



(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)



1-0034204

(51)⁷ C11D 3/14; C11D 3/382

(13) B

(21) 1-2018-00176

(22) 29/06/2016

(86) PCT/EP2016/065090 29/06/2016

(87) WO2017/009042 A1 19/01/2017

(30) 15176607.8 14/07/2015 EP

(45) 26/12/2022 417

(43) 26/04/2018 361A

(73) UNILEVER GLOBAL IP LIMITED (GB)

Port Sunlight, Wirral, Merseyside, CH62 4ZD, United Kingdom

(72) FLENDRIG Leonardus Marcus (NL); LAM Stephanie (US); LA MOLA Valentina (IT); SALGADO MATINA Maria Julia (AR); VELEV Orlin Dimitrov (US); VELIKOV Krassimir Petkov (BG).

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

(54) CHẾ PHẨM LÀM SẠCH

(57) Sáng chế thuộc lĩnh vực các chế phẩm làm sạch. Cụ thể là, sáng chế liên quan đến chế phẩm làm sạch dạng lỏng chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa. Sáng chế đề cập đến chế phẩm làm sạch chứa nước, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa, chất điện phân, các hạt mài mòn 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 này, trong đó phương pháp này bao gồm bước xử lý lực cắt cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm làm sạch. Cụ thể là, sáng chế đề cập đến chế phẩm làm sạch chứa chất hoạt động bề mặt tẩy rửa, chất điện phân và các hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật 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 các 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, 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 mà 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, khả năng 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 có trong chế phẩm. Từ quan điểm môi trường bền vững, điều này là không 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.

Các chế phẩm rửa chén dành cho tay thích hợp để rửa chén là phổ biến. Các chế phẩm này không chỉ có hiệu suất tạo bọt thích hợp mà còn có khả năng đem đến khả năng loại bỏ dầu mỡ và chất bẩn tuyệt vời. Việc làm sạch vết bẩn cứng

đầu trên bề mặt cứng có thể khó khăn và các hạt mài mòn có thể được đưa vào để đem lại hiệu suất làm sạch tốt hơn. Tuy nhiên, các hạt này có thể ảnh hưởng tiêu cực đến hiệu suất tạo bọt.

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 chất 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 đề cập đến các chế phẩm tương tự, trong đó xu hướng các sợi cam được hoạt hóa để tạo thành các dư lượng có thể nhìn thấy trên thành của bình chứa được khắc phục bằng việc bổ sung polyacrylat. 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. Nhất 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 này bộc lộ sự kết hợp của xenluloza vi khuẩn dạng mắt lưới với chất hoạt động bề mặt cation và đồng tác nhân (như hydroxyetyl xenluloza cation, tinh bột cation đã hồ hóa sơ bộ, 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 với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1,5% trọng lượng có ít nhất 80% tế bào với vách sơ cấp, độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 2 và ít nhất một chất

hoạt động bề mặt tẩy rửa. Sợi xenluloza được sử dụng để đem đến 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 quan được cải thiện cho người tiêu dùng. Do đó, mục đích của sáng chế cũng là 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 là, 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 các 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 và/hoặc các thuộc tính cảm quan khác của chúng. Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm sạch có giảm thiểu tác động đến môi trường, mà không làm 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 chứa các vi sợi, đã được tách sợi đến mức độ thích hợp, sao cho thông số 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, ngay cả khi có mặt các hạt.

Theo đó, theo khía cạnh thứ nhất, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm làm sạch, chứa:

- a. nước;
- b. một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng;
- c. chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng;

d. hạt mài mòn với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5%; và
 e. 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 chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9;

trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt 21 giây⁻¹ ở 25°C; 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
- 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 đề xuất chế phẩm làm sạch, chứa:

a. nước;

b. một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng;

c. chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng;

d. hạt mài mòn với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng; và

e. 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 chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9;

trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt 21 giây⁻¹ ở 25°C; 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
- 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 đề xuất chế phẩm làm sạch, chứa:

- a. nước;
 - b. một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng;
 - c. chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng;
 - d. hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng; và
 - e. 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 chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9;
- trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt 21 giây⁻¹ ở 25°C; 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
- 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 có đặc tính mong muốn bao gồm độ ổn định bọt được tăng cường có thể được điều chế bằng các phương pháp chứa bước xử lý lực cắt 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 5 đến 30% trọng lượng;
- c. chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng;
- d. hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng; và
- e. 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 chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9;

trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt 21 giây⁻¹ ở 25°C;

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 chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi, qua đó việc xử lý bao gồm bước xử lý có lực cắt cao được chọn từ quá trình đồng nhất 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;

trong đó chất điện phân và các hạt mài mòn được trộn vào pha nước sau bước iii; và trong đó các thành phần khác của chế phẩm làm sạch được trộn riêng 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 5 đến 30% trọng lượng;

c. chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng;

d. hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng; và

e. 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 chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9;

trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt 21 giây⁻¹ tại 25°C;

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 chứa chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi, qua đó việc xử lý bao gồm bước xử lý có lực cắt cao và trong đó 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 chất điện phân và các hạt mài mòn được trộn vào pha nước sau bước iii; và 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 đặc tính mong muốn, bao gồm cả độ ổn định bọt tăng cường nói trên. Do đó, theo khía cạnh thứ sáu, mục đích của sáng chế cũng 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 việc 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, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng, chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng và hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật với lượng nằm trong khoảng 0,1 đến 5% trọng lượng, trong đó chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9, trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6 Pa.s khi đo

với tốc độ cắt là 21 giây^{-1} tại 25°C ; và trong đó chế phẩm làm sạch 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 việc 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 có chứa nước, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng, chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng và hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng, trong đó chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9, trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt là 21 giây^{-1} ở 25°C ; và trong đó chất liệu vách tế bào được tách sợi có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,010 Hz.

