



(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)



1-0032840

(51)⁸ A61K 8/73; A61K 8/04; A61Q 19/00; (13) B
A61K 8/02; A61K 8/19

-
- (21) 1-2018-01671 (22) 23/09/2016
(86) PCT/KR2016/010709 23/09/2016 (87) WO2017/052301 30/03/2017
(30) 10-2015-0136129 25/09/2015 KR; 10-2016-0121762 22/09/2016 KR
(45) 25/08/2022 413 (43) 25/06/2018 363A
(73) LOTTE FINE CHEMICAL CO., LTD. (KR)
19, Yecheon-ro 217beon-gil, Nam-gu, Ulsan, 44714, Republic of Korea
(72) SHIN, Ju Hee (KR); JEONG, Ji Seon (KR); BANG, Sung Hwan (KR); JUNG, Ju
Young (KR).
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)
-

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT TẤM HYDROGEL

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm dùng cho tấm hydrogel chứa xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel, tấm hydrogel được tạo ra từ chế phẩm này, và phương pháp sản xuất tấm hydrogel. Theo sáng chế, chế phẩm dùng cho tấm hydrogel có thể được sử dụng để tạo ra tấm hydrogel có khả năng duy trì hình dạng của nó mà không cần chất nền bằng cách giới hạn loại chất tạo gel và/hoặc độ nhớt của xenluloza ete có trong chế phẩm này.

Bước tạo ra chế phẩm dùng cho tấm hydrogel bằng cách trộn xenluloza etc, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel



Bước tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel bằng cách cho chế phẩm dùng cho tấm hydrogel vào nước nóng và khuấy



Bước loại khí dung dịch chế phẩm tấm hydrogel bằng cách để cho bọt khí chứa trong đó bay hơi



Bước đúc dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã loại khí thành dạng tấm



Bước gel hóa dung dịch chế phẩm tấm hydrogel kiểu tấm đúc được

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dùng cho tấm hydrogel, tấm hydrogel được tạo ra từ chế phẩm này, và phương pháp sản xuất tấm hydrogel, và cụ thể hơn là đề cập đến chế phẩm dùng cho tấm hydrogel gồm xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel, và do đó có thể được sử dụng để tạo ra tấm hydrogel có khả năng duy trì hình dạng của nó mà không cần chất nền, tấm hydrogel được tạo ra từ chế phẩm này, và phương pháp sản xuất tấm hydrogel này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hydrogel là mạng các chuỗi polyme ưa nước trong đó nước là môi trường phân tán. Hydrogel có thể chứa lượng lớn nước trong cấu trúc của nó vì nó không hòa tan, nhưng lại trương nở trong nước, và do đó nó có mức độ dẻo rất giống với mô tự nhiên.

Hydrogel đã được sử dụng trong lĩnh vực y tế và dược phẩm, như các lĩnh vực xử lý mô, nuôi cấy tế bào, các hệ phân phát thuốc giải phóng kéo dài, các cảm biến sinh học, kính áp tròng mềm, điện cực y tế, và các dạng tương tự, nhờ tính ưa nước và tính dẻo dẻo dẻo của chúng, và cũng đã được áp dụng trong lĩnh vực mỹ phẩm để tạo ra mặt nạ để phân phát các tác dụng có lợi khác nhau bao gồm tác dụng làm ẩm, dưỡng, cải thiện vết nhăn, làm trắng, và các tác dụng tương tự cho da.

Trong trường hợp áp dụng làm mặt nạ, các nghiên cứu về chúng và sự phát triển các phương pháp tạo ra hydrogel kiểu tấm đang được tích cực tiến hành. Thông thường, nếu hydrogel được tạo ra dưới dạng tấm, thì hình dạng của nó không thể được duy trì chỉ bằng hydrogel, và nó có tính chất cơ học kém như độ bền thấp và độ cứng thấp. Do đó, thường sử dụng hydrogel cùng với chất nền như nhựa tổng hợp, vải không dệt, lưới, hoặc mạng. Tuy nhiên, mặt nạ sử dụng chất nền như vải không dệt hoặc các loại tương tự làm nền lại dễ dàng bị khô và có độ bám dính kém đối với da, và hydrogel thường bị tách ra khỏi chất nền. Ngoài ra, vì chất nền như vải không dệt và các loại tương tự được tạo ra bằng quy trình hóa học, nên khi mặt nạ chứa chất nền này làm nền được dùng cho da, các vấn đề đối với da có thể diễn ra, và do đó cần nhiều bước đánh giá và xem xét về tính an toàn.

Như là một phương pháp để giải quyết các vấn đề này, tài liệu sáng chế 1 (Công bố đơn yêu cầu cấp patent Hàn Quốc số 10-2013-0036543) đã bộc lộ chế phẩm hydrogel để làm nền cho mặt nạ có khả năng duy trì hình dạng của nó mà không cần chất nền và phương pháp tạo ra hydrogel sử dụng chế phẩm này. Cụ thể là, chế phẩm hydrogel này chứa 0,1% đến 10% khối lượng tác nhân liên kết ngang, 0,2% đến 6% khối lượng polyme tạo gel, 0,5% đến 20% khối lượng rượu polyhydric, và 70% đến 90% khối lượng nước tinh khiết, và phương pháp tạo ra hydrogel bao gồm (i) tạo ra dung dịch nước bằng cách bổ sung tác nhân liên kết ngang vào nước tinh khiết ở nhiệt độ trong phòng và sau đó khuấy hỗn hợp ở nhiệt độ 40°C đến 85°C; (ii) tạo ra chế phẩm hydrogel bằng cách hòa tan polyme tạo gel trong rượu polyhydric ở nhiệt độ trong phòng, sau đó bổ sung chất thu được vào dung dịch nước, và khuấy hỗn hợp ở nhiệt độ 40°C đến 80°C; (iii) phủ ép chế phẩm hydrogel này để có độ dày 0,5 đến 2 mm; (iv) tạo ra hydrogel bằng cách làm nguội lớp chế phẩm hydrogel tạo ra được thông qua việc phủ ép ở nhiệt độ trong phòng; và (v) xử lý nhiệt hydrogel đã được làm nguội ở nhiệt độ 40°C đến 85°C trong thời gian 12 đến 36 giờ.

Theo bước (ii), chế phẩm hydrogel lỏng được tạo ra thông qua quy trình gia nhiệt và khuấy. Trong quy trình này, lượng lớn bọt khí có thể được tạo ra trong chế phẩm hydrogel lỏng, và nếu các bọt khí được tạo ra như vậy không được loại bỏ thì tấm hydrogel thu được có thể bị ảnh hưởng xấu. Cụ thể là, nếu chế phẩm hydrogel lỏng được làm hóa rắn thành tấm hydrogel trong khi vẫn chứa lượng lớn bọt khí, thì sẽ tạo ra hydrogel mờ đục và không hấp dẫn về mặt thẩm mỹ. Không chỉ ở điều này, vì các bọt khí bị bẫy ở bên trong hydrogel đã hóa rắn ngăn không cho hydrogel có cấu trúc mạng ba chiều, nên tạo ra tấm gel có tính chất kém như độ bền gel thấp.

