



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0043427

(51)^{2020.01} C07C 231/02; B01F 17/28; C08G 83/00; (13) B
C07C 233/47; A61K 8/44

(21) 1-2020-07663 (22) 03/06/2019
(86) PCT/CN2019/089816 03/06/2019 (87) WO 2019/233375 12/12/2019
(30) 201810562174.5 04/06/2018 CN; 201810562220.1 04/06/2018 CN; 201810562197.6
04/06/2018 CN
(45) 25/02/2025 443 (43) 25/03/2021 396A
(73) SUZHOU OULIT BIOPHARM CO., LTD (CN)
Room 301, No. 2 Building, Taicang University Science And Technology Park, No.
20 Jianxiong Road, Kejiao New Town, Taicang, Suzhou, Jiangsu 215411, China
(72) ZHANG, Jian (CN).
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) POLYME SIÊU PHÂN TỬ AXIT AMIN TỰ LẮP RÁP, PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU
CHẾ POLYME NÀY VÀ CHẾ PHẨM CHỨA POLYME NÀY

(21) 1-2020-07663

(57) Sáng chế đề xuất polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp và phương pháp điều chế polyme này. Sáng chế còn đề xuất việc ứng dụng polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp trong các lĩnh vực công nghiệp hóa chất, nông nghiệp và dược phẩm hàng ngày. Sáng chế đề xuất polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp có tính năng tốt và có các tác dụng rõ rệt trong các khía cạnh như kìm hãm vi khuẩn, loại bỏ thuốc diệt côn trùng, và khử mùi. Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp được đề xuất này có thể được sử dụng cho các kem đánh răng, các chế phẩm chăm sóc da, các chất tẩy rửa dùng để giặt, các xà phòng, các bột giặt, các chất tẩy rửa, các mặt nạ, v.v..

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực kỹ thuật điều chế các chất hoạt động bề mặt loại axit amin, và đặc biệt là đề cập đến polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp và phương pháp điều chế và sử dụng nó.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chất hoạt động bề mặt là không thể thiếu được trong nhiều lĩnh vực như công nghiệp hóa chất hằng ngày, nông nghiệp, công nghiệp dược phẩm, v.v.. Có hàng chục chất hoạt động bề mặt hiện đang được sử dụng trên thị trường, nhưng các chất hoạt động bề mặt chính thường được sử dụng bao gồm natri dodexylbenzen sulfonat (sodium dodecylbenzene sulfonate, SLS), natri laureth sulfat (sodium laureth sulfate, AES) và natri lauryl sulfat (K12). Trong lúc ba chất hoạt động bề mặt chính này đã được sử dụng trong nhiều thập kỷ hoặc thậm chí hơn một trăm năm, các tác động tiêu cực của chúng khi sử dụng đã dần xuất hiện, và sự ảnh hưởng của chúng đến sự an toàn của con người và môi trường thường xuyên được báo cáo.

Trong số các chất hoạt động bề mặt khác, có thể kể đến, chẳng hạn, các glycosit alkyl đường (sugar alkyl glycoside, APG), và các chất hoạt động bề mặt axit amin, như axit lauroyl-L-glutamic, lauroyl glyxin, lauroyl sarcosin và chất tương tự. Chúng là các chất hoạt động bề mặt dựa trên sinh khối có độ an toàn cao, khả năng thoái biến sinh học tốt và cảm giác da tuyệt vời, và do đó ngày càng thu hút sự chú ý. Tuy nhiên, do khả năng tẩy rửa kém của loại các chất hoạt động bề mặt này, chúng hiếm khi được sử dụng đơn lẻ làm các chất hoạt động bề mặt chính; thay vào đó, chúng thường cần được sử dụng cùng với các chất hoạt động bề mặt chính khác. Do đó, các vấn đề rắc rối gây ra bởi các chất hoạt động bề mặt chính được sử dụng làm các hóa chất hằng ngày về độ an toàn và khả năng thoái biến sinh học vẫn chưa được giải quyết một cách cơ bản.

Để làm chất hoạt động bề mặt, N-lauroyl-L-alanin tinh khiết thể hiện tính thấm ướt được, khả năng tạo bọt, đặc tính kháng khuẩn, tính chống ăn mòn, và đặc tính chống tĩnh điện tốt. Về cơ bản, nó không độc và không gây hại, và nó còn dịu nhẹ đối với da. Các sản phẩm phân hủy của nó là axit amin và axit béo mà về cơ bản không ảnh hưởng đến môi trường. Ngoài ra, nó có ưu điểm là có độ tương hợp tốt với các chất hoạt động bề mặt khác.

Tuy nhiên, khi N-lauroyl-L-alanin được điều chế bằng các phương pháp đã biết như phản ứng ngưng tụ Schotten-Baumann được thử nghiệm như chất hoạt động bề mặt, đã nhận thấy rằng khả năng tẩy rửa của nó không cao như được dự đoán theo lý thuyết. Sau một loạt các thí nghiệm thăm dò, các tác giả sáng chế đã phát hiện rằng lý do chính cho khả năng tẩy rửa thấp của N-lauroyl-L-alanin là hàm lượng tương đối cao của axit lauric trong sản phẩm N-lauroyl-L-alanin được điều chế bằng phương pháp này. Sự có mặt của axit lauric ngăn chặn sự hình thành của polyme tự lắp ráp. Dữ liệu về tác dụng của hợp chất muối natri được điều chế từ sản phẩm N-lauroyl-L-alanin không tốt bằng dữ liệu thu được theo sáng chế. Hàm lượng cao của axit lauric dẫn đến độ tinh khiết sản phẩm thấp ảnh hưởng nghiêm trọng đến chất lượng của N-lauroyl-L-alanin. Để loại bỏ các tạp chất, phương pháp sắc ký được thực hiện ngoài quy trình sản xuất ban đầu để tinh chế thêm sản phẩm. Việc vận hành công kênh và tốn kém, và khó thực hiện sản xuất công nghiệp.

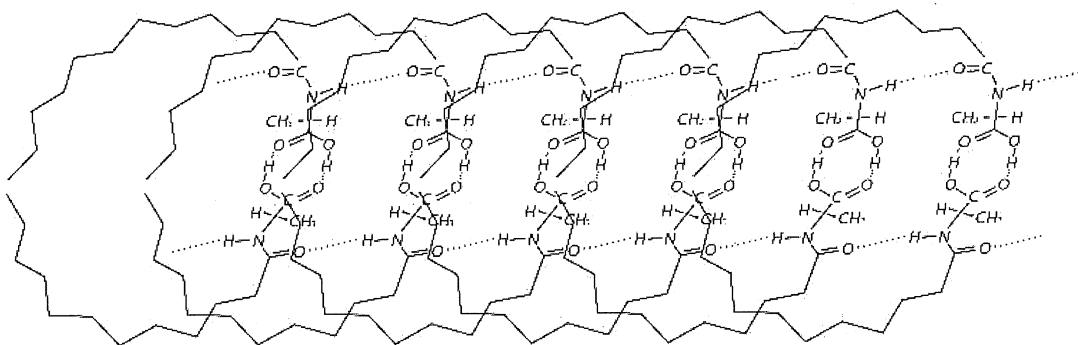
Dựa trên các thực tế ở trên, cần có phương pháp để điều chế polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp và ứng dụng của nó. Polyme tự lắp ráp N-lauroyl-L-alanin được điều chế bằng phương pháp này có hàm lượng axit lauric mà không thể phát hiện được bằng phương pháp sắc ký lỏng tính năng cao (high performance liquid chromatography, HPLC) và sắc ký khí (gas chromatography, GC), và thể hiện tác dụng làm sạch tốt. Ngoài ra, phương pháp này liên quan đến quá trình đơn giản và chi phí thấp, và nó dễ dàng được công nghiệp hóa.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Một mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế polyme tự lắp

ráp N-lauroyl-L-alanin và sử dụng polyme tự lắp ráp N-lauroyl-L-alanin này, trong đó polyme siêu phân tử tự lắp ráp N-lauroyl-L-alanin điều chế được có khả năng thoái biến sinh học tốt và khả năng tẩy rửa mạnh, rất thích hợp để sử dụng trong công nghiệp hóa chất hàng ngày, nông nghiệp, công nghiệp dược phẩm và ngành tương tự. Như vậy, các nhược điểm của N-lauroyl-L-alanin được điều chế bằng giải pháp kỹ thuật đã biết, nghĩa là độ tinh khiết thấp và mức các tạp chất cao, ảnh hưởng nghiêm trọng đến chất lượng của sản phẩm, được khắc phục.

Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp theo sáng chế có cấu trúc sau đây:



Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp theo sáng chế bao gồm N-lauroyl-L-alanin làm đơn vị cơ bản tự lắp ráp thành polyme siêu phân tử nhờ các liên kết hydro, trong đó polyme này gần như không chứa axit lauric, trong đó “gần như không chứa” có nghĩa là axit lauric không thể phát hiện được bằng HPLC và GC.

Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp theo sáng chế bao gồm N-lauroyl-L-alanin làm đơn vị cơ bản tự lắp ráp thành polyme siêu phân tử nhờ các liên kết hydro, trong đó polyme siêu phân tử có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 2000 đến 5000000.

Giải pháp kỹ thuật sau đây được sử dụng để đạt được mục đích của sáng chế và giải quyết vấn đề kỹ thuật của nó. Sáng chế đề xuất phương pháp điều chế polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp gần như không chứa axit lauric theo sáng chế, bao gồm các bước sau đây:

Bổ sung dung môi, L-alanin và chất xúc tác vào sản phẩm N-lauroyl-L-

alanin thô, khuấy trộn trong các điều kiện nhất định, làm nguội, lọc, rửa chất rắn tạo ra, và làm khô để thu được polyme tự lắp ráp N-lauroyl-L-alanin gần như không chứa axit lauric.

Phương pháp điều chế sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô nêu trên bao gồm các bước sau đây:

(1) Hòa tan L-alanin và bazơ vô cơ kim loại trong dung dịch hỗn hợp gồm nước cất và dung môi hữu cơ, và khuấy trộn đều để thu được dung dịch muối L-alanin;

(2) Bổ sung lauroyl clorua và bazơ vô cơ kim loại theo thứ tự vào dung dịch muối L-alanin thu được ở trên, và sau đó tiếp tục việc khuấy trộn trong các điều kiện nhất định để thu được muối N-lauroyl-L-alanin nhão;

(3) Axit hóa muối N-lauroyl-L-alanin nhão thu được ở trên để kết tủa chất rắn màu trắng một cách từ từ, và sau đó đặt chất tạo ra trong chậu nước đá, lọc để thu được sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô.

Theo phương pháp nêu ở trên, tỷ số mol của L-alanin với bazơ vô cơ kim loại ở bước (1) bằng 1:(1-1,5).

Theo phương pháp nêu ở trên, bazơ vô cơ kim loại ở bước (1) được chọn từ một hoặc nhiều chất trong số natri hydroxit, kali hydroxit, natri cacbonat, và kali cacbonat.

