



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

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

(11)



1-0035483

(51)⁷ A61K 8/73; C09K 3/00; C08B 11/12;
C08B 15/04; A61K 8/02; A61Q 19/00

(13) B

(21) 1-2019-00050

(22) 15/06/2017

(86) PCT/JP2017/022202 15/06/2017

(87) WO/2017/217511 21/12/2017

(30) 2016-119787 16/06/2016 JP

(45) 25/04/2023 421

(43) 25/04/2019 373A

(73) Nippon Paper Industries Co., Ltd. (JP)

4-1, Oji 1-chome, Kita-ku, Tokyo 114-0002, Japan

(72) Takafumi KAWASAKI (JP); Takeshi NAKATANI (JP); Noriko MOTOYAMA (JP).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Thảo Thọ Quyền (INVENCO.,LTD)

(54) CHẾ PHẨM DẠNG SOL KHÍ TẠO BỘT VÀ KIT CHỨA CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm dạng sol khí tạo bột mà có thể được phun liên tục từ đồ chứa để tạo bột đặc và đồng đều, và bột tạo thành có độ đàn hồi nhất định cũng như là có thể dễ dàng lan tỏa trên đối tượng, và chế phẩm dạng sol khí tạo bột chứa dung dịch gốc chứa sợi nano xenluloza và chất đẩy được đề xuất. Ngoài ra, sáng chế cũng đề xuất kit chứa chế phẩm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dạng sol khí tạo bột và kit chứa chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Sản phẩm dạng sol khí thường bao gồm chất lỏng được dự định sử dụng (dung dịch gốc), chất đẩy (ví dụ, khí đã hóa lỏng hoặc khí nén), và một đồ chứa để chứa dung dịch gốc và chất đẩy này, trong đó đồ chứa này có kết cấu xả dung dịch gốc ra bên ngoài nhờ áp lực của chất đẩy. Đồ chứa này thường bao gồm bộ khởi động, và lượng dung dịch gốc và khí được xả ra có thể được kiểm soát bằng cách điều khiển bộ khởi động. Hơn nữa, dung dịch gốc được giữ kín trong đồ chứa, và do đó đảm bảo được vệ sinh và không lãng phí. Nhờ các ưu điểm này, sản phẩm dạng sol khí được sử dụng làm các sản phẩm trong gia đình như chất khử mùi, nước hoa, chất làm sạch, và sáp, các sản phẩm cá nhân như mỹ phẩm và thuốc, sản phẩm sơn, sản phẩm diệt côn trùng, sản phẩm công nghiệp như chất dò khuyết tật kim loại và chất chống gỉ, và các sản phẩm dùng cho xe ô tô. Sau đây, dung dịch gốc và chất đẩy cũng được gọi chung là chế phẩm dạng sol khí.

Trong số các chế phẩm dạng sol khí, chế phẩm dạng sol khí tạo bột được sử dụng ở trạng thái bột (bột) tại thời điểm được xả khỏi đồ chứa có các đặc điểm là chế phẩm này khó phân tán, khó chảy nhỏ giọt, khó chảy nhỏ giọt ngay cả khi được xả trên trần, tường hoặc tương tự, khó khô ngay cả khi được để trong một thời gian dài, dễ lan tỏa trên các bộ phận cần thiết, dễ loại bỏ vết bẩn bằng cách làm cho vết bẩn này nổi lên, có các đặc tính cách nhiệt nổi trội, so với chế phẩm được sử dụng ở trạng thái sương mù (sương mù hoặc xịt). Do đó, bằng cách tận dụng các đặc tính như vậy, chế phẩm dạng sol khí tạo bột được sử dụng trong nhiều ứng dụng khác nhau (ví dụ, chất làm sạch cửa sổ, bột tạo kiểu tóc, bột cạo râu, bột rửa mặt, mặt nạ điều trị da mặt, và cách nhiệt bột uretan).

Ví dụ, chế phẩm dạng sol khí bao gồm dầu và chất béo ăn được, giấm, chất tạo nhũ tương riêng, và gôm xanthan đã được sử dụng làm hỗn hợp lỏng chứa bột, mà bám dính tốt vào thức ăn (tài liệu sáng chế 1).

Hơn nữa, chế phẩm dạng sol khí chứa polyetylen glycol có mức polyme hóa

riêng và etyl xenluloza đã được biết đến (Tài liệu sáng chế 2).

Hơn nữa, chế phẩm nhuộm tóc dạng sol khí chứa hydroxyetyl xenluloza làm polyme loại polysacarit đã được biết đến (Tài liệu sáng chế 3).

Tình cờ là, chế phẩm dạng sol khí tạo bột sau đã được biết đến là không tạo bột ngay sau khi phun khỏi đồ chứa mà tạo bột từ từ sau khi phun, mặc dù chế phẩm này không phải là chế phẩm dạng sol khí. Ví dụ, đã có chế phẩm dạng sol khí tạo bột sau chứa các hạt mịn xenluloza có đường kính hạt trung bình nhỏ hơn hoặc bằng 5µm, mức polyme hóa trung bình (degree of polymerization-DP) là nhỏ hơn hoặc bằng 100, và tỷ lệ kết tinh là nhỏ hơn hoặc bằng 50% và chất hoạt động bề mặt không ion (tài liệu sáng chế 4).

Các tài liệu về giải pháp kỹ thuật đã biết

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-2006-180717

Tài liệu sáng chế 2: JP-A-2006-342119

Tài liệu sáng chế 3: JP-A-2007-326809

Tài liệu sáng chế 4: JP-A-2010-018645

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Các ví dụ về các đặc tính cần thiết cho chế phẩm dạng sol khí tạo bột ở thời điểm được xả ra khỏi đồ chứa bao gồm bột được xả ra liên tục và chế phẩm tạo bột đặc và đồng đều. Ngoài ra, các ví dụ về các đặc tính cần thiết cho chế phẩm sau khi xả bao gồm chế phẩm khó chuyển sang trạng thái lỏng do hiện tượng tan bột, và bột có độ đàn hồi nhất định cũng như là khó chảy nhỏ giọt, và bột dễ dàng lan tỏa trên đối tượng.

Theo các kỹ thuật được mô tả trong các tài liệu sáng chế 1 đến 3, việc cải thiện đặc tính bất kỳ trong số các đặc tính nêu trên được dự định bằng cách bao gồm chất làm đặc như gôm xanthan hoặc hydroxyetyl xenluloza (HEC) trong chế phẩm dạng sol khí tạo bột. Tuy nhiên, việc cải thiện này là chưa đủ.

Hơn nữa, kỹ thuật nêu trong tài liệu sáng chế 4 đề cập đến chế phẩm dạng sol khí tạo bột sau và không cải thiện đặc tính cần thiết cho chế phẩm dạng sol khí tạo bột.

Chế phẩm dạng sol khí tạo bột được phun liên tục để tạo ra bột đặc và đồng đều, và có độ đàn hồi tốt và khả năng ứng dụng cho đối tượng vẫn còn mong muốn.

Biện pháp giải quyết vấn đề

Theo một kết quả nghiên cứu mở rộng để giải quyết các vấn đề nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các vấn đề nêu trên có thể được giải quyết bằng cách bổ sung sợi nano xenluloza vào dung dịch gốc và đã hoàn thành sáng chế.

Do đó, sáng chế đề cập đến các khía cạnh sau.

1 Chế phẩm dạng sol khí tạo bột, trong đó chế phẩm này chứa: dung dịch gốc chứa sợi nano xenluloza và chất đẩy.

2 Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo mục 1, trong đó tỷ lệ hàm lượng của sợi nano xenluloza là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10% khối lượng so với tổng khối lượng của dung dịch gốc.

3 Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo mục 1 hoặc 2, trong đó sợi nano xenluloza bao gồm sợi nano xenluloza được cải biến về mặt hóa học.

4 Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo mục 3, trong đó sợi nano xenluloza được cải biến về mặt hóa học là một hoặc nhiều loại được chọn từ sợi nano xenluloza được oxy hóa và sợi nano xenluloza được ete hóa.

5 Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo mục 4, trong đó lượng nhóm carboxy chứa trong sợi nano xenluloza được oxy hóa là nằm trong khoảng từ 0,1mmol/g đến 3,0mmol/g so với khối lượng khô hoàn toàn của sợi nano xenluloza được oxy hóa.

6 Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo mục 4, trong đó sợi nano xenluloza được ete hóa là sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa.

7 Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo mục 6, trong đó mức thế bằng nhóm carboxymetyl mỗi đơn vị glucoza trong sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,50.

8 Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 7, trong đó chế phẩm dạng sol khí tạo bột là mặt nạ điều trị da mặt.

9 Kit, bao gồm: đồ chứa sol khí và chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 8 được chứa trong đồ chứa sol khí.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, sáng chế đề xuất chế phẩm dạng sol khí tạo bột mà có thể

phun liên tục từ đồ chứa để tạo thành bột đặc và đồng đều, và bột tạo thành có độ đàn hồi nhất định cũng như là có thể dễ dàng lan tỏa trên đối tượng. Hơn nữa, chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế dùng làm mặt nạ điều trị da mặt có khả năng hấp thu tốt vào da.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án thực hiện sáng chế

<A> Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế

Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế bao gồm ít nhất là dung dịch gốc chứa sợi nano xenluloza và chất đẩy, và tốt hơn là bao gồm dung dịch gốc chứa sợi nano xenluloza và chất đẩy. Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế có thể chứa thêm các chất phụ gia khác, nếu cần. Sau đây, chế phẩm dạng sol khí tạo bột sẽ được mô tả chi tiết hơn.

Chất đẩy

Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế chứa chất đẩy. Loại chất đẩy không bị giới hạn cụ thể, và có thể bao gồm chất đẩy thường được sử dụng trong các sản phẩm dạng sol khí. Ví dụ về chất đẩy này bao gồm Freon, khí dầu mỏ hóa lỏng, dimetyl ete, nitơ, khí cacbon dioxit, oxy, không khí, heli, và argon. Chất đẩy có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp hai hoặc nhiều chất đẩy. Trong số các chất đẩy này, tốt hơn là một hoặc nhiều chất đẩy được chọn từ khí dầu mỏ hóa lỏng và khí cacbon dioxit nhờ khả năng tạo bột và đặc tính tạo bột.

Tỷ lệ hàm lượng của chất đẩy không bị giới hạn cụ thể, và tỷ lệ hàm lượng này tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 60% khối lượng so với chế phẩm dạng sol khí tạo bột.

Dung dịch gốc

Dung dịch gốc chứa trong chế phẩm dạng sol khí tạo bột là một thành phần không bao gồm chất đẩy trong số các thành phần được đựng trong đồ chứa. Tỷ lệ hàm lượng của dung dịch gốc tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40 đến 99% khối lượng so với chế phẩm dạng sol khí tạo bột. Dung dịch gốc chứa sợi nano xenluloza.

1. Sợi nano xenluloza

Theo sáng chế, sợi nano xenluloza là sợi nhỏ của xenluloza không được cải biến hoặc xenluloza được cải biến về mặt hóa học. Sợi nano xenluloza thường có

đường kính sợi trung bình nằm trong khoảng từ 3 đến 500nm, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ lớn hơn hoặc bằng 3nm đến nhỏ hơn hoặc bằng 500nm. Hơn nữa, sợi nano xenluloza theo sáng chế thường có tỷ lệ co trung bình là lớn hơn hoặc bằng 10. Giới hạn trên của tỷ lệ co không bị giới hạn cụ thể và thường là nhỏ hơn hoặc bằng 1000.