Tài liệu liên quan đến tình trạng kỹ thuật

Tài liệu sáng chế

1. KR 1020130036543 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật được giải quyết

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm dùng cho tấm hydrogel gồm xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel, và do đó có thể được sử dụng để tạo ra tấm hydrogel có khả năng duy trì hình dạng của nó mà không cần chất nền.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm dùng cho tấm hydrogel mà có thể được sử dụng để tạo ra tấm hydrogel mà dính bám chặt vào da và có độ ổn định tuyệt vời và khả năng làm ẩm tuyệt vời.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất chế phẩm dùng cho tấm hydrogel mà từ đó bọt khí được sinh ra trong quá trình tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel có thể được loại bỏ một cách dễ dàng để tạo ra tấm hydrogel có độ bền tuyệt vời và hình thức trong suốt. Thuật ngữ “dung dịch chế phẩm tấm hydrogel” được sử dụng ở đây để chỉ trạng thái lỏng trong đó thành phần chất rắn được phân tán, hòa tan, hoặc hòa tan một phần trong nước nóng, và bao hàm thể phân tán, thể hòa tan, hoặc thể hòa tan một phần.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất tấm hydrogel được tạo ra từ chế phẩm nêu trên và phương pháp sản xuất tấm hydrogel.

Giải pháp kỹ thuật

Để thực hiện mục đích nêu trên, các chế phẩm dùng cho tấm hydrogel được đề xuất theo hai phương án của sáng chế.

Chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án thứ nhất của sáng chế bao gồm xenluloza ete, chất tạo gel gồm carrageenan, và chất thúc đẩy sự tạo gel.

Theo phương án thứ nhất của sáng chế, chất tạo gel này có thể gồm một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm gồm đậu locust, manzoa, và bột năng ngọt (water chestnut flour).

Chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án thứ hai của sáng chế bao gồm xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel, trong đó độ nhớt của dung dịch nước xenluloza ete 2% khối lượng đo được trong điều kiện 20°C sử dụng nhớt kế Ubbelohde là 3 cp đến 300 cp.

Theo phương án thứ hai của sáng chế, chất tạo gel này có thể gồm một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm carrageenan, gồm đậu locust, manzoa, và bột năng ngọt.

Theo phương án thứ hai của sáng chế, độ nhớt của dung dịch nước chế phẩm tấm hydrogel 5% khối lượng đo được trong điều kiện 60°C và 15 đến 60 vòng/phút sử dụng nhớt kế Brookfield có thể là từ 500 cp đến 5000 cp.

Theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai của sáng chế, xenluloza ete có thể gồm một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm metyl xenluloza, hydroxyetyl metyl xenluloza, hydroxypropyl metyl xenluloza, hydroxyetyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, và carboxymetyl xenluloza.

Theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai của sáng chế, chất thúc đẩy sự tạo gel có thể là muối của kim loại Nhóm 1 hoặc 2.

Theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai của sáng chế, chất thúc đẩy sự tạo gel có thể gồm một hoặc nhiều muối kim loại được chọn từ nhóm bao gồm magie clorua, kali clorua, canxi clorua, và natri clorua.

Theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai của sáng chế, tỷ lệ mol của đơn vị lặp lại của chất tạo gel và tỷ lệ mol của chất thúc đẩy sự tạo gel, trên một đơn vị glucoza của xenluloza ete, có thể lần lượt là từ 0,01 đến 12,00 và từ 0,01 đến 2,00.

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất tấm hydrogel được tạo ra từ chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai của sáng chế.

Tấm hydrogel này có thể có độ xốp từ 0,01% đến 5%.

Tấm hydrogel này có thể được sử dụng làm mặt nạ hoặc băng quần vết thương.

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất tấm hydrogel từ chế phẩm dùng cho tấm hydrogel nêu trên, phương pháp này bao gồm bước tạo ra chế phẩm dùng cho tấm hydrogel bằng cách trộn xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel; tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel bằng cách cho chế phẩm dùng cho tấm hydrogel này vào nước nóng và khuấy hỗn hợp; loại khí ra khỏi dung dịch chế phẩm tấm hydrogel bằng cách để cho bọt khí chứa trong đó bay hơi; đúc dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí thành dạng tấm; và gel hóa dung dịch chế phẩm tấm hydrogel kiểu tấm đã được đúc này.

Nhiệt độ của nước nóng có thể là từ 70°C đến 100°C.

Việc loại khí có thể được thực hiện bằng cách duy trì dung dịch chế phẩm tấm hydrogel ở nhiệt độ 55°C đến 65°C trong thời gian từ 20 phút đến 60 phút.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, chế phẩm dùng cho tấm hydrogel bao gồm xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel được đề xuất nhờ đó có thể tạo ra được tấm hydrogel có khả năng duy trì hình dạng của nó mà không cần chất nền.

Chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án thứ nhất của sáng chế có thể được sử dụng để tạo ra tấm hydrogel mà dính bám chặt vào da và có độ ổn định tuyệt vời và có khả năng làm ẩm tuyệt vời.

Ngoài ra, chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án thứ hai của sáng chế có thể được sử dụng để tạo ra tấm hydrogel có độ bền gel tuyệt vời và có độ trong suốt cao vì bọt khí có trong dung dịch chế phẩm tấm hydrogel được loại bỏ một cách dễ dàng qua quy trình loại khí ngắn gọn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

FIG.1 là sơ đồ khối thể hiện phương pháp sản xuất tấm hydrogel theo một phương án của sáng chế.

FIG.2 là biểu đồ so sánh độ cứng của các hydrogel được tạo ra theo các ví dụ từ 1 đến 8 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 3.

FIG.3 là biểu đồ so sánh tỷ lệ mất mát ẩm của mỗi trong số các tấm hydrogel được tạo ra theo các ví dụ từ 1 đến 8 và ví dụ so sánh 1.

FIG.4 là biểu đồ so sánh lực dính bám của mỗi trong số các hydrogel được tạo ra theo các ví dụ từ 1 đến 8 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 3.

FIG.5 là hình ảnh của tấm hydrogel được tạo ra theo ví dụ 9.

FIG.6 là hình ảnh của tấm hydrogel được tạo ra theo ví dụ so sánh 5.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dùng cho tấm hydrogel, tấm hydrogel được tạo ra từ chế phẩm này, và phương pháp sản xuất tấm hydrogel.

Đầu tiên, chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo sáng chế sẽ được mô tả theo hai phương án dưới đây.

Chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án thứ nhất của sáng chế bao gồm xenluloza ete, chất tạo gel gồm carrageenan, và chất thúc đẩy sự tạo gel.

Chất tạo gel được sử dụng để tạo thành gel, điều chỉnh độ bền và độ đông đặc, và cải thiện tính khả dụng, và polyme tự nhiên có thể được sử dụng làm chất tạo gel thay vì polyme tổng hợp hòa tan trong nước để loại trừ độc tính đối với da. Như trong phương án thứ nhất của sáng chế, nếu carrageenan được chứa làm chất tạo gel, thì có thể tạo ra tấm hydrogel mà có khả năng gel hóa ở nhiệt độ trong phòng và duy trì hình dạng của nó mà không cần chất nền và có tính chất cơ học tuyệt vời như độ cứng tuyệt vời hoặc độ bền tuyệt vời.