Theo phương pháp nêu ở trên, dung môi hữu cơ ở bước (1) được chọn từ một hoặc nhiều chất trong số axeton, metanol, etanol, axetonitril, và tetrahydrofuran.

Theo phương pháp nêu ở trên, tỷ số thể tích của nước cất với dung môi hữu cơ ở bước (1) bằng 1:(1-1,5).

Theo phương pháp nêu ở trên, tỷ số mol cấp của lauroyl clorua với L-alanin ở bước (2) bằng (0,8-1):1.

Theo phương pháp nêu ở trên, các điều kiện khuấy trộn ở bước (2) bao gồm: nhiệt độ 5-50°C, thời gian 0,5-3,5 giờ.

Theo phương pháp nêu ở trên, bazơ vô cơ kim loại ở bước (2) có nồng độ

bằng 30-80%.

Theo phương pháp nêu ở trên, bazơ vô cơ kim loại ở bước (2) được chọn từ một hoặc nhiều chất trong số natri hydroxit, kali hydroxit, natri cacbonat, và kali cacbonat.

Theo phương pháp nêu ở trên, dung môi ở bước (4) được chọn từ một hoặc nhiều chất trong số axeton, metanol, etanol, axetonitril, tetrahydrofuran, và các dung môi hỗn hợp được tạo ra từ một hoặc nhiều dung môi ở trên với nước.

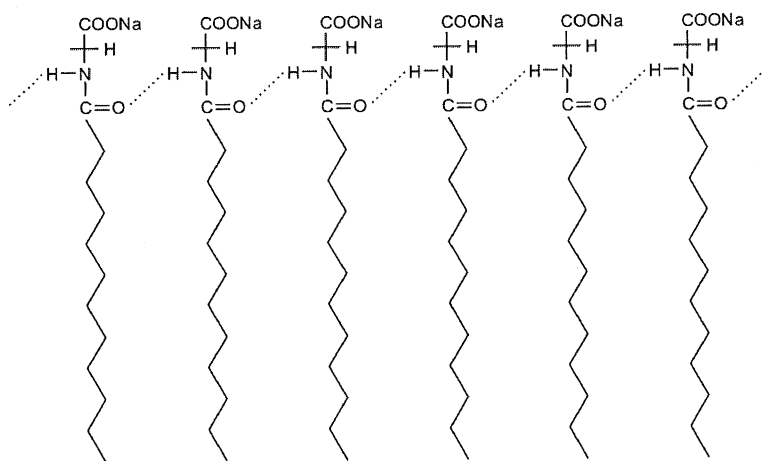
Theo phương pháp nêu ở trên, chất xúc tác ở bước (4) được chọn từ một hoặc nhiều trong số axit sulfuric, axit p-toluensulfonic, và các chất nhũ hóa.

Theo phương pháp nêu ở trên, tỷ số mol của sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, dung môi, L-alanin, và chất xúc tác ở bước (4) bằng 1:(5-10):(0,2-0,6):(0,001-0,2).

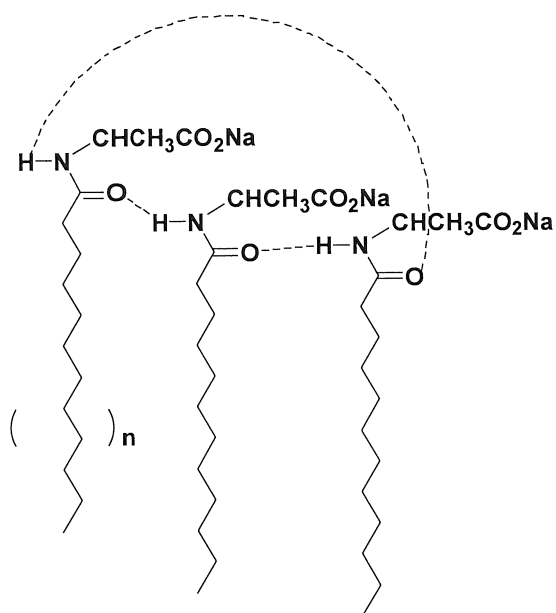
Theo phương pháp nêu ở trên, nhiệt độ làm khô ở bước (4) bằng 40-70°C.

Theo phương pháp nêu ở trên, các điều kiện khuấy trộn ở bước (4) bao gồm: nhiệt độ 25-100°C, áp suất 5kg-50kg, thời gian 1-3 giờ.

Sáng chế còn đề cập đến muối natri của polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp gần như không chứa axit lauric, và cấu trúc của nó là như sau:



hoặc



trong đó n là số lượng của các phân tử natri N-lauroyl-L-alanin tạo ra polyme siêu phân tử tự lắp ráp.

Sáng chế còn bộc lộ muối natri của polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp, chứa natri N-lauroyl-L-alanin làm đơn vị cơ bản tự lắp ráp thành polyme siêu phân tử nhờ các liên kết hydro, trong đó polyme siêu phân tử có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 2800 đến 770000.

Giải pháp kỹ thuật sau đây còn được sử dụng để đạt được mục đích của sáng chế và giải quyết vấn đề kỹ thuật của nó. Theo sáng chế, được đề xuất là việc sử dụng polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp thu được bằng phương pháp điều chế nêu trên để làm chất hoạt động bề mặt được sử dụng trong lĩnh vực hóa chất hằng ngày, nông nghiệp, và công nghiệp dược phẩm.

Giải pháp kỹ thuật sau đây còn được sử dụng để đạt được mục đích của sáng chế và giải quyết vấn đề kỹ thuật của nó. Theo sáng chế, được đề xuất là axit amin siêu phân tử, trong đó axit amin siêu phân tử được tạo ra bằng cách liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanin thu được bằng phương pháp điều chế nêu trên.

Sáng chế có các các hiệu quả kỹ thuật có lợi sau đây so sánh với giải pháp kỹ thuật đã biết:

1. Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp theo sáng chế được điều chế bằng phương pháp gồm có các bước xử lý đơn giản. Nó được tạo ra bằng cách ngưng tụ axit lauric tự nhiên và L-alanin tự nhiên. Nó tồn tại ổn định trong các điều kiện môi trường xung quanh, và không độc và không có hại cho cơ thể người. Ngay cả nếu nó đi vào cơ thể người, nó sẽ nhanh chóng thoái biến thành axit lauric và L-alanin theo cách tự nhiên, và các sản phẩm thoái biến là các chất tự nhiên có thể được tái sử dụng. Ngoài ra, các điều kiện phản ứng là nhẹ, và do đó thích hợp cho sản xuất công nghiệp.

2. Hàm lượng của axit lauric trong polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế không thể được phát hiện bằng HPLC hoặc GC. Do vậy, hàm lượng của axit lauric không ảnh hưởng đến cấu trúc hoặc các đặc tính của N-lauroyl-L-alanin, bằng cách đó tránh được một cách hiệu quả sự ảnh hưởng của axit lauric lên chất lượng sản phẩm.

3. Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp thu được bằng phương pháp theo sáng chế có cấu trúc mạng lưới ba chiều tạo điều kiện thuận lợi một cách mạnh mẽ cho sự hấp thu dầu và các chất hữu cơ khác. Khi sử dụng, độ pH bằng 6-7, thích hợp hơn đối với yêu cầu về độ pH của cơ thể người. Ít nhất 90% polyme tồn tại ở dạng muối natri, và phần còn lại tồn tại ở dạng axit. Chúng cùng tồn tại ở dạng hai chiều và ba chiều, mang lại khả năng làm sạch và hấp thu mạnh mẽ các vi khuẩn, các thuốc diệt côn trùng, mùi, v.v..

4. Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế có cấu trúc ổn định và các đặc tính ổn định, và nó còn có các đặc tính siêu phân tử. Do sự tồn tại của các yếu tố tạo gel khác nhau trong dung dịch chứa các phân tử, như liên kết hydro, lực tĩnh điện, lực kỵ nước, và tương tác π - π , khiến các thành phần lỏng đứng yên. Do đó, axit amin có cấu trúc không gian mạng lưới ba chiều được tạo ra. Như vậy, polyme được truyền khả năng khử trùng vật lý, loại bỏ mùi, và loại bỏ dư lượng thuốc trừ sâu. Nó có tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn mạnh, và có thể ức chế *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* và *Candida albicans*, mỗi loại với tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn lên đến 100%. Nó có thể

loại bỏ dư lượng chất diệt côn trùng một cách hiệu quả. Tỷ lệ loại bỏ đối với methamidophos có thể đạt 64,63%, và tỷ lệ loại bỏ đối với axephat có thể đạt 74,66%. Nó còn có đặc tính khử mùi tốt.

5. Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế tồn tại ở dạng các thể dạng cột không đếm được với các khe hở rất lớn giữa các phân tử. Các khe hở rất lớn này có thể bẫy các chất hữu cơ như các phân tử thuốc, dư lượng chất diệt côn trùng và các hạt vô cơ nhỏ bé. Đối với các ứng dụng trong lĩnh vực dược phẩm, polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp có thể bao bọc các phân tử thuốc, và có tác dụng như là chất giải phóng chậm, để các hoạt chất của thuốc có thể được giải phóng chậm dưới tác dụng của enzym. Đối với các ứng dụng trong lĩnh vực thuốc diệt côn trùng, các polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp có thể bao bọc thuốc diệt côn trùng để ngăn chặn thuốc diệt côn trùng không thấm qua và đi vào phần bên trong của thực vật. Đối với các ứng dụng trong lĩnh vực mỹ phẩm, phối hợp của polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp và dầu tự nhiên có thể làm thay đổi các đặc tính vật lý của dầu, để dầu tự nhiên cải biến gần như dầu được tiết ra bởi cơ thể người, và do đó mang lại trải nghiệm tốt cho người tiêu dùng. Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp có thể bao bọc chất có hoạt tính mỹ phẩm, nên chất có hoạt tính này sẽ không bị oxy hóa hoặc khử hoạt tính dễ dàng, và các hạt của chất có hoạt tính mỹ phẩm có thể được phân tán đều và lơ lửng trong hệ mỹ phẩm.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 thể hiện các phương trình phản ứng hóa học để điều chế N-lauroyl-L-alanin theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Fig.2 thể hiện biểu đồ phổ hồng ngoại của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Fig.3a thể hiện phổ ^1H -NMR của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Fig.3b thể hiện phổ ^{13}C -NMR của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu

được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Fig.4 thể hiện phổ sắc ký chuẩn của N-lauroyl-L-alanin;

Fig.5 thể hiện phổ sắc ký lỏng tính năng cao của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế, được đo trong các điều kiện giống như các điều kiện để thu được Fig.4;

Fig.6 thể hiện phổ sắc ký lỏng tính năng cao của axit lauric được đo trong các điều kiện giống như các điều kiện để thu được Fig.4;

Fig.7 thể hiện phổ sắc ký lỏng tính năng cao của L-alanin được đo trong các điều kiện giống như các điều kiện để thu được Fig.4;

Fig.8 thể hiện phổ sắc ký lỏng tính năng cao của N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin thu được bằng cách điều chế và tách cột, được đo trong các điều kiện giống như các điều kiện để thu được Fig.4;