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 chỗ 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 rằng 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°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. Dạng và công thức điều chế chế phẩm chính xác có thể được điều chỉnh để phù hợp với kiểu ứng dụng dự định, như đã biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. 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. Thêm vào đó, 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 lớn 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 các chất hoạt động bề mặt ion lưỡng 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 kết hợp giữa chất hoạt động bề mặt anion và không ion. Các hỗn hợp các chất hoạt động bề mặt anion và không ion tổng hợp, hoặc hệ chất hoạt động bề mặt anion trộn lẫn toàn bộ hoặc hỗn hợp các chất hoạt động bề mặt anion, các chất hoạt động bề mặt không ion và các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính hoặc ion lưỡng tính đều có thể được sử dụng tùy theo sự lựa chọn của người điều chế chế phẩm theo công thức cho việc tẩy rửa 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 là phổ biến 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). Xà phòng được ưu tiên được làm bằng cách trung hòa axit béo dừa được hydro hóa, ví dụ Prifac® 5908 (của Croda). Hỗn hợp của axit béo bão hòa và không bão hòa cũng có thể được sử dụng.

Các chất hoạt động bề mặt tẩy rửa không ion là phổ biến trong lĩnh vực. Chất hoạt động bề mặt không ion được ưu tiên là rượu được etoxyl hóa có từ 12 đến 18 nguyên tử cacbon, chứa từ 3 đến 9 đơn vị etylen oxit trên mỗi phân tử. Chất hoạt động bề mặt không ion được ưu tiên hơn 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 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 sulphosuccinat, 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 ví dụ điển hình của 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, alkyltrimethylbetain hoặc alkylpolyoxybetain.

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 5 đến 30% trọng lượng. Chế phẩm làm sạch chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng ít nhất là 6% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 7% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 8% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 9% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là ít nhất 10% trọng lượng, và còn tốt hơn nữa là ít nhất 12% trọng lượng. Chế phẩm làm sạch chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng lên đến 28% trọng lượng, tốt hơn nữa là đến 26% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là đến 24% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là đến 22% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là đến 20% trọng lượng và còn tốt hơn nữa là đến 18% 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 6 đến 28% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 7 đến 26% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 8 đến 24% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là từ 9 đến 22% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là từ 10 đến 20% trọng lượng và còn tốt hơn nữa là từ 12 đến 18% trọng lượng.

Chất điện phân

Chất điện phân là muối hữu cơ và vô cơ hòa tan trong nước (trừ chất hoạt động bề mặt anion), trong đó cation được chọn từ kim loại kiềm, kim loại kiềm thổ, amoni và hỗn hợp của chúng và anion được chọn từ clorua, sulfat, phosphat, axetat, nitrat và hỗn hợp của chúng. Đặc biệt hữu ích là magie, kali, natri và amoni clorua và/hoặc sulfat. Tốt hơn là chất điện phân chứa magie sulphat và tốt hơn nữa là các chất điện phân chứa magie sulphat với lượng ít nhất là 50% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 80% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là ít nhất 90% trọng lượng và thậm chí còn tốt hơn nữa ít nhất 95% trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng của chất điện phân.

Chế phẩm làm sạch theo bất kỳ khía cạnh nào của sáng chế chứa chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng. Chế phẩm làm sạch tốt hơn là chứa chất điện phân với lượng ít nhất là 1% trọng lượng, tốt hơn nữa ít

nhất 2% trọng lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 3% trọng lượng. Chế phẩm làm sạch tốt hơn là chứa chất điện phân với lượng lên đến 7% trọng lượng, tốt hơn nữa là lên đến 6% trọng lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là đến 5% trọng lượng. Do đó, chế phẩm làm sạch tốt hơn là chứa chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 7% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 2 đến 6% trọng lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là từ 3 đến 5% trọng lượng.

Hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật

Các hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật, có nghĩa là các hạt này có nguồn gốc từ các chất liệu thực vật như đá mỡ, hạt ngô bắp, vỏ óc chó hoặc đá ôliu. Một số chất liệu thực vật có thể tương tác với mạch của chế phẩm làm sạch, ví dụ như hấp thụ nước và/hoặc các thành phần khác có mặt do đó làm thay đổi tính chất của các hạt mài mòn. Cũng có thể các chất liệu thực vật tương tác với mạch của chế phẩm làm sạch theo cách ví dụ như màu sắc có thể bị khử khỏi chất liệu thực vật. Sự tương tác giữa các hạt mài mòn và mạch của chế phẩm làm sạch có thể không được mong muốn từ quan điểm của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực và/hoặc người tiêu dùng. Điều ngạc nhiên được tìm ra là đá ôliu cho thấy sự khử màu ít hơn. Tốt hơn là, ít nhất một phần của các hạt mài mòn có nguồn gốc từ đá ôliu và tốt hơn là hạt mài bao gồm cơ bản các hạt có nguồn gốc từ đá ôliu.

Các hạt mài mòn tốt hơn có kích thước 12/40 mesh, tốt hơn là 14/35 mesh và thậm chí tốt hơn là 16/30 mesh. Nói cách khác, các hạt mài mòn tốt hơn có kích thước tương ứng là từ 1,680 đến 0,400 mm, tốt hơn nữa là từ 1,410 đến 0,500 mm và thậm chí tốt hơn nữa là từ 1,190 đến 0,595 mm.

Để đảm bảo hiệu suất làm sạch thích hợp trong khi làm giảm tổn hại của việc cạo, các hạt mài mòn tốt hơn có độ cứng Mohs từ 1 đến 7, tốt hơn nữa là độ cứng Mohs từ 2 đến 6, và tốt hơn nữa là độ cứng Mohs từ 3 đến 5 (kg/mm²).

Các hạt mài mòn được ưu tiên có nguồn gốc từ đá ô liu có kích thước 16/30 mesh.