Đường kính sợi trung bình và chiều dài sợi trung bình của sợi nano xenluloza có thể được tính toán là số đường kính sợi trung bình hoặc chiều dài sợi trung bình bằng cách, ví dụ, tạo ra dung dịch nước phân tán của sợi nano xenluloza với lượng 0,001% khối lượng, bôi một lớp mỏng chất lỏng phân tán đã pha loãng này lên bề mặt mẫu làm bằng mica, làm khô mẫu bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C để tạo ra mẫu cần quan sát, và đo chiều cao cục bộ của hình ảnh quan sát được bằng kính hiển vi lực nguyên tử (atomic force microscope-AFM). Hơn nữa, tỷ lệ co trung bình có thể được tính toán theo công thức sau:

$$\text{Tỷ lệ co trung bình} = \text{Chiều dài sợi trung bình} / \text{Đường kính sợi trung bình}$$

Sợi nano xenluloza theo sáng chế có thể được tạo ra bằng cách phá cấu trúc sợi nguyên liệu xenluloza thô, bằng cách cải biến về mặt hóa học nguyên liệu xenluloza thô và sau đó phá cấu trúc sợi nguyên liệu xenluloza thô đã cải biến, hoặc bằng cách phá cấu trúc sợi nguyên liệu xenluloza thô và sau đó cải biến về mặt hóa học nguyên liệu xenluloza thô đã phá cấu trúc sợi. Giống như sợi nano xenluloza theo sáng chế, sợi nano xenluloza được sản xuất bằng các phương pháp đã biết có thể được sử dụng và các sản phẩm sẵn có trên thị trường có thể được sử dụng.

Giống như các ưu điểm của sợi nano xenluloza, sợi nano xenluloza có tính xúc biến, trong dung dịch phân tán, sợi nano xenluloza có độ nhớt biểu kiến cao trong vùng có tốc độ cắt tương đối thấp, trong khi đó sợi nano xenluloza có độ nhớt thấp trong vùng có tốc độ cắt tương đối cao do sự chênh lệch áp lực giữa áp lực của chất đẩy và áp lực của không khí bên ngoài khi chế phẩm được phun khỏi đồ chứa sol khí. Do đó, chế phẩm dạng sol khí tạo bọt theo sáng chế được phun đều trong quá trình phun, và độ nhớt của dung dịch gốc được tăng trở lại sau khi phun để giữ lại chế phẩm trên bề mặt của đối tượng được phun nhờ chứa sợi nano xenluloza trong dung dịch gốc. Do đó, được giả sử là các tác dụng dưới đây có thể được thể hiện một cách thích hợp: chế phẩm dạng sol khí tạo bọt khó ở trạng thái lỏng do

hiện tượng tan bột; bột có độ đàn hồi nhất định cũng như là dễ dàng được lan tỏa trên đối tượng đích; và bột khó chảy nhỏ giọt khỏi đối tượng đích.

Tỷ lệ hàm lượng của sợi nano xenluloza tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,001% khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,003% khối lượng, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,005% khối lượng so với tổng khối lượng của dung dịch gốc.

Tỷ lệ hàm lượng của sợi nano xenluloza tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 10% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 1% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 0,5% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 0,3% khối lượng, đặc biệt tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,05% khối lượng hoặc nhỏ hơn 0,05% khối lượng, và đặc biệt tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,04% khối lượng, nhỏ hơn hoặc bằng 0,03% khối lượng, nhỏ hơn hoặc bằng 0,02% khối lượng, hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 0,01% khối lượng so với tổng khối lượng của dung dịch gốc.

Tỷ lệ hàm lượng của sợi nano xenluloza tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1% khối lượng, và tốt hơn nữa là 0,003 đến 0,5% khối lượng so với tổng khối lượng của dung dịch gốc. Khi tỷ lệ hàm lượng của sợi nano xenluloza là lớn hơn hoặc bằng 0,001% khối lượng so với tổng khối lượng của dung dịch gốc, có thể thu được hiệu quả cải thiện chất lượng bột đáng kể. Hơn nữa, khi tỷ lệ hàm lượng là nhỏ hơn hoặc bằng 10% khối lượng, thời gian lưu của bột và độ cứng của bột có thể phù hợp. Do đó, chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế có thể được sử dụng thích hợp cho nhiều ứng dụng.

1-1 Nguyên liệu xenluloza thô

Nguyên liệu sợi nano xenluloza thô theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể và sợi nano xenluloza có thể được tạo ra từ các nguyên liệu xenluloza thô đã biết. Ví dụ về nguyên liệu xenluloza thô bao gồm các nguyên liệu thô thu được từ thực vật (ví dụ, gỗ, tre, gai dầu, đay, dâm bụt Đông Ấn Độ, phần còn lại của đất nông nghiệp, vải, bột giấy (bột giấy bìa gỗ mềm không được tẩy trắng (NUKP), bột giấy bìa gỗ mềm được tẩy trắng (NBKP), bột giấy bìa gỗ cứng không được tẩy trắng (LUKP), bột giấy bìa gỗ cứng được tẩy trắng (LBKP), bột giấy sulfite gỗ mềm không được tẩy trắng (NUSP), bột giấy sulfite gỗ mềm được tẩy trắng (NBSP), bột

giấy nhiệt cơ (TMP), bột giấy được tái tạo, giấy đã sử dụng, và nguyên liệu tương tự), các nguyên liệu thô thu được từ động vật (ví dụ, các nguyên liệu từ hải tiêu), các nguyên liệu thô thu được từ tảo, các nguyên liệu thô thu được từ vi sinh vật (ví dụ, vi khuẩn sinh axit axetic (*acetobacter*)), và các sản phẩm vi khuẩn. Nguyên liệu xenluloza thô chứa sợi nano xenluloza theo sáng chế có thể là nguyên liệu bất kỳ trong số các nguyên liệu nêu trên hoặc có thể là hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều loại trong số chúng. Nguyên liệu xenluloza thô chứa sợi nano xenluloza theo sáng chế tốt hơn là các sợi xenluloza thu được từ thực vật hoặc vi sinh vật, và tốt hơn nữa là sợi xenluloza thu được từ thực vật.

Đường kính sợi trung bình của nguyên liệu xenluloza thô được sử dụng theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và, trong trường hợp bột giấy bìa gỗ mềm và bột giấy bìa gỗ cứng là các bột gỗ chung, bột giấy bìa gỗ mềm có đường kính sợi nằm trong khoảng từ 30 đến 60 μ m, và bột giấy bìa gỗ cứng có đường kính sợi nằm trong khoảng từ 10 đến 30 μ m, tương ứng. Trong trường hợp các bột gỗ khác được tinh chế nói chung, đường kính sợi trung bình của nó là 50 μ m. Ví dụ, trong trường hợp các bột gỗ thu được bằng cách tinh chế nguyên liệu thô có kích thước vài xentimet như vỏ bào, tốt hơn là điều chỉnh đường kính sợi trung bình của nó đến 50 μ m bằng cách xử lý cơ học bằng máy nghiền như thiết bị tinh chế và thiết bị đập.

1-2 Sự phân tán

Trong trường hợp cần xử lý phá cấu trúc sợi hoặc xử lý cải biến nguyên liệu xenluloza thô, có thể cần phân tán nguyên liệu xenluloza thô bằng cách xử lý phân tán nguyên liệu xenluloza thô. Môi trường phân tán để phân tán nguyên liệu xenluloza thô tốt hơn là nước vì nguyên liệu xenluloza thô này ưa nước.

1-3 Cải biến

Theo sáng chế, sợi nano xenluloza được cải biến về mặt hóa học trong đó ít nhất một phần xenluloza tạo nên các sợi được cải biến về mặt hóa học có thể được sử dụng làm sợi nano xenluloza. Nhờ cải biến hóa học, quá trình tạo vi sợi của các sợi được cải tiến một cách thích hợp, và thu được chiều dài sợi và đường kính sợi đồng đều. Do đó, các hiệu quả của sáng chế dễ dàng được thể hiện. Theo sáng chế, tốt hơn là sử dụng sợi nano xenluloza được cải biến về mặt hóa học.

Phương pháp cải biến để tạo ra sợi nano xenluloza được cải biến về mặt hóa

học không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ về phương pháp này bao gồm oxy hóa, ete hóa, este hóa, axetyl hóa, liên hợp silan, cải biến flo, và cation hóa. Trong số các phương pháp này, oxy hóa, ete hóa, cation hóa, hoặc este hóa được ưu tiên. Sau đây, các cải biến này sẽ được mô tả.

1-3-1 Oxy hóa

Theo sáng chế, trong trường hợp sử dụng sợi nano xenluloza được cải biến bằng cách oxy hóa (dưới đây, cũng được gọi là sợi nano xenluloza được oxy hóa), giới hạn dưới của lượng nhóm carboxy trong sợi nano xenluloza được oxy hóa tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,1mmol/g, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,5mmol/g, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1,0mmol/g, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1,2mmol/g so với khối lượng khô hoàn toàn của sợi nano xenluloza được oxy hóa. Hơn nữa, giới hạn trên của lượng này tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 3,0mmol/g, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 2,5mmol/g, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 2,0mmol/g. Do đó, lượng nhóm carboxy trong sợi nano xenluloza được oxy hóa tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1mmol/g đến 3,0mmol/g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5mmol/g đến 3,0mmol/g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0mmol/g đến 2,5mmol/g, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,2mmol/g đến 2,0mmol/g so với khối lượng khô hoàn toàn của sợi nano xenluloza được oxy hóa.

Quá trình oxy hóa nguyên liệu xenluloza thô hoặc sợi xenluloza thu được sau khi phá cấu trúc sợi của nguyên liệu xenluloza thô (dưới đây cũng được gọi là các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi) có thể được tiến hành bằng các phương pháp đã biết và không bị giới hạn cụ thể. Tuy nhiên, lượng nhóm carboxy tốt hơn là được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 0,1mmol/g đến 3,0mmol/g so với khối lượng khô hoàn toàn của sợi xenluloza thu được bằng cách cải biến nguyên liệu xenluloza thô bằng cách oxy hóa (dưới đây cũng được gọi là sợi xenluloza được oxy hóa) hoặc sợi nano xenluloza được oxy hóa.

Phương pháp oxy hóa không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ về phương pháp này là phương pháp oxy hóa nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi trong nước bằng cách sử dụng chất oxy hóa khi có mặt hợp chất N-oxyl và hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm bromua, iodua, và hỗn hợp của chúng. Theo phương pháp oxy hóa này, nguyên tử cacbon có nhóm hydroxy bậc một ở vị trí C6

của vòng glucopyranoza trên bề mặt xenluloza được oxy hóa chọn lọc để tạo ra nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm aldehyt, nhóm carboxy, và nhóm carboxylat trên bề mặt. Nồng độ của nguyên liệu xenluloza thô trong quá trình phản ứng không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5% khối lượng.

Hợp chất N-oxyl được dùng để chỉ hợp chất có khả năng tạo ra gốc nitroxy. Giống như hợp chất N-oxyl, hợp chất bất kỳ có thể được sử dụng miễn là hợp chất này thúc đẩy phản ứng oxy hóa mục tiêu.

Lượng hợp chất N-oxyl được sử dụng không bị giới hạn cụ thể miễn là lượng này là lượng xúc tác có khả năng oxy hóa nguyên liệu thô xenluloza. Ví dụ, giới hạn dưới của lượng này tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,01mmol, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,05mmol so với 1g khối lượng khô hoàn toàn của xenluloza. Giới hạn trên của lượng này tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 10mmol, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 1mmol, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 0,5mmol. Do đó, lượng hợp chất N-oxyl được sử dụng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10mmol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1mmol, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5mmol so với 1g khối lượng khô hoàn toàn của xenluloza. Hơn nữa, lượng này tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4mmol/L so với hệ phản ứng.

Bromua là hợp chất chứa brom, và ví dụ về hợp chất này bao gồm các bromua của kim loại kiềm (như natri bromua và hợp chất tương tự) có khả năng được ion hóa bằng cách phân ly trong nước. Ngoài ra, iodua là hợp chất chứa iot, và ví dụ về các hợp chất này bao gồm iodua của kim loại kiềm. Lượng bromua hoặc iodua được sử dụng có thể được chọn nằm trong khoảng có khả năng thúc đẩy phản ứng oxy hóa. Giới hạn dưới của tổng lượng bromua và iodua tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,1mmol, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,5mmol so với 1g khối lượng khô hoàn toàn của xenluloza. Giới hạn dưới của lượng này tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 100mmol, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 10mmol, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 5mmol. Do đó, tổng lượng của bromua và iodua tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100mmol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10mmol, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5mmol so với 1g khối lượng khô hoàn toàn của xenluloza.

