các bước ii và iii, giữa các bước

iii và iv hoặc sau bước iv. Những thành phần này bao gồm một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa. Các thành phần khác có thể được trộn ở giai đoạn thích hợp và/hoặc hiệu quả nhất phụ thuộc vào loại thành phần và dạng sản phẩm như đã biết và được đánh giá bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật. Tuy nhiên, cần lưu ý rằng dung dịch phân tán trong nước trong bước iii phải phù hợp với quy trình xử lý mà nó phải tuân theo.

Phương pháp theo sáng chế có thể phù hợp với các bước và thiết bị thông thường được biết đến trong lĩnh vực sản xuất các chế phẩm làm sạch, đặc biệt là đối với các chế phẩm làm sạch dùng trong gia đình.

Phương pháp theo khía cạnh thứ năm của sáng chế

Các ưu tiên và các xem xét liên quan đến phương pháp theo khía cạnh thứ tư của sáng chế tương tự áp dụng cho phương pháp này. Do đó, ví dụ, việc xử lý ở bước iii thường liên quan đến một hoặc nhiều bước xử lý lực cắt cao được chọn từ quá trình đồng nhất hóa áp suất cao và xử lý vi hóa lỏng. Đối với phương pháp này bất kỳ số lượng và thứ tự của các bước xử lý như vậy được dự tính miễn là các yêu cầu về FDP và/hoặc FHP được đáp ứng cho chế phẩm làm sạch thành phẩm. Các bước khác có thể xảy ra giữa các bước cắt nhiều lần như vậy, chẳng hạn như việc trộn lẫn các thành phần khác.

Việc xử lý ở bước iii sao cho thông số tách sợi FDP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 0,10 Hz hoặc thông số đồng nhất sợi FHP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 0,022. Tốt hơn là việc xử lý sao cho thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,11 Hz, tốt hơn nữa là ít nhất 0,12 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,13 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,15 Hz và vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,18 Hz. Thông số tách sợi FDP tốt hơn là nhiều nhất là 0,50 Hz, tốt hơn nữa là nhiều nhất là 0,40 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất là 0,30 Hz và vẫn còn tốt hơn nữa là nhiều nhất là 0,20 Hz.

Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FHP ít nhất là 0,025, tốt hơn nữa là ít nhất 0,030, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất

0,035, vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,040, nhưng tốt hơn nữa là ít nhất 0,045 và vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,050. Tốt hơn là chất liệu tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FHP nhiều nhất là 0,20, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,15 và thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,10.

Chế phẩm làm sạch có thể thu được bằng các phương pháp của sáng chế

Theo khía cạnh thứ sáu, sáng chế liên quan đến chế phẩm làm sạch có thể thu được bằng phương pháp theo sáng chế, vì phương pháp theo sáng chế tạo ra các chế phẩm làm sạch mang lại các đặc tính mong muốn, bao gồm tăng cường độ ổn định của bọt nhờ cấu trúc cụ thể là kết quả từ phương pháp này.

Được ưu tiên là chế phẩm làm sạch có thể thu được bằng phương pháp theo khía cạnh thứ tư của sáng chế, trong đó dung dịch phân tán trong nước trong bước ii chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0% trọng lượng và bước xử lý lực cắt cao của bước iii là quá trình đồng nhất hóa áp suất cao với áp suất từ 700 đến 1000 bar.

Tương tự như vậy, được ưu tiên là các chế phẩm làm sạch có thể thu được bằng phương pháp theo khía cạnh thứ tư hoặc thứ năm của sáng chế, trong đó việc xử lý trong bước iii sao cho thông số tách sợi FDP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 0,10 Hz. Ở đây, thông số tách sợi FDP được xác định và làm rõ như mô tả ở trên. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,11 Hz, tốt hơn nữa là ít nhất 0,12 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,13 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,15 Hz và vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,18 Hz. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP nhiều nhất là 0,50 Hz, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,40 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,30 Hz và vẫn còn tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,20 Hz.

Tương tự, được ưu tiên là chế phẩm làm sạch có thể thu được bằng phương pháp theo khía cạnh thứ tư hoặc thứ năm của sáng chế, trong đó việc xử lý trong bước iii sao cho thông số đồng nhất sợi FHP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được

tách sợi ít nhất là 0,022. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số đồng nhất sợi FHP ít nhất là 0,025, tốt hơn nữa là ít nhất 0,030, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,035, còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,040, nhưng tốt hơn nữa là ít nhất 0,045 và còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,050. Tốt hơn là chất liệu tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FHP nhiều nhất là 0,20, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,15 và thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,10.

Sử dụng theo sáng chế

Sáng chế cũng liên quan đến việc sử dụng chất liệu vách tế bào được tách sợi có chứa các vi sợi để tăng độ ổn định bọt của chế phẩm làm sạch chứa nước và một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 70% trọng lượng, trong đó chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,030. Ở đây CHP được xác định và làm rõ như mô tả ở trên. Tốt hơn là chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,031, tốt hơn nữa là ít nhất 0,032, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,033, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,040 và vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,050. Tốt hơn là, chế phẩm làm sạch có CHP nhiều nhất là 0,20, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,15, và thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,10

Sáng chế cũng liên quan đến việc sử dụng chất liệu vách tế bào được tách sợi có chứa các vi sợi để tăng độ ổn định bọt của chế phẩm làm sạch có chứa nước và một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 70% trọng lượng, trong đó chất liệu vách tế bào được tách sợi có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,010 Hz. Ở đây, thông số tách sợi FDP được xác định và làm rõ như mô tả ở trên. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,11 Hz, tốt hơn nữa là ít nhất 0,12 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,13 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,15 Hz và còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,18 Hz. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP nhiều nhất là 0,50 Hz, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,40 Hz, thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,30 Hz và còn tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,20 Hz.