Fig.9 là sơ đồ chứng minh sự hình thành cấu trúc của axit amin siêu phân tử từ monome N-lauroyl-L-alanin thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Fig.10a thể hiện ảnh hiển vi điện tử 300X của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Fig.10b thể hiện ảnh hiển vi điện tử 1000X của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Fig.10c thể hiện ảnh hiển vi điện tử 2000X của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Fig.11a thể hiện ảnh hiển vi điện tử 500X của N-lauroyl-L-alanin hiện có sẵn trên thị trường (chứa 2-5% axit lauric);

Fig.11b thể hiện ảnh hiển vi điện tử 1000X của N-lauroyl-L-alanin hiện có sẵn trên thị trường (chứa 2-5% axit lauric);

Fig.11c thể hiện ảnh hiển vi điện tử 2000X của N-lauroyl-L-alanin hiện có

sẵn trên thị trường (chứa 2-5% axit lauric);

Fig.12 là sơ đồ chứng minh thêm sự hình thành muối natri từ axit amin siêu phân tử được tạo ra từ N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Fig.13 thể hiện sơ đồ và dữ liệu về trọng lượng phân tử của muối natri của axit amin siêu phân tử được tạo ra tiếp từ N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế;

Các kết quả của mẫu GPC: các kết quả của mẫu

Thời gian lưu: thời gian lưu

Mn: trọng lượng phân tử trung bình số lượng

Mw: trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng

Mz: trọng lượng phân tử trung bình cao hơn

Mp: trọng lượng phân tử trung bình đỉnh

Chỉ số đa phân tán: cho biết rằng trọng lượng phân tử là giá trị trung bình của các trọng lượng phân tử của các chất đồng đẳng;

Các Fig.14-16 là các báo cáo thử nghiệm của kem đánh răng axit amin theo phương án 3;

Fig.17 thể hiện răng của bệnh nhân trước khi được làm sạch bằng kem đánh răng axit amin;

Fig.18 thể hiện tác dụng làm sạch răng của bệnh nhân bằng kem đánh răng axit amin;

Fig.19 thể hiện kết quả thử nghiệm về khả năng tẩy rửa của nước giặt;

Fig.20 thể hiện phổ khối của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau quá trình nghiên cứu bao quát và chuyên sâu, các tác giả sáng chế đã

phát hiện ra phương pháp đặc biệt có thể được sử dụng để tạo ra polyme gần như không chứa hoặc không chứa axit lauric bởi sự tự lắp ráp của monome N-lauroyl-L-alanin qua liên kết hydro, và cấu trúc chứa khoảng trống đàn hồi có thể được tạo ra. Cấu trúc này có thể giữ cố định các chất dạng dầu. Khi polyme tạo ra muối với bazơ, muối polyme tạo ra có thể được sử dụng làm chất hoạt động bề mặt. Sáng chế được hoàn thành trên cơ sở này.

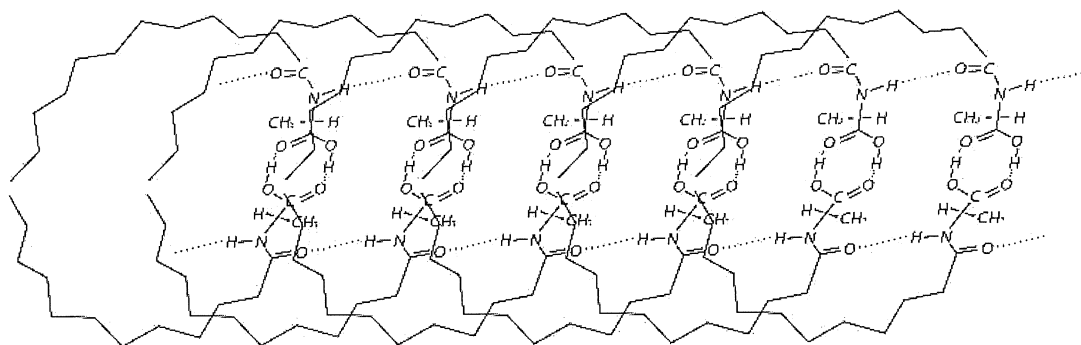
Như được sử dụng ở đây, “polyme hoặc muối của nó được đề xuất theo sáng chế gần như không chứa hoặc không chứa axit lauric” có nghĩa là, chẳng hạn, axit lauric không thể được phát hiện bằng phương pháp sắc ký lỏng tính năng cao (được trang bị bộ phát hiện cực tím; cột sắc ký: ODS-2HYPERASIL C18 250* 4,6mm 5 μ m; lọc chân không pha động và thiết bị loại khí; và màng lọc hữu cơ 0,45 μ m). Nghĩa là, hàm lượng của axit lauric không ảnh hưởng đến các đặc tính và cấu trúc của N-lauroyl-L-alanin, nên N-lauroyl-L-alanin có thể tự lắp ráp thành polyme siêu phân tử bằng cách tạo ra các liên kết hydro. Theo cách khác, điều này có nghĩa là không thể quan sát được đặc trưng đỉnh ion phân tử của axit lauric trong phổ khối thu được bằng phương pháp phổ khối, chẳng hạn, mà không có giới hạn, phổ khối (mass chromatography, MS) thu được bằng thiết bị Agilent 1200/6220 LC/MS, như được thể hiện trên Fig.20.

Các muối N-lauroyl-L-alanin được bao hàm trong sáng chế là natri N-lauroyl-L-alanin và/hoặc kali N-lauroyl-L-alanin. Chúng có thể còn là các muối được tạo ra từ N-lauroyl-L-alanin với các axit amin bazơ, như các muối được tạo ra với arginin, histidin, lysin, và chất tương tự.

Polyme hoặc các muối của nó

Được đề xuất là polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo sáng chế, trong đó polyme được tạo ra bằng cách liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanin, trong đó polyme gần như không chứa hoặc không chứa axit lauric.

Sự liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanin này có thể tạo ra cấu trúc như được thể hiện bởi công thức (I):



I.

Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp được tạo ra theo sáng chế có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 2000 đến 5000000, và điểm nóng chảy bằng 82-84°C.

Cũng được đề xuất là muối của polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp nêu trên theo sáng chế, trong đó muối này được tạo ra từ polyme với bazơ, trong đó bazơ được chọn từ các bazơ vô cơ và hữu cơ.

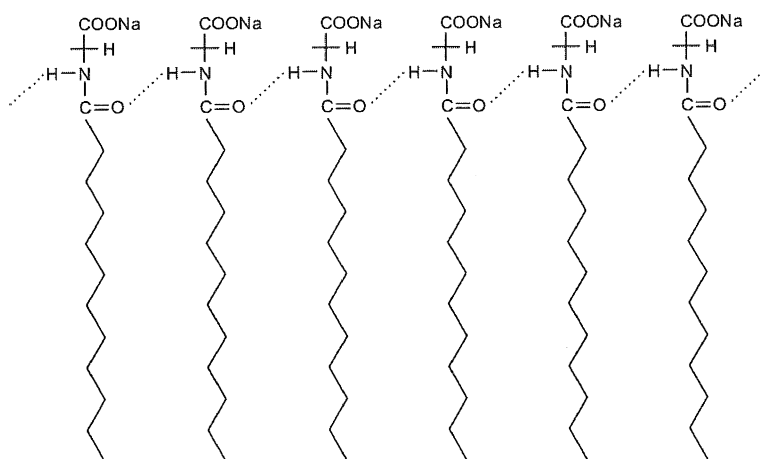
Theo phương án được ưu tiên, bazơ vô cơ được chọn từ natri hydroxit, kali hydroxit, hoặc lithi hydroxit.

Theo phương án được ưu tiên, bazơ hữu cơ là axit amin cơ bản tự nhiên (arginin, lysin hoặc histidin).

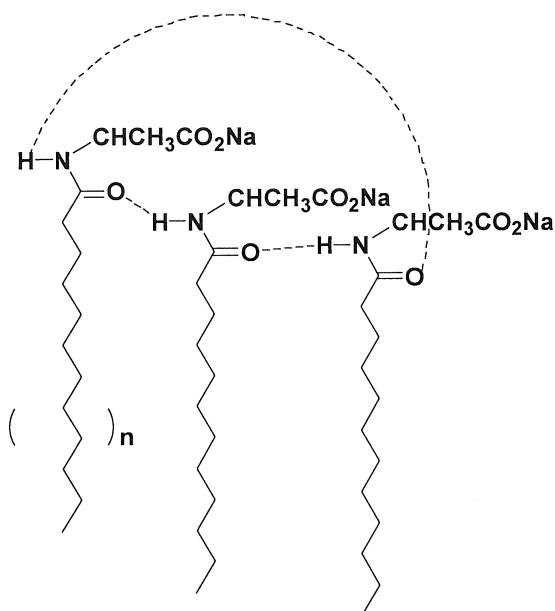
Muối natri của polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp nêu trên được tạo ra theo sáng chế có độ tan tối đa bằng 15% trọng lượng/thể tích, như được đo theo phương pháp đo độ tan (Chinese Pharmacopoeia (2015 edition), General Guide). Nghĩa là, lượng tối đa của polyme natri N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp hòa tan trong 100ml nước là 15 gam ở 25°C và 1atm.

Theo một phương án theo sáng chế, được đề xuất là muối natri của polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp, tạo ra bằng cách liên kết hydro các monome natri N-lauroyl-L-alanin, trong đó muối natri của polyme gần như không chứa hoặc không chứa axit lauric.

Sự liên kết hydro các monome natri N-lauroyl-L-alanin này có thể tạo ra cấu trúc như được thể hiện bởi công thức (II):



hoặc



II

trong đó n là số lượng của các phân tử natri N-lauroyl-L-alanin tạo ra polyme siêu phân tử tự lắp ráp.

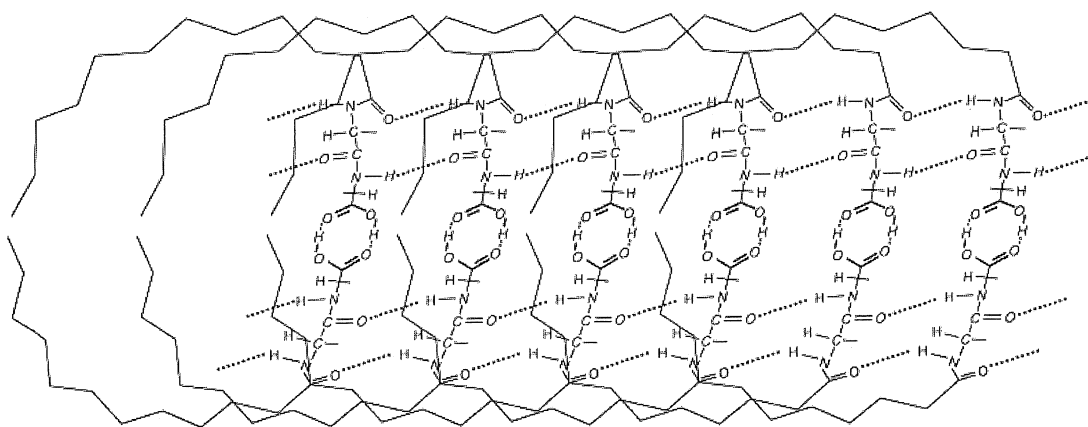
N phân tử natri N-lauroyl-L-alanin được liên kết theo thứ tự bằng các liên kết hydro trong cùng một mặt phẳng, hoặc n phân tử natri N-lauroyl-L-alanin được liên kết theo thứ tự bằng các liên kết hydro và các phân tử đầu tiên và cuối cùng cũng được liên kết bằng các liên kết hydro để tạo ra cấu trúc dạng cột.