Theo phương án thứ nhất của sáng chế, chất tạo gel này có thể còn gồm một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm gồm đậu locust, mannoza, và bột năng ngọt. Tốt hơn là các chất tạo gel này được sử dụng cùng với carrageenan làm các chất tạo gel vì chúng có thể truyền tính mềm dẻo cho hydrogel.

Chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án thứ hai của sáng chế bao gồm xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel, trong đó độ nhớt của dung dịch nước xenluloza ete 2% khối lượng đo được trong điều kiện 20°C sử dụng nhớt kế Ubbelohde là 3 cp đến 300 cp.

Xenluloza ete được dùng để chỉ dẫn xuất xenluloza được sản xuất bằng cách ete hóa các nhóm hydroxyl của xenluloza. Theo phương án thứ hai của sáng chế, nếu xenluloza ete có độ nhớt thấp được sử dụng thì lượng lớn bọt khí được sinh ra trong dung dịch chế phẩm tấm hydrogel trong quy trình tạo ra dung dịch có thể bay hơi một cách tự nhiên và có thể được loại bỏ ở nhiệt độ từ 55°C đến 65°C. Do đó, các bọt khí có thể được loại bỏ một cách dễ dàng qua quy trình loại khí ngắn gọn được thực hiện sau khi tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel, và theo cách này, có thể tạo ra tấm hydrogel có độ bền gel tuyệt vời và có hình thức trong suốt.

Theo phương án thứ hai của sáng chế, chất tạo gel polyme tự nhiên thường dùng có thể được sử dụng làm chất tạo gel mà không có giới hạn. Ví dụ, một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm carrageenan, gồm đậu locust, mannoza, và bột năng ngọt có thể được sử dụng làm chất tạo gel. Cụ thể, tốt hơn là một mình carrageenan hoặc kết hợp của carrageenan và (các) chất tạo gel khác được sử dụng làm (các) chất tạo gel sao cho có thể tạo ra hydrogel có khả năng gel hóa ở nhiệt độ trong phòng và có độ bền gel tuyệt vời.

Theo phương án thứ hai của sáng chế, độ nhớt của dung dịch nước chế phẩm tấm hydrogel 5% khối lượng đo được trong điều kiện 60°C và 15 đến 60 vòng/phút sử dụng nhớt kế Brookfield có thể là từ 500 cp đến 5000 cp. Trong trường hợp này, độ nhớt của dung dịch chế phẩm nước thu được bằng cách đo độ nhớt của dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí.

Dưới đây, các đặc điểm chung của xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel được chứa trong chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai sẽ được mô tả.

Xenluloza ete có thể gồm một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm metyl xenluloza, hydroxyetyl metyl xenluloza, hydroxypropyl metyl xenluloza, hydroxyetyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, và carboxymetyl xenluloza.

Chất thúc đẩy sự tạo gel có thể được sử dụng để cải thiện các đặc tính cơ học của chất tạo gel. Chất thúc đẩy sự tạo gel có vai trò liên kết ngang chất tạo gel. Chất thúc đẩy sự tạo gel có thể là muối của kim loại Nhóm 1 hoặc 2, và tốt hơn là gồm một hoặc nhiều muối của kim loại được chọn từ nhóm gồm magie clorua, kali clorua, canxi clorua, và natri clorua.

Tỷ lệ mol của đơn vị lặp lại của chất tạo gel và tỷ lệ mol của chất thúc đẩy sự tạo gel, trên một đơn vị glucoza của xenluloza ete, có thể lần lượt là từ 0,01 đến 12,00 và từ 0,01 đến 2,00. Nếu tỷ lệ mol của đơn vị lặp lại của chất tạo gel trên một đơn vị glucoza của xenluloza ete là nhỏ hơn 0,01 thì độ nhớt là rất thấp, và khó tạo thành gel, và do đó đặc tính của gel có thể không được thể hiện. Mặt khác, nếu tỷ lệ mol này lớn hơn 12,00 thì độ cứng của gel là cao một cách đáng kể, và do đó gel có thể dính bám vào da kém và có tính khả dụng thấp. Ngoài ra, nếu tỷ lệ mol của chất thúc đẩy sự tạo gel trên một đơn vị glucoza của xenluloza ete là nhỏ hơn 0,01 thì độ bền gel là rất thấp, và do đó gel có thể quá mềm và dễ bị rách. Mặt khác, nếu tỷ lệ mol này lớn hơn 2,00 thì độ cứng của gel là quá cao, và do đó gel có thể dính bám vào da kém.

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất tấm hydrogel được tạo ra từ chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai của sáng chế.

Tấm hydrogel này có thể có độ xốp từ 0,01% đến 5%. Nếu độ xốp của tấm hydrogel là nhỏ hơn 0,01% thì tính khả thi về mặt kinh tế liên quan đến quy trình tạo ra tấm này có thể bị giảm. Mặt khác, nếu độ xốp là lớn hơn 5% thì tấm hydrogel có thể thể

hiện độ bền thấp và có hình thức kém do độ trong suốt thấp. Trong trường hợp này, độ xốp có thể được tính dựa trên tỷ trọng thực tế và tỷ trọng tính được trên lý thuyết của tấm hydrogel, trong đó tỷ trọng thực tế được xác định bằng cách đo khối lượng và thể tích của tấm.

Tấm hydrogel có thể được áp dụng một cách rộng rãi trong lĩnh vực y tế và dược phẩm và trong lĩnh vực mỹ phẩm, và tốt hơn là được sử dụng để làm mặt nạ mỹ phẩm hoặc băng quấn vết thương.

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất tấm hydrogel từ chế phẩm dùng cho tấm hydrogel theo phương án bất kỳ trong số phương án thứ nhất và phương án thứ hai. Phương pháp sản xuất này bao gồm bước tạo ra chế phẩm dùng cho tấm hydrogel bằng cách trộn xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel; tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel bằng cách cho chế phẩm dùng cho tấm hydrogel này vào nước nóng và khuấy hỗn hợp; loại khí ra khỏi dung dịch chế phẩm tấm hydrogel bằng cách để cho bọt khí chứa trong đó bay hơi; đúc dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí thành dạng tấm; và gel hóa dung dịch chế phẩm tấm hydrogel kiểu tấm đã được đúc này.

Dưới đây, phương pháp sản xuất tấm hydrogel theo một phương án của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết từng bước.

(1) Tạo ra chế phẩm dùng cho tấm hydrogel

Trong bước này, chế phẩm dùng cho tấm hydrogel được tạo ra bằng cách trộn xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel.