Sáng chế cũng liên quan đến việc sử dụng chất liệu vách tế bào được tách sợi có chứa các vi sợi để tăng độ ổn định bọt của chế phẩm làm sạch có chứa nước và một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 70% trọng lượng, trong đó chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất về thành phần FHP ít nhất là 0,022. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số đồng nhất sợi FHP ít nhất là 0,025, tốt hơn nữa là ít nhất 0,030, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 0,035, vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,040, nhưng tốt hơn nữa là ít nhất 0,045 và vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,050. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FHP nhiều nhất là 0,20, tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,15 và thậm chí tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,10.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế có thể được hiểu rõ hơn nhờ các ví dụ không giới hạn sau đây.

Tổng quát

Đặc tính vi sợi: Độ kết tinh của các vi sợi chứa xenluloza

Sự tán xạ tia X góc rộng (WAXS) được sử dụng để xác định mức độ kết tinh, sử dụng các quy trình sau đây. Các phép đo được thực hiện trên một máy đo nhiễu xạ tia X Bruker D8 Discover với GADDS (Hệ thống nhiễu xạ của máy dò tại khu vực chung) (từ Bruker-AXS, Delft, NL) (phần số: 882-014900 số seri: 02-826) trong cấu hình theta. Sử dụng cực dương bằng đồng, và bức xạ K-alpha với bước sóng 0,15418 nm đã được chọn. Các thông số thiết bị như được sử dụng được thể hiện trong bảng dưới đây.

Bảng 2: Các thông số thiết bị D8 Discover cho các phép đo WAXS

	2 θ (9 - 42°)
Theta 1	10000
Theta 2	10000/25000

Điện áp lệch máy dò (kV/mA)	40/40
Thời gian (giây)	300
Ống chuẩn trực (mm)	0,3
Khoảng cách máy dò (cm)	25
Ống cực dương	Cu

Độ kết tinh Xc được tính từ phương trình sau:

$$Xc (\%) = \frac{\text{Khu vực pha kết tinh}}{\text{Khu vực kết tinh} + \text{pha vô định hình}} * 100\%$$

Các vùng của các đường nhiễu xạ của pha kết tinh được tách ra khỏi khu vực của pha vô định hình bằng cách sử dụng phần mềm Bruker EVA (phiên bản 12.0).

Đặc tính vi sợi: Đường kính các vi sợi

Kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM) được sử dụng để xác định trực tiếp đường kính của các vi sợi (D. Harris et. al. Tools for Cellulose Analysis in Plant Cell Walls Plant Physiology, 2010(153), 420). Sự phân tán nguồn thực vật giàu chất liệu vách tế bào sơ cấp đã được pha loãng trong nước cất dẫn đến lớp mỏng của hầu hết là các sợi đơn hoặc các cụm sợi đơn. Các dung dịch phân tán đã được chụp ảnh trên lưới đồng 300 mesh của lưới Copper TEM (Agar Scientific) và chụp ảnh bằng kính hiển vi điện tử truyền qua Tecnai 20 (FEI Company) hoạt động ở điện áp 200 kV. Để tăng cường độ tương phản hình ảnh giữa các vi sợi riêng lẻ, dung dịch axit phosphotungstic 2% ở độ pH 5,2 đã được sử dụng như vết nhuộm âm tính. Đối với điều này các lưới TEM đã nạp sợi được ủ trên axit phosphotungstic 2% và không khí khô sau khi loại bỏ lượng dư thừa của chất lỏng.

Lực ly tâm

Khi lực ly tâm được đưa ra, nó được cho là "lực ly tâm tương đối" được định nghĩa là $r \omega^2 / g$, trong đó $g = 9,8 \text{ m/s}^2$ là gia tốc trọng lực của Trái đất, r là bán kính quay của máy ly tâm, ω là vận tốc góc theo đơn vị radian trên một đơn vị thời

gian. Vận tốc góc là $\omega = rpm \times 2\pi / 60$, ở đây vòng/phút là "vòng quay/phút" của máy ly tâm.

Các ví dụ từ 1 đến 3: Chế phẩm rửa chén đĩa dành cho tay có độ ổn định bọt được tăng cường

Các chế phẩm theo sáng chế đã được điều chế và so sánh với ví dụ so sánh theo WO 2013/160024 A1.