Chế phẩm làm sạch theo khía cạnh bất kỳ nào của sáng chế chứa hạt mài mòn với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng. Chế phẩm làm sạch tốt hơn là chứa hạt mài mòn với lượng ít nhất là 0,2% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít

nhất 0,4% trọng lượng, và tốt hơn nữa là ít nhất 0,5% trọng lượng. Chế phẩm làm sạch tốt hơn là chứa hạt mài mòn với lượng lên đến 4% trọng lượng, tốt hơn nữa là đến 3% trọng lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là đến 2% trọng lượng. Do đó, chế phẩm làm sạch chứa hạt mài mòn với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 4% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,4 đến 3% trọng lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 2% trọng lượng.

Để khả dụng, các hạt mài mòn nên được phân bố đều trong chế phẩm làm sạch và ở trạng thái nổi, nghĩa là không bị chìm xuống đáy vì điều này có thể dẫn đến sản phẩm sẽ không có hạt mài mòn khi đưa vào bình và đem lại hiệu năng làm sạch kém hơn. Điều đáng ngạc nhiên được phát hiện là sự kết hợp của chất điện phân và chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi chứa các vi sợi cho phép các hạt mài mòn tiếp tục nổi lên trong khi vẫn cung cấp hiệu suất định lượng tốt, nghĩa là không quá đặc hoặc quá mỏng.

Độ pH

Chế phẩm làm sạch theo khía cạnh bất kỳ nào của sáng chế có độ pH từ 2 đến 9, tốt hơn là độ pH từ 5 đến 7.

Độ nhớt

Chế phẩm làm sạch theo khía cạnh bất kỳ nào của sáng chế có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt 21 giây^{-1} ở 25°C . Tốt hơn nữa là độ nhớt từ 0,6 đến 5 Pa.s, thậm chí tốt hơn là từ 0,7 đến 4 Pa.s, thậm chí còn tốt hơn nữa là từ 0,8 đến 3 Pa.s, thậm chí còn tốt hơn là từ 0,9 đến 2 Pa.s và tốt hơn nữa từ 1,1 đến 1,7 Pa.s.

Đối với mục đích của sáng chế này, độ nhớt được đo bằng máy đo độ nhớt kế quay HAAKE™ Viscotester™ 550 với ống MV2 (DIN 53018).

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, mà từ đó tất cả các thành phần hòa tan trong nước lạnh cơ bản đều được loại bỏ, tức là ở nhiệt độ khoảng 20°C . Điều này có thể dễ dàng đạt được bằng cách rửa với nước.

Chất liệu vách tế bào sơ cấp có nguồn gốc (tức là đã được điều chế) từ mô nhu 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 mô nhu mô tế bào thực vật có thể là bất kỳ thực vật nào có chứa nhu mô tế bào 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 ít lignin, ví dụ 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 trái cây, rễ, củ, thân củ, hạt, lá và sự kết hợp của chúng; tốt hơn 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, quả 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 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 trong việc gia nhiệt, nấu, rửa, tinh chế, phân giải pectin, miễn là chất liệu vách tế bào được tách sợi có chứa vi sợi có mặt trong chế phẩm làm sạch theo yêu cầu của sáng chế. Do đó, mô nhu mô có thể, ví dụ như, cũng được cung cấp ở dạng bột nghiền.

Các vi sợi

Trong bối cảnh của sáng chế này, các vi sợi có mặt 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 beta-1-4 glucoza 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, phần trăm trọng lượng của tổng chế phẩm dựa trên trọng lượng chất khô của chất liệu vách tế bào sơ cấp, từ đó tất cả các thành phần hòa tan trong nước lạnh cơ bản 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 đạt được hiệu quả mong muốn và phụ thuộc vào hình thức sản phẩm tổng thể. Ví dụ là, nó cũng có thể phụ thuộc vào mức độ pha loãng thông thường khi sử dụng và lượng chất liệu vách tế bào được tách sợi cần thiết trong bột khi chúng tạo thành để đem lại độ ổn định bột tăng cường cho bột. Tốt hơn là, lượng chất liệu vách tế bào được tách sợi trong chế phẩm làm sạch theo sáng chế nằm trong khoảng từ 0,15 đến 3% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,15 đến 2% trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 1,5% trọng lượng, thậm chí tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 1% trọng lượng và thậm chí còn tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 0,7% 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 không liên kết, protein, các polysacarit, các loại dầu hòa tan trong dầu, sáp và hóa chất thực vật (ví dụ carotenoid, lycopene). Điều này đạt được một cách thích hợp bằng việc sử dụng các kỹ thuật phổ biến với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật bao gồm cắt các chất liệu vách tế bào, nấu, rửa, ly tâm, tẩy và sấy.

Tốt hơn là, chất liệu vách tế bào sơ cấp chứa các vi sợi với lượng 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 chủ yếu chứa các vi sợi. Trong tài liệu này, phần trăm trọng lượng dựa trên trọng lượng chất 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 chứa 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 theo sáng chế tùy chọn chứa hemixenluloza, ví dụ như với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 40% trọng lượng. Tốt hơn là chất liệu vách tế bào sơ cấp chứa hemixenluloza, tốt hơn là ở với lượng lên đến 40% trọng lượng, ví dụ như trong khoảng từ 5 đến 40% trọng lượng, và tốt hơn nữa là với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 30% trọng lượng.

Tương tự, pectin 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 theo sáng chế tùy chọn bao gồm pectin, ví dụ với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 30% trọng lượng. Tốt hơn là, chất liệu vách tế bào sơ cấp chứa pectin, tốt hơn là ở với lượng lên đến 30% trọng lượng, ví dụ như với lượng nằm trong khoảng 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 chứa hemixenluloza và pectin.