Chất oxy hóa không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về chất oxy hóa này bao gồm halogen, axit hypohalogen, axit halogen, axit perhalogen, các muối của chúng, halogen oxit, và peroxit. Trong số các hợp chất này, trên quan điểm ít gánh nặng lên môi trường và chi phí không đắt, axit hypohalogen hoặc muối của chúng được ưu tiên, axit hypoclorơ hoặc muối của chúng được ưu tiên hơn, và natri hypoclorit được ưu tiên hơn nữa. Giới hạn dưới của lượng chất oxy hóa được sử dụng tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,5mmol, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1mmol, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 3mmol so với 1g khối lượng khô hoàn toàn của xenluloza. Giới hạn trên của lượng này tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 500mmol, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 50mmol, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 25mmol, và tốt nhất là nhỏ hơn hoặc bằng 10mmol. Do đó, lượng chất oxy hóa được sử dụng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 500mmol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 50mmol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 25mmol, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 3 đến 10mmol so với 1g khối lượng khô hoàn toàn của xenluloza. Hơn nữa, ví dụ, giới hạn dưới của lượng chất oxy hóa được sử dụng tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 mol so với 1 mol của hợp chất N-oxyl. Giới hạn trên của lượng này tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 40 mol. Do đó, lượng chất oxy hóa được sử dụng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 40 mol so với 1 mol hợp chất N-oxyl.

Các điều kiện như độ pH, nhiệt độ, và thời gian phản ứng trong phản ứng oxy hóa của xenluloza không bị giới hạn cụ thể, và nói chung, phản ứng này diễn ra hiệu quả ngay cả trong các điều kiện tương đối vừa phải. Do đó, giới hạn dưới của nhiệt độ phản ứng tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 4°C, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 15°C. Giới hạn trên của nhiệt độ phản ứng tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 40°C, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 30°C. Do đó, nhiệt độ phản ứng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 4 đến 40°C, và có thể nằm trong khoảng từ 15 đến 30°C, tức là, nhiệt độ phòng. Giới hạn dưới của độ pH của dung dịch phản ứng tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 8, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10. Giới hạn trên của độ pH tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 12, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 11. Do đó, độ pH của dung dịch phản ứng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8 đến 12, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 11. Các nhóm carboxy được tạo ra trong xenluloza nhằm thúc đẩy phản ứng oxy hóa, để độ pH của dung dịch phản ứng có xu hướng

giảm. Do đó, để thúc đẩy phản ứng oxy hóa một cách hiệu quả, độ pH của dung dịch phản ứng tốt hơn là được duy trì trong khoảng trên bằng cách bổ sung dung dịch nước kiềm như dung dịch nước natri hydroxit vào dung dịch phản ứng. Môi trường phản ứng tốt hơn là nước vì dễ xử lý và khó xảy ra các phản ứng phụ.

Thời gian phản ứng trong phản ứng oxy hóa có thể được thiết lập thích hợp theo mức tiến hành oxy hóa, và giới hạn dưới thường là lớn hơn hoặc bằng 0,5 giờ. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 6 giờ, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 4 giờ. Do đó, thời gian phản ứng thường nằm trong khoảng từ 0,5 đến 6 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 giờ đến 4 giờ.

Hơn nữa, phản ứng oxy hóa có thể được tiến hành dưới hai bước. Ví dụ, xenluloza đã oxy hóa thu được bằng cách lọc sau bước thứ nhất được oxy hóa lại trong cùng điều kiện phản ứng hoặc trong điều kiện phản ứng khác. Do đó, ngay cả khi muối (ví dụ, natri clorua) được tạo ra dưới dạng sản phẩm phụ trong phản ứng ở bước thứ nhất để ức chế phản ứng, thì vẫn có thể tiến hành phản ứng oxy hóa một cách hiệu quả.

Ví dụ khác về phương pháp oxy hóa kể cả carboxyl hóa là phương pháp oxy hóa bằng cách xử lý bằng ozon. Bằng phản ứng oxy hóa này, các nhóm hydroxy ít nhất ở vị trí 2 và vị trí 6 của vòng glucopyranoza được oxy hóa và sự phân hủy các chuỗi xenluloza xảy ra. Xử lý bằng ozon thường được tiến hành bằng cách cho khí bao gồm ozon tiếp xúc với nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi.

Giới hạn dưới của nồng độ ozon trong khí chứa ozon tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 50g/m^3 . Giới hạn trên tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 250g/m^3 , và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 220g/m^3 . Do đó, nồng độ ozon trong khí chứa ozon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 250g/m^3 , và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 220g/m^3 .

Giới hạn dưới của lượng ozon được bổ sung so với nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,1% khối lượng, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5% khối lượng, nếu lượng chất rắn trong nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi là 100% khối lượng. Giới hạn trên tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 30% khối lượng. Do đó,

lượng ozon được bổ sung so với nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 30% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 30% khối lượng, khi lượng chất rắn trong nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi là 100% khối lượng.

Giới hạn dưới của nhiệt độ trong phương pháp xử lý bằng ozon tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0°C, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20°C. Giới hạn trên tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 50°C. Do đó, nhiệt độ trong phương pháp xử lý bằng ozon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 50°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 50°C.

Thời gian xử lý bằng ozon không bị giới hạn cụ thể, và giới hạn dưới thường là lớn hơn hoặc bằng 1 phút, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 30 phút. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 360 phút. Do đó, thời gian xử lý bằng ozon thường nằm trong khoảng từ 1 đến 360 phút, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 360 phút.

Nếu các điều kiện xử lý bằng ozon là nằm trong các khoảng này, thì việc oxy hóa và phân hủy xenluloza quá mức có thể được ức chế và hiệu suất xenluloza được oxy hóa thu được ở mức tốt.

Quá trình xử lý oxy hóa thêm nữa bằng chất oxy hóa có thể được tiến hành đối với sản phẩm thu được sau khi xử lý bằng ozon. Chất oxy hóa được sử dụng để xử lý oxy hóa thêm không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về các chất oxy hóa này bao gồm các hợp chất trên cơ sở clo như clo dioxit và natri clorit; oxy, hydro peroxit, axit persulfuric, và axit peraxetic. Quy trình xử lý oxy hóa thêm có thể được tiến hành, ví dụ, bằng cách điều chế dung dịch chất oxy hóa bằng cách hòa tan các chất oxy hóa này trong nước hoặc dung môi hữu cơ phân cực như rượu, và ngâm nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi trong đó.

Lượng nhóm carboxy, nhóm carboxylat, và nhóm aldehyt chứa trong sợi xenluloza được oxy hóa hoặc sợi nano xenluloza được oxy hóa có thể được điều chỉnh bằng cách kiểm soát các điều kiện oxy hóa như lượng chất oxy hóa được bổ sung và thời gian phản ứng.

Ví dụ về phương pháp đo lượng nhóm carboxy sẽ được mô tả dưới đây. 60ml

của 0,5% khối lượng huyền phù đặc (dung dịch nước phân tán) của sợi xenluloza được oxy hóa hoặc sợi nano xenluloza được oxy hóa được điều chế, và 0,1M dung dịch nước axit clohydric được bổ sung để điều chỉnh độ pH đến 2,5. Sau đó, thêm nhỏ giọt 0,05N dung dịch nước natri hydroxit vào đó, và đo độ dẫn điện cho đến khi độ pH đạt tới 11. Lượng nhóm carboxy có thể được tính toán bằng cách sử dụng công thức sau dựa trên lượng natri hydroxit (a) được tiêu thụ trong giai đoạn trung hòa axit yếu trong đó sự thay đổi độ dẫn điện là chậm.

Lượng nhóm carboxy mmol/g sợi xenluloza được oxy hóa hoặc sợi nano xenluloza được oxy hóa = $a \text{ ml} \times 0,05 / \text{khối lượng sợi xenluloza được oxy hóa hoặc sợi nano xenluloza được oxy hóa g}$

1-3-2 Ete hóa

Ví dụ về quá trình ete hóa bao gồm ete hóa bằng cách carboxymetyl hóa, ete hóa bằng cách metyl hóa, ete hóa bằng cách etyl hóa, ete hóa bằng cách xyanoetyl hóa, ete hóa bằng cách hydroxyetyl hóa, ete hóa bằng cách hydroxypropyl hóa, ete hóa bằng cách etylhydroxyetyl hóa, và ete hóa bằng cách hydroxypropylmetyl hóa. Trong số các phương pháp ete hóa này, phương pháp carboxymetyl hóa được mô tả dưới đây được lấy làm ví dụ.

Trong trường hợp cải biến nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi bằng cách carboxymetyl hóa, mức thế bằng nhóm carboxymetyl mỗi đơn vị glucoza khan trong sợi xenluloza đã carboxymetyl hóa thu được hoặc sợi nano xenluloza tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,01, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,05, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,10. Giới hạn trên tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,50, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 0,40, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 0,35. Do đó, mức thế bằng nhóm carboxymetyl tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,50, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,40, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,10 đến 0,35.

Phương pháp carboxymetyl hóa không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về phương pháp này là phương pháp trong đó nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi làm nguyên liệu ban đầu được ngâm kiềm và sau đó được ete hóa. Dung môi thường được sử dụng trong phản ứng carboxymetyl hóa. Ví dụ về dung môi này bao gồm nước, rượu (ví dụ, rượu bậc thấp), và các dung môi hỗn hợp

của chúng. Ví dụ về rượu bậc thấp bao gồm metanol, etanol, rượu n-propyl, rượu isopropyl, rượu n-butyl, rượu isobutyl, và rượu butyl bậc ba. Tỷ lệ trộn của rượu bậc thấp trong dung môi hỗn hợp thường là lớn hơn hoặc bằng 60% khối lượng hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 95% khối lượng, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 95% khối lượng. Lượng dung môi thường là lớn hơn hoặc bằng 3 lần khối lượng so với nguyên liệu xenluloza thô hoặc sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi. Giới hạn trên không bị giới hạn cụ thể, và thường là nhỏ hơn hoặc bằng 20 lần khối lượng. Do đó, lượng dung môi tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3 đến 20 lần khối lượng.

Quy trình ngâm kiềm thường được tiến hành bằng cách trộn nguyên liệu ban đầu và chất ngâm kiềm. Ví dụ về chất ngâm kiềm bao gồm các hydroxit kim loại kiềm như natri hydroxit và kali hydroxit.

Lượng chất ngâm kiềm được sử dụng tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,5 lần tính theo mol, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1,0 lần tính theo mol, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1,5 lần tính theo mol mỗi gốc glucoza khan trong nguyên liệu ban đầu. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 20 lần tính theo mol, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 10 lần tính theo mol, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 5 lần tính theo mol. Do đó, tốt hơn là lượng này nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 lần tính theo mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10 lần tính theo mol, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 5 lần tính theo mol.

Nhiệt độ phản ứng của quá trình ngâm kiềm thường là lớn hơn hoặc bằng 0°C, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10°C. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 70°C, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 60°C. Do đó, nhiệt độ phản ứng thường nằm trong khoảng từ 0 đến 70°C, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 60°C. Thời gian phản ứng thường là lớn hơn hoặc bằng 15 phút, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 30 phút. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 8 giờ, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 7 giờ. Do đó, thường nằm trong khoảng từ 15 phút đến 8 giờ, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 phút đến 7 giờ.