Điều chế ví dụ so sánh A

Cho 980 gam nước khử khoáng vào cốc, sợi cam (Herbacel AQ + loại N của Herbafoods) được thêm vào với một lượng để tạo ra dung dịch phân tán 2% trọng lượng. Sợi cam được cho phép hydrat trong khoảng 20 phút khuấy. Kết quả của dung dịch phân tán được đồng nhất hóa bằng cách chuyển nó qua máy đồng nhất áp suất cao (Niro Soavi, Panda NS 1001L), với áp suất 500 bar. Phần phân ước của dung dịch phân tán đã được đồng nhất được kết hợp với nước khử khoáng bổ sung (số liệu được chỉ ra trong Bảng 3), đảm bảo sự phân phối của chất liệu được tách sợi trên khối lượng chế phẩm bằng cách trộn với máy khuấy đĩa Silverson L4RT-A được trang bị màn hình nhỏ có lỗ 1mm ở tốc độ 2000 vòng/phút trong 60 giây. Các thành phần còn lại như được chỉ ra trong Bảng 3 sau đó được thêm vào và hòa tan bằng cách khuấy.

Điều chế các ví dụ 1, 2, 3

Cho 793 gam nước khử khoáng vào cốc, sợi cam (Herbacel AQ + loại N của Herbafoods) được thêm vào với lượng tương ứng 0,25% trọng lượng của chế phẩm làm sạch thành phẩm. Sợi cam được cho phép hydrat hoá trong khoảng 20 phút khuấy. SLES (natri lauryl ete sulphat) và NaLAS (natri alkyl benzen sulphonat mạch thẳng) được thêm vào khi trộn với các lượng như được chỉ ra trong bảng 3. Kết quả của dung dịch phân tán được đồng nhất hóa bằng cách chuyển nó qua máy đồng nhất áp suất cao (Niro Soavi, Panda NS 1001L), lần lượt với áp suất 500 bar (Ví dụ 1), 700 bar (ví dụ 2) và 1000 bar (Ví dụ 3). Các thành phần còn lại như được

chỉ ra trong Bảng 3 sau đó được thêm vào dung dịch phân tán được đồng nhất hóa và hòa tan bằng cách khuấy.

Bảng 3

Thành phần	Ví dụ so sánh A	Các ví dụ từ 1 đến 3
	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)
Nước khử khoáng	67,06	79,3
Herbacel AQ + loại N	-	0,25
Dung dịch phân tán sợi cam được đồng nhất hóa (2% trọng lượng CF)	12,50	-
SLES 1EO (70% trọng lượng dung dịch trong nước)	5,36	5,36
NaLAS (90% trọng lượng)	12,50	12,50
MgSO ₄ 7H ₂ O	2,50	2,50
Nipacide BIT20 (chất bảo quản)	0,08	0,08
Tổng	100,00	100,00

Đặc tính của chế phẩm: xác định thông số đồng nhất về thành phần CHP

Thông số đồng nhất về thành phần CHP được xác định đối với các chế phẩm làm sạch của mỗi ví dụ từ 1 đến 3 và ví dụ so sánh A. Quy trình để thiết lập thông số bao gồm ba phần: điều chế mẫu, kính hiển vi đồng tiêu quét laze (CSLM) và phân tích hình ảnh kỹ thuật số để tính giá trị CHP.

CHP - điều chế mẫu

Phân phân ước của mỗi mẫu được pha loãng với nồng độ sợi cam là 0,100% trọng lượng trong nước khử khoáng (tạo ra 300g dung dịch phân tán được pha loãng) trong cốc nhựa dung tích 500ml. Hỗn hợp được khuấy trong cốc có đường kính 80mm sử dụng máy khuấy đĩa Silverson L4RT-A (màn hình nhỏ, lỗ 1mm) ở

tốc độ 2000 vòng/phút trong 60 giây. Bước trộn này đảm bảo rằng sợi cam được phân bố đều trên thể tích mẫu được pha loãng.

Đối với mỗi ví dụ, 2 ml thể tích mẫu được pha loãng thu được đã được lấy bằng pipet Finn (LabSystems 4500, H37095) và được lắng đọng trong ống có chốt Eppendorf. Cho 20 μL dung dịch nước thuốc nhuộm Congo Red 0,5% trọng lượng/thể tích này được thêm vào bằng pipet Finn (LabSystems 4027, H56580). Mẫu được lắc nhẹ để phân tán thuốc nhuộm. Để ảnh hoá, dụng cụ chứa mẫu đã được làm đầy với chất mẫu đã nhuộm. Dụng cụ chứa mẫu bao gồm hai mặt ngoài cách nhau bằng miếng đệm. Miếng đệm là tấm kính hình chữ nhật có độ dày 3 mm với một lỗ tròn (đường kính 0,5 cm) trong đó mẫu có thể được lắng đọng.

CHP - kính hiển vi đồng tiêu quét lazer

Kính hiển vi đồng tiêu quét lazer (CSLM) được thực hiện trên kính hiển vi đồng tiêu Leica TCS-SP5 kết hợp với khung kính hiển vi đảo ngược DMI6000. Máy phát lazer Diode-Solid-State (DPSS) 561 phát ra ở tốc độ 561nm đã được sử dụng với công suất lazer cố định là 58% để ảnh hoá với thuốc nhuộm Congo red. Để phát hiện, hệ thống được trang bị ba máy dò PMT (ống nhân quang điện).