Trong trường hợp này, các thành phần của chế phẩm dùng cho tấm hydrogel và tỷ lệ trộn chúng có thể được điều chỉnh một cách thích hợp theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai. Ví dụ, chất tạo gel có thể gồm carrageenan theo phương án thứ nhất của sáng chế, hoặc độ nhớt của dung dịch nước xenluloza ete 2% khối lượng đo được trong điều kiện 20°C sử dụng nhớt kế Ubbelohde có thể là từ 3 cp đến 300 cp theo phương án thứ hai của sáng chế. Trong số các điều kiện liên quan đến loại chất tạo gel và độ nhớt của xenluloza ete, một trong hai điều kiện này hoặc cả hai điều kiện này có thể được thỏa mãn.

Ngoài ra, các đặc tính của mỗi chế phẩm, như loại xenluloza ete, hàm lượng (tỷ lệ mol) của chất tạo gel và chất thúc đẩy sự tạo gel, loại chất thúc đẩy sự tạo gel, và các yếu tố tương tự, là như được mô tả trên đây.

Nếu xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel được trộn để tạo ra chế phẩm dùng cho tấm hydrogel như nêu trên, và sau đó chế phẩm dùng cho tấm hydrogel này được cho vào nước nóng và được khuấy theo bước (2) được mô tả dưới đây, thì thời gian xử lý cần thiết để thực hiện quy trình loại khí theo bước (3) được mô tả dưới đây có thể được rút ngắn so với trường hợp xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel được cho vào nước nóng một cách đồng thời và khuấy.

(2) Tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel

Trong bước này, dung dịch chế phẩm tấm hydrogel được tạo ra bằng cách cho chế phẩm dùng cho tấm hydrogel vào nước nóng và khuấy hỗn hợp để phân tán và hòa tan một phần chế phẩm này.

Nhiệt độ của nước nóng có thể là từ 70°C đến 100°C. Nếu nhiệt độ của nước nóng là nhỏ hơn 70°C, thì chế phẩm dùng cho tấm hydrogel không được phân tán một cách dễ dàng, hoặc chỉ được hòa tan một phần, và do đó có thể khó tạo ra được dung dịch chế phẩm tấm hydrogel. Do đó, tấm hydrogel có thể có các tính chất kém.

Khi chế phẩm dùng cho tấm hydrogel được phân tán và được hòa tan một phần trong nước nóng để tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel, lực vật lý được áp dụng sử dụng máy khuấy cơ, lực này gây ra sự tạo lượng lớn bọt khí trong dung dịch. Nếu bọt khí không được loại bỏ ra khỏi dung dịch thì các tính chất cơ học của tấm hydrogel tạo ra được từ chế phẩm, như hình thức, độ bền, và các yếu tố tương tự, bị tác động xấu. Do đó, bước loại khí (3) được mô tả dưới đây được thực hiện để loại bỏ bọt khí.

(3) Loại khí

Trong bước này, dung dịch chế phẩm tấm hydrogel được loại khí bằng cách để cho bọt khí chứa trong đó bay hơi.

Việc loại khí có thể được thực hiện bằng cách duy trì dung dịch chế phẩm tấm hydrogel ở nhiệt độ 55°C đến 65°C trong thời gian từ 20 phút đến 60 phút. Cụ thể là, nếu dung dịch chế phẩm tấm hydrogel được tạo ra theo bước (2) bằng cách sử dụng chế phẩm dùng cho tấm hydrogel chứa xenluloza ete có độ nhớt thấp từ 3 cp đến 300 cp, thì

bọt khí được tạo ra trong dung dịch có thể bay hơi một cách tự nhiên và được loại bỏ ở nhiệt độ 55°C đến 65°C. Trong trường hợp này, nếu nhiệt độ của dung dịch được duy trì trong khoảng nêu trên thì bọt khí trong dung dịch có thể được loại bỏ trong vòng 1 giờ, và do đó hiệu suất xử lý có thể được cải thiện.

Bằng cách loại bỏ dễ dàng bọt khí có trong dung dịch chế phẩm tấm hydrogel qua quy trình loại khí ngắn gọn như nêu trên, có thể giải quyết được vấn đề gây ra bởi bọt khí, ví dụ, vấn đề trong đó bọt khí ngăn chặn không cho hydrogel có cấu trúc mạng ba chiều, dẫn đến các tính chất của tấm gel kém như độ bền gel thấp, hoặc tạo hình thức mờ đục cho tấm hydrogel, dẫn đến tấm hydrogel chất lượng thấp.

Nếu chế phẩm dùng cho tấm hydrogel chứa xenluloza ete có độ nhớt thấp theo phương án thứ hai thì độ nhớt của dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã loại khí (hàm lượng chất rắn là 5% khối lượng) đo được trong điều kiện 60°C và 15 đến 60 vòng/phút sử dụng nhớt kế Brookfield có thể là từ 500 cp đến 5000 cp.

(4) Đúc

Trong bước này, dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã loại khí được đúc dưới dạng tấm.

Cụ thể là, dung dịch chế phẩm tấm hydrogel được loại khí có thể được đúc đến độ dày từ 0,1 mm đến 10,0 mm ở nhiệt độ trong phòng để tạo ra tấm hydrogel. Nếu độ dày này nhỏ hơn 0,1 mm, thì tấm hydrogel có thể bị xé rách do độ bền thấp. Mặt khác, nếu độ dày này lớn hơn 10 mm thì tấm này có thể dính bám vào da kém và hiệu quả phân phát thành phần hoạt tính có thể là thấp.

(5) Gel hóa

Trong bước này, dung dịch chế phẩm tấm hydrogel kiểu tấm đúc được được gel hóa.

Việc gel hóa có thể được thực hiện theo phương pháp thường được sử dụng trong lĩnh vực này. Ví dụ, nếu một mình carrageenan hoặc kết hợp của carrageenan và (các) chất tạo gel khác được sử dụng làm (các) chất tạo gel thì việc gel hóa có thể được thực hiện bằng cách duy trì một cách tự nhiên dung dịch ở nhiệt độ trong phòng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn liên quan đến các phương án của sáng chế. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các phương án dưới đây.

<Phân tích các tính chất của tấm hydrogel theo loại chất tạo gel>

Ví dụ 1

Hydroxypropyl methyl xenluloza (HPMC) (HPMC 2910 có bán trên thị trường từ Lotte Fine Chemical Co., Ltd.), carrageenan (MSC Co., Ltd.), và kali clorua (Sigma Aldrich) được trộn để tạo ra chế phẩm dùng cho tấm hydrogel. Trong trường hợp này, carrageenan và kali clorua được trộn lần lượt ở tỷ lệ 0,3 mol (tính theo đơn vị lặp lại) và 0,07 mol, trên 1 mol đơn vị glucoza của HPMC. Tức là, HPMC, carrageenan, và kali clorua được trộn ở tỷ lệ mol 1:0,3:0,07.

Sau đó, chế phẩm dùng cho tấm hydrogel được cho vào nước nóng 85°C, và hỗn hợp được khuấy để tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel. Trong trường hợp này, tổng hàm lượng các chất rắn (chế phẩm dùng cho tấm hydrogel) trong dung dịch chế phẩm tấm hydrogel là 5,08% khối lượng.