Phản ứng ete hóa thường được tiến hành bằng cách bổ sung chất carboxymetyl hóa vào hệ phản ứng sau khi ngâm kiềm. Ví dụ về chất carboxymetyl hóa bao gồm natri monocloaxetat. Thông thường, lượng chất carboxymetyl hóa được bổ sung tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,05 lần tính theo mol, tốt hơn nữa là lớn

hơn hoặc bằng 0,5 lần tính theo mol, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,8 lần tính theo mol mỗi gốc glucoza trong nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 10,0 lần tính theo mol, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5 lần tính theo mol, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3 lần tính theo mol. Do đó, tốt hơn là lượng này nằm trong khoảng từ 0,05 đến 10,0 lần tính theo mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5 lần tính theo mol, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 3 lần tính theo mol. Nhiệt độ phản ứng thường là lớn hơn hoặc bằng 30°C, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 40°C. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 90°C, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 80°C. Do đó, nhiệt độ phản ứng thường là nằm trong khoảng từ 30 đến 90°C, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40 đến 80°C. Thời gian phản ứng thường là lớn hơn hoặc bằng 30 phút, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 giờ. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 10 giờ, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 4 giờ. Do đó, thời gian phản ứng thường là nằm trong khoảng từ 30 phút đến 10 giờ, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 4 giờ. Dung dịch phản ứng có thể được khuấy trong suốt phản ứng carboxymetyl hóa, nếu cần.

Đo mức độ thế bằng nhóm carboxymetyl mỗi đơn vị glucoza trong sợi xenluloza được carboxymetyl hóa hoặc sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa có thể được tiến hành, ví dụ, bằng phương pháp sau. Đó là, 1) khoảng 2,0g xenluloza được carboxymetyl hóa (khô hoàn toàn) được cân chính xác và được đặt trong bình Erlenmeyer được đầy nút có dung tích 300mL. 2) Bổ sung vào bình này, 100mL dung dịch được điều chế bằng cách bổ sung 100mL axit nitric đậm đặc loại đặc biệt vào 1000mL metanol, và sau đó hỗn hợp thu được được khuấy trong 3 giờ để chuyển hóa muối carboxymetyl xenluloza (muối xenluloza được carboxymetyl hóa hoặc muối xenluloza được cải biến CM) thành xenluloza được carboxymetyl hóa loại có hydro (xenluloza được cải biến H-CM). 3) cân chính xác từ 1,5 đến 2,0g xenluloza được carboxymetyl hóa loại có hydro (khô hoàn toàn) và đặt vào bình Erlenmeyer được đầy nút có dung tích 300mL. 4) Xenluloza được carboxymetyl hóa loại có hydro được làm ẩm bằng 15mL metanol 80%, và sau đó bổ sung 100mL NaOH 0,1N vào đó, sau đó khuấy hỗn hợp thu được trong 3 giờ ở nhiệt độ trong phòng. 5) NaOH dư được chuẩn độ ngược bằng H₂SO₄ 0,1N bằng cách sử dụng

phenolphthalein làm chất chỉ thị. 6) Mức độ thế bằng nhóm carboxymetyl (DS) được tính toán theo công thức sau:

$$A = (100 \times F' - (H_2SO_4 \text{ 0,1N}) \text{ (mL)} \times F) \times 0,1 / (\text{khối lượng khô hoàn toàn của xenluloza được carboxymetyl hóa loại có hydro (g)})$$

$$DS = 0,162 \times A / (1 - 0,058 \times A)$$

A: Lượng NaOH 1N (mL) cần để trung hòa 1g xenluloza được carboxymetyl hóa loại có hydro

F': hệ số của NaOH 0,1N

F: hệ số của H_2SO_4 0,1N

1-3-3. Cation hóa

Trong trường hợp cải biến nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi bằng cách cation hóa, sợi xenluloza được cation hóa hoặc sợi nano xenluloza được cation hóa thu được có thể bao gồm nhóm cation như amoni, phosphoni, và sulfoni hoặc nhóm có nhóm cation trong phân tử. Sợi nano xenluloza được cation hóa tốt hơn là bao gồm nhóm có amoni, và tốt hơn nữa là bao gồm nhóm có amoni bậc bốn.

Phương pháp cation hóa không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về phương pháp này là phương pháp trong đó nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi được cho phản ứng với chất cation hóa và chất xúc tác khi có mặt nước và/hoặc rượu. Ví dụ về chất cation hóa bao gồm glycidyltrimethylamonium clorua, 3-clo-2-hydroxypropyltrialkylamonium halogenua (ví dụ, 3-clo-2-hydroxypropyltrimethylamonium halogenua), hoặc loại halohydrin của chúng. Bằng cách sử dụng chất bất kỳ trong số các chất cation hóa này, sợi xenluloza được cation hóa hoặc sợi nano xenluloza được cation hóa bao gồm nhóm có amoni bậc bốn có thể được tạo ra.

Ví dụ về chất xúc tác bao gồm hydroxit kim loại kiềm như natri hydroxit và kali hydroxit. Ví dụ về rượu bao gồm rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Lượng chất cation hóa tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 5% khối lượng, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10% khối lượng so với 100% khối lượng của nguyên liệu xenluloza thô. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 800% khối lượng, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 500% khối lượng.

Lượng chất xúc tác tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,5% khối lượng, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1% khối lượng so với 100% khối lượng của sợi xenluloza hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 7% khối lượng, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 3% khối lượng.

Lượng rượu tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 50% khối lượng, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 100% khối lượng so với 100% khối lượng của sợi xenluloza hoặc sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 50000% khối lượng, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 500% khối lượng.

Nhiệt độ phản ứng trong quá trình cation hóa thường là lớn hơn hoặc bằng 10°C, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 30°C. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 90°C, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 80°C.

Thời gian phản ứng thường là lớn hơn hoặc bằng 10 phút, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 30 phút. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 10 giờ, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5 giờ.

Dung dịch phản ứng có thể được khuấy trong quá trình phản ứng cation hóa, nếu cần.

Mức thế bằng nhóm cation mỗi đơn vị glucoza trong xenluloza được cation hóa có thể được điều chỉnh bằng cách kiểm soát lượng chất cation hóa cần bổ sung vào và tỷ lệ thành phần của nước và/hoặc rượu. Mức thế bằng nhóm cation được dùng để chỉ số nhóm thế được đưa vào mỗi đơn vị cấu trúc (vòng glucopyranoza) tạo nên xenluloza. Nói cách khác, mức thế bằng nhóm cation được xác định là "giá trị thu được bằng cách lấy số mol của các nhóm thế được đưa vào chia cho tổng số mol của nhóm hydroxy trong vòng glucopyranoza". Xenluloza tinh khiết có ba nhóm hydroxy có thể thế mỗi đơn vị cấu trúc (vòng glucopyranoza) và vì thế giá trị tối đa theo lý thuyết của mức thế bằng nhóm cation là 3 (giá trị tối thiểu là 0).

Mức thế bằng nhóm cation mỗi đơn vị glucoza trong sợi nano xenluloza được cation hóa tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,01, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,02, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,03. Giới hạn trên tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,40, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 0,30, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 0,20. Do đó, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,40, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,30, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ

0,03 đến 0,20. Trong trường hợp đưa nhóm thế cation vào xenluloza, các phân tử xenluloza đẩy nhau về mặt điện thế. Do đó, có thể dễ dàng phá cấu trúc sợi xenluloza mà nhóm thế cation được đưa vào đến mức độ nano. Khi mức thế bằng nhóm cation mỗi đơn vị glucoza lớn hơn hoặc bằng 0,01, có thể tiến hành phá cấu trúc sợi đến mức nano một cách thích hợp. Mặt khác, khi mức thế bằng nhóm cation mỗi đơn vị glucoza nhỏ hơn hoặc bằng 0,40, thì có thể ức chế quá trình trương nở hoặc hòa tan, và vì thế duy trì được hình thái sợi. Do đó, có thể ngăn ngừa tình trạng không tạo ra được sợi nano.

Ví dụ về phương pháp đo mức thế bằng nhóm cation mỗi đơn vị glucoza, được mô tả dưới đây là trường hợp mà 3-clo-2-hydroxypropyltrimetylamonium clorua được sử dụng làm chất cải biến. Sau khi sấy khô mẫu (xenluloza được cation hóa), lượng nitơ được đo bằng thiết bị phân tích nitơ tổng số TN-10 (tập đoàn hóa học Mitsubishi), và mức thế bằng nhóm cation được tính toán bằng công thức sau. Thuật ngữ "mức thế bằng nhóm cation" ở đây được dùng để chỉ giá trị trung bình của số mol của các nhóm thế trong mỗi 1 mol đơn vị glucoza khan.

$$\text{Mức thế bằng nhóm cation} = (162 \times N) / (1 - 116 \times N)$$

N: Lượng nitơ

1-3-4. Este hóa

Phương pháp để tạo ra các sợi xenluloza được este hóa hoặc sợi nano xenluloza được este hóa bằng cách este hóa nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi không bị giới hạn cụ thể, và, ví dụ về phương pháp này là phương pháp trong đó nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi được phản ứng với hợp chất A. Hợp chất A sẽ được mô tả dưới đây.

Ví dụ về phương pháp cho nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi phản ứng với hợp chất A bao gồm phương pháp trộn bột hoặc dung dịch nước của hợp chất A với nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi, và phương pháp bổ sung dung dịch nước của hợp chất A vào huyền phù đặc của nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi. Trong số các phương pháp này, phương pháp trộn dung dịch nước của hợp chất A với nguyên liệu xenluloza thô, các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi, hoặc huyền phù đặc của chúng được ưu tiên vì độ ổn định của phản ứng được tăng

cường và hiệu quả este hóa được cải thiện.

Ví dụ về hợp chất A bao gồm hợp chất trên cơ sở axit phosphoric (ví dụ, axit phosphoric và axit polyphosphoric), axit phosphorơ, axit phosphonic, axit polyphosphonic, và este của chúng. Hợp chất A có thể ở dạng muối. Trong số các hợp chất này, các hợp chất trên cơ sở axit phosphoric được ưu tiên vì hợp chất này có chi phí thấp cũng như là dễ xử lý, và cho phép cải thiện hiệu quả phá cấu trúc sợi nhờ đưa các nhóm phosphat vào xenluloza của nguyên liệu xenluloza thô (ví dụ, các sợi bột giấy). Hợp chất trên cơ sở axit phosphoric có thể là hợp chất có nhóm phosphat, và ví dụ về hợp chất này bao gồm axit phosphoric, natri dihydro phosphat, dinatri hydro phosphat, trinatri phosphat, natri pyrophosphat, natri metaphosphat, kali dihydro phosphat, dikali hydro phosphat, trikali phosphat, kali pyrophosphat, kali metaphosphat, amoni dihydro phosphat, diamoni hydro phosphat, triamoni hydro phosphat, amoni pyrophosphat, và amoni metaphosphat. Hợp chất trên cơ sở axit phosphoric được sử dụng có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp gồm hai hoặc nhiều hơn hai hợp chất. Trong số các hợp chất này, tốt hơn là các hợp chất này là axit phosphoric, muối natri của axit phosphoric, các muối kali của axit phosphoric, và muối amoni của axit phosphoric, tốt hơn nữa là các muối natri của axit phosphoric, và tốt hơn nữa là natri dihydro phosphat và dinatri hydro phosphat nhờ hiệu quả đưa nhóm phosphat vào cao, và dễ dàng phá hủy cấu trúc sợi các hợp chất này trong quy trình phá cấu trúc sợi được mô tả dưới đây cũng như là áp dụng các hợp chất này trong công nghiệp. Ngoài ra, tốt hơn là sử dụng dung dịch nước của hợp chất trên cơ sở axit phosphoric trong quá trình este hóa vì độ ổn định của phản ứng được tăng cường và hiệu quả đưa nhóm phosphat vào trở nên cao. Độ pH của dung dịch nước của hợp chất trên cơ sở axit phosphoric tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 7 vì hiệu quả đưa nhóm phosphat trở nên cao. Độ pH tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 7 nhờ ức chế sự thủy phân các sợi bột giấy.