Chất liệu vách tế bào sơ cấp trong chế phẩm làm sạch của sáng chế chứa chất liệu vách tế bào được tách sợi, tức là các vi sợi cấu thành nên các sợi có mặt trong vách tế bào sơ cấp ít nhất cũng được tách gỡ một phần mà không phá vỡ chúng. Chính nhờ mức độ tách gỡ này mà đem lại chế phẩm làm sạch của sáng chế với các đặc tính đáng ngạc nhiên của nó. Các thông số, CHP, FHP và FDP đều tương quan với mức độ tách gỡ 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, 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 một cách thích hợp bằng việc sử dụng phương pháp được mô tả trong phần ví dụ dưới đây.

Chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi một cách thích hợp bằng việc đưa nó năng lượng cơ học và/hoặc tạo lỗ hổng, nhờ đó tách gỡ các vi sợi chứa xenluloza. Điều này có thể được thực hiện như là một phần của quá trình để thu được các vi sợi từ chất liệu vách tế bào sơ cấp, nhờ đó kết quả là chất liệu vách tế bào được tách sợi được tách ra có chứa các vi sợi. Thay vào đó, chất liệu vách tế bào sơ cấp có thể được kết hợp với một hoặc nhiều thành phần khác của chế phẩm làm sạch (bao gồm chất hoạt động bề mặt), trong đó hỗn hợp cuối cùng phải chịu năng lượng cơ học và/hoặc tạo lỗ hổng, nhờ đó tách gỡ các vi sợi trong sợi xenluloza. Mức tách sợi theo yêu cầu cũng có thể đạt được bằng một loạt các phương pháp xử lý tách gỡ khác nhau như vậy, ví dụ như đầu tiên tiếp xúc dung dịch phân tán của chất liệu vách tế bào sơ cấp để xử lý lực cắt cao và ở bước sau đó, tiếp xúc hỗn hợp sơ chế của chế phẩm làm sạch với bước xử lý lực cắt cao khác. Ngoài ra, nếu quá trình tiền chế của chất liệu vách tế bào sơ cấp cung cấp đủ độ tách gỡ để tạo ra mức tách sợi theo yêu cầu trong chế phẩm làm sạch thành phẩm, thì có thể đáp ứng nhu cầu nếu các bước sản xuất mà trong đó chất liệu vách tế bào sơ cấp được kết hợp với các thành phần khác của chế phẩm làm sạch bao gồm chỉ các bước trộn với 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 của sáng chế này tốt hơn là có độ kết tinh trung bình dưới 50%. Tốt hơn là, mức độ kết tinh trung bình của xenluloza trong các vi sợi là nhỏ hơn 40%, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 35% và tốt hơn nữa là nhỏ hơn 30%. Bảng dưới đây cho thấy mức độ kết tinh trung bình của các nguồn thông thường của các vi sợi xenluloza. Nó 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 nhỏ hơn 50% trọng lượng.

Bảng 1: 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 (Sợi cam 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 thứ nhất 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 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:

a. điều chế 300 ml dung dịch nước, mẫu 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. đổ đầy dụng cụ chứa mẫu phù hợp để thực hiện CSLM với phần phân ước của mẫu được chuẩn hóa đã được nhuộm.

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

Dụng cụ chứa mẫu ở 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 đồng tiêu quét laze được trang bị đèn laze thể rắn dùng điôt phát ra tại bước sóng 561 nm và hoạt động với công suất laze cố định, sử dụng thấu kính 10x với khẩu độ là 0,40 và do đó ghi ít nhất là 25 ảnh hiển vi độc lập ở độ phân giải 1024×1024 pixel, mỗi pixel tương ứng với một kích thước mẫu trong khoảng 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 như, bằng cách loại bỏ những vật thể

có kích thước vĩ mô đó trong quá trình điều chế mẫu ở bước a hoặc bằng cách tránh chúng trong mẫu trong khi thu thập ảnh hiển vi.

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 hiển vi độc lập là các ảnh hiển vi không chồng chéo, cả trên mặt phẳng xy và theo hướng z. Các ảnh hiển vi có thể được ghi lại ở độ sâu màu cao hơn 8 bit (ví dụ ở 24 bit RGB) vì độ sâu này có thể dễ dàng chuyển đổi sang độ sâu màu thấp hơn bằng các cách đã biết.

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

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

g. chuẩn hóa từng ảnh hiển vi 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 hình ảnh bằng với khoảng tối đa cho độ sâu màu xác định, do đó yêu cầu 0,4% các điểm ảnh trở nên bão hòa;

h. thu được từng ảnh hiển vi 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 giá trị cực đại (FWHM), bằng cách đầu 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 thứ nhất chứa giá trị bằng hoặc cao hơn một nửa giá trị cực đại và kênh cuối cùng có chứa một giá trị bằng hoặc cao hơn một nửa giá trị cực đại, nhờ đó bao gồm cả kênh thứ nhất 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 hiển vi riêng lẻ.

Các bước phân tích hình ảnh kỹ thuật số có thể được thực hiện thích hợp bằng cách sử dụng phần mềm phân tích hình ảnh phổ biến bao gồm, ví dụ như, 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 trường hợp, vì

dụ như, nếu hình ảnh là hình ảnh có "thang 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 pixel 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 thích hợp sẽ là một hình ảnh có thang màu xám với 8 bit trên mỗi pixel.

Hoạt động chuẩn hóa của bước g thường được biết đến như là thao tác kéo dài biểu đồ hoặc thao tác 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 xác định. Trong hình ảnh thang 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 đến cho các hình ảnh kỹ thuật số, tương ứng với 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 của bước h, giá trị của kênh cụ thể được coi là đột biến nếu nó cao hơn đáng kể so với giá trị của các kênh liền kề, điển hình ít nhất là hệ số lớn hơn 1,5. Kênh thấp hơn nửa giá trị cực đại ở bước i tương ứng với kênh có chứa số lượng của một nửa số đếm cực đại xa nhất với kênh cực đại ở phía cường độ thấp của kênh cực đại. Tương tự, kênh cao hơn nửa giá trị cực đại với kênh có chứa số lượng của một nửa số đếm cực đại xa nhất 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.