Muối natri của polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp được tạo ra theo sáng chế có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 2800-770000, từ đó có thể suy ra rằng n nằm trong khoảng từ 10 đến 3000; và

độ tan của muối natri trong nước không vượt quá 15g/100ml.

Theo sáng chế, cũng được đề xuất là chế phẩm chứa polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó được tạo ra theo sáng chế, và polyme tạo ra bằng cách liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin hoặc muối của nó, trong đó polyme tạo ra bằng cách liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin hoặc muối của nó chiếm 0-40% trọng lượng trên cơ sở tổng trọng lượng của chế phẩm.

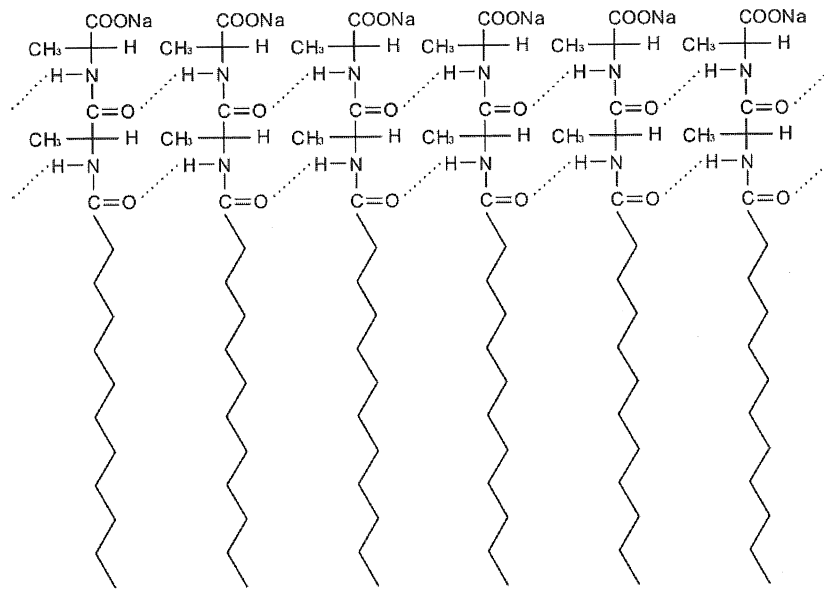
Sự liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin này có thể tạo ra cấu trúc như được thể hiện bởi công thức (I'):



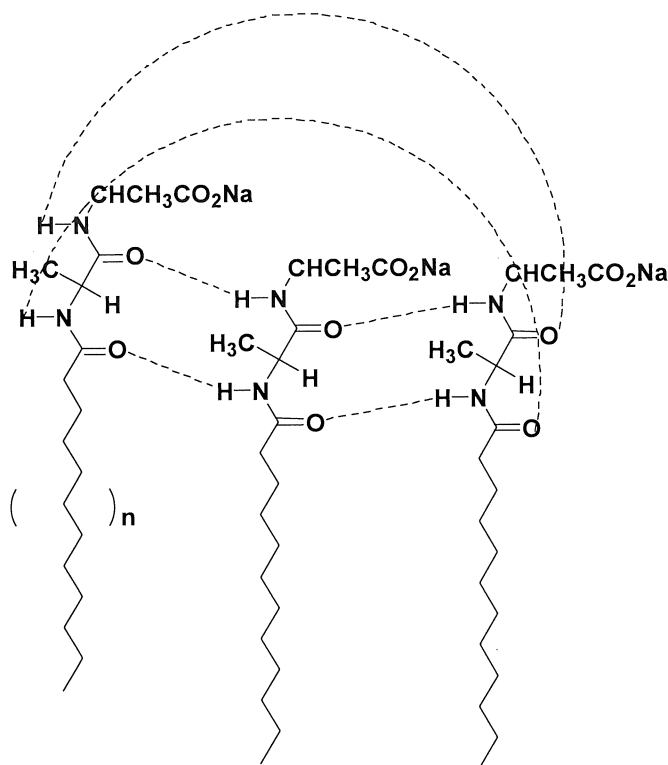
I' ;

trong đó polyme tạo ra có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 5000 đến 5000000, và điểm nóng chảy bằng 148-150°C.

Liên kết hydro natri các monome N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin có thể còn tạo ra cấu trúc như được thể hiện bởi công thức (II'):



hoặc



II'

trong đó n bằng 8-20000; trong đó n phân tử natri N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin được liên kết theo thứ tự bằng các liên kết hydro trong cùng một mặt phẳng, hoặc n phân tử natri N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin được liên kết theo thứ tự bằng các liên kết hydro và các phân tử đầu tiên và cuối cùng cũng được liên kết bằng các liên kết hydro để tạo ra cấu trúc dạng cột.

Muối natri polyme thể hiện bởi công thức II' có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 5000 đến 5000000.

Phương pháp điều chế polyme hoặc muối của nó

Theo sáng chế, được đề xuất là phương pháp điều chế polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp, bao gồm các bước sau đây:

Bước I, hòa tan L-alanin và bazơ vô cơ kim loại trong dung dịch hỗn hợp gồm nước cất và dung môi hữu cơ, và khuấy trộn đều để thu được dung dịch muối L-alanin;

Bước II, bổ sung lauroyl clorua và bazơ vô cơ kim loại theo thứ tự vào dung dịch muối L-alanin thu được ở trên để cho phép hệ phản ứng có độ pH=8-10, và sau đó tiếp tục việc khuấy trộn trong các điều kiện nhất định để thu được muối N-lauroyl-L-alanin nhão;

Bước III, axit hóa muối N-lauroyl-L-alanin nhão thu được ở trên đến độ pH=3-4 để kết tủa chất rắn màu trắng một cách từ từ, và sau đó đặt chất tạo ra trong chậu nước đá trong 1-3 giờ, lọc để thu được sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô;

Bước IV, bổ sung dung môi, L-alanin và chất xúc tác vào sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô thu được ở trên, và khuấy trộn trong các điều kiện nhất định để thu được polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp được tạo ra theo sáng chế.

Theo một phương án theo sáng chế, tỷ số thể tích của nước cất với dung môi hữu cơ ở bước I bằng 1: (1-1,5).

Theo một phương án theo sáng chế, tỷ số mol của L-alanin với bazơ vô cơ kim loại ở bước I bằng 1: (1-1,5).

Theo một phương án theo sáng chế, bazơ vô cơ kim loại ở bước I được chọn từ một hoặc nhiều trong số natri hydroxit, kali hydroxit, natri cacbonat, và kali cacbonat.

Theo một phương án theo sáng chế, dung môi hữu cơ ở bước I được chọn từ một hoặc nhiều dung môi trong số axeton, metanol, etanol, axetonitril, và tetrahydrofuran.

Theo một phương án theo sáng chế, tỷ số mol cấp của lauroyl clorua với L-alanin ở bước II bằng (0,8-1):1.

Theo một phương án theo sáng chế, các điều kiện khuấy trộn ở bước II bao gồm: nhiệt độ 5-50°C, thời gian 0,5-3,5 giờ.

Theo một phương án theo sáng chế, bazơ vô cơ kim loại ở bước II có nồng độ bằng 30-80%; bazơ vô cơ kim loại được chọn từ một hoặc nhiều bazơ trong số natri hydroxit, kali hydroxit, natri cacbonat, và kali cacbonat.

Theo một phương án theo sáng chế, dung môi ở bước IV được chọn từ axeton, metanol, etanol, axetonitril, tetrahydrofuran, hoặc các dung môi hỗn hợp được tạo ra từ một hoặc nhiều dung môi ở trên với nước.

Theo một phương án theo sáng chế, chất xúc tác ở bước IV được chọn từ một hoặc nhiều chất trong số axit sulfuric, axit p-toluensulfonic, và các chất nhũ hóa.

Theo một phương án theo sáng chế, tỷ số mol của sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, dung môi, L-alanin, và chất xúc tác ở bước IV bằng 1:(5-10):(0,2-1,1):(0,001-0,2); tốt hơn là 1:(5-10):(0,2-0,5):(0,01-0,2).

Theo một phương án theo sáng chế, các điều kiện khuấy trộn ở bước IV bao gồm: nhiệt độ 25-100°C, áp suất 5kg-50kg, thời gian 1-3 giờ.

Theo một phương án theo sáng chế, ở bước IV, việc khuấy trộn được tiếp theo bởi việc làm nguội và lọc để thu được chất rắn mà được rửa và sau đó làm khô để thu được polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp gần như không chứa axit lauric.

Sử dụng polyme hoặc muối của nó

Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp được tạo ra theo sáng chế có thể được sử dụng để giữ cố định các chất dạng dầu, và muối của nó có thể được sử dụng làm chất hoạt động bề mặt.

Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó được tạo ra theo sáng chế có thể được sử dụng rộng rãi trong các lĩnh vực các hóa chất hằng ngày, nông nghiệp, hoặc công nghiệp dược phẩm, chẳng hạn, không có giới hạn,

để điều chế kem đánh răng, chế phẩm chăm sóc da, nước giặt, xà phòng thơm, bột giặt, tinh chất làm sạch, mặt nạ, v.v..

Sáng chế sẽ được mô tả thêm dưới đây dựa vào các hình vẽ và các ví dụ kèm theo. Cần hiểu rằng các ví dụ này chỉ được sử dụng để minh họa sáng chế, không làm giới hạn phạm vi của sáng chế này. Cần hiểu thêm rằng các thay đổi hoặc biến thể khác nhau của sáng chế có thể được thực hiện bởi người có hiểu biết thông thường trong lĩnh vực này sau khi đọc các phần nêu trên của sáng chế này, và các biến thể tương đương này cũng nằm trong phạm vi được xác định bởi yêu cầu bảo hộ kèm theo của đơn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Tổng hợp polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp

Phương án 1

89g (1mol) L-alanin và 40g (1mol) natri hydroxit được hòa tan trong dung dịch hỗn hợp gồm 150ml nước cất và 150ml axeton trong bình ba cổ dung tích 1l ở nhiệt độ môi trường xung quanh, và khuấy trộn đều để thu được dung dịch natri L-alanin.