Theo ví dụ về phương pháp este hóa, phương pháp sau được mô tả. Các nhóm phosphat được đưa vào xenluloza bằng cách bổ sung hợp chất A vào huyền phù chứa nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi (ví dụ, hàm lượng chất rắn nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% khối lượng) trong khi khuấy. Nếu nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi

được xác định là 100 phần khối lượng, lượng hợp chất A được bổ sung tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,2 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1 phần khối lượng khi lượng yếu tố phospho trong trường hợp hợp chất A là hợp chất trên cơ sở axit phosphoric. Nhờ đó, có thể cải thiện thêm hiệu suất của sợi xenluloza được este hóa hoặc sợi nano xenluloza được este hóa. Giới hạn trên tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 500 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 400 phần khối lượng. Nhờ đó, có thể thu được một cách hiệu quả sản lượng tương ứng với lượng hợp chất A. Theo đó, tốt hơn là lượng này nằm trong khoảng từ 0,2 đến 500 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 400 phần khối lượng.

Khi các nguyên liệu xenluloza hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi được cho phản ứng với hợp chất A, hợp chất B có thể được bổ sung thêm vào hệ phản ứng. Ví dụ về phương pháp bổ sung hợp chất B vào hệ phản ứng là phương pháp trong đó hợp chất B được bổ sung vào huyền phù chứa nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi, dung dịch nước của hợp chất A, hoặc huyền phù đặc chứa nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi và hợp chất A.

Hợp chất B không bị giới hạn cụ thể. Hợp chất B tốt hơn là có tính bazơ, và tốt hơn nữa là hợp chất chứa nitơ có tính bazơ. Thuật ngữ "có tính bazơ" thường có nghĩa là dung dịch nước của hợp chất B có màu hồng đến đỏ khi có mặt chất chỉ thị phenolphthalein và/hoặc độ pH của dung dịch nước của hợp chất B là lớn hơn 7. Hợp chất chứa nitơ có tính bazơ không bị giới hạn cụ thể miễn là chúng thể hiện được các hiệu quả của sáng chế, và tốt hơn là các hợp chất có nhóm amino. Ví dụ về các hợp chất có nhóm amino bao gồm urea, metylamin, etylamin, trimetylamin, trietylamin, monoetanolamin, dietanolamin, trietanolamin, pyridin, etylendiamin, và hexametylendiamin. Trong số chúng, ure được ưu tiên nhờ có chi phí thấp và dễ xử lý. Lượng hợp chất B được bổ sung tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 1000 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 100 đến 700 phần khối lượng. Nhiệt độ phản ứng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 95°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30 đến 90°C. Thời gian phản ứng không bị giới hạn cụ thể, và thường là nằm trong khoảng từ 1 đến 600 phút, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 480 phút. Nếu các điều kiện của phản ứng este hóa nằm trong khoảng bất kỳ

trong số các khoảng này, có thể ngăn ngừa xenluloza hòa tan dễ dàng do sự este hóa quá mức của chúng, và sau đó, cải thiện hiệu suất của xenluloza được este hóa bằng phosphat.

Sau khi hợp chất A được cho phản ứng với nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi, thường thu được huyền phù của sợi xenluloza đã este hóa hoặc sợi nano xenluloza đã este hóa. Huyền phù của các sợi xenluloza đã este hóa hoặc sợi nano xenluloza đã este hóa được loại nước, nếu cần. Tốt hơn là tiến hành xử lý bằng nhiệt sau khi loại nước. Nhờ đó, có thể ức chế sự thủy phân nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza đã phá cấu trúc sợi. Nhiệt độ xử lý tốt hơn là nằm trong khoảng từ 100 đến 170°C. Tốt hơn nữa là, tiến hành xử lý bằng nhiệt ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 130°C (tốt hơn nữa là, nhỏ hơn hoặc bằng 110°C) đồng thời bổ sung nước ở thời điểm xử lý bằng nhiệt, và sau đó tiến hành xử lý ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 170°C sau khi loại nước.

Ở xenluloza được este hóa bằng phosphat, các nhóm thế phosphat được đưa vào xenluloza, và các xenluloza đẩy nhau về mặt điện tích. Do đó, có thể dễ dàng phá vỡ cấu trúc sợi các sợi xenluloza được este hóa bằng phosphat thành sợi nano xenluloza (việc phá cấu trúc sợi được tiến hành cho đến khi sợi nano xenluloza được tạo ra cũng được gọi là phá cấu trúc sợi nano). Mức độ thế bằng nhóm phosphat mỗi đơn vị glucoza trong các sợi xenluloza được este hóa bằng phosphat tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,001. Nhờ đó, có thể đạt được mức phá cấu trúc sợi thích hợp (ví dụ, phá cấu trúc sợi nano). Giới hạn trên tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,40. Nhờ đó, có thể ức chế sự trương nở hoặc sự hòa tan của các sợi xenluloza được este hóa bằng phosphat và dẫn đến trường hợp không thể thu được sợi nano xenluloza. Do đó, mức độ thế này tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,40. Hơn nữa, mức độ thế bằng nhóm phosphat mỗi đơn vị glucoza trong sợi nano xenluloza được cải biến bằng cách este hóa bằng phosphat (sợi nano xenluloza được este hóa bằng phosphat) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,001. Giới hạn trên tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,40. Do đó, mức thay thế bằng nhóm phosphat mỗi đơn vị glucoza trong sợi nano xenluloza được este hóa bằng phosphat tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,40.

Tốt hơn là xử lý các sợi xenluloza được este hóa bằng phosphat bằng cách

rửa như rửa bằng nước lạnh sau khi đun sôi. Nhờ đó, có thể tiến hành việc phá cấu trúc sợi một cách hiệu quả.

1-4 Phá cấu trúc sợi

Phá cấu trúc sợi có thể được tiến hành trước khi tiến hành xử lý cải biến nguyên liệu xenluloza thô, hoặc có thể được tiến hành thành các sợi xenluloza được cải biến về mặt hóa học (ví dụ, sợi xenluloza được oxy hóa, sợi xenluloza được carboxymetyl hóa, sợi xenluloza được cation hóa, và các sợi xenluloza được este hóa (các sợi xenluloza được este hóa bằng phosphat)) sau khi tiến hành xử lý cải biến nguyên liệu xenluloza thô. Vì năng lượng cần để phá cấu trúc sợi bị giảm do cải biến, nên tốt hơn là tiến hành phá cấu trúc sợi sau khi tiến hành xử lý cải biến nguyên liệu xenluloza thô.

Phá cấu trúc sợi có thể được tiến hành một lần hoặc có thể được tiến hành nhiều lần. Trong trường hợp mà việc phá cấu trúc sợi được tiến hành nhiều lần, thì mỗi lần phá cấu trúc sợi có thể được tiến hành bất cứ lúc nào.

Thiết bị dùng để phá cấu trúc sợi không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về thiết bị này bao gồm thiết bị kiểu quay tốc độ cao, thiết bị kiểu nghiền keo, thiết bị kiểu áp lực cao, thiết bị kiểu nghiền trục lăn, và thiết bị kiểu siêu âm. Thiết bị đồng nhất áp lực cao hoặc áp lực siêu cao được ưu tiên, và thiết bị đồng nhất áp lực cao hoặc áp lực siêu cao kiểu ướt được ưu tiên hơn. Các thiết bị này được ưu tiên bởi vì chúng có khả năng tạo ra lực cắt mạnh cho nguyên liệu xenluloza thô hoặc sợi xenluloza được cải biến về mặt hóa học (thường là môi trường phân tán chứa nước).

Để phá cấu trúc sợi một cách hiệu quả, áp lực được đặt lên nguyên liệu xenluloza thô hoặc các sợi xenluloza được cải biến về mặt hóa học (thường là môi trường phân tán chứa nước) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 50 MPa, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 100 MPa, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 140 MPa. Thiết bị này tốt hơn là thiết bị đồng nhất áp lực cao hoặc áp lực siêu cao loại ướt vì chúng có thể tạo ra áp lực trên đây cũng như là lực cắt mạnh cho nguyên liệu xenluloza thô hoặc sợi xenluloza được cải biến về mặt hóa học (thường là môi trường phân tán chứa nước).

Ngoài ra, việc xử lý sơ bộ có thể được tiến hành trước khi phá cấu trúc sợi (tốt hơn là phá cấu trúc sợi bằng thiết bị làm đồng nhất ở áp suất cao), hoặc xử lý

môi trường phân tán trước khi tiến hành phá cấu trúc sợi nếu cần. Ví dụ về việc xử lý sơ bộ này bao gồm trộn, khuấy, nhũ hóa và phân tán. Xử lý sơ bộ có thể được tiến hành bằng cách sử dụng thiết bị đã biết (ví dụ, máy trộn cắt tốc độ cao).

Nếu việc phá cấu trúc sợi được tiến hành với môi trường phân tán (thường là môi trường phân tán chứa nước) chứa nguyên liệu xenluloza thô hoặc sợi xenluloza được cải biến về mặt hóa học, giới hạn dưới của lượng chất rắn là nguyên liệu xenluloza thô hoặc sợi xenluloza được cải biến về mặt hóa học trong môi trường phân tán này thường là lớn hơn hoặc bằng 0,1% khối lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,2% khối lượng, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,3% khối lượng. Nhờ đó, đạt được lượng chất lỏng so với lượng nguyên liệu xenluloza thô hoặc sợi xenluloza được cải biến về mặt hóa học thích hợp, mà thu được hiệu quả. Giới hạn trên thường là nhỏ hơn hoặc bằng 10% khối lượng, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 6% khối lượng. Nhờ đó có thể duy trì được khả năng chảy.

1-5. Dạng sợi

Dạng của sợi nano xenluloza không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về dạng này bao gồm dung dịch phân tán của sợi nano xenluloza, chất rắn đã sấy khô của dung dịch phân tán, chất rắn ướt của dung dịch phân tán, dung dịch hỗn hợp chứa sợi nano xenluloza và polyme hòa tan trong nước, chất rắn đã sấy khô của dung dịch hỗn hợp, chất rắn ướt của dung dịch hỗn hợp, và các dạng khác đã biết của sợi nano xenluloza. Ở đây, chất rắn ướt là chất rắn ở dạng trung gian giữa dung dịch phân tán hoặc dung dịch hỗn hợp và chất rắn khô.

Chất rắn khô và chất rắn ướt của dung dịch phân tán chứa sợi nano xenluloza hoặc dung dịch hỗn hợp chứa sợi nano xenluloza và polyme hòa tan trong nước có thể được điều chế bằng cách loại nước và/hoặc sấy khô dung dịch phân tán và dung dịch hỗn hợp.

2. Các thành phần tùy ý khác mà có thể được bao gồm trong dung dịch gốc

Dung dịch gốc có thể tùy ý chứa các thành phần khác ngoài sợi nano xenluloza. Các thành phần khác này không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về các thành phần này bao gồm xà phòng chứa axit béo, chất hoạt động bề mặt, môi trường phân tán dạng lỏng, hợp chất hữu cơ (ví dụ, oxit kim loại, kim loại, muối vô cơ, và hợp chất trên cơ sở silic oxit), hợp chất hữu cơ ngoại trừ sợi nano xenluloza (ví dụ, dầu,

gom, latec, và polyme hòa tan trong nước), chất làm ẩm, chất che tia tử ngoại, và chất kháng khuẩn khử trùng.

Xà phòng chứa axit béo

Chế phẩm dạng sol khí tạo bọt theo sáng chế có thể bao gồm xà phòng chứa axit béo trong dung dịch gốc. Xà phòng chứa axit béo này có thể được bao gồm trong dung dịch gốc bằng cách bổ sung axit béo có tính kiềm vào dung dịch gốc, hoặc xà phòng chứa axit béo có thể được bổ sung vào dung dịch gốc bằng cách bổ sung axit béo và chất kiềm vào dung dịch gốc.