Hình ảnh được chụp với thấu kính 10x với khẩu độ là 0,40 (độ dày 6,23 μm). Lát quét của các ảnh 2 x 2 tại, ít nhất, 7 chiều sâu khác nhau đã được ghi lại để tạo ra 25 hình ảnh không chồng chéo nhau để phân tích. Cần thận không chụp ảnh các cạnh của dụng cụ chứa mẫu; hình ảnh đã được chụp ở khoảng cách một vài micromet từ cạnh. Khi các mẫu chứa bọt khí, chú ý chỉ ghi lại các hình ảnh không chứa bất kỳ bọt khí nào trong trường nhìn. Các PMT đã được điều chỉnh bằng cách sử dụng các lựa chọn "thông minh" và "thông minh bù đắp" để ngăn ngừa sự bão hòa quá mức của hình ảnh. Cường độ và độ khuếch đại sau đó được điều chỉnh sao cho nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% các điểm ảnh bão hòa. Độ phân giải của hình ảnh được đặt là 1024 x 1024 điểm ảnh và sử dụng đường trung bình là 3. Mỗi điểm ảnh đại diện cho diện tích mẫu là 1515,2 x 1515,2nm. Sau khi chụp ảnh, các ảnh riêng lẻ tạo nên bản tóm tắt được xuất ra dưới dạng các tệp TIFF với độ sâu màu 24

bit RGB mà không cần kết hợp bất kỳ thành tỷ lệ (hình ảnh sắp xếp cạnh nhau lớn hơn đã được khôi phục không được sử dụng trong phân tích hình ảnh).

CHP - phân tích hình ảnh kỹ thuật số

Để phân tích hình ảnh, chương trình ImageJ (phần mềm miễn phí tải về từ: <http://rsbweb.nih.gov/ij/>) đã được sử dụng cùng với Microsoft Excel. Mỗi hình ảnh đã được chuyển đổi sang dải màu xám 8 bit trước khi phân tích. Trong phân tích, hình ảnh được chuẩn hóa lần đầu (tức là dải biểu đồ) bằng cách sử dụng tùy chọn "Độ tương phản nâng cao" của ImageJ, cho phép 0,4% các điểm ảnh trở nên bão hòa. Sau thao tác này, biểu đồ chứa sự phân bố cường độ điểm ảnh được tính toán. Danh sách kết quả chứa số điểm ảnh cho mỗi kênh, trong đó mỗi kênh đại diện cho một trong số 256 giá trị dải màu xám trong hình ảnh đã được chuyển sang Microsoft Excel. Trước khi xác định mức phân bố tối đa, các đột biến/ngoại vị đã được gỡ bỏ khỏi biểu đồ thu được bằng cách kiểm tra trực quan, xem xét rằng kênh cho thấy độ tăng đột ngột có giá trị lớn hơn đáng kể so với các kênh lân cận với nó (~ 2 lần hoặc cao hơn). Khi biểu đồ hiển thị phân bố nhịp nhàng, giá trị tăng đột biến lớn hơn giá trị cực đại của sự phân bố này và nằm ở bên phải hoặc bên trái của giá trị cực đại thực. Sau khi loại bỏ, giá trị cực đại của sự phân bố này được xác định và chia cho hai. Chiều rộng tối đa tại một nửa giá trị cực đại (FWHM) được xác định bằng cách tính các kênh có giá trị cao hơn hoặc bằng một nửa giá trị cực đại. Bất kỳ kênh nào có giá trị bằng 0 gần kênh có số đếm cao hơn một nửa giá trị cực đại được bao gồm trong số đó. Số kênh thu được được chia cho 256 để cho một số FWHM giữa 0 và 1 cho mỗi hình ảnh riêng lẻ. Thông số đồng nhất về thành phần sau đó được tính như trung bình số học của các giá trị FWHM thu được cho từng hình ảnh của mẫu cụ thể. Sai số gián tiếp là độ lệch chuẩn của mức trung bình này. Các đặc tính của các ví dụ về CHP của họ được tóm tắt trong Bảng 4.

Bảng 4: Thông số đồng nhất về thành phần CHP

Ví dụ	CHP	Độ lệch chuẩn
-------	-----	---------------

A	0,0247	0,003
1	0,0336	0,003
2	0,0445	0,005
3	0,0620	0,010

Kính hiển vi đồng tiêu quét

Sự khác nhau giữa các ví dụ theo sáng chế và các ví dụ so sánh rõ ràng có thể thấy được trong các ảnh hiển vi. Hình 1 cho thấy ảnh hiển vi của mẫu (ở 0,10% trọng lượng) ở Ví dụ so sánh A. Hình 2 cho thấy ảnh hiển vi của mẫu (ở 0,10% trọng lượng) ở Ví dụ 3. Cả hai ảnh được ghi ở cùng điều kiện, sử dụng các mẫu và kính hiển vi như mô tả ở trên. Các ảnh hiển vi được chụp với thấu kính 40x đã ngâm dầu với khẩu độ 1,25 (độ dày 0,968 μm), sử dụng dầu Leica Immersion mà không có huỳnh quang tự động phù hợp với DIN 58884/ISO 8036/1. Cả hai ảnh hiển vi đại diện cho diện tích mẫu là 387,5 x 387,5 μm .