Trong điều kiện 25°C, 218,7g (1mol) lauroyl clorua được bổ sung nhỏ giọt từ từ vào dung dịch muối L-alanin, và sau đó dung dịch natri hydroxit 50% được bổ sung nhỏ giọt để cho phép hệ phản ứng có độ pH=9. Sau khi thêm xong, việc khuấy trộn được tiếp tục trong 2 giờ ở 25°C để thu được muối N-lauroyl-L-alanin nhão.

Axit clohydric được bổ sung vào muối N-lauroyl-L-alanin nhão để axit hóa nó đến độ pH=3-4. Chất rắn màu trắng kết tủa một cách từ từ. Sau đó, chất tạo ra được đặt trong chậu nước đá trong 2 giờ. Việc lọc được thực hiện để thu được sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô.

Dung môi hỗn hợp gồm nước và axeton, L-alanin và axit p-toluensulfonic được bổ sung vào sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, trong đó sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, dung môi hỗn hợp gồm nước và axeton, L-alanin, và axit

p-toluensulfonic được bổ sung ở tỷ số mol bằng 1:7,5:0,35:0,002. Việc khuấy trộn được thực hiện trong 2 giờ ở nhiệt độ bằng 60°C và áp suất bằng 27kg, nên axit lauric với lượng nhỏ hoàn toàn được tiêu thụ. Sau đó, việc làm nguội và lọc được thực hiện. Chất rắn tạo ra được rửa hai lần bằng nước tinh khiết, và cuối cùng làm khô ở 60°C để thu được polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp.

Khối lượng của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp tạo ra là 250,5g; hiệu suất bằng 92,3%; độ tinh khiết cao hơn 97%; không phát hiện được hàm lượng của axit lauric; và điểm nóng chảy bằng 82-84°C.

Nhờ thực nghiệm, nhận thấy rằng nếu việc khuấy trộn được thực hiện ở áp suất môi trường xung quanh đối với phản ứng ở trên, vẫn tìm thấy một lượng nhỏ axit lauric bằng cách kiểm tra hệ phản ứng. Không thể thu được polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp trong sản phẩm cuối cùng.

Phương án 2

89g (1mol) L-alanin và 56g (1mol) kali hydroxit được hòa tan trong dung dịch hỗn hợp gồm 150ml nước cất và 150ml axeton trong bình ba cổ dung tích 1l ở nhiệt độ môi trường xung quanh, và khuấy trộn đều để thu được dung dịch natri L-alanin.

Trong điều kiện 25°C, 218,7g (1mol) lauroyl clorua được bổ sung nhỏ giọt từ từ vào dung dịch muối L-alanin, và sau đó dung dịch natri hydroxit 50% được bổ sung nhỏ giọt để cho phép hệ phản ứng có độ pH=9. Sau khi thêm xong, việc khuấy trộn được tiếp tục trong 2 giờ ở 25°C để thu được muối N-lauroyl-L-alanin nhão.

Axit clohydric được bổ sung vào muối N-lauroyl-L-alanin nhão để axit hóa nó đến độ pH=3-4. Chất rắn màu trắng kết tủa một cách từ từ. Sau đó, chất tạo ra được đặt trong chậu nước đá trong 2 giờ. Việc lọc được thực hiện để thu được sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô.

Dung môi hỗn hợp gồm nước và axeton, L-alanin và axit p-toluensulfonic được bổ sung vào sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, trong đó sản phẩm N-

lauroyl-L-alanin thô, dung môi hỗn hợp gồm nước và axeton, L-alanin, và axit p-toluensulfonic được bổ sung ở tỷ số mol bằng 1:10:0,3:0,003. Việc khuấy trộn được thực hiện trong 2 giờ ở nhiệt độ bằng 25°C và áp suất bằng 43kg, nên axit lauric với lượng nhỏ hoàn toàn được tiêu thụ. Sau đó, việc làm nguội và lọc được thực hiện. Chất rắn tạo ra được rửa hai lần bằng nước tinh khiết, và cuối cùng làm khô ở 60°C để thu được polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp.

Khối lượng của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp tạo ra là 243,7g; hiệu suất bằng 89,8%; độ tinh khiết cao hơn 97%; không phát hiện được hàm lượng của axit lauric; và điểm nóng chảy bằng 82-84°C.

Phương án 3

89kg (1Kmol) L-alanin và 40kg (1Kmol) natri hydroxit được hòa tan trong dung dịch hỗn hợp gồm 150l nước cất và 150l axeton trong thiết bị phản ứng nồi hơi dung tích 1000l ở nhiệt độ môi trường xung quanh, và khuấy trộn đều để thu được dung dịch natri L-alanin.

Trong điều kiện 25°C, 175kg (0,8Kmol) lauroyl clorua được bổ sung nhỏ giọt từ từ vào dung dịch muối L-alanin, và sau đó dung dịch natri hydroxit 50% được bổ sung nhỏ giọt để cho phép hệ phản ứng có độ pH=9. Sau khi thêm xong, việc khuấy trộn được tiếp tục trong 2 giờ ở 25°C để thu được muối N-lauroyl-L-alanin nhão.

Axit clohydric được bổ sung vào muối N-lauroyl-L-alanin nhão để axit hóa nó đến độ pH=3-4. Chất rắn màu trắng kết tủa một cách từ từ. Sau đó, chất tạo ra được đặt trong chậu nước đá trong 2 giờ. Việc lọc được thực hiện để thu được sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô.

Dung môi hỗn hợp gồm nước và axeton, L-alanin và axit p-toluensulfonic được bổ sung vào sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, trong đó sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, dung môi hỗn hợp gồm nước và axeton, L-alanin, và axit p-toluensulfonic được bổ sung ở tỷ số mol bằng 1:5:0,2:0,002. Việc khuấy trộn được thực hiện trong 2 giờ ở nhiệt độ bằng 100°C và áp suất bằng 50kg, nên axit lauric với lượng nhỏ hoàn toàn được tiêu thụ. Sau đó, việc làm nguội và lọc

được thực hiện. Chất rắn tạo ra được rửa hai lần bằng nước tinh khiết, và cuối cùng làm khô ở 60°C để thu được polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp.

Khối lượng của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp tạo ra là 217,2kg; hiệu suất bằng 98,5%; độ tinh khiết cao hơn 97%; không phát hiện được hàm lượng của axit lauric; và điểm nóng chảy bằng 82-84°C.

Phương án 4

89g (1mol) L-alanin và 106g (1mol) natri cacbonat được hòa tan trong dung dịch hỗn hợp gồm 150ml nước cất và 150ml axeton trong bình ba cổ dung tích 1l ở nhiệt độ môi trường xung quanh, và khuấy trộn đều để thu được dung dịch natri L-alanin.

Trong điều kiện 50°C, 218,7g (1mol) lauroyl clorua được bổ sung nhỏ giọt từ từ vào dung dịch muối L-alanin, và sau đó dung dịch natri hydroxit 30% được bổ sung nhỏ giọt để cho phép hệ phản ứng có độ pH=8. Sau khi thêm xong, việc khuấy trộn được tiếp tục trong 3,5 giờ ở 25°C để thu được muối N-lauroyl-L-alanin nhão.

Axit clohydric được bổ sung vào muối N-lauroyl-L-alanin nhão để axit hóa nó đến độ pH=3-4. Chất rắn màu trắng kết tủa một cách từ từ. Sau đó, chất tạo ra được đặt trong chậu nước đá trong 3 giờ. Việc lọc được thực hiện để thu được sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô.

Dung dịch metanol, L-alanin và axit sulfuric được bổ sung vào sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, trong đó sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, dung dịch metanol, L-alanin, và axit sulfuric được bổ sung ở tỷ số mol bằng 1:5:0,2:0,005. Việc khuấy trộn được thực hiện trong 1 giờ ở nhiệt độ bằng 25°C và áp suất bằng 5kg, nên axit lauric với lượng nhỏ hoàn toàn được tiêu thụ. Sau đó, việc làm nguội và lọc được thực hiện. Chất rắn tạo ra được rửa hai lần bằng nước tinh khiết, và cuối cùng làm khô ở 70°C để thu được polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp.

Khối lượng của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp tạo ra là 244,7g; hiệu

suất bằng 90,2%; độ tinh khiết cao hơn 97%; không phát hiện được hàm lượng của axit lauric; và điểm nóng chảy bằng 82-84°C.

Phương án 5

89g (1mol) L-alanin và 106g (1mol) natri cacbonat được hòa tan trong dung dịch hỗn hợp gồm 150ml nước cất và 150ml axeton trong bình ba cổ dung tích 1l ở nhiệt độ môi trường xung quanh, và khuấy trộn đều để thu được dung dịch natri L-alanin.

Trong điều kiện 5°C, 218,7g (1mol) lauroyl clorua được bổ sung nhỏ giọt từ từ vào dung dịch muối L-alanin, và sau đó dung dịch natri hydroxit 80% được bổ sung nhỏ giọt để cho phép hệ phản ứng có độ pH=10. Sau khi thêm xong, việc khuấy trộn được tiếp tục trong 0,5 giờ ở 50°C để thu được muối N-lauroyl-L-alanin nhão.

Axit clohydric được bổ sung vào muối N-lauroyl-L-alanin nhão để axit hóa nó đến độ pH=3-4. Chất rắn màu trắng kết tủa một cách từ từ. Sau đó, chất tạo ra được đặt trong chậu nước đá trong 1 giờ. Việc lọc được thực hiện để thu được sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô.

Dung dịch metanol, L-alanin và axit p-toluensulfonic được bổ sung vào sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, trong đó sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, dung dịch metanol, L-alanin, và axit p-toluensulfonic được bổ sung ở tỷ số mol bằng 1:5:0,2:0,002. Việc khuấy trộn được thực hiện trong 3 giờ ở nhiệt độ bằng 100°C và áp suất bằng 50kg, nên axit lauric với lượng nhỏ hoàn toàn được tiêu thụ. Sau đó, việc làm nguội và lọc được thực hiện. Chất rắn tạo ra được rửa hai lần bằng nước tinh khiết, và cuối cùng làm khô ở 40°C để thu được polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp.

Khối lượng của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp tạo ra là 235,4g; hiệu suất bằng 86,7%; độ tinh khiết cao hơn 97%; không phát hiện được hàm lượng của axit lauric; và điểm nóng chảy bằng 82-84°C.

Phương án 6

89kg (1Kmol) L-alanin và 40kg (1Kmol) natri hydroxit được hòa tan trong dung dịch hỗn hợp gồm 150l nước cất và 150l axeton trong thiết bị phản ứng nổi hơi dung tích 1000l ở nhiệt độ môi trường xung quanh, và khuấy trộn đều để thu được dung dịch natri L-alanin.

Trong điều kiện 25°C, 175kg (0,8Kmol) lauroyl clorua được bổ sung nhỏ giọt từ từ vào dung dịch muối L-alanin, và sau đó dung dịch natri hydroxit 50% được bổ sung nhỏ giọt để cho phép hệ phản ứng có độ pH=9. Sau khi thêm xong, việc khuấy trộn được tiếp tục trong 2 giờ ở 25°C để thu được muối N-lauroyl-L-alanin nhão.