Axit béo tạo ra xà phòng chứa axit béo không bị giới hạn cụ thể, và có thể là axit béo đã biết hoặc axit béo thường được sử dụng trong mỹ phẩm. Ví dụ về axit béo bao gồm axit béo no mạch thẳng như axit lauric, axit myristic, axit palmitic, axit stearic, và axit behenic; và axit béo không no mạch thẳng như axit oleic, axit linoleic, và axit linolenic. Axit béo tạo ra xà phòng chứa axit béo có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp gồm hai hoặc nhiều hơn hai axit béo. Lượng axit béo được bổ sung tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 10% khối lượng của dung dịch gốc. Nếu lượng này là lớn hơn hoặc bằng 1% khối lượng, có xu hướng tạo ra chất có khả năng tạo nhiều bọt hơn khi được phun, và nếu lượng này nhỏ hơn hoặc bằng 10% khối lượng, thu được độ ổn định tốt vì vậy mà kết tủa khó xảy ra trong dung dịch gốc.

Chất kiềm tạo ra xà phòng chứa axit béo không bị giới hạn cụ thể, và có thể là chất kiềm đã biết hoặc chất thường được sử dụng trong mỹ phẩm. Ví dụ về chất kiềm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, amoni hydroxit, monoetanolamin, dietanolamin, trietanolamin, và aminometylpropanol. Lượng chất kiềm được bổ sung tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1% đến 5% khối lượng của dung dịch gốc.

Chất hoạt động bề mặt

Chế phẩm dạng sol khí tạo bọt theo sáng chế có thể chứa chất hoạt động bề mặt trong dung dịch gốc, và tốt hơn là chứa chất hoạt động bề mặt. Bằng cách đưa chất hoạt động bề mặt vào, có thể tạo bọt tốt hơn nhờ sự giãn nở của chất đẩy sau khi chế phẩm dạng sol khí tạo bọt được phun từ đồ chứa. Các loại chất hoạt động bề mặt không bị giới hạn cụ thể, và chất hoạt động bề mặt đã biết bất kỳ có thể được sử dụng. Ví dụ về chất hoạt động bề mặt này bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion,

chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt cation, và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính. Trong số các chất hoạt động bề mặt này, chất hoạt động bề mặt không ion được ưu tiên nhờ ít gây kích ứng da.

Chất hoạt động bề mặt có thể được bao gồm một mình trong dung dịch gốc hoặc có thể được bao gồm trong dung dịch gốc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai chất hoạt động bề mặt.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt không ion bao gồm este của axit béo và propylen glycol, este của axit béo và glyxerin, este của axit béo và polyglyxerin, este của axit béo và sorbitan, este của axit béo và sucroza, este của axit béo và polyoxyetylen glyxerin, este của axit béo và polyoxyetylen sorbitan, este của axit béo và polyoxyetylen sorbitol, este của axit béo và polyetylen glycol, dầu thầu dầu chứa polyoxyetylen, dầu thầu dầu được hydro hóa chứa polyoxyetylen, polyoxyetylen alkyl ete, polyoxyetylen alkyl phenyl ete, polyoxyetylen phytostanol ete, và silicon được cải biến polyete. Trong số các chất hoạt động bề mặt này, polyoxyetylen phytostanol ete đặc biệt được ưu tiên nhờ khả năng tạo bọt và đặc tính tạo bọt tốt.

Ví dụ về chất hoạt động anion bao gồm muối của axit carboxylic và polyoxyetylen alkyl ete, muối N-axylsarcosin, muối của axit N-axylglutamic, muối của axit dialkyl sulfosuccinic, muối của axit alkan sulfonic, muối của axit α -olefin sulfonic, muối của axit alkylbenzen sulfonic mạch thẳng, muối của axit alkylbenzen sulfonic mạch nhánh, muối của axit naphtalen sulfonic-sản phẩm ngưng formaldehyt, muối của axit alkyl naphtalen sulfonic, muối của N-metyl-N-axyl taurin, muối của axit alkylsulfuric, muối của axit sulfuric và polyoxyetylen alkyl ete, muối của axit alkylphosphorơ, và muối polyoxyetylen alkyl phenyl ete phosphat.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt cation bao gồm alkyltrimetylamoni clorua, dialkyldimetylamoni clorua, và alkylbenzalkoni clorua.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt lưỡng tính bao gồm alkyl betain, amidopropyl betain của axit béo, 2-alkyl-N-carboxymetyl-N-hydroxyetyl imidazolinium betain, và axit alkyl dietylentriaminoaxetic.

Lượng chất hoạt động bề mặt được bổ sung vào tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 10% khối lượng của tổng lượng dung dịch gốc. Nếu lượng này là lớn

hơn hoặc bằng 0,05% khối lượng, đặc tính tạo bọt và khả năng giữ bọt là đủ. Nếu lượng này là nhỏ hơn hoặc bằng 10% khối lượng, thời gian giữ bọt là thích hợp. Do đó, chế phẩm dạng sol khí tạo bọt theo sáng chế có thể được sử dụng thích hợp cho nhiều ứng dụng khác nhau.

Môi trường phân tán dạng lỏng

Chế phẩm dạng sol khí tạo bọt theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều hơn một môi trường phân tán dạng lỏng để phân tán mỗi thành phần trong dung dịch gốc, nếu cần. Môi trường phân tán dạng lỏng không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về môi trường này bao gồm nước và dung môi hữu cơ hòa tan trong nước. Dung môi hữu cơ hòa tan trong nước không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về dung môi này bao gồm rượu alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon như metanol, etanol, rượu n-propyl, rượu iso-propyl, rượu n-butyl, rượu sec-butyl, và rượu tert-butyl; amit như dimetylformamit và dimetylaxetamit; keton hoặc rượu keton như axeton và rượu diaxeton; ete như tetrahydrofuran và dioxan; và carbitol. Môi trường phân tán dạng lỏng này có thể được bao gồm một mình trong dung dịch gốc, hoặc có thể được bao gồm trong dung dịch gốc dưới dạng môi trường hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều hơn hai môi trường phân tán dạng lỏng. Môi trường phân tán dạng lỏng tốt hơn là nước.

Hợp chất vô cơ

Chế phẩm dạng sol khí tạo bọt theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều hơn một hợp chất vô cơ như oxit kim loại, kim loại, muối vô cơ, và hợp chất trên cơ sở silic oxit trong dung dịch gốc, nếu cần. Hợp chất vô cơ có thể được bao gồm một mình trong dung dịch gốc, hoặc có thể được bao gồm trong dung dịch gốc dưới dạng kết hợp gồm hai hoặc nhiều hơn hai hợp chất vô cơ.

Oxit kim loại không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về oxit kim loại bao gồm titan dioxit, alumin, kẽm dioxit, sắt oxit đỏ, và sắt oxit vàng.

Kim loại không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về kim loại này bao gồm vàng, bạc, đồng, nhôm, magie, kẽm, và sắt.

Muối vô cơ không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về muối này bao gồm natri clorua, canxi clorua, magie clorua, amoni sulfat, và canxi phosphat.

Hợp chất trên cơ sở silic oxit không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về hợp chất này bao gồm zeolit, montmorillonit, amian, smectit, mica, khói silic oxit, và silic

oxit keo.

Hợp chất hữu cơ

Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều hơn một hợp chất hữu cơ như dầu, gôm, latec, và polyme hòa tan trong nước trong dung dịch gốc ngoại trừ sợi nano xenluloza, nếu cần. Hợp chất hữu cơ có thể được bao gồm một mình trong dung dịch gốc, hoặc có thể được bao gồm trong dung dịch gốc dưới dạng kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai hợp chất hữu cơ.

Dầu không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về dầu này bao gồm dầu và chất béo tự nhiên từ thực vật và động vật như dầu jojoba, dầu hạt mắc ca, dầu bơ, dầu cây anh thảo, dầu chồn, dầu hạt nho, dầu thầu dầu, dầu hướng dương, dầu ngô, dầu cacao, dầu dừa, dầu cám gạo, dầu oliu, dầu quả hạnh, dầu vừng, dầu rum, dầu đậu nành, dầu cây trà, dầu Ba Tư, dầu hạt bông, sáp Nhật, dầu cọ, dầu hạt cọ, dầu lòng đỏ trứng, lanolin, và squalen; hydrocacbon như triglyxerit tổng hợp, squalan, parafin lỏng, petrolatum, xeresin, sáp vi tinh thể, và isoparafin; sáp như sáp carnauba, sáp parafin, sáp cá voi, sáp ong, sáp candelilla, và lanolin; rượu bậc cao như xetanol, rượu stearyl, rượu lauryl, rượu cetostearyl (rượu cetearyl), rượu oleyl, rượu behenyl, rượu lanolin, rượu lanolin được hydro hóa, hexyldecanol, và octyldodecanol; các axit béo bậc cao như axit lauric, axit myristic, axit palmitic, axit stearic, axit behenic, axit isostearic, axit oleic, axit linolenic, axit linoleic, axit oxystearic, axit undecylenic, axit béo lanolin, axit béo lanolin rắn, và axit béo lanolin mềm; cholesterol và dẫn xuất của chúng như cholesteryl-octyldodexyl-behenyl; este như isopropyl myristat, isopropyl palmitat, isopropyl stearat, glyxerol 2-etylhexanoat, và butyl stearat; dầu phân cực như dietylen glycol monopropyl ete, polyoxyetylen polyoxypropylen pentaerythritol ete, polyoxypropylen butyl ete, và etyl linoleat; và đặc biệt hơn là nhựa silicon như silicon được cải biến amino, silicon được cải biến epoxy, silicon được cải biến carboxy, silicon được cải biến carbinol, silicon được cải biến metacryl, silicon được cải biến mercapto, silicon được cải biến phenol, silicon phản ứng ở một đầu, silicon được cải biến di nhóm chức, silicon được cải biến polyete, silicon được cải biến metylstyryl, silicon được cải biến alkyl, silicon được cải biến este của axit béo bậc cao, silicon ưa nước được cải biến riêng, silicon được cải biến alkoxy cao, silicon chứa axit béo cao, silicon được cải biến flo,

và nhựa silicon tương tự; và các silicon bao gồm các dẫn xuất khác như methylphenylpolysiloxan, methylpolysiloxan, octametylxyclotetrasiloxan, decametylxyclopentasiloxan, dodecametylxyclohexasiloxan, metylxyclopolyxiloxan, octametyltrisiiloxan, decametyltetrasiloxan, copolyme polyoxyetylen-metylpolysiloxan, copolyme polyoxypropylen-metylpolysiloxan, copolyme poly(oxyetylen-oxypropylen)metylpolysiloxan, methylhydropolysiloxan, tetrahydrotetrametylxyclotetrasiloxan, stearoxymetylpolysiloxan, cetoxymetylpolysiloxan, nhũ tương methylpolysiloxan, methylpolysiloxan được polyme hóa ở mức cao, axit trimetylsiloxyl silixic, methylpolysiloxan liên kết ngang, và methylphenylpolysiloxan liên kết ngang. Trong số các chất này, rượu cetostearyl (rượu cetearyl), axit stearic, axit behenic, và rượu behenyl được ưu tiên nhờ có độ đàn hồi bột và khả năng lưu giữ bột tốt.

Gôm không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về gôm này bao gồm gôm arabic, gôm xanthan, gôm guar, gôm đậu cào cào, hạt mộc qua, và caragenan. Trong số các gôm này, gôm xanthan được ưu tiên nhờ có độ đàn hồi bột và khả năng lưu giữ bột tốt.

Latic không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về các latic này bao gồm latic copolyme styren-butadien và latic acrylic.

Polyme hòa tan trong nước không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về các polyme này bao gồm rượu polyvinyl, xenluloza được cation hóa, polyme carboxyvinyl, polyvinyl pyrrolidon, copolyme polyvinyl pyrrolidon/vinyl axetat, axit polyacrylic, polyacrylamit, axit alginic, polydextroza, carboxymetyl xenluloza, và hydroxyetyl xenluloza. Carboxymetyl xenluloza được ưu tiên.