Sau đó, dung dịch chế phẩm tấm hydrogel được duy trì ở 60°C trong 60 phút để thực hiện quy trình loại khí trong đó bọt khí được tạo ra trong dung dịch bay hơi một cách tự nhiên và sau đó được xả ra ngoài.

Sau đó, dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí được đúc đến độ dày 0,1 mm ở nhiệt độ trong phòng và sau đó được gel hóa để tạo ra tấm hydrogel.

Các Ví dụ 2 đến 8 và các Ví dụ so sánh 1 đến 4

Các tấm hydrogel được tạo ra theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ việc tỷ lệ mol của HPMC, loại và tỷ lệ mol của chất tạo gel, loại và tỷ lệ mol của chất thúc đẩy sự tạo gel, và tổng hàm lượng chất rắn được điều chỉnh như được liệt kê trong bảng 1 dưới đây.

Bảng 1

	HPMC (tỷ lệ mol)	Chất tạo gel		Chất thúc đẩy sự tạo gel		Tổng hàm lượng chất rắn (% khối lượng)
		Loại	Tổng hàm lượng	Loại	Tổng hàm lượng	

			(tỷ lệ mol)		(tỷ lệ mol)	
Ví dụ 1	1,0	Carrageenan	0,3	KCl	0,07	5,08
Ví dụ 2	1,0	Carrageenan	0,3	MgCl ₂	0,06	5,08
Ví dụ 3	1,0	Carrageenan	0,3	CaCl ₂	0,05	5,08
Ví dụ 4	1,0	Carrageenan	0,3	NaCl	0,09	5,08
Ví dụ 5	1,0	Carrageenan	0,3	KCl	0,07	5,78
		Gôm đậu locust (LBG)	0,1			
Ví dụ 6	1,0	Carrageenan	0,3	KCl	0,07	5,78
		Bột năng ngọt	0,1			
Ví dụ 7	1,0	Carrageenan	0,3	MgCl ₂	0,06	5,78
		LBG	0,1			
Ví dụ 8	1,0	Carrageenan	0,3	KCl	0,07	6,28
		LBG	0,1			
		Manoza	0,2			
Ví dụ so sánh 1	0,0	Carrageenan	0,3	MgCl ₂	0,14	2,78
		LBG	0,1			
Ví dụ so sánh 2	1,0	Gôm xanthan	0,3	MgCl ₂	0,06	4,71
		LBG	0,1			
Ví dụ so sánh 3	1,0	Gôm gellan	0,3	MgCl ₂	0,06	7,08
		LBG	0,1			
Ví dụ so sánh 4	1,0	Gôm guar	0,3	MgCl ₂	0,06	5,78
		LBG	0,1			

HPMC: Lotte Fine Chemical Co., Ltd. / HPMC 2910 (hydroxypropyl methyl
xenluloza)

Carrageenan: MSC Co., Ltd. / carrageenan

Gôm đậu locust: LBG Sicilia Ingredients / SEED GUM A-200

Bột năng ngọt: Upvas / Singoda Flour

Manoza: Sigma Aldrich / D-(+)-Mannose

Gôm xanthan: Danisco / Grindsted Xanthan 80

Gôm gellan: CP Kelco / Kelcogel LT 100

Gôm guar: Lotus gum & Chemicals / guar gum

KCl: Sigma Aldrich / kali clorua

MgCl₂: Samchun Pure Chemical / magie clorua, khan, 98,0%

CaCl₂: Samchun Pure Chemical / canxi clorua, khan, 96,0%

NaCl: Samchun Pure Chemical / natri clorua, 99%

Trong bảng 1, tỷ lệ mol được dùng để chỉ tỷ lệ mol của chất tạo gel hoặc của chất thúc đẩy sự tạo gel trên một đơn vị glucoza của HPMC, và tỷ lệ mol của đơn vị lặp lại trong trường hợp chất tạo gel. Ngoài ra, tổng hàm lượng chất rắn là tỷ lệ khối lượng của chất rắn so với tổng khối lượng của mỗi tấm hydrogel trong số các tấm hydrogel theo các ví dụ 1 đến 8 và các ví dụ so sánh 1 đến 4 theo phần trăm.

Ví dụ đánh giá 1: Đo độ cứng của gel

Mỗi dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí theo các ví dụ 1 đến 8 và các ví dụ so sánh 1 đến 4 được nạp vào cốc và được để gel hóa, và độ cứng của gel được đo. Trong trường hợp này, độ cứng được đo bằng cách sử dụng máy phân tích cấu trúc Brookfield CT3 trong các điều kiện đầu đo hình trụ, tải lượng kích hoạt 4,0 g, và tốc độ 0,5 mm/giây.

FIG.2 là biểu đồ so sánh độ cứng của mỗi trong số các hydrogel được tạo ra theo các ví dụ từ 1 đến 8 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 3.

Liên quan đến FIG.2, có thể thấy rằng các hydrogel được tạo ra theo các ví dụ 1 đến 8 trong đó có chứa carrageenan có độ cứng cao hơn so với các hydrogel được tạo ra theo ví dụ so sánh 2 và ví dụ so sánh 3 trong đó lần lượt có chứa gôm xanthan và gôm gellan làm chất tạo gel. Tương tự, trong trường hợp ví dụ so sánh 4, trong đó có chứa gôm guar, gel được tạo ra không đủ, và do đó phép đo độ cứng là không thể.

Ví dụ đánh giá 2: Đo tỷ lệ mất mát ẩm

Mỗi dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí theo các ví dụ 1 đến 8 và Ví dụ so sánh 1 được sử dụng để tạo ra mảnh hydrogel có kích cỡ 3,0 cm (chiều rộng) x 3,0 cm (chiều dài) và độ dày 0,1 cm. Mảnh hydrogel này được làm khô ở nhiệt độ trong phòng, và khối lượng của nó trước và sau khi được làm khô được đo bằng cách sử dụng cân (FX-3000i, A&D Company Limited, Japan). Sau đó, tỷ lệ mất mát ẩm được tính bằng phương trình 1 dưới đây.

[Phương trình 1]

Tỷ lệ mất mát ẩm (%) = {(Khối lượng mảnh trước khi được làm khô – Khối lượng mảnh sau khi được làm khô) / Khối lượng mảnh trước khi được làm khô} x 100

FIG.3 là biểu đồ tỷ lệ mất mát ẩm theo các ví dụ từ 1 đến 8 và ví dụ so sánh 1.

Liên quan đến FIG.3, có thể thấy rằng các tấm hydrogel được tạo ra theo các ví dụ 1 đến 8 trong đó HPMC được sử dụng có tỷ lệ mất mát ẩm tương tự như tỷ lệ mất mát ẩm của tấm hydrogel được tạo ra theo ví dụ so sánh 1 trong đó HPMC không được sử dụng.

Ví dụ đánh giá 3: Đo lực dính bám

Mỗi hydrogel được tạo ra theo các ví dụ 1 đến 8 và các ví dụ so sánh 1 đến 3 được sử dụng để đo lực dính bám sử dụng máy phân tích cấu trúc Brookfield CT3 trong điều kiện đầu đo hình trụ và tốc độ 0,5 mm/giây.