Tốt hơn là cách để thiết lập CHP cho chế phẩm làm sạch bằng cách làm theo các quy trình trong cách thức được mô tả trong phần Ví dụ dưới đây. Các 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 sẽ 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 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.

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 việc phân tích các ảnh hiển vi CSLM, nhưng khác về cách thức 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 điều chế theo công thức.

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. 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. 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 hiển vi 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 sau

a. điều chế 300 ml mẫu có nồng độ được chuẩn hóa ở nhiệt độ phòng từ chất liệu vách tế bào 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 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 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 phân 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 phân phân ước của mẫu được chuẩn hóa;

d. đổ đầy dụng cụ chứa mẫu phù hợp để thực hiện CSLM với phân phân ước của mẫu được chuẩn hóa đã 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 của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi và/hoặc chế phẩm làm sạch. Do đó, ví dụ như, mẫu được chuẩn hóa có thể được điều chế bằng cách sử dụng dung dịch phân tán chứa chủ yếu chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi được phân tán trong nước, trong đó dung dịch phân tán là kết quả từ quá trình tách sợi. Điều này là 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 đã điều chế xong.

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

e. hình ảnh mẫu được chuẩn hóa đã nhuộm với kính hiển vi đồng tiêu quét laze được trang bị đèn laze thể rắn dùng diốt phát ra tại bước sóng 561 nm và hoạt động với công suất laze cố định, sử dụng thấu kính 40x được ngâm dầu với khẩu độ 1,25 và nhờ đó ghi ít nhất là 25 ảnh hiển vi độc lập ở độ phân giải 1024×1024 pixel, mỗi pixel tương ứng với 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% pixel được bão hòa và ghi lại các ảnh hiển vi ở độ sâu màu ít nhất là 8 bit/pixel.

Đáng chú ý là, thấu kính (cụ thể là là thấu kính 40x được ngâm dầu) được sử dụng trong quy trình để xác định FHP khác với việc 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 thức 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 nêu trên giữa các phương pháp đo CHP và FHP. Các quy trình nêu 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. FDP cung cấp thước đo cho mức độ mà các chất liệu tế bào sơ cấp được tách sợi, dựa trên phương pháp NMR (hạt nhân cộng hưởng từ) được thực hiện trên mẫu được chuẩn hóa bao gồm các chất liệu vách tế bào được tách sợi. Giống như FHP, FDP được xác định đối với chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi phân tán trong nước. Nghĩa là, FDP được xác định đối với chất liệu vách tế bào sơ cấp riêng biệt, không phải cho chế phẩm làm sạch được điều chế theo công thức 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, còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,13 Hz, còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,15 Hz và vẫn 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, còn tốt hơn nữa là nhiều nhất 0,30 Hz và vẫn 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 phức hồi CPMG, và phân tích dữ liệu để tính giá trị FDP.

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

a. điều chế 300 ml mẫu có nồng độ được chuẩn hóa ở nhiệt độ phòng của 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 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 một 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 phần phân ước của mẫu có nồng độ và độ pH được chuẩn hóa đến ống NMR đáy phẳng có đường kính 10mm, đảm bảo chiều cao đổ đầy sao cho khi đặt mẫu trong quang phổ NMR ở 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 như, mẫu được chuẩn hóa có thể được điều chế bằng cách sử dụng dung dịch phân tán bao gồm chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi về cơ bản được phân tán trong nước, trong đó dung dịch phân tán là kết quả từ quá trình tách sợi. Cách thức 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 chế phẩm làm sạch, sau khi đã được điều chế xong.

Bước phân bố b nhằm mục đích tạo ra sự phân bố đồng đều chất liệu vi sợi trên khối lượng mẫu, trong khi đó hiệu quả được hạn chế và 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 đầy 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 và độ pH được chuẩn hóa sẽ được gọi là mẫu được chuẩn hóa.

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 phần 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 tới ống NMR đáy phẳng có đường kính 10mm, đảm bảo chiều cao đồ đầy sao cho khi đặt mẫu trong quang phổ NMR ở 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 T_2 (Carr Purcell Mayboom Gill), 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 trong đường phân phối T_2 của mẫu được chuẩn hóa, 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 sợi và xác định trong đường phân phối T_2 của khung mẫu đối chiếu, đỉnh tương ứng với pha nước lớn;

k. tính T_2 (mẫu), 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 mẫu được chuẩn hóa và tính T_2 tương tự (khung) 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 bằng công thức

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

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, trang 630-638 / *Modified spin-echo method for measuring nuclear relaxation times*, Meiboom, S., Gill, D., *Review of Scientific Instruments*, Volume 29, Issue 8, 1958, trang 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 cách đo thông thường để đảm bảo việc ghi lại các dữ liệu đáng tin cậy phổ biến trong trường quang phổ NMR miền thời gian. Ví dụ, trường nên được đồng nhất đủ ở điểm nơi mà khối lượng mẫu được đặt. Tính đồng nhất của trường có thể được kiểm tra bằng cách xác minh xem liệu mẫu nước tinh khiết đối chiếu có tạo ra T_2^* (T-hai sao) cho các proton nước lớn hơn 2 phần ngàn giây hay không.

Sự chuyển đổi Laplace ngược ở bước i có thể được thực hiện một cách thích hợp bằng cách sử dụng thuật toán bình phương nhỏ nhất không âm lsqnonneg (Lawson, C.L. và 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 là phổ biến, 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 là đủ đồng nhất. Nói chung,

đỉnh cần được chọn trong đường phân phối T_2 là tương ứng với các 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 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 phù hợp qua phép 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 trên chiều rộng của đỉnh.

Cách thiết lập FDP cho chế phẩm làm sạch được ưu tiên 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 nhất định như là quy trình trên.