Axit clohydric được bổ sung vào muối N-lauroyl-L-alanin nhão để axit hóa nó đến độ pH=3-4. Chất rắn màu trắng kết tủa một cách từ từ. Sau đó, chất tạo ra được đặt trong chậu nước đá trong 2 giờ. Việc lọc được thực hiện để thu được sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô.

Dung dịch tetrahydrofuran, L-alanin và axit p-toluensulfonic được bổ sung vào sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, trong đó sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, dung dịch tetrahydrofuran, L-alanin, và axit p-toluensulfonic được bổ sung ở tỷ số mol bằng 1:7,5:0,2:0,002. Việc khuấy trộn được thực hiện trong 2 giờ ở nhiệt độ bằng 63°C và áp suất bằng 22,5kg, nên axit lauric với lượng nhỏ hoàn toàn được tiêu thụ. Sau đó, việc làm nguội và lọc được thực hiện. Chất rắn tạo ra được rửa hai lần bằng nước tinh khiết, và cuối cùng làm khô ở 60°C để thu được polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp.

Khối lượng của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp tạo ra là 218,2kg; hiệu suất bằng 99,0%; độ tinh khiết cao hơn 97%; không phát hiện được hàm lượng của axit lauric; và điểm nóng chảy bằng 82-84°C.

Ví dụ 2: Xác định đặc điểm cấu trúc của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp

1. Phân tích phổ hồng ngoại (GBT 6040-2002)

Thiết bị: Phổ kế hồng ngoại dịch chuyển Fourier (FTS-1000)

Các điều kiện phổ: mẫu cần được thử nghiệm (polyme N-lauroyl-L-alanin

tự lắp ráp) và kali bromua (tinh khiết phổ, CP, được mua từ Sinopharm Chemical Reagent Group) được trộn kỹ ở tỷ số bằng 1:100, nghiền, và tạo viên nén; khoảng của số sóng để quét là 4000cm^{-1} - 400cm^{-1} ; độ phân giải bằng 4cm^{-1} ; số lần quét là 16.

Fig.2 thể hiện biểu đồ phổ hồng ngoại của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được tổng hợp theo phương pháp theo phương án 3 theo sáng chế. Như được thể hiện bởi Fig.2, dữ liệu phổ hồng ngoại của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được tổng hợp theo phương pháp theo phương án 3 theo sáng chế là như sau:

IR $V_{\text{max}}(\text{KBr})$: 3322cm^{-1} (N-H); 2955cm^{-1} , 2871cm^{-1} , 1377cm^{-1} (CH_3); 2919cm^{-1} , 2850cm^{-1} , 1469cm^{-1} , 720cm^{-1} ($=\text{CH}_2$); 1646cm^{-1} ($\text{C}=\text{O}$); 1541cm^{-1} (C-N, N-H); 1271cm^{-1} , 2120cm^{-1} (COOH); 1707cm^{-1} ($\text{C}=\text{O}$); 1414cm^{-1} ($-\text{OH}$); 1241cm^{-1} (C-O).

2. Phân tích phổ cộng hưởng từ hạt nhân (JY/T 007-1996)

Polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp tạo ra được phân tích phổ cộng hưởng từ hạt nhân bằng cách sử dụng phổ kế UNITY-400NMR. Fig.3a thể hiện phổ ^1H -NMR của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế; Fig.3b thể hiện phổ ^{13}C -NMR của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế. Dữ liệu thu được bằng NMR là như sau:

^1H NMR (DMSO): δ 7,95 (d, 1H); 4,15 (m, 1H); 2,08 (t, 2H); 1,48 (m, 2H); 1,2 (m, 19H); 0,86 (t, 3H);

^{13}C NMR (CDCl_3): δ 174,63; 171,77; 47,74; 35,11; 31,33; 29,08; 29,06; 29,01; 28,87; 28,76; 28,67; 25,24; 22,13; 18,03; 13,92.

3. Phân tích HPLC (GBT 16631-2008)

Trong phép phân tích sắc ký lỏng tính năng cao, bộ phát hiện cực tím được sử dụng để nhận dạng và xác định polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp. Thời gian lưu của mẫu polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được so sánh với thời

gian lưu của chuẩn để nhận dạng chất, và phương pháp chuẩn hóa diện tích được sử dụng để xác định số lượng. Trừ khi có quy định cụ thể khác, tất cả các chất phản ứng là tinh khiết sắc ký, và nước là nước siêu tinh khiết.

Phương pháp điều chế dung dịch muối đệm 20mmol (pH=3,0): 1,36g kali dihydro phosphat (KH_2PO_4) được cân (chính xác đến 0,001g), đặt trong cốc mỏ 100ml, hòa tan bằng cách bổ sung nước, và sau đó chuyển vào bình dung tích 500ml. Nước được bổ sung vào đến dấu thể tích cố định, và thu được 20mmol dung dịch kali dihydro phosphat. Độ pH của nó được điều chỉnh đến 3,0 bằng axit phosphoric để thu được dung dịch muối đệm.

Thiết bị: sắc ký lỏng tính năng cao: được trang bị bộ phát hiện UV; cột sắc ký: ODS-2 HYPERSIL C18 250*4,6mm 5 μm ; lọc chân không pha động và thiết bị loại khí; và màng lọc hữu cơ 0,45 μm .

Phép đo:

(1) Điều chế dung dịch mẫu chuẩn

30mg mẫu chuẩn N-lauroyl-L-alanin được cân chính xác, hòa tan trong lượng thích hợp của pha động, chuyển vào bình dung tích 10ml, pha loãng đến dấu thể tích cố định, và lắc kỹ. Dung dịch được lọc bằng màng lọc hữu cơ 0,45 μm , và phân lọc được bảo quản để sử dụng.

(2) Điều chế dung dịch mẫu thử nghiệm

150mg mẫu polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp cần được thử nghiệm được cân chính xác, hòa tan trong lượng thích hợp của pha động, chuyển vào bình dung tích 50ml, pha loãng đến dấu thể tích cố định, và lắc kỹ. Dung dịch được lọc bằng màng lọc hữu cơ 0,45 μm , và phân lọc được bảo quản để sử dụng.

(3) Các điều kiện sắc ký

Pha động: metanol:dung dịch muối đệm 20mmol (pH=3,0)=70:30 (thể tích); tốc độ dòng: 1,0ml/phút; nhiệt độ cột: 30°C; bước sóng phát hiện: 210nm; thể tích bơm: 20 μl .

(4) Đo mẫu

Các thông số của thiết bị được điều chỉnh theo các điều kiện sắc ký. Sau khi đường chuẩn của thiết bị ổn định, 20 μ l dung dịch mẫu chuẩn và 20 μ l dung dịch mẫu thử nghiệm được bơm vào cột sắc ký tương ứng, và sắc ký đồ của dung dịch mẫu chuẩn N-lauroyl-L-alanin và dung dịch mẫu thử nghiệm được ghi lại. Đỉnh sắc ký của N-lauroyl-L-alanin trong mẫu thử nghiệm được xác định định tính theo thời gian lưu của dung dịch chuẩn. Tỷ lệ phần trăm của chất thử nghiệm được xác định từ diện tích đỉnh của mẫu thử nghiệm bằng cách sử dụng phương pháp chuẩn hóa diện tích.

Fig.4 thể hiện phổ sắc ký chuẩn của N-lauroyl-L-alanin; Fig.5 thể hiện phổ sắc ký lỏng tính năng cao của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế, được đo trong các điều kiện giống như các điều kiện để thu được Fig.4; Fig.6 thể hiện phổ sắc ký lỏng tính năng cao của axit lauric được đo trong các điều kiện giống như các điều kiện để thu được Fig.4; Fig.7 thể hiện phổ sắc ký lỏng tính năng cao của L-alanin được đo trong các điều kiện giống như các điều kiện để thu được Fig.4; Fig.8 thể hiện phổ sắc ký lỏng tính năng cao của N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin thu được bằng cách điều chế và tách cột, được đo trong các điều kiện giống như các điều kiện để thu được Fig.4. Như có thể quan sát từ các Fig.4-8, polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được điều chế bằng phương pháp tổng hợp theo sáng chế không chứa axit lauric trong số các tạp chất, và độ tinh khiết của nó cao hơn hoặc bằng 97%. Tạp chất chính là N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin được cho là được tạo ra bằng cách tiếp tục ngưng tụ loại nước của N-lauroyl-L-alanin và L-alanin trong quá trình phản ứng.

4. Phép phân tích phổ khối

Mẫu được bơm vào trong thiết bị LC/MS Agilent 1200/6220, và phổ khối (Fig.20) của N-lauroyl-L-alanin thu được bằng cách phân tích. Công thức phân tử của N-lauroyl-L-alanin là $C_{15}H_{29}NO_3$, và giá trị lý thuyết của đỉnh đặc trưng của phổ khối $[M+H]^+$ là 272,222. Giá trị đo được là 272,2223, có độ lệch bằng 1,03ppm từ giá trị lý thuyết. $[M+Na]^+$ là 294,204, trong lúc giá trị đo được là

294,2034, có độ lệch bằng 2,08ppm từ giá trị lý thuyết. Giá trị đo được của mẫu phù hợp với đỉnh đặc trưng trong phổ khối của chất với công thức phân tử $C_{15}H_{29}NO_3$. Không tìm thấy đỉnh ion phân tử của axit lauric trên Fig.20. Do độ nhạy cực cao của phương pháp phổ khối, có thể đánh giá định tính từ phổ khối rằng mẫu N-lauroyl-L-alanin không chứa axit lauric.

5. Phép phân tích quay quang

Như được đo bằng cách sử dụng phân cực kế, độ quay quang (đặc trưng) của N-lauroyl-L-alanin là: $[\alpha]_{20}^D = -14,7^\circ$ đến $-16,7^\circ$ ($C=2$, CH_3OH).

6. Mô tả các dấu hiệu cấu trúc

Fig.9 là sơ đồ chứng minh sự hình thành của cấu trúc của axit amin siêu phân tử từ monome N-lauroyl-L-alanin thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế. Như có thể quan sát từ phép phân tích hồng ngoại, NMR, HPLC và phép đo quay quang ở trên, polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được sản xuất bởi quy trình theo sáng chế không chứa axit lauric dưới dạng tạp chất. N-lauroyl-L-alanin được tổng hợp trong quy trình này có thể tạo ra hai nhóm gồm các liên kết hydro, và N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin có thể tạo ra ba nhóm gồm các liên kết hydro. Hai nhóm carboxyl của N-lauroyl-L-alanin được liên kết bằng các liên kết hydro, và đó là cấu trúc alkan của chuỗi 11 nguyên tử cacbon ở mỗi trong số cả hai đầu. Theo nguyên lý của độ tương hợp dầu-dầu, hai đầu ưa chất béo được ghép với nhau giống như một mạch, nối đầu này với đầu khác để tạo ra một vòng. Cũng nhờ các liên kết hydro và độ tương hợp dầu-dầu, vô số các vòng xếp chồng lên nhau tạo ra một cụm phân tử dạng cột, và vô số các cụm phân tử dạng cột xếp chồng lên nhau để tạo ra một cấu trúc không gian đặc trưng - được gọi là polyme axit amin siêu phân tử tự lắp ráp.