FIG.4 là biểu đồ so sánh lực dính bám của mỗi trong số các hydrogel được tạo ra theo các ví dụ từ 1 đến 8 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 3.

Liên quan đến FIG.4, có thể thấy rằng các hydrogel được tạo ra theo các ví dụ 1 đến 8 có lực dính bám cao hơn các hydrogel được tạo ra theo các ví dụ so sánh 1 đến 3.

<Phân tích các tính chất của tấm hydrogel theo độ nhớt của xenluloza ete>

Ví dụ 9

HPMC (HPMC 2910 có bán trên thị trường từ Lotte Fine Chemical Co., Ltd.), carrageenan (MSC Co., Ltd.), gôm đậu locust (LBG Sicilia Ingredients), và kali clorua (Sigma Aldrich) được trộn để tạo ra chế phẩm dùng cho tấm hydrogel. Trong trường hợp này, carrageenan, gôm đậu locust, và kali clorua được trộn lần lượt ở tỷ lệ 0,3 mol (tính theo đơn vị lặp lại), 0,1 mol (tính theo đơn vị lặp lại), và 0,07 mol, trên 1 mol đơn

vị glucoza của HPMC. Tức là, HPMC, chất tạo gel (carrageenan + gôm đậu locust), và kali clorua được trộn ở tỷ lệ mol 1:0,4:0,07. Tương tự, độ nhớt của dung dịch nước HPMC 2% khối lượng đo được ở 20°C sử dụng nhớt kế Ubbelohde là 15 cp.

Sau đó, chế phẩm dùng cho tấm hydrogel được cho vào nước nóng 85°C, và hỗn hợp được khuấy để tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel. Trong trường hợp này, tổng hàm lượng các chất rắn (chế phẩm dùng cho tấm hydrogel) trong dung dịch chế phẩm tấm hydrogel là 5% khối lượng.

Sau đó, dung dịch chế phẩm tấm hydrogel được duy trì ở 60°C trong 60 phút để thực hiện quy trình loại khí trong đó bọt khí được tạo ra trong dung dịch bay hơi một cách tự nhiên và sau đó được xả ra ngoài. Trong trường hợp này, độ nhớt của dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí (hàm lượng chất rắn là 5% khối lượng) đo được trong điều kiện 60°C và 60 vòng/phút sử dụng nhớt kế Brookfield là 1677 cp.

Sau đó, dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí được đúc đến độ dày 0,1 mm ở nhiệt độ trong phòng và sau đó được gel hóa để tạo ra tấm hydrogel.

Các ví dụ 10 đến 12 và các ví dụ so sánh 5 và 6

Các tấm hydrogel được tạo ra theo cách giống như trong ví dụ 9 ngoại trừ việc độ nhớt của dung dịch nước HPMC 2% khối lượng và độ nhớt của dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí là như được liệt kê trong bảng 2 dưới đây.

Ví dụ đánh giá 4

Mức độ bọt khí còn trong dung dịch chế phẩm tấm hydrogel mà đã được duy trì ở 60°C trong 60 phút theo các ví dụ 9 đến 12 và các ví dụ so sánh 5 và 6 (tức là, mức độ loại khí) được quan sát bằng mắt thường.

Trong bảng 2 dưới đây, “x” có nghĩa là trạng thái trong đó hầu như tất cả các bọt khí đã bay lên, để lại dung dịch trong suốt trong đó số lượng nhỏ bọt khí còn lại ở phần trên của nó. Tương tự, “Δ” có nghĩa là trạng thái trong đó phần dưới của dung dịch là trong suốt, nhưng phần trên của dung dịch được bao phủ bằng lớp dày bọt khí, và “o” có nghĩa là trạng thái trong đó các bọt khí vẫn còn trên khắp dung dịch.

Ví dụ đánh giá 5

Mỗi tấm hydrogel được tạo ra theo các ví dụ 9 đến 12 và các ví dụ so sánh 5 và 6 được cắt thành các mảnh có kích cỡ 7 cm (rộng) × 7 cm (dài), và mảnh này được sử

dụng để đo độ bền của tấm gel, kết quả được thể hiện trên bảng 2 dưới đây. Trong trường hợp này, các điều kiện đo là như sau.

- Thiết bị: Máy phân tích cấu trúc Brookfield CT3
- Đầu đo: TA41 (đầu đo hình trụ)
- Bàn cơ sở cố định: Ta-BT-KTI
- Loại thử nghiệm: nén
- Loại đích: cự ly
- Giá trị đích: 30 mm
- Tải lượng kích hoạt: 2 g
- Tốc độ thử nghiệm: 0,5 mm/giây

Bảng 2

	Độ nhớt của HPMC (cp)	Độ nhớt của chế phẩm dùng cho tấm hydrogel (cp)	Mức độ loại khí	Độ bền của tấm gel (g)
Ví dụ 9	15	1677	×	101,5
Ví dụ 10	150	3354	×	100,8
Ví dụ 11	200	3818	×	93,4
Ví dụ 12	300	4184	×	89,3
Ví dụ so sánh 5	400	5562	Δ	74,3
Ví dụ so sánh 6	500	6202	○	74,8

Liên quan đến bảng 2, có thể xác nhận rằng các ví dụ 9 đến 12, trong đó độ nhớt của dung dịch nước HPMC 2% khối lượng là 3 cp đến 300 cp, đã thể hiện độ nhớt của dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã được loại khí (hàm lượng chất rắn là 5% khối lượng) là nằm trong khoảng từ 500 cp đến 5000 cp, và trạng thái trong đó hầu như tất cả bọt khí đã bay lên sau 60 phút loại khí, để lại dung dịch chế phẩm tấm hydrogel trong suốt chỉ chứa một số lượng nhỏ bọt khí còn lại ở phần trên của chúng. Mặt khác, các dung dịch chế phẩm tấm hydrogel theo các ví dụ so sánh 5 và 6, mà được tạo ra từ các

chế phẩm dùng cho tấm hydrogel chứa HPMC có độ nhớt nằm ngoài khoảng trên, thể hiện trạng thái trong đó phần trên của dung dịch được bao phủ bằng một lớp dày bọt khí, hoặc thể hiện trạng thái trong đó các bọt khí vẫn còn trong khắp dung dịch thậm chí sau 60 phút loại khí.

Các FIG.5 và 6 lần lượt minh họa hình ảnh các tấm hydrogel được tạo ra theo ví dụ 9 và ví dụ so sánh 5. Liên quan đến các FIG.5 và 6, có thể xác nhận rằng bọt khí không được thấy trong tấm hydrogel được tạo ra theo ví dụ 9, trong khi đó lượng lớn bọt khí được thấy trong tấm hydrogel được tạo ra theo ví dụ so sánh 5.