Kết hợp các thông số

Chế phẩm làm sạch mà 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 tính đến. Ví dụ, chế phẩm làm sạch mà 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 là được ưu tiên. Tương tự như vậy, chế phẩm làm sạch mà 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

tạo ra theo các phương pháp này làm tăng cường đáng kể độ ổn định của bột, đặc biệt là nếu chế phẩm được pha loãng để tạo ra bột hoặc xà phòng. Những đặc tính đáng ngạc nhiên này được cho là do điều kiện điều chế cụ thể 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 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 thích hợp cho mục đích sử dụng cối quy mô gia đình (bao gồm, ví dụ như, các chế phẩm rửa bát bằng tay được điều chế theo công thức). Cụ thể là, được ưu tiên 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 dành cho chế phẩm làm sạch ở trên. Đặc biệt 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 việc 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 để 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 đĩa hoặc máy trộn trực tiếp Silverson.

Dung dịch tán nước 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, dung dịch phân tán 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 bao gồm 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 lỗ hồng. Để đạt được hiệu quả này, việc xử lý bao gồm bước xử lý lực cắt cao được lựa chọn từ quá trình đồng nhất hóa áp suất cao với áp suất từ 500 đến 2000 bar và xử lý vi hóa lỏng ở áp suất từ 500 đến 2000 bar.

Cả quá trình đồng nhất hóa áp suất cao và xử lý vi hóa lỏng đều là những kỹ thuật phổ biến, liên quan đến các thiết bị phổ biến. Tốt hơn là, bước xử lý lực cắt cao là quá trình đồng nhất hóa áp suất cao theo quy định, tốt hơn nữa, nó 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 được ưu tiên là pha nước ở 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 bước và/hoặc các giai đoạn của quy trình xử lý - có thể là quá trình đồng nhất hóa áp suất cao hay xử lý vi hóa lỏng - cần thiết để đạt được các lợi ích của sáng chế này có thể phụ thuộc vào nồng độ của chất liệu vách tế bào sơ cấp có mặt và về mức độ nghiền nhỏ/ xử lý sơ bộ trước bước này, nhưng dễ dàng xác định bằng thử nghiệm.

Việc xử lý ở bước iii sao cho qua việc xử lý này, thông số đồng nhất sợi FHP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 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 vẫn 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.

Tương tự như vậy, cũng được ưu tiên là việc xử lý trong bước iii 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. Trong tài liệu này, 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 vẫn còn 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 một cách thuận tiện nếu dung dịch phân tán trong nước về cơ bản gồm có 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 là tương đối dễ hiểu.

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

Các thành phần của chế phẩm làm sạch khác với 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 chứa 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 đánh giá bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Tuy nhiên, cần lưu ý rằng dung dịch phân tán trong nước ở bước iii phải phù hợp với việc xử lý mà nó phải tuân theo.

Phương pháp theo sáng chế có thể phù hợp với các bước và thiết bị thông thường phổ biến trong lĩnh vực sản xuất các chế phẩm làm sạch, đặc biệt đối với các chế phẩm làm sạch trong quy mô 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 như, 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 liệu và thứ tự của các bước xử lý được dự tính miễn là các yêu cầu của FDP và/hoặc FHP được đáp ứng cho kết quả của chế phẩm làm sạch. 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 FDD 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, bước 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 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.

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.

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, bởi 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 bột nhờ bản chất của cấu trúc cụ thể là kết quả của 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 ở 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 nếu 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 khi xử lý, thông số tách sợi FDP của chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi ít nhất là 0,10 Hz. Trong tài liệu này, 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 vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,18 Hz. Chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi tốt hơn là 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 nếu 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 khi xử lý, 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, 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 đồng nhất 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.

Cách dùng theo sáng chế này

Sáng chế cũng đề cập đến việc 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, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng, chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng và hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng, trong đó chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9, trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt là 21 giây⁻¹ ở 25°C; và trong đó chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất về thành phần CHP

ít nhất là 0,030. Trong tài liệu này, thông số 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, còn 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 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, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng, chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng và hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng, trong đó chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9, trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa khi đo với tốc độ cắt 21 giây⁻¹ ở 25°C; và trong đó chất liệu vách tế bào được tách sợi có thông số tách sợi FDP ít nhất là 0,010 Hz.

Trong tài liệu này, 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 vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất 0,18 Hz. Chất liệu vách tế bào sơ cấp được tách sợi tốt hơn là 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.

Sáng chế cũng liên quan đến việc 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, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt chất tẩy rửa với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30% trọng lượng, chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng và hạt mài mòn có nguồn gốc thực vật với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng, trong đó chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9, trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt ở 21 giây⁻¹ ở 25°C, trong đó chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất sợi 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 đồng nhất 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 máy đo nhiễu xạ tia X Bruker D8 Discover với GADDS (General Area Detector Diffraction System) (từ Bruker-AXS, Delft, NL) (phần số: 882-014900 số serial: 02-826) trong cấu hình theta. Cực dương bằng đồng được sử dụng, 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: D8 Khám phá các thông số thiết bị 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:

$$X_c (\%) = \frac{\text{Thông số đo vùng pha kết tinh}}{\text{Thông số đo vùng kết tinh + pha vô định hình}} * 100\%$$

Các vùng của 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). Dung dịch phân tán của nguồn thực vật giàu chất liệu vách tế bào sơ cấp đã được pha loãng trong nước cất dẫn đến lớp mỏng hầu hết là các sợi đơn hoặc các cụm sợi đơn. 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 bản âm tính. Đối với điều này các lưới TEM đã nạp sợi được ủ trên axit phosphotungstic 2% và phơi khô trong không khí sau khi loại bỏ lượng chất lỏng dư thừa.

Lực ly tâm

Khi lực ly tâm được xác định, 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 $\omega = \text{rpm} \times 2\pi / 60$, trong đó rpm là "vòng quay/phút" của máy ly tâm.