Các Fig.10a, 10b và 10c thể hiện lần lượt các ảnh hiển vi điện tử 300X, 1000X và 2000X của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp thu được theo phương pháp tổng hợp theo phương án 3 theo sáng chế. Như được thể hiện bởi các Fig.10a, 10b và 10c, polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp theo sáng chế có

cấu trúc vi mô giống như sợi dây gai bị làm rối để tạo ra “axit amin siêu phân tử”. Các Fig.9, 10a, 10b và 10c chứng minh theo cách tốt hơn nguyên tắc nhờ đó monome N-lauroyl-L-alanin tạo ra axit amin siêu phân tử, và cấu trúc của nó.

Sau khi axit amin siêu phân tử được tạo ra, axit amin siêu phân tử phản ứng tiếp với natri hydroxit để tạo ra cấu trúc muối natri của axit amin siêu phân tử, như được thể hiện bởi Fig.12. Natri N-lauroyl-L-alanin, dưới dạng đơn vị cơ bản, tự lắp ráp thành polyme siêu phân tử nhờ liên kết hydro. Trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng được đo là 125841, như được thể hiện bởi Fig.13. Như được thể hiện bởi Fig.12, cấu trúc muối natri là ưa nước ở một phía và ưa dầu ở phía còn lại. Các phân tử được liên kết bằng các liên kết hydro để tạo ra cấu trúc mạng lưới hai chiều đặc trưng có sự sắp xếp đều đặn. Muối natri có khả năng kết hợp mạnh với dầu, và có thể được sử dụng làm chất hoạt động bề mặt chính.

Ngoài ra, N-lauroyl-L-alanin hiện có sẵn trên thị trường (được mua từ Changsha Puji Biotechnology Co., Ltd.) còn được đo bằng kính hiển vi điện tử quét ở đây, trong đó N-lauroyl-L-alanin chứa 0,21%-5% axit lauric. Kết quả quét được thể hiện bởi các Fig.11a, 11b, và 11c. Các Fig. 11a, 11b, và 11c thể hiện lần lượt các ảnh hiển vi điện tử 500X, 1000X, và 2000X của N-lauroyl-L-alanin hiện có sẵn trên thị trường chứa 0,21%-5% axit lauric. Như được thể hiện bởi các Fig.11a, 11b, và 11c, N-lauroyl-L-alanin hiện có sẵn trên thị trường trong các ảnh hiển vi điện tử này thể hiện trạng thái trong đó cấu trúc được sắp xếp không đều. Khác với các ảnh hiển vi điện tử 300X, 1000X, và 2000X của N-lauroyl-L-alanin thu được bằng quy trình sáng chế theo sáng chế, không có cấu trúc kiểu dây gai hoặc dạng cột giống như cấu trúc trong các ảnh hiển vi điện tử của N-lauroyl-L-alanin theo sáng chế. Lý do cho điều này là N-lauroyl-L-alanin hiện có sẵn trên thị trường chứa axit lauric. Sự có mặt của axit lauric ngăn chặn sự hình thành của các liên kết hydro vô hạn giữa các phân tử N-lauroyl-L-alanin, bằng cách đó làm thay đổi cấu trúc và các đặc tính của N-lauroyl-L-alanin.

Quy trình theo sáng chế giải quyết một cách hiệu quả vấn đề trong đó tạp

chất axit lauric còn lại phá hủy cấu trúc N-lauroyl-L-alanin, và ảnh hưởng hoặc phá hủy tiếp các đặc tính của N-lauroyl-L-alanin. Kết quả là, các liên kết hydro có thể tạo ra dễ dàng giữa các phân tử N-lauroyl-L-alanin được liên kết vô hạn như vậy, và các tính chất đặc trưng được tạo ra. Tạp chất N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin được tạo ra trong quy trình này có thể còn tạo ra các liên kết hydro, giống như N-lauroyl-L-alanin. Như vậy, độ ổn định cấu trúc của tạp chất này được củng cố, và đồng thời, các đặc tính của N-lauroyl-L-alanin không bị ảnh hưởng.

Trong các thí nghiệm khác ở đây, N-decanoyl-L-alanin được sử dụng để thực hiện các nghiên cứu cấu trúc trong cùng các điều kiện, nhưng không phát hiện ra cấu trúc mạng lưới ba chiều nêu trên. Lý do có thể là mạch cacbon của N-decanoyl-L-alanin ngắn, và các đầu ưa chất béo của hai phân tử không thể tạo vòng. Do đó, có thể suy ra rằng mạch cacbon của nhóm ưa chất béo nên có 12-18 nguyên tử cacbon, và axyl-L-alanin béo được tạo ra từ mạch cacbon như vậy với L-alanin có thể còn tạo ra cấu trúc không gian nêu trên bằng liên kết hydro liên phân tử và độ tương hợp dầu-dầu với axit béo được loại bỏ. Khi cấu trúc này được tạo ra, nó rất ổn định. Các thí nghiệm chứng minh rằng việc bổ sung dưới 10% axit béo sẽ không phá hủy độ ổn định và các tính chất của cấu trúc hiện thời, và do đó sẽ không ảnh hưởng đến các ứng dụng của nó.

Ví dụ 3: Các ứng dụng của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp

Phương án ứng dụng 1: Đánh giá tác dụng ức chế của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp lên các vi khuẩn

10g polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được tổng hợp theo phương pháp theo phương án 3 được bổ sung vào nước, và trung hòa đến độ pH=6-7 bằng cách bổ sung dung dịch natri hydroxit 10% trong nước, bằng cách đó bào chế 100ml dung dịch nước. 5ml dung dịch gốc được sử dụng riêng rẽ để ngâm các đĩa trái cây đã được cấy trước các vi khuẩn thông thường như *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Candida albicans*, v.v., tương ứng. Sau khoảng thời gian tác dụng nhất định, các đĩa được rửa một lần bằng nước sạch, và sau đó các vi khuẩn còn lại trên các đĩa trái cây được xác định.

Kết quả thử nghiệm được thể hiện trong bảng 1:

Bảng 1: Phân tích tác dụng kháng vi khuẩn của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp

Số	Mục thử nghiệm	Đơn vị	Yêu cầu kỹ thuật	Kết quả thử nghiệm	Đánh giá riêng rẽ
1	Tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn đối với <i>Escherichia coli</i> (8099), % (tác động trong 2 phút)	--	--	96,3	--
2	Tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn đối với <i>Escherichia coli</i> (8099), % (tác động trong 5 phút)	--	--	100	--
3	Tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn đối với <i>Staphylococcus aureus</i> (ATCC 6538), % (tác động trong 2 phút)	--	--	100	--
4	Tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn đối với <i>Staphylococcus aureus</i> (ATCC 6538), % (tác động trong 5 phút)	--	--	100	--
5	Tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn đối với <i>Candida albicans</i> (ATCC 10231), % (tác động trong 5 phút)	--	--	100	--
6	Tổng số lượng các vi khuẩn	CFU/ml	≤ 1000	< 10	Đủ điều kiện cần thiết
7	Số lượng các vi khuẩn dạng coli	MPN/100ml	≤ 3	< 3	Đủ điều kiện cần thiết

Như có thể quan sát từ dữ liệu ở trên, dung dịch polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được tổng hợp theo phương pháp theo sáng chế có tác dụng ức chế đáng kể lên *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* và *Candida albicans*. Sau khi dung dịch gốc, nghĩa là dung dịch polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp, được sử dụng cho *Escherichia coli* trong 2 phút, tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn đạt 96,3%, và tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn lên đến 100% sau 5 phút. Sau khi dung dịch gốc được áp dụng cho *Staphylococcus aureus* trong 2 phút, tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn đạt 100%. Tỷ lệ kìm hãm vi khuẩn còn đạt 100% khi dung dịch gốc tác động lên *Candida albicans* trong 5 phút.

Như đã biết từ những kiểm thức thông thường trong lĩnh vực này, kích thước của các vi khuẩn thường bằng 0,5-5 μ m. Khoảng hở giữa các cụm dạng cột của cấu trúc siêu phân tử được tạo ra từ N-lauroyl-L-alanin theo sáng chế không chứa axit lauric cũng có kích thước micron, nên các vi khuẩn có thể được bẫy và

được loại bỏ. Do đó, có thể nói rằng có thể tạo ra các lỗ xốp nhỏ dạng bọt có kích thước nano.

Phương án ứng dụng 2: Đánh giá tác dụng loại bỏ thuốc diệt côn trùng của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp

100g rau xanh (*Brassica chinensis* L.) trong hai phần được phun các thuốc diệt côn trùng (methamidophos và axephat) trước. Một phần được nhúng trực tiếp trong 1l nước sạch, và sau đó lấy ra để phát hiện dư lượng thuốc diệt côn trùng trên lá rau. Kết quả được gọi là “trước khi rửa”. Phần còn lại được rửa bằng dung dịch được bào chế bằng cách sử dụng polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được tổng hợp theo phương pháp theo phương án 3. Kết quả đo được gọi là “sau khi rửa”. Thao tác được mô tả như sau:

10g polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được tổng hợp theo phương pháp theo phương án 3 được bổ sung vào nước, và trung hòa đến pH=6-7 bằng cách bổ sung dung dịch natri hydroxit 10% trong nước, bằng cách đó bào chế 100ml dung dịch nước. Phần còn lại của 100g rau xanh (*Brassica chinensis* L.) được phun các thuốc diệt côn trùng (methamidophos và axephat) trước được cắt thành các mảnh nhỏ, ngâm trong 5ml dung dịch gốc trong 2 phút, lấy ra, xối bằng 500ml nước sạch, và sau đó lấy ra để phát hiện dư lượng thuốc diệt côn trùng trên lá rau. Bảng 2 thể hiện dữ liệu so sánh với dư lượng các thuốc diệt côn trùng trước và sau khi rửa:

Bảng 2: Phân tích tác dụng loại bỏ thuốc diệt côn trùng của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp

Số	Mục thử nghiệm	Trước khi rửa, mg/kg	Sau khi rửa, mg/kg	Tỷ lệ loại bỏ, %
1	methamidophos	16,06	5,68	64,63
2	axephat	38,48	9,75	74,66

Như có thể quan sát từ dữ liệu ở trên, dung dịch polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp, chất hoạt động bề mặt được sử dụng trong sáng chế, có tác dụng đáng kể trong việc loại bỏ methamidophos và axephat. Sau khi tác động trong 2 phút,

tỷ lệ loại bỏ methamidophos đạt 64,63%; và tỷ lệ loại bỏ axephat đạt 74,66%. Tác dụng này là rõ ràng.