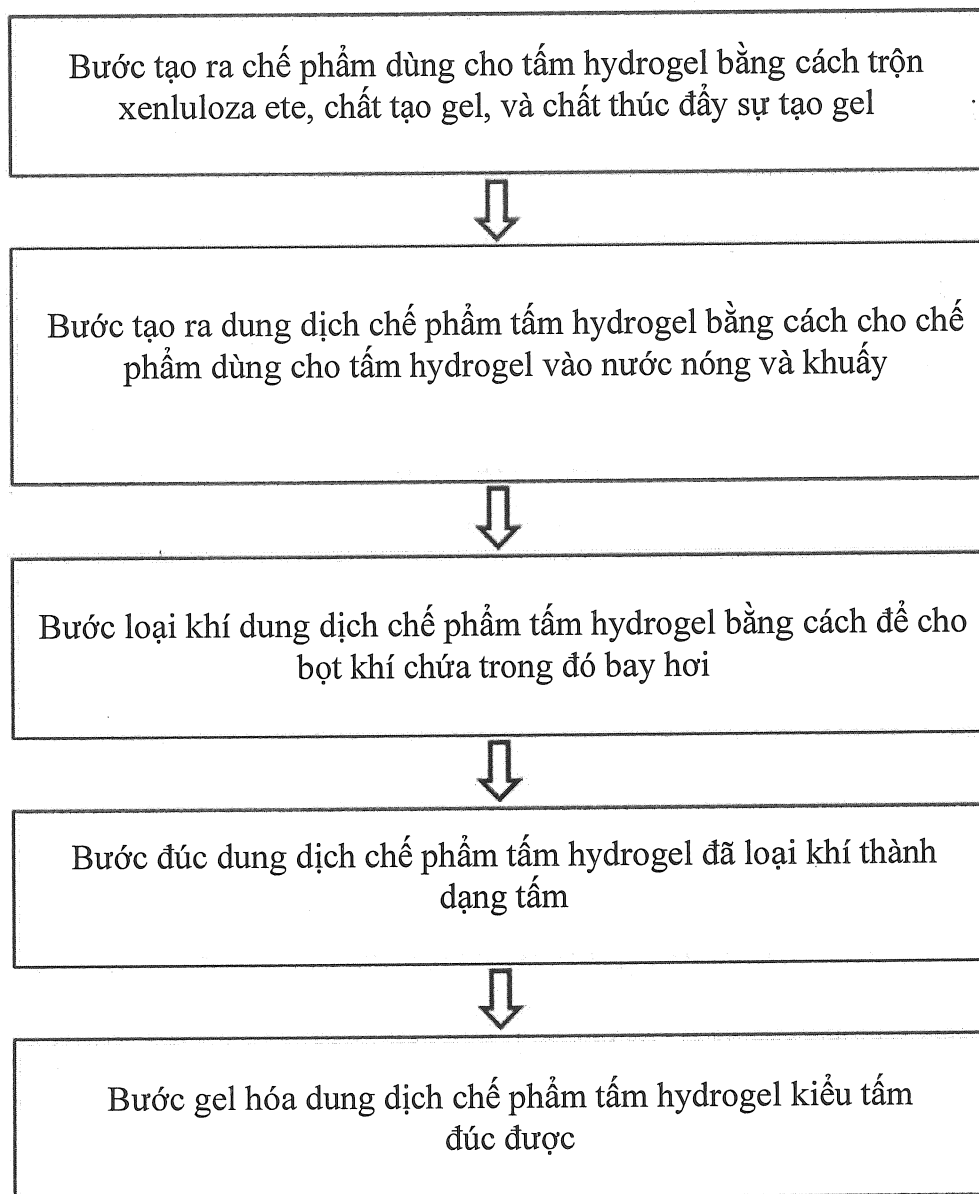
Ngoài ra, có thể xác nhận rằng các tấm hydrogel được tạo ra theo các ví dụ 9 đến 12 thể hiện độ bền cao hơn độ bền của các tấm theo các ví dụ so sánh 5 và 6.

Các ví dụ được bộc lộ trong sáng chế được dự tính để minh họa mà không giới hạn tinh thần của sáng chế, và phạm vi của sáng chế sẽ được hiểu bởi phân yêu cầu bảo hộ kèm theo và bao hàm tất cả các phương án tương đương nằm trong phạm vi của sáng chế.

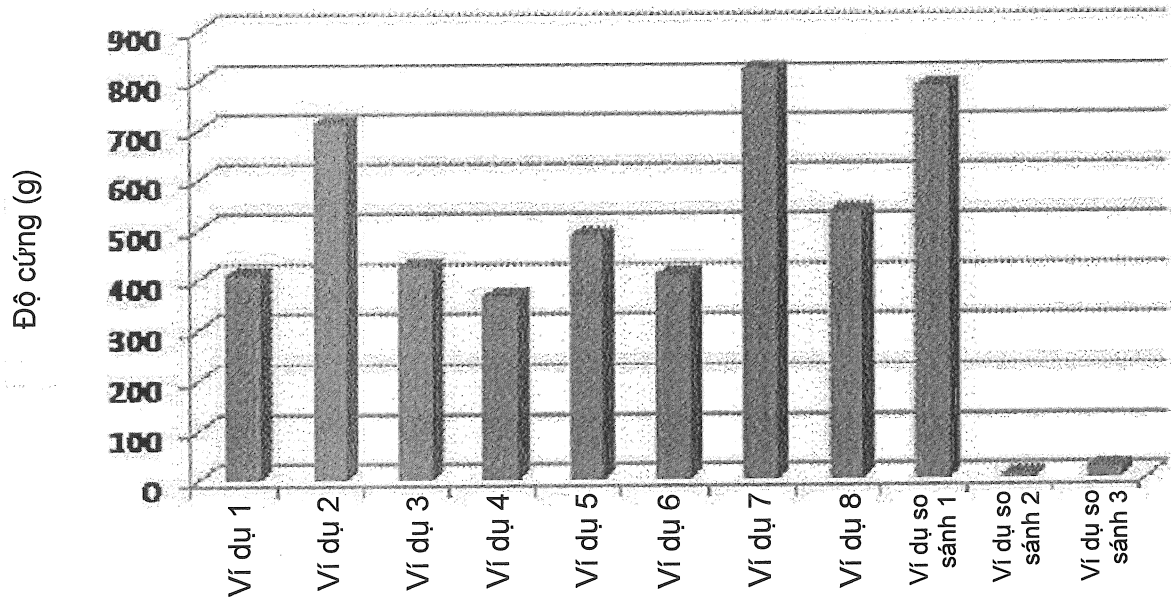
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất tấm hydrogel, phương pháp này bao gồm các bước:
 - tạo ra chế phẩm dùng cho tấm hydrogel bằng cách trộn xenluloza ete, chất tạo gel, và chất thúc đẩy sự tạo gel;
 - tạo ra dung dịch chế phẩm tấm hydrogel bằng cách cho chế phẩm dùng cho tấm hydrogel vào nước nóng và khuấy;
 - loại khí dung dịch chế phẩm tấm hydrogel bằng cách để cho bọt khí chứa trong đó bay hơi;
 - đúc dung dịch chế phẩm tấm hydrogel đã loại khí thành dạng tấm; và
 - gel hóa dung dịch chế phẩm tấm hydrogel kiểu tấm đúc được,trong đó dung dịch nước xenluloza ete 2% khối lượng có độ nhớt là 15 cp đến 300 cp, như được đo trong điều kiện 20°C sử dụng nhớt kế Ubbelohde.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nhiệt độ của nước nóng là 70°C đến 100°C.
3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước loại khí được thực hiện bằng cách duy trì dung dịch chế phẩm tấm hydrogel ở nhiệt độ 55°C đến 65°C trong thời gian từ 20 phút đến 60 phút.