Các ví dụ từ 1 đến 6: Chế phẩm rửa bát dành cho tay có độ ổn định bọt được tăng cường

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

Điều chế ví dụ so sánh A

Cho 1470 gam nước khử khoáng vào cốc, sợi cam (Herbacel AQ + loại P từ Herbafoods) đã được thêm vào một lượng để tạo thành dung dịch phân tán 2%

trọng lượng. Sợi cam được để hydrat hóa trong khi khuấy khoảng 20 phút. Kết quả là dung dịch phân tán được đồng nhất bằng cách truyền nó qua máy đồng nhất áp suất cao (hãng: SPX, mẫu: APV Lab2000), 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 bố đều của chất liệu được tách sợi trên khối lượng chế phẩm bằng cách trộn với máy khuấy đĩa Silverson L4RT-A được trang bị một 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 lần lượt và hòa tan bằng cách khuấy.

Điều chế các ví dụ 1, 2, 3, 4, 5, 6

Cho 1764 gam nước khử khoáng vào cốc, sợi cam (Herbacel AQ + loại P từ Herbafoods) được thêm vào một lượng tương ứng với 0,25% trọng lượng của các chế phẩm làm sạch thành phẩm. Sợi cam được để hydrat hóa bằng cách khuấy trong khoảng 20 phút. NaOH (natri hydroxit), LAS (alkyl benzene sulfonat mạch thẳng), SLES (natri lauryl ete sulfat), chất càn hóa, chất bảo quản và axit được thêm vào khi trộn với lượng như được chỉ ra trong Bảng 3. Dung dịch phân tán kết quả được đồng nhất bằng cách truyền nó qua máy đồng nhất áp suất cao (hãng: SPX, mẫu: APV Lab2000), ở áp suất lần lượt là 500 bar (Ví dụ 1), 600 bar (Ví dụ 2), 700 bar (Ví dụ 3), 800 bar (Ví dụ 4), 900 bar (Ví dụ 5), và 1000 bar (Ví dụ 6). Các thành phần còn lại như được chỉ ra trong Bảng 3 sau đó được thêm lần lượt vào dung dịch phân tán được đồng nhất cuối cùng và hòa tan bằng cách khuấy.

Bảng 3

Thành phần	Ví dụ so sánh A	Ví dụ 1-6
Nước khử khoáng	58,31	70,56
Herbacel AQ + loại P	-	0,25
Dung dịch phân tán sợi cam được đồng nhất (2% trọng lượng CF)	12,50	-

SLES 1EO (70% trọng lượng)	5,36	5,36
LAS (97% trọng lượng)	11,68	11,68
NaOH (50% trọng lượng)	3,63	3,63
MgSO ₄ 7H ₂ O (44,5% trọng lượng)	5,62	5,62
Chất tạo màu, hương liệu, chất bảo quản, axit, chất càn hóa	1,90	1,90
Đá Oliu 16/30 US mesh	1,00	1,00
Tổng	100,00	100,00

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

Thông số đồng nhất về thành phần CHP được xác định cho các chế phẩm làm sạch của mỗi ví dụ từ 1 đến 6 và cho 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

120 gam của mỗi ví dụ được pha loãng đến nồng độ sợi cam là 0,100% trọng lượng trong nước khử khoáng (tạo ra 300 g dung dịch phân tán pha loãng) bằng cách sử dụng cốc thí nghiệm nhựa 500ml có đường kính 80mm. Hỗn hợp được khuấy bằng máy khuấy đĩa Silvers L4RT-A (có màn hình với ổ 1mm) ở tốc độ 2000 vòng/phút trong 60 giây. Bước trộn này đảm bảo sợi cam được phân bố đều trên thể tích mẫu pha loãng. Mẫu được giữ yên trong 15 phút để lắng cặn các hạt. Tiếp theo, 25 gam mẫu được lấy từ lớp trên cùng và chuyển vào lọ nhỏ thủy tinh.

Đối với mỗi ví dụ, 2 mL thể tích kết quả mẫu thu được đã được lấy bằng ống hút Finn (Labystems 4500, H37095) và được lắng đọng trong ống khóa an toàn Eppendorf. Cho 20 µL dung dịch nước 0,5% trọng lượng/thể tích của thuốc nhuộm Congo Red này được thêm vào bằng ống hút Finn (Labystems 4027, H56580). Mẫu được lắc nhẹ để phân tán thuốc nhuộm. Đối với hình ảnh, dụng cụ

chứa mẫu đã được đổ đầy với nguyên liệu 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 laze

Kính hiển vi đồng tiêu quét laze (CSLM) được thực hiện trên kính hiển vi đồng tiêu Leica TCS-SP5 kết hợp với khung kính hiển vi đảo ngược DMI6000. Đèn laze thể rắn dùng điôt phát ra 561 (DPSS) ở bước sóng 561nm được sử dụng với công suất laze cố định là 58% đối với hình ảnh 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 2 ảnh của 2 hình ảnh 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 để lưu hình ảnh các cạnh của dụng cụ chứa mẫu; hình ảnh đã được chụp ở khoảng cách một vài micromet từ cạnh. Khi mẫu có bọt khí, cần thận để chỉ ghi hình ảnh mà không chứa bất kỳ bong bóng nào trong khu vực nhìn. Các PMT được điều chỉnh bằng cách sử dụng các lựa chọn "khuếch đại thông minh" và "bù đắp thông minh" 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 pixel được bão hòa. Kết quả tốt nhất thu được ở cường độ 58% và độ khuếch đại là 800V. Độ phân giải của hình ảnh được đặt là 1024 x 1024 pixel và sử dụng một đường trung bình là 3. Mỗi pixel tương ứng với diện tích mẫu là 1515,2 x 1515,2 nm. 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 nào (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 được chuyển đổi sang dải màu xám 8 bit trước khi phân tích. Trong phân tích, hình

ảnh đầu tiên được tiêu chuẩn hóa (tức là kéo dài biểu đồ) bằng cách sử dụng tùy chọn "Độ tương phản nâng cao" của ImageJ, cho phép 0,4% các pixel được bão hòa. Sau bước này, biểu đồ chứa sự phân bố cường độ pixel được tính toán. Danh sách kết quả chứa số pixel cho mỗi kênh, trong đó mỗi kênh tương ứng với 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 đột biến 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 sự phân bố nhịp nhàng, giá trị 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 nửa giá trị cực đại (FWHM) được xác định bằng cách tính các kênh có giá trị cao hơn hoặc bằng nửa giá trị cực đại. Bất kỳ kênh nào có giá trị bằng không gần kênh có số đếm cao hơn nửa giá trị cực đại được đưa vào trong số đó. Số kênh thu được được chia cho 256 để cho ra một số FWHM giữa 0 và 1 cho mỗi hình ảnh riêng lẻ. Thông số đồng nhất về thành phần sau đó được tính là trung bình số 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 được tóm tắt trong Bảng 4.