3. Hoạt chất có ứng dụng cụ thể mà có thể được bao gồm trong dung dịch gốc

Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế có thể chứa hoạt chất có ứng dụng cụ thể ngoài các thành phần trên đây trong dung dịch gốc. Nếu chế phẩm dạng sol khí tạo bột được sử dụng trong các mỹ phẩm chẳng hạn, thì chế phẩm dạng sol khí tạo bột này có thể chứa một hoặc nhiều hơn một chất tạo ẩm, chất che tia tử ngoại, chất khử trùng-kháng khuẩn, và chất tương tự.

Chất tạo ẩm không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về chất tạo ẩm này bao gồm

ruợu đa hóa trị như maltitol, sorbitol, glyxerin, diglyxerin, propylen glycol, butylen glycol, polyetylen glycol, và glycol; các axit hữu cơ và muối của chúng như natri pyrolidoncarboxylat, natri lactat, và axit xitric; axit hyaluronic và muối của chúng như natri hyaluronat; các sản phẩm chuyển hóa được lên men như nấm men cũng như là chất thủy phân từ dịch chiết nấm men, dịch nuôi cấy nấm men, và dịch nuôi cấy vi khuẩn sinh axit lactic; protein hòa tan trong nước như collagen, elastin, keratin, và sericin; peptit và muối của chúng như chất thủy phân collagen, chất thủy phân casein, chất thủy phân tơ lụa, và natri polyaspartat; sacarit/polysacarit và dẫn xuất của chúng như trehaloza, xylobioza, maltoza, sucroza, glucoza, và mucopolysacarit từ thực vật; glycosaminoglycan và muối của chúng như chitin tan trong nước, chitosan, pectin, và axit chondroitin sulfuric và muối của chúng; hợp chất axit amin như glyxin, serin, threonin, alanin, axit aspartic, tyrosin, valin, leuxin, arginin, glutamin, và prolin; các hợp chất glico-axit amin như chất phản ứng aminocarbonyl; các dịch chiết thực vật từ cây lô hội, malonnier, và tương tự; trimetyl glyxin, ure, axit uric, amoniac, lexithin, lanolin, squalan, squalen, glucosamin, creatinin, và các chất có liên quan đến axit nucleic như ADN và ARN. Trong số chúng, glyxerin, diglyxerin, axit xitric và muối của chúng, polyetylen glycol, và butylen glycol được ưu tiên nhờ có đặc tính tạo bột và giữ ẩm. Chất tạo ẩm có thể được bao gồm một mình trong dung dịch gốc, hoặc có thể được bao gồm trong dung dịch gốc kết hợp với hai hoặc nhiều hơn hai chất tạo ẩm.

Chất che tia tử ngoại không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về chất che tia tử ngoại này bao gồm axit p-aminobenzoic và dẫn xuất của chúng; homometyl-N-axetyl-anthranilat; butylmetoxybenzoylmetan; các dẫn xuất của axit p-metoxycinnamic như glyxeryl di-p-metoxyxinamat-mono-2-etylhexanoat và octyl xinamat; các dẫn xuất axit salixylic như amyl salixylat; các dẫn xuất benzophenon như 2,4-dihydroxybenzophenon; etylhexyl dimetoxybenzylidendioxoimidazolinpropionat; lanolin axetat dạng lỏng; dịch chiết từ rễ của *Scutellaria baicalensis*; và trianilino-p-carboethylhexyloxy-triazin. Chất che tia tử ngoại có thể được bao gồm một mình trong dung dịch gốc, hoặc có thể được bao gồm trong dung dịch gốc dưới dạng kết hợp gồm hai hoặc nhiều hơn hai chất che tia tử ngoại.

Chất khử trùng-kháng khuẩn không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về chất này bao gồm axit benzoic và muối của chúng, axit salixylic và muối của chúng, axit sorbic và muối của chúng, este alkyl của axit paraoxybenzoic (etylparaben, butylparaben, và hợp chất tương tự) và muối của chúng, axit dehydroaxetic và muối của chúng, paraclometacresol, hexaclophen, axit boric, resorcin, tribromsalan, orthophenylphenol, chlorhexidin gluconat, thiram, chất cảm quang 201, phenoxyetanol, benzalkoni clorua, benzethoni clorua, halocarban, chlorhexidin clorua, triclocarbanide, tocopherol axetat, kẽm pyrithion, hinokitio, phenol, isopropylmetylphenol, 2,4,4-triclo-2-hydroxyphenol, và hexaclophen. Trong số các hợp chất này, phenoxyetanol được ưu tiên. Chất khử trùng-kháng khuẩn có thể được bao gồm một mình trong dung dịch gốc, hoặc có thể được bao gồm trong dung dịch gốc dưới dạng kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai chất khử trùng-kháng khuẩn.

<Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng sol khí tạo bột>

Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và có thể sản xuất chế phẩm dạng sol khí tạo bột bằng các phương pháp đã biết thông thường. Ví dụ, có thể tạo ra chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế bằng cách trộn mỗi thành phần được bao gồm trong dung dịch gốc nhờ phương pháp đã biết thông thường (ví dụ, trộn bằng cách sử dụng thiết bị trộn đồng nhất hoặc thiết bị tương tự) để điều chế dung dịch gốc, nạp dung dịch gốc vào đồ chứa sol khí (ví dụ, bình) có độ kín áp lực, có trang bị van để phun, và còn nạp chất đẩy để tạo áp lực trong đồ chứa. Trong quá trình sản xuất, dung dịch gốc này có thể được gia nhiệt hoặc làm lạnh, nếu cần.

<> Kit theo sáng chế

Sáng chế đề cập đến kit bao gồm đồ chứa sol khí và chế phẩm dạng sol khí tạo bột được nạp trong đồ chứa sol khí.

Đối với chế phẩm dạng sol khí tạo bột được bao gồm trong kit theo sáng chế, chế phẩm này đã được mô tả ở phần <<A>> trên đây.

Đồ chứa sol khí không bị giới hạn cụ thể, và có thể là đồ chứa sol khí đã biết, miễn là đồ chứa sol khí này có khả năng chịu áp tùy thuộc vào chế phẩm dạng sol khí tạo bột được bao gồm trong đó.

Kit theo sáng chế tốt hơn là có van.

Phương pháp sản xuất kit theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và kit này có thể được sản xuất bằng các phương pháp đã biết thông thường.

Áp lực bên trong của đồ chứa sol khí trong kit theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,5MPa ở nhiệt độ 25°C.

Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế có thể được sử dụng như các sản phẩm dùng trong gia đình như chất khử mùi, nước hoa, chất làm sạch, và sáp, các sản phẩm cá nhân như mỹ phẩm và thuốc, sản phẩm sơn, sản phẩm diệt côn trùng, sản phẩm công nghiệp như chất dò khuyết tật kim loại và chất chống gỉ, và các sản phẩm dùng cho xe ô tô. Trong số các ứng dụng này, chế phẩm này thích hợp được dùng cho mỹ phẩm, và đặc biệt tốt hơn là được sử dụng cho mặt nạ điều trị da mặt (gói mỹ phẩm). Do vậy, sáng chế đề cập đến chế phẩm dạng sol khí tạo bột dùng làm mặt nạ điều trị da mặt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn có dựa vào các ví dụ. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Ví dụ 1

Sản xuất sợi nano xenluloza được oxy hóa

5,00g bột giấy bìa dai đã tẩy trắng (khô hoàn toàn) thu được từ gỗ mềm (mức độ trắng 85%) được bổ sung vào 500ml dung dịch nước trong đó 39mg (0,05mmol so với 1g xenluloza khô hoàn toàn) TEMPO (được sản xuất bởi Sigma Aldrich Co. LLC.) và 514mg natri bromua (1,0mmol so với 1g xenluloza khô hoàn toàn) được hòa tan, và khuấy hỗn hợp thu được cho đến khi bột giấy được phân tán đều. Dung dịch nước chứa natri hypoclorit được bổ sung vào hệ phản ứng sao cho lượng natri hypoclorit là 5,5mmol/g so với 1g xenluloza khô hoàn toàn, và phản ứng oxy hóa được bắt đầu ở nhiệt độ trong phòng. Trong quá trình phản ứng, độ pH trong hệ này bị giảm và do đó 3M dung dịch nước natri hydroxit được bổ sung liên tiếp để điều chỉnh độ pH bằng 10. Phản ứng được kết thúc khi natri hypoclorit được tiêu thụ và độ pH trong hệ phản ứng này không thay đổi.

Hỗn hợp sau phản ứng được lọc bằng màng lọc bằng thủy tinh để tách bột giấy, và bột giấy được rửa thích hợp bằng nước để thu được bột giấy đã oxy hóa

(xenluloza được carboxyl hóa). Hiệu suất của bột giấy ở thời điểm này là 90%, thời gian cần cho phản ứng oxy hóa là 90 phút, và lượng nhóm carboxy là 1,6mmol/g. Lượng chất rắn của bột giấy này được điều chỉnh bằng nước đến 1,0% (trọng lượng/trọng lượng), và xử lý hỗn hợp thu được bằng thiết bị làm đồng nhất bằng áp suất siêu cao (20°C, 150MPa) ba lần để thu được dung dịch nước phân tán chứa sợi nano xenluloza được oxy hóa. Sợi nano xenluloza được oxy hóa có đường kính sợi trung bình bằng 3nm và tỷ lệ co bằng 250.

Sản xuất sản phẩm dạng sol khí tạo bột (kit)

Giả sử mặt nạ điều trị da mặt, nguyên liệu trong dung dịch gốc theo công thức nêu trong bảng 1 được khuấy trong 30 phút ở tốc độ quay là 400 vòng/phút bằng cách sử dụng thiết bị khuấy dạng cánh quạt (được sản xuất bởi Shinto Scientific Co., Ltd., tên mẫu: BLh600) để thu được dung dịch gốc. Dung dịch gốc này được nạp vào đồ chứa sol khí, và khí tự nhiên hóa lỏng (liquefied natural gas-LPG) được nạp tiếp dưới dạng chất đẩy vào đồ chứa sol khí ở tỷ lệ dung dịch gốc:LPG = 96% khối lượng:4% khối lượng. Khí cacbon dioxit được nạp tiếp vào đó sao cho áp lực đạt đến 0,5MPa, và phần vòi phun là kiểu phun bột được lắp vào đó để tạo ra sản phẩm dạng sol khí tạo bột (kit) chứa chế phẩm dạng sol khí tạo bột có chức năng như là mặt nạ điều trị da mặt. Đối với sản phẩm dạng sol khí tạo bột thu được, đánh giá sau được tiến hành theo các phương pháp sau: tình trạng phun, để đánh giá độ phù hợp của chế phẩm dạng sol khí tạo bột; và tình trạng bột, độ đàn hồi của bột, khả năng lan tỏa bột dễ dàng, và khả năng hấp thu vào da, để đánh giá độ phù hợp của mặt nạ điều trị da mặt.

Tình trạng phun

Chế phẩm được phun lên tấm thủy tinh nằm ngang trong 5 giây, và tình trạng phun được quan sát bằng mắt thường. Tình trạng phun được đánh giá theo các tiêu chí sau.

- ×: Chế phẩm không được xả ra từ vòi và không phun được.
- △: Chế phẩm được phun từ vòi nhưng quá trình phun bị gián đoạn.
- : Chế phẩm được phun liên tục từ vòi.

Tình trạng bột

Chế phẩm dạng sol khí tạo bột được phun lên tấm thủy tinh nằm ngang trong

5 giây, và kích thước bong bóng trong bọt được quan sát bằng mắt thường. Tình trạng bọt được đánh giá bằng giác quan theo các tiêu chí sau.

×: Chế phẩm được phun ở dạng lỏng thay vì dạng bọt.

△: Bọt có kích thước lớn hoặc không đều.

○: Bọt đặc và đồng đều.