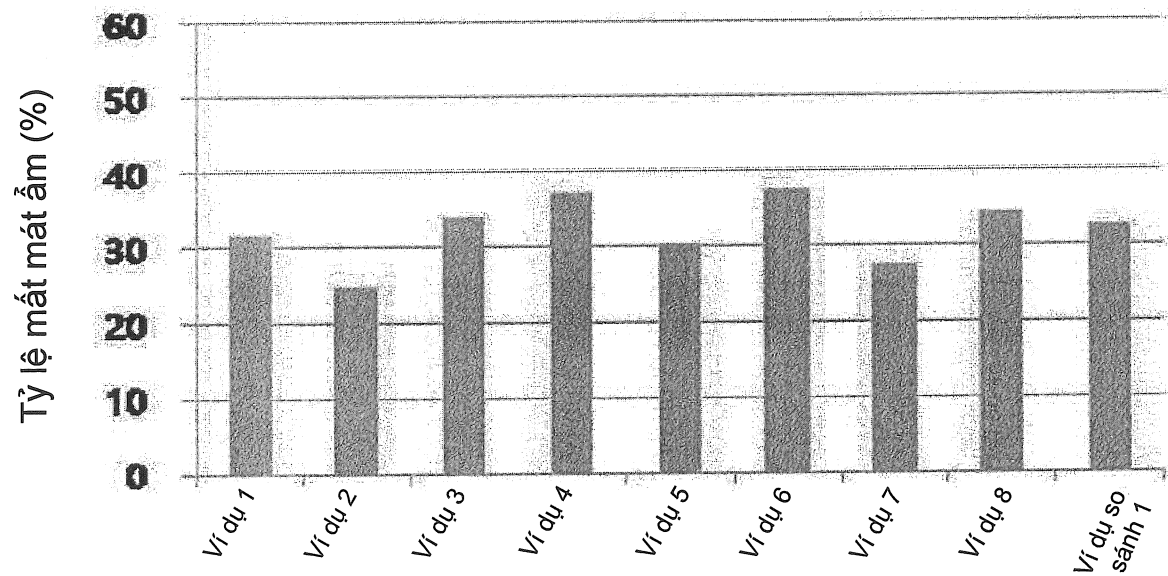
【FIG.1】



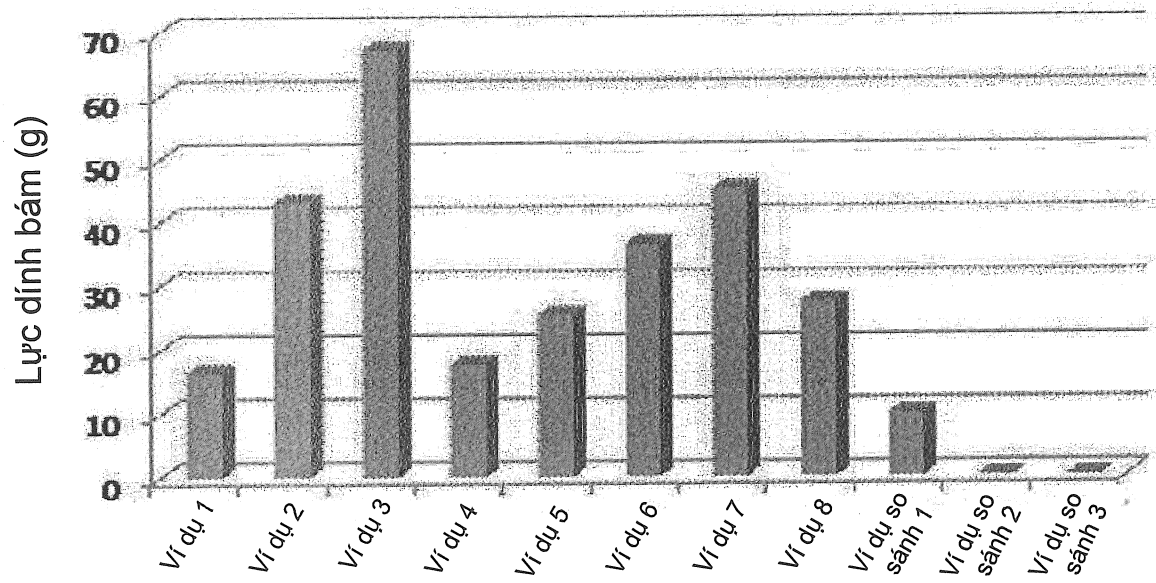
【FIG.2】



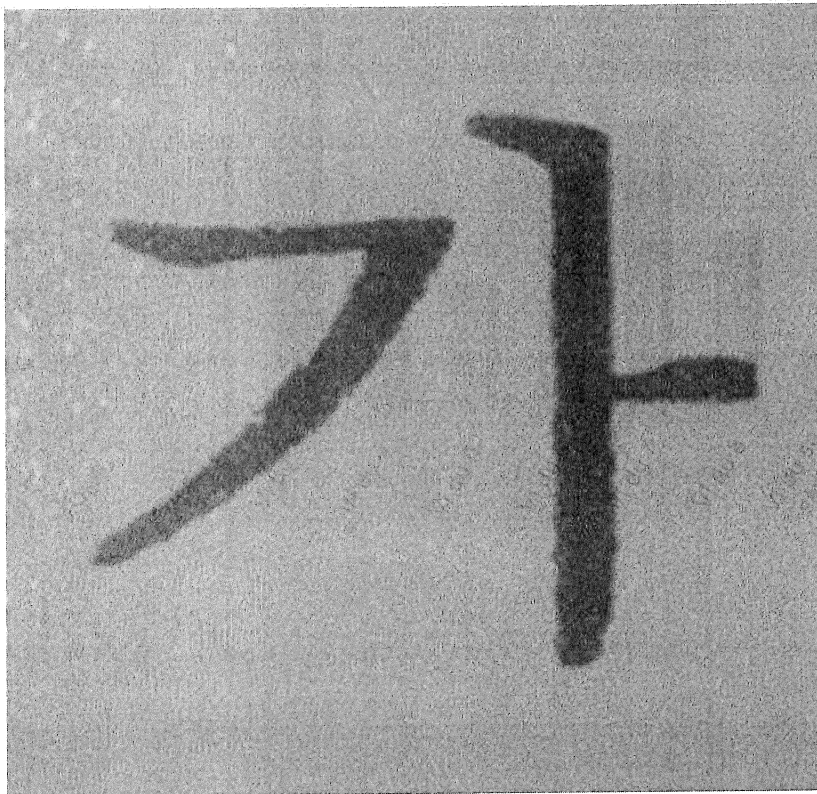
【FIG.3】



【FIG.4】



【FIG.5】



【FIG.6】