Độ ổn định bột

Các công thức điều chế chế phẩm của chế phẩm A và chế phẩm từ 1 đến 3 đã được ngâm khí bằng cách sử dụng máy trộn quỹ đạo Kenwood Chef Classic với dụng cụ đánh trứng. Nước khử khoáng (190 gam) và 10 gam chế phẩm đã được đặt trong bát của máy trộn, sau đó trộn trong thời gian 1 phút thiết lập sẵn ở mức 5. Chất chứa trong bát được chuyển tới cốc polypropylen dung tích 1 lít (đường kính dưới 96 mm, chiều cao 182 mm, của Vitlab). Trong cốc, lớp chất lỏng và lớp bột rõ ràng có thể phân biệt được được hình thành trong vài phút. Thể tích bột được ghi lại mỗi lần 30 phút cho đến 120 phút sau khi bắt đầu thử nghiệm. Kết quả của thể tích bột được trình bày trong bảng 5 dưới đây.

Bảng 5: Độ ổn định của bột

Thời gian ủ (phút)	Thể tích bột (ml $\pm$ sd, n = 5)			
	A	1	2	3

0	920 ± 21	993 ± 43	990 ± 34	1022 ± 26
30	634 ± 21	698 ± 33	722 ± 49	770 ± 35
60	228 ± 40	296 ± 26	334 ± 70	330 ± 47
90	74 ± 21	105 ± 21	120 ± 27	138 ± 24
120	32 ± 8	48 ± 8	76 ± 27	72 ± 13

Bảng 6 dưới đây cung cấp sự so sánh về thay đổi trong thể tích bọt tương đối so với ví dụ so sánh A, theo công thức:

$$R_n(t) = \frac{V_n(t) / V_n(0)}{V_A(t) / V_A(0)}$$

Ở đây, $R_n(t)$ là thể tích bọt tương đối của Ví dụ n (n là A, 1, 2, hoặc 3) tại thời điểm t , $V_n(t)$ là thể tích bọt của Ví dụ n tại thời điểm t .

Bảng 6

Thời gian ủ (phút)	Thể tích bọt tương đối			
	A	1	2	3
0	1	1	1	1
30	1	1,02	1,06	1,09
60	1	1,20	1,36	1,30
90	1	1,31	1,51	1,68
120	1	1,39	2,21	2,03

Bảng 5 cho thấy thể tích bọt giảm theo thời gian cho tất cả các ví dụ từ 1 đến 3. Tuy nhiên, như Bảng 6 cho thấy, thể tích bọt tương đối (so với thể tích của ví dụ so sánh) tăng theo thời gian đối với cả ba ví dụ theo sáng chế. Điều này chứng tỏ

rằng bột của các chế phẩm của sáng chế đã phân rã chậm hơn đáng kể so với bột so sánh.

Ví dụ 4: Xác định thông số tách sợi FDP

Thông số tách sợi FDP có thể được xác định cho chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi theo cách sau.

FDP - Điều chế mẫu

Phần phân ước của dung dịch phân tán chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi được pha loãng đến nồng độ vi sợi là 0,100% trọng lượng trong nước khử khoáng (tạo ra 300g dung dịch phân tán được pha loãng) trong cốc nhựa dung tích 500ml. Hỗn hợp được khuấy trong cốc có đường kính 80mm sử dụng máy khuấy đĩa Silverson L4RT-A (màn hình nhỏ, lỗ 1mm) ở tốc độ 2000 vòng/phút trong 60 giây. Bước trộn này đảm bảo rằng sợi cam được phân bố đều trên thể tích mẫu được pha loãng. Cuối cùng, độ pH được điều chỉnh tới 3,3 với axit xitric.

Phần phân ước của mẫu được pha loãng và mẫu có độ pH được chuẩn hóa được chuyển trực tiếp đến ống NMR đáy phẳng 18 cm có đường kính 10 mm ở chiều cao đổ đầy 1 cm. Để chỉnh sửa nền, phần phân ước khác đã được ly tâm (Máy ly tâm Eppendorf 5416) ở lực ly tâm tương đối là 15000 trong 10 phút, trong cốc Eppendorf dung tích 2 ml, từ đó lớp trên cùng mà không có sợi (khung) được chuyển sang ống MRC đáy phẳng 18 cm khác ở chiều cao đổ đầy 1 cm, mà chúng ta gọi là khung mẫu đối chiếu. Cả mẫu và khung mẫu đối chiếu được ủ và cân bằng ở 20°C trong 10 phút trước khi đo.

FDP - Đo lường

Các dữ liệu phân rã phục hồi CPMG được thu thập cho mỗi mẫu và cho mỗi khung mẫu đối chiếu. Bruker MQ20 Minispec đã được triển khai vận hành ở tần số cộng hưởng proton 20MHz, được trang bị đầu dò nhiệt độ ổn định ở 20°C. Các phép đo được thực hiện bằng cách sử dụng trình tự xung hồi phục T_2 CPMG (Carr Purcell Mayboom Gill) để quan sát sự phân rã phục hồi ở 20°C (Xem *Effects of diffusion on free precession in nuclear magnetic resonance experiments*, Carr, H.