Độ đàn hồi của bọt

Chế phẩm dạng sol khí tạo bọt được phun lên tấm thủy tinh nằm ngang trong 5 giây được ấn bằng tay. Độ đàn hồi của bọt được đánh giá bằng giác quan theo các tiêu chí sau.

×: Bọt có độ đàn hồi nhỏ

△: Bọt có độ đàn hồi nhưng độ đàn hồi là không đủ

○: Bọt có độ đàn hồi đủ

Khả năng lan tỏa bọt dễ dàng

Chế phẩm dạng sol khí tạo bọt được phun vào lòng bàn tay trong 5 giây được lan tỏa trên da. Khả năng lan tỏa bọt dễ dàng được đánh giá bằng giác quan theo các tiêu chí sau.

×: Bọt khó lan tỏa

△: Bọt lan tỏa nhưng mức độ lan tỏa là không đủ.

○: Bọt lan tỏa đáng kể.

Khả năng hấp thu vào đối tượng (da)

Chế phẩm dạng sol khí tạo bọt được phun vào lòng bàn tay trong 5 giây được lan tỏa trên da. Khả năng hấp thu vào da được đánh giá bằng giác quan theo các tiêu chí sau.

×: Bọt khó hấp thu

△: Bọt hấp thu ít

○: Bọt được hấp thu

⊙: Bọt được hấp thu đáng kể

Ví dụ 2

Ví dụ 2 được thực hiện theo cách giống như ví dụ 1 ngoại trừ là lượng dung dịch nước phân tán của sợi nano xenluloza được oxy hóa được bổ sung trong ví dụ 1 được thay đổi như nêu trong bảng 1.

Ví dụ 3

Ví dụ 3 được thực hiện theo cách giống như Ví dụ 1 ngoại trừ là dung dịch nước phân tán của sợi nano xenluloza được oxy hóa sử dụng trong Ví dụ 1 được thay đổi thành dung dịch nước phân tán của sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa được sản xuất bằng phương pháp sau và lượng dung dịch nước phân tán được bổ sung như được nêu trong bảng 1.

Sản xuất sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa

Bổ sung vào thiết bị khuấy có khả năng trộn bột giấy, 200g bột giấy khô (NBKP (bột giấy bìa đã tẩy trắng thu được từ gỗ mềm), được sản xuất bởi Nippon Paper Industries Co., Ltd.) và 111g natri hydroxit theo khối lượng khô (2,25 lần tính theo mol mỗi gốc glucoza khan trong nguyên liệu ban đầu), và bổ sung nước sao cho hàm lượng chất rắn trong bột giấy là 20% (khối lượng/thể tích). Sau đó, sau khi khuấy hỗn hợp thu được ở 30°C trong 30 phút, 216g natri monocloaxetat (theo quan điểm là hoạt chất, 1,5 lần tính theo mol mỗi gốc glucoza trong bột giấy) được bổ sung. Sau khi khuấy hỗn hợp thu được trong 30 phút, tăng nhiệt độ đến 70°C và khuấy hỗn hợp trong 1 giờ. Sau đó, sản phẩm phản ứng được lấy ra, trung hòa, và rửa để thu được bột giấy đã carboxymetyl hóa có mức thay thế bằng nhóm carboxymetyl mỗi đơn vị glucoza là 0,25. Sản phẩm này được pha loãng với nước sao cho lượng chất rắn là 1% (trọng lượng/trọng lượng), và sản phẩm thu được được phá cấu trúc sợi bằng cách xử lý năm lần bằng thiết bị làm đồng nhất nhờ áp lực cao ở nhiệt độ 20°C và ở áp suất bằng 150MPa để thu được sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa. Đường kính sợi trung bình là 15nm và tỷ lệ co là 50.

Ví dụ 4

Ví dụ 4 được thực hiện theo cách giống như ví dụ 1 ngoại trừ là dung dịch nước phân tán của sợi nano xenluloza được oxy hóa sử dụng trong ví dụ 1 được thay đổi thành dung dịch nước phân tán của chế phẩm chứa sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa (chất rắn đã sấy khô) được tạo ra bằng phương pháp sau và dung dịch này được bổ sung như được nêu trong bảng 1.

Sản xuất dung dịch nước phân tán của chế phẩm chứa sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa (chất rắn đã sấy khô)

Sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa (đường kính sợi trung bình:

15nm, tỷ lệ co: 50) được sản xuất bằng phương pháp giống ví dụ 3 được điều chỉnh thành dung dịch nước huyền phù có lượng chất rắn bằng 0,7% khối lượng. Bổ sung vào dung dịch nước huyền phù, 40% khối lượng carboxymetyl xenluloza (tên thương mại: F350HC-4, do Nippon Paper Industries Co., Ltd. sản xuất) so với lượng sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa và khuấy hỗn hợp thu được bằng thiết bị trộn (TK HOMOMIXER, được sản xuất bởi PRIMIX Corporation) ở tốc độ 12.000 vòng/phút trong 60 phút. Bổ sung vào dung dịch nước huyền phù, 0,5% dung dịch nước natri hydroxit để điều chỉnh độ pH đến 9. Sau đó, hỗn hợp thu được được làm khô ở áp suất hơi nước bằng 0,5MPa. G, và tốc độ quay của trống là 2 vòng/phút sử dụng thiết bị sấy dạng trống (D0303, được sản xuất bởi KATSURAGI INDUSTRY CO., LTD.) để thu được chế phẩm chứa sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa (chất rắn khô) có lượng nước bằng 5% khối lượng. Chất rắn khô này được pha loãng bằng nước sao cho lượng chất rắn này là 1% (trọng lượng/trọng lượng), và hỗn hợp thu được được khuấy ở tốc độ 6.000 vòng/phút trong 60 phút bằng cách sử dụng thiết bị trộn (TK Homomixer, được sản xuất bởi Primix Corporation) để tạo ra dung dịch nước phân tán của chế phẩm chứa sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa (chất rắn khô). 1% khối lượng dung dịch nước phân tán của chế phẩm chứa sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa (chất rắn khô) bao gồm 0,7% khối lượng sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa và 0,3% khối lượng carboxymetyl xenluloza.

Ví dụ so sánh 1

Ví dụ so sánh 1 được thực hiện theo cách giống như ví dụ 1 ngoại trừ là sợi nano xenluloza được oxy hóa sử dụng trong ví dụ 1 không được bổ sung và hợp chất được tạo ra theo công thức nêu trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 2

Ví dụ so sánh 2 được thực hiện theo cách giống như ví dụ 1 ngoại trừ là sợi nano xenluloza được oxy hóa sử dụng trong ví dụ 1 không được bổ sung và gồm xanthan (tên sản phẩm: Echo Gum F, được sản xuất bởi DSP GOKYO FOOD & CHEMICAL Co., Ltd.) được bổ sung theo công thức nêu trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 3

Ví dụ so sánh 3 được thực hiện theo cách giống như ví dụ 1 ngoại trừ là sợi

nano xenluloza được oxy hóa sử dụng trong ví dụ 1 không được bổ sung và hydroxyetyl xenluloza (tên sản phẩm: HEC SE550, được sản xuất bởi Daicel FineChem Ltd.) được bổ sung theo công thức nêu trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 4

Ví dụ so sánh 4 được thực hiện theo cách giống như ví dụ 1 ngoại trừ là sợi nano xenluloza được oxy hóa sử dụng trong ví dụ 1 không được bổ sung và hydroxyetyl xenluloza (tên sản phẩm: HEC SE550, được sản xuất bởi Daicel FineChem Ltd.) được bổ sung theo công thức nêu trong bảng 1.

Bảng 1

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4
Nước	68,95	69,45	69,45	69,45	69,95	69,75	69,85	69,94
Glycerin	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00
Diglycerin	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20
Butylen glycol	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20
Kali hydroxit	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Polyoxyetylen phytostanol	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00
Rượu cetearyl	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00
Axit behenic	2,50	2,50	2,50	2,50	2,50	2,50	2,50	2,50
Axit stearic	1,80	1,80	1,80	1,80	1,80	1,80	1,80	1,80
Rượu behenyl	1,80	1,80	1,80	1,80	1,80	1,80	1,80	1,80
Phenoxyetanol	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60
Polyetylen glycol	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60
1% khối lượng dung dịch nước phân tán của sợi nano	1,00	0,50						

xenluloza được oxy hóa								
1% khối lượng dung dịch nước phân tán của sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa			0,50					
1% khối lượng dung dịch nước phân tán của chế phẩm chứa sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa (chất rắn khô)				0,50				
Gôm xanthan						0,2		
Hydroxyetyl xenluloza							0,1	0,01
Tổng cộng	100	100	100	100	100	100	100	100
Trạng thái phun	○	○	○	○	○	○	○	○
Trạng thái bột	○	○	○	○	×	△	△	△
Độ đàn hồi của bột	○	○	○	○	×	△	×	△
Khả năng lan tỏa bột dễ dàng trên da	○	○	○	○	×	△	△	△
Khả năng hấp thu vào da	○	○	⊙	⊙	×	×	○	○

Polyoxyetylen phytostanol trong bảng 1 có nghĩa là polyoxyetylen phytostanol etc.

Rõ ràng từ bảng 1, chế phẩm dạng sol khí tạo bột nêu trong ví dụ 1 đến 4 chứa sợi nano xenluloza được phun liên tục từ đồ chứa để tạo ra bột đặc và đồng đều, và bột tạo thành có độ đàn hồi nhất định cũng như là có khả năng lan tỏa trên đối tượng (da) dễ dàng. Ngoài ra, khả năng hấp thu của bột vào đối tượng (da) là tốt

và bột khó chảy nhỏ giọt khỏi đối tượng. Đối với khả năng hấp thu bột vào đối tượng (da), sợi nano xenluloza được carboxymetylat hóa là đặc biệt tốt từ các kết quả của ví dụ 3 và 4. Mặc dù các chế phẩm nêu trong ví dụ so sánh 1 đến 4 không chứa sợi nano xenluloza được phun liên tục từ đồ chứa, song cả trạng thái bột và độ đàn hồi của bột đều kém. Các kết quả này chứng tỏ là chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo sáng chế có các đặc tính khác cần thiết cho chế phẩm dạng sol khí tạo bột đều ở mức cao trong khi đó vẫn có đủ độ thích hợp làm chế phẩm dạng sol khí. Ngoài ra, cũng được chỉ ra rằng mặt nạ điều trị da mặt theo sáng chế có khả năng hấp thu tốt vào da.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm dạng sol khí tạo bột, trong đó chế phẩm này chứa:
dung dịch gốc chứa sợi nano xenluloza được cải biến về mặt hóa học và chất đẩy;
sợi nano xenluloza được cải biến về mặt hóa học này là một hoặc nhiều loại được chọn từ sợi nano xenluloza được oxy hóa và sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa;
tỷ lệ hàm lượng của sợi nano xenluloza được cải biến về mặt hóa học là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10% khối lượng so với tổng khối lượng của dung dịch gốc;
lượng nhóm carboxy chứa trong sợi nano xenluloza được oxy hóa là nằm trong khoảng từ 0,1 mmol/g đến 3,0 mmol/g so với khối lượng khô hoàn toàn của sợi nano xenluloza được oxy hóa;
mức thế bằng nhóm carboxymetyl mỗi đơn vị glucoza trong sợi nano xenluloza được carboxymetyl hóa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,50;
chất đẩy là khí tự nhiên hóa lỏng hoặc khí carbon dioxit; và
tỷ lệ hàm lượng của dung dịch gốc là nằm trong khoảng từ 40% khối lượng đến 99% khối lượng và tỷ lệ hàm lượng của chất đẩy là nằm trong khoảng từ 1% khối lượng đến 60% khối lượng.
2. Chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo điểm 1, trong đó chế phẩm dạng sol khí tạo bột là mặt nạ điều trị da mặt.
3. Kit chứa:
đồ chứa sol khí, và
chế phẩm dạng sol khí tạo bột theo điểm 1 hoặc 2 được nạp vào đồ chứa sol khí này.