Bảng 4: Thông số đồng nhất về thành phần CHP

Ví dụ	CHP	độ lệch chuẩn
A	0,0211	0,0020
1	0,0313	0,0025
2	0,0420	0,0036
3	0,0469	0,0025
4	0,0458	0,0038
5	0,0644	0,0048
6	0,0600	0,0048

Độ ổn định bột

Các công thức của chế phẩm A và chế phẩm từ 1 đến 6 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 tại thiết lập trước 5. Chất chứa trong bát được chuyển tới cốc thí nghiệm polypropylen dung tích 1 lít (đường kính đáy 96 mm, chiều cao 182 mm, từ Vitlab). Trong cốc, một lớp chất lỏng và lớp bột rõ ràng có thể phân biệt được hình thành trong vài phút. Thể tích bột được ghi lại mỗi lần 30 phút cho đến 150 phút sau khi bắt đầu thí nghiệm. Kết quả về thể tích bột được trình bày trong bảng 5 dưới đây. Tất cả ví dụ từ 1 đến 6 đều có số liệu thể tích bột đáng kể so với ví dụ so sánh A cho mỗi thời điểm ủ được ghi chép ($r \leq 0,05$ theo thử nghiệm T của học sinh với hai phân bố đuôi và cùng phương sai hai mẫu).

Bảng 5: độ ổn định bột của các ví dụ 1 - 6 so với ví dụ so sánh A

Thời gian ủ (phút)	Thể tích bột (ml $\pm$ SD, n = 2)						
	A	1	2	3	4	5	6
0	902 $\pm$ 15	940 $\pm$ 36	950 $\pm$ 14	968 $\pm$ 15	986 $\pm$ 36	990 $\pm$ 29	960 $\pm$ 26
30	800 $\pm$ 38	865 $\pm$ 34	870 $\pm$ 21	900 $\pm$ 16	922 $\pm$ 29	928 $\pm$ 28	898 $\pm$ 37
60	536 $\pm$ 36	648 $\pm$ 18	696 $\pm$ 31	714 $\pm$ 19	756 $\pm$ 32	754 $\pm$ 34	776 $\pm$ 32
90	392 $\pm$ 29	434 $\pm$ 21	484 $\pm$ 32	500 $\pm$ 16	544 $\pm$ 34	560 $\pm$ 23	594 $\pm$ 15
120	258 $\pm$ 16	296 $\pm$ 15	320 $\pm$ 14	334 $\pm$ 21	366 $\pm$ 11	400 $\pm$ 14	414 $\pm$ 29
150	162 $\pm$ 18	196 $\pm$ 18	198 $\pm$ 11	212 $\pm$ 19	250 $\pm$ 7	268 $\pm$ 22	274 $\pm$ 22
180	80 $\pm$ 16	106 $\pm$ 9	104 $\pm$ 11	134 $\pm$ 9	184 $\pm$ 9	200 $\pm$ 7	180 $\pm$ 14

Bảng 6 dưới đây cung cấp sự so sánh về việc thay đổi thể tích bột tương đối so với sự thay đổi ở 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: Thể tích bọt tương đối so với ví dụ so sánh A

Thời gian ủ (phút)	Thể tích bọt tương đối						
	A	1	2	3	4	5	6
0	1	1,04	1,05	1,07	1,09	1,10	1,06
30	1	1,08	1,09	1,13	1,15	1,16	1,12
60	1	1,21	1,30	1,33	1,40	1,41	1,45
90	1	1,11	1,23	1,28	1,39	1,43	1,52
12	1	1,15	1,24	1,29	1,42	1,55	1,60
150	1	1,21	1,22	1,31	1,54	1,65	1,69
180	1	1,33	1,30	1,68	2,30	2,50	2,25

Bảng 5 cho thấy thể tích bọt giảm theo thời gian cho tất cả các ví dụ từ 1 đến 6. 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 ở cả 6 ví dụ theo sáng chế. Điều này chứng tỏ rằng các bọt của chế phẩm theo sáng chế đã phân rã chậm hơn đáng kể so với bọt của chế phẩm so sánh.

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 5 đến 30% trọng lượng;
 - c. chất điện phân với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% trọng lượng;
 - d. hạt mài mòn với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5%; và
 - e. 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 chế phẩm làm sạch có độ pH từ 2 đến 9;
- trong đó chế phẩm làm sạch có độ nhớt từ 0,5 đến 6,0 Pa.s khi đo với tốc độ cắt 21 giây⁻¹ ở 25°C; và

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
- chế phẩm làm sạch có thông số đồng nhất về thành phần CHP, theo phương pháp được xác định trong tài liệu này, ít nhất là 0,030.

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, tốt hơn là ít nhất 0,032, 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.

3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt với lượng nằm trong khoảng từ 6 đến 28% trọng lượng, tốt hơn là từ 7 đến 26% trọng lượng, thậm chí tốt hơn là từ 8 đến 24% trọng lượng, vẫn còn tốt hơn nữa là từ 9 đến 22% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là từ 10 đến 20% trọng lượng và thậm chí còn tốt hơn nữa là từ 12 đến 18% trọng lượng.

4. Chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, 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 các chất hoạt động bề mặt ion lưỡng tính.

5. Chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, 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.