Y., Purcell, E. M., *Physical Review*, Volume 94, Issue 3, 1954, Pages 630-638/*Modified spin-echo method for measuring nuclear relaxation times*, Meiboom, S., Gill, D., *Review of Scientific Instruments*, Volume 29, Issue 8, 1958, Pages 688-691). Dữ liệu được thu thập với khoảng xung 180° thiết lập ở $200\mu\text{s}$, thời gian trễ tái chế là 30 giây, chiều dài xung 180° dài $5\mu\text{s}$ (một phần triệu giây) và sử dụng 14,7k xung 180° . Trình tự này triển khai pha chu trình và phát hiện các kiểu phức hợp. Trước khi đo, tính phù hợp của hệ NMR cho các phép đo này (về tính đồng nhất trường, v.v.) đã được kiểm tra bằng cách xác minh rằng T_2^* của nước tinh khiết là $> 2\text{ms}$.

FDP - Phân tích dữ liệu

Dữ liệu được xử lý bằng Matlab sử dụng giá trị phân tích riêng lẻ để điều chỉnh chính xác dữ liệu pha vuông góc ("*Towards rapid and unique curve resolution of low-field NMR relaxation data: trilinear SLICING versus two-dimensional curve fitting*", Pedersen, H. T., Bro, R., Engelsen, S. B., *Journal of Magnetic Resonance*. 08/2002; 157(1), Pages 141-155. DOI: 10.1006/jmre. 2002. 2570). Dữ liệu được hiệu chỉnh pha kết quả là đảo ngược Laplace chuyển thành quang phổ T_2 bằng cách sử dụng hàm Matlab không âm tối thiểu vuông hạn chế chức năng lsqnonneg (Lawson, CL và RJ Hanson, *Solving Least Squares Problems*, Prentice-Hall, 1974, Chapter 23, p. 161) với các ranh giới đặt cho T_2 , yêu cầu T_2 nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10 giây và với thông số chuẩn hóa lambda đặt thành 0,2.

Đối với mỗi mẫu, dữ liệu được xử lý như sau để thu được FDP: Trong đường phân bố T_2 cho mẫu cụ thể, đỉnh tương ứng với proton nước trong đó T_2 được tính trung bình bằng cách trao đổi giữa pha nước lớn và bề mặt của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách rời được xác định. Người ta tin rằng việc trao đổi (và kết quả trung bình) là do sự khuếch tán và trao đổi hóa học giữa khối lượng và các bề mặt xenluloza. Như có thể thấy trong quang phổ ở Hình 1 và 2, trong trường hợp này, các đỉnh của pha nước lớn dễ dàng phân biệt, vì chúng là những đỉnh có cường độ

cao nhất. Đỉnh tương ứng với pha nước lớn trong các khung mẫu đối chiếu được xác định tương tự.

Giá trị T_2 trung bình được xác định bằng cách tính trung bình trọng số cường độ của đỉnh.

R_2 được định nghĩa là nghịch đảo của T_2 trung bình, tức là $R_2 = 1/T_2$ và được biểu thị bằng Hz. Thông số tách sợi FDP cho mẫu nhất định được tính như là sự khác biệt giữa R_2 của mẫu và R_2 của khung mẫu đối chiếu:

$$FDP = R_2(\text{mẫu}) - R_2(\text{khung mẫu đối chiếu})$$

Do đó, FDP là thước đo cho sự tương tác của nước với bề mặt vi sợi có sẵn (K. R Brownstein, C. E Tarr, *Journal of Magnetic Resonance* (1969) Volume 26, Issue 1, April 1977, Pages 17–24).

Các ví dụ từ 4 đến 11: Ảnh hưởng của nồng độ chất liệu vách tế bào thực vật được tách sợi đến độ ổn định bọt.

Các chế phẩm theo sáng chế đã được điều chế với sự có mặt của các hệ chất hoạt động bề mặt SLES/NaLAS (Ví dụ từ 4 đến 7) hoặc Empigen/Imbentin (Ví dụ từ 8 đến 11) với mức tăng của chất liệu vách tế bào thực vật được tách sợi và so sánh với các ví dụ so sánh mà không có chất liệu vách tế bào thực vật được tách sợi (ví dụ so sánh B và C).

Điều chế các ví dụ từ 4 đến 8 và ví dụ so sánh B chứa SLES/NaLAS

Nước khử khoáng được đưa vào cốc có chứa sợi cam Herbacel AQ loại N (với mức nước và sợi xem Bảng 7), sau đó đã được hydrat hóa bằng cách sử dụng máy khuấy đũa Silverson (loại L4RT-A, màn hình có lỗ tròn 1mm) ở 2000 vòng/phút trong 20 phút. Ví dụ so sánh B không chứa chất liệu vách tế bào thực vật được tách sợi. SLES, NaLAS, và Nipacide BIT 20 được thêm tuần tự khi trộn cho đến khi hòa tan với lượng được chỉ ra trong Bảng 7. Kết quả của dung dịch phân tán được xử lý (thông qua từng chất một) bằng cách sử dụng thiết bị đồng nhất áp suất cao Microfluidizer™ (Microfluidics - M 110S) ở 1200 bar bằng cách sử dụng buồng cắt 'Z' (đường kính kênh 87 μm).

Bảng 7: Các công thức điều chế chế phẩm của ví dụ so sánh B và các ví dụ từ 4 đến 7

	B	4	5	6	7
Thành phần	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)
Nước khử khoáng	81,75	81,00	80,75	80,50	80,25
Herbacel AQ + loại N	0	0,75	1,00	1,25	1,50
SLES (70% trọng lượng trong nước khử khoáng)	8,04	8,04	8,04	8,04	8,04
NaLAS (18,5% trọng lượng trong nước khử khoáng)	10,14	10,14	10,14	10,14	10,14
Nipacide BIT20 (chất bảo quản)	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
Tổng	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Điều chế các ví dụ từ 9 đến 11 và ví dụ so sánh C chứa Empigen/Imbentin

Nước khử khoáng được đưa vào cốc có chứa sợi cam Herbacel AQ loại N (với mức nước và sợi xem Bảng 8), sau đó đã được hydrat hóa bằng cách sử dụng máy khuấy đĩa Silverson (loại L4RT-A, màn hình có lỗ tròn 1mm) với 2000 vòng/phút trong 20 phút. Ví dụ so sánh C không chứa chất liệu vách tế bào thực vật được tách sợi. Empigen® (lauramin oxit), Imbentin (các alkoxilat không ion), và Nipacide BIT 20 được thêm tuần tự khi trộn cho đến khi hòa tan với các lượng như được chỉ ra trong Bảng 8. Kết quả của dung dịch phân tán được xử lý (thông qua từng chất một) bằng cách sử dụng thiết bị đồng nhất áp suất cao Microfluidizer™ (Microfluidics - M 110S) ở 1200 bar bằng cách sử dụng buồng cắt 'Z' (đường kính kênh 87 µm).

Bảng 8: Các công thức điều chế chế phẩm của ví dụ so sánh C và các ví dụ từ 8 đến 11

	C	8	9	10	11
Thành phần	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)	(% trọng lượng)
Nước khử khoáng	87,92	87,17	86,92	86,67	86,42
Herbacel AQ + loại N	0	0,75	1,00	1,25	1,50
Empigen OB	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00
Imbentin 91-2,5	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
Nipacide BIT20	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
Toàn bộ	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Độ ổn định bọt

Các công thức điều chế chế phẩm của chế phẩm B và chế phẩm từ 4 đến 8 và chế phẩm C và chế phẩm từ 9 đến 11 đã được ngâm khí bằng cách sử dụng máy đánh trứng điện Aerolatte™. Nước khử khoáng (200 gam) và 1 gam chế phẩm đã được đặt trong cốc polypropylen dung tích 1 lít (đường kính dưới 96mm, chiều cao 182mm, Vitlab), sau đó trộn cho đến khi đạt được thể tích bọt tối đa. Bọt được cho chảy ra cho đến khi 200g nước được nhìn thấy trở lại, sau đó thể tích bọt được ghi lại (t = 0 phút), và ghi lại 30 phút sau đó để đánh giá độ ổn định của bọt. Bảng 9 tóm tắt hiệu quả ổn định bọt của sợi cam có chứa vi sợi, có mối quan hệ phụ thuộc vào liều lượng.

Bảng 9: Ảnh hưởng của việc gia tăng lượng sợi cam có chứa sợi [MCF, % trọng lượng] - trong 2 hệ chất hoạt động bề mặt khác nhau - về độ ổn định bọt 30 phút sau khi điều chế bọt

Thể tích bọt (ml $\pm$ sd, n = 2)				Thể tích bọt tương đối
Mẫu	[MCF]	t = 0 phút	t = 30 phút	

B	0,00	375 ± 35	235 ± 35	0,63
4	0,75	400 ± 28	310 ± 57	0,78
5	1,00	450 ± 0	350 ± 42	0,78
6	1,25	470 ± 14	340 ± 14	0,72
7	1,50	450 ± 28	300 ± 0	0,67
C	0,00	450 ± 14	190 ± 42	0,42
8	0,75	450 ± 28	325 ± 35	0,72
9	1,00	500 ± 28	425 ± 35	0,85
10	1,25	500 ± 28	460 ± 14	0,92
11	1,50	500 ± 14	475 ± 35	0,95

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm làm sạch chứa:

- a. nước;
 - b. một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 70% trọng lượng; và
 - c. chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi chứa các vi sợi với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% trọng lượng;
- trong đó:
- chất liệu vách tế bào sơ cấp thu được từ mô nhu mô thực vật;
 - ít nhất 80% trọng lượng của vi sợi có đường kính nhỏ hơn 50 nm; và trong đó chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,030; trong đó chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi được điều chế bằng cách tạo ra nguồn chất liệu vách tế bào sơ cấp trong pha nước, do đó tạo ra dung dịch phân tán trong nước chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% trọng lượng, trộn chất hoạt động bề mặt vào dung dịch phân tán trong nước và xử lý dung dịch phân tán trong nước trong bước đồng nhất hóa ở áp suất cao hoặc bước vi hóa lỏng ở áp suất 500 và 2000 bar.

2. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó chế phẩm có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,031.

3. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó chế phẩm có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,032.

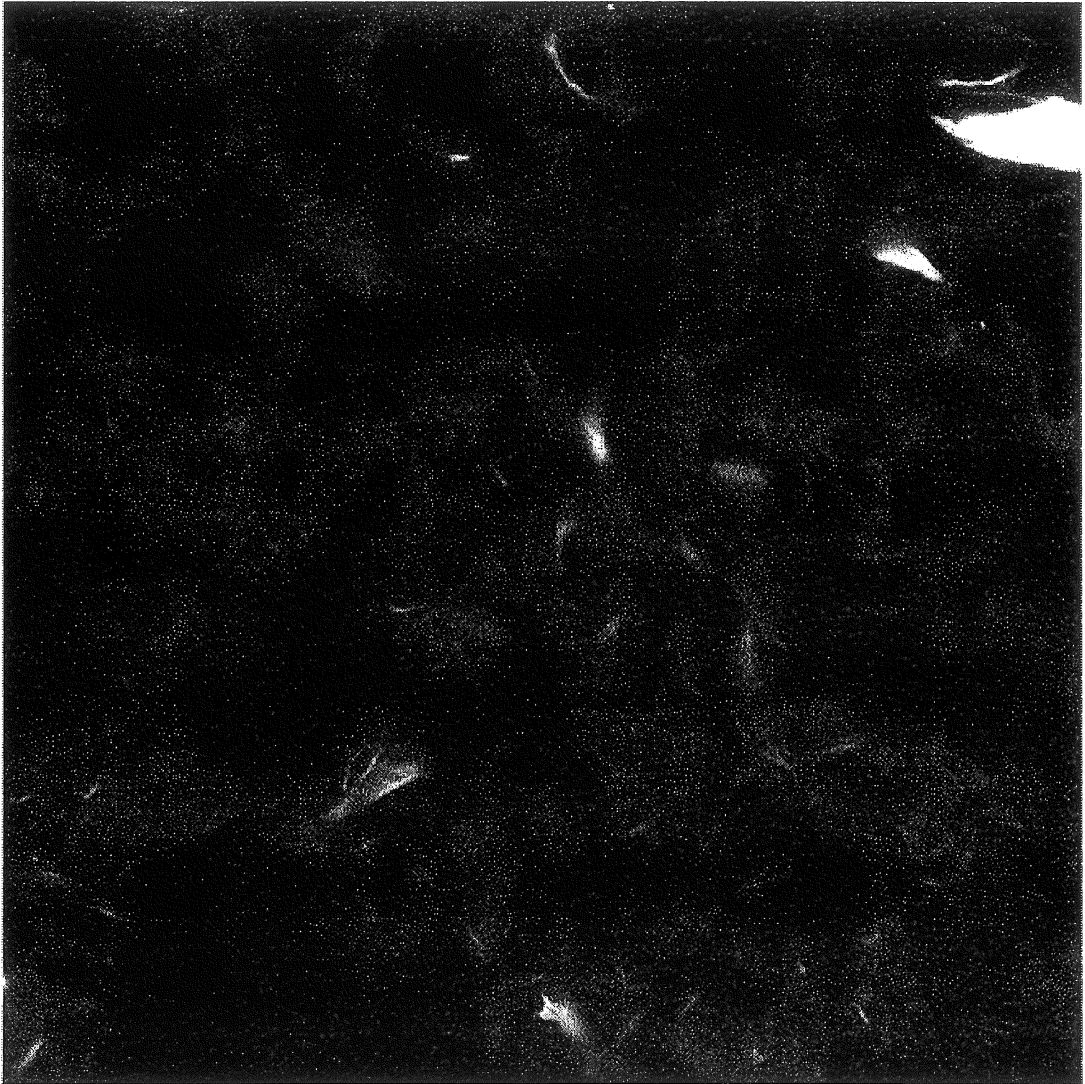
4. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó chế phẩm có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,033.

5. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó chế phẩm có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,040.
6. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó chế phẩm có thông số đồng nhất về thành phần CHP ít nhất là 0,050.
7. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số đồng nhất sợi FHP ít nhất là 0,022 hoặc chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,10 Hz.
8. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó mỗi thông số trong số các thông số đồng nhất về thành phần, thông số đồng nhất sợi và thông số tách sợi, biểu thị phép đo mức độ thoát rời của các vi sợi.
9. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó chế phẩm chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt trong khoảng từ 0,2 đến 60% trọng lượng.
10. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa được chọn từ một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt cation, chất hoạt động bề mặt không ion, chất hoạt động bề mặt lưỡng tính và chất hoạt động bề mặt ion lưỡng tính.
11. Chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó chế phẩm chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1,0% trọng lượng.
12. Phương pháp điều chế chế phẩm làm sạch theo điểm 1, trong đó phương pháp gồm các bước:

- i. cung cấp nguồn chất liệu vách tế bào sơ cấp;
- ii. phân tán chất liệu vách tế bào sơ cấp trong pha nước, từ đó tạo ra dung dịch phân tán trong nước chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4% trọng lượng;
- iii. xử lý dung dịch phân tán trong nước để thu được dung dịch phân tán bao gồm chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi, qua đó việc xử lý bao gồm một hoặc nhiều bước xử lý lực cắt cao và trong đó việc xử lý sao cho thông số tách sợi FDP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 0,10 Hz, hoặc thông số đồng nhất sợi FHP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 0,22; trong đó các thành phần của chế phẩm làm sạch không phải chất hoạt động bề mặt được trộn độc lập vào pha nước trước bước ii, giữa các bước ii và iii, hoặc sau bước iii.



Hình 1



Hình 2