Phương án ứng dụng 3: Đánh giá tác dụng khử mùi của polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp

10g polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được tổng hợp theo phương pháp theo phương án 3 được bổ sung vào nước, và trung hòa đến độ pH=6-7 bằng cách bổ sung dung dịch natri hydroxit 10% trong nước, bằng cách đó bào chế 100ml dung dịch nước. 10 xentimet vuông vải bông với mùi đặc biệt (mùi khó chịu, mùi dầu máy, mùi hôi, v.v.) được ngâm trong 5ml dung dịch gốc trong 2 phút, lấy nó ra, giặt bằng nước, và làm khô. Kết quả thử nghiệm thể hiện rằng tất cả mùi đặc biệt trên vải bông đã biến mất. Có thể nhận thấy rằng polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được tổng hợp theo phương pháp theo sáng chế có tác dụng khử mùi tốt.

Như có thể quan sát từ phần mô tả ở trên, phương pháp điều chế polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp theo sáng chế có các bước xử lý đơn giản và các điều kiện phản ứng vừa phải, và do đó thích hợp cho sản xuất công nghiệp. Polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế có độ tinh khiết cao, gần như cao hơn hoặc bằng 97%, và hàm lượng axit lauric nằm trong khoảng từ 0,0001% đến 0,02%. Do đó, tránh được một cách hiệu quả sự ảnh hưởng của axit lauric lên chất lượng sản phẩm. Polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp tạo ra ổn định về mặt cấu trúc và các tính chất. Nó có tỷ lệ kim hãm vi khuẩn tốt, trong đó tỷ lệ kim hãm vi khuẩn đối với *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* và *Candida albicans* đều có thể đạt 100%. Nó có thể loại bỏ dư lượng thuốc diệt côn trùng một cách hiệu quả, trong đó tỷ lệ loại bỏ methamidophos có thể đạt 64,63%, và tỷ lệ loại bỏ axephat có thể đạt 74,66%. Đồng thời, nó có khả năng khử mùi tốt. Nó có triển vọng sử dụng trong công nghiệp hóa chất hằng ngày, nông nghiệp, và công nghiệp dược phẩm.

Phương án ứng dụng 4: Sử dụng polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp để chăm sóc da

Bảng 3: Các nguyên liệu ban đầu và tỷ lệ phần trăm trọng lượng của chúng trong các chế phẩm chăm sóc da

Các nguyên liệu ban đầu	Công thức 1	Công thức 2	Công thức 3	Công thức 4	Công thức 5	Công thức 6	Công thức 7
Hỗn hợp dầu tự nhiên *	57	80	64,3	64	65	51	57
Tinh bột ngô	40	15	25	25	0	25	40
Mica trắng cổ điển KTZ	0	0	0,5	0	0	0	0
Titan dioxit	0	0	0,2	0	0	0	0
Titan dioxit micron hóa	0	0	0	6	0	0	0
Bo nitrua (CaressnBN02 ex. Kobo)	0	0	0	0	5	0	0
Glyxerol	0	0	0	0	25	10	0
Monolauroyl glyxerit	0	0	0	0	0	4	0
Mss-500/20	0	0	0	0	0	0	0
Polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp	3	5	10	5	5	10	0
Lauroyl alanin (chứa axit lauric với lượng lớn hơn hoặc bằng 2%)	0	0	0	0	0	0	3

*Hỗn hợp dầu tự nhiên chứa dầu hạt nho với lượng 40%, dầu hạt hướng dương với lượng 37,2% và dầu cây lô hội với lượng 22,8%.

Các bước cụ thể để điều chế công thức 1 được thể hiện trong bảng 3 bao gồm: bổ sung hỗn hợp dầu tự nhiên với lượng 57% và tinh bột ngô với lượng 40% vào máy trộn và trước tiên đồng nhất hóa để phân tán các hạt. Sau đó, các hạt ở dạng phân tán trong dầu được gia nhiệt đến 83-86°C trong lúc trộn. lauroyl-L-alanin với lượng 3% được bổ sung vào máy trộn trong lúc gia nhiệt. Mẫu được gia nhiệt và được giữ ở 73-86°C trong 5-10 phút. Sau đó, hỗn hợp này được làm nguội đến nhiệt độ nằm trong khoảng 65-72°C trong lúc vẫn có thể trộn được. Mẫu được rót vào bình dung tích 30ml để thu được chế phẩm chăm sóc da, chế phẩm này được bảo quản và sử dụng để đánh giá. Các chế phẩm chăm sóc da có công thức 2-6 được điều chế bằng cách sử dụng cùng một phương pháp như phương pháp đối với công thức 1, việc mô tả quá trình điều chế này sẽ không được lặp lại ở đây.

Trong các chế phẩm chăm sóc da thu được theo các ví dụ ở trên, các loại và

các lượng khác nhau của các chất dạng hạt được bổ sung vào các nguyên liệu thô. Như được thể hiện bởi các kết quả, việc bổ sung các chất dạng hạt làm tăng độ nhớt của dầu. Ngoài ra, polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp giúp tạo huyền phù ổn định các hạt hữu cơ/vô cơ rắn hoặc chất lỏng trộn lẫn được với dầu như glyxerol trong các dầu tự nhiên đậm đặc để tạo ra các lợi ích bổ sung cho da.

Bốn loại hạt không tan trong dầu, như các hạt tinh bột, TiO_2 , mica, bo nitrua (Caress BN02 của Kobo) và chất lỏng có thể trộn lẫn với dầu như glyxerol được sử dụng. Cùng một loại hỗn hợp dầu tự nhiên, chứa dầu hạt nho với lượng 40%, dầu hạt hướng dương với lượng 37,2% và dầu cây lô hội với lượng 22,8%, được sử dụng trong các công thức 1-6. Như được thể hiện bởi các kết quả, các chế phẩm thu được từ tất cả các công thức được thể hiện trong bảng 3 đều ổn định ở nhiệt độ trong phòng và trong lò ở 48°C mà không bị tách hạt. Trong công thức 7 để so sánh, lauroyl alanin (chứa ít nhất 2% axit lauric) được sử dụng thay cho polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp được sử dụng trong công thức 1. Kết quả là, đã phát hiện ra rằng chế phẩm tạo ra không ổn định sau 48 giờ trong lò ở 48°C , và dầu nổi lên.

Các ví dụ 4-8

Trong các ví dụ này, tổng các phần trọng lượng của khối kem đánh răng axit amin là 100. Các thành phần của và các hàm lượng cụ thể của chúng trong kem đánh răng được thể hiện trong bảng 4:

Bảng 4: Các thành phần và hàm lượng trong kem đánh răng

	Các lượng của các nguyên liệu ban đầu				
Các nguyên liệu ban đầu	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8
Polyme natri N-lauroyl-L-alanin	4,4	3	2	5	13,75
Carboxymetylxenluloza	4	6	4	6	3
Silic oxit hydrat hóa	35	35	33,4	35	33
Nước	10	10	10	10	8
Sorbitol	37,5	35,5	35,5	33,5	32
Glyxerol	5	6	6	6	5
Polyglycol-400	2	2	2	2	3
Tinh chất ăn được	1	1,5	1	1,5	1
Phần chiết caragenan Chondrus Crispus	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2
Natri sacarin	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Natri benzoat	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Phần chiết cam thảo	0,1	0,1	0,1	0,1	0,15
Phần chiết cây rau sam	0,1	0,1	0,1	0,1	0,15
CI42090 (chất nhuộm màu nhôm Brilliant Blue)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,15

Các ví dụ 9-13

Trong các ví dụ này, tổng phần trọng lượng của khối kem đánh răng axit amin là 100. Các thành phần của và các hàm lượng cụ thể của chúng trong kem đánh răng được thể hiện trong bảng 5:

Bảng 5: Các thành phần và hàm lượng trong kem đánh răng

	Các lượng của các nguyên liệu ban đầu				
Các nguyên liệu ban đầu	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13
Polyme natri N-lauroyl-L-alanin	25	6	10	0,1	1
Carboxymetylxenluloza	3	6	4	6	5
Silic oxit hydrat hóa	32	35	33,4	41,3	42
Nước	5	10	10	10	9
Sorbitol	25,2	32,5	32,5	32,1	32,75
Glyxerol	5	6	6	6	5
Polyglycol-400	2	2	2	2	3
Tinh chất ăn được	1,5	1,5	1	1,5	1
Phần chiết caragenan Chondrus Crispus	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2
Natri sacarin	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2
Natri benzoat	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Phần chiết cam thảo	0,1	0,1	0,1	0,1	0,15
Phần chiết cây rau sam	0,15	0,1	0,1	0,1	0,15
CI42090	0,15	0,1	0,1	0,1	0,15

Kem đánh răng theo công thức của ví dụ 4 được điều chế bằng các bước cụ thể sau đây: điều chế dung dịch nước với 10g nước, 37,5g sorbitol, 0,2g natri sacarin, 2g polyetylen glycol-400, 5g glyxerol, 0,4g natri benzoat, và cho dung dịch nước này vào trong máy tạo bột nhão. Sau đó, 4g carboxymetyl xenluloza, 35g silic oxit hydrat hóa, 0,2g phần chiết caragenan Chondrus Crispus, 0,1g phần chiết cam thảo và 0,1g phần chiết cây rau sam được trộn, được bổ sung vào máy tạo bột nhão, khuấy trộn và nghiền trong 20-30 phút cho đến khi bột nhão đồng nhất. Sau đó, sự khử bột chân không được thực hiện. 4,4g polyme natri N-lauroyl-L-alanin, 1g tinh chất ăn được (chất tạo hương vị bạc hà), và 0,1g CI42090 được bổ sung theo thứ tự vào máy tạo bột nhão, khuấy trộn và nghiền trong 10-15 phút cho đến khi bột nhão đồng nhất. Sau đó, sự khử bột được thực hiện để thu được kem đánh răng axit amin. Các Fig.14-16 thể hiện các báo cáo thử nghiệm của kem đánh răng axit amin thu được theo công thức của ví dụ 4 và phương pháp điều chế chúng. Như có thể quan sát từ báo cáo, kem đánh răng

axit amin được tạo ra theo sáng chế an toàn, và tất cả các thử nghiệm đều đáp ứng các tiêu chuẩn.

Tất cả các ví dụ 5-13 được điều chế bằng cách sử dụng phương pháp được mô tả trong ví dụ 4, quá trình điều chế chúng sẽ không được lặp lại ở đây.

Theo các lượng trong các công thức trong các ví dụ 4-13, các mẫu kem đánh răng axit amin được điều chế với các phần trọng lượng khác nhau của chất hoạt động bề mặt axit amin bằng cách lặp lại các thử nghiệm lập công thức vài lần. 100 tình nguyện viên bị đau răng và chảy máu nướu răng thường xuyên được tuyển dụng để đánh giá tác dụng. Tần xuất sử dụng là một lần vào buổi sáng và một lần vào buổi tối mỗi ngày, liều lượng là khoảng 1g bột nhào mỗi lần, và thời gian mỗi lần đánh răng khoảng 5 phút. Như được thể hiện bởi các kết quả, kem đánh răng chứa thành phần hoạt động bề mặt axit amin có các tác dụng rõ rệt trong việc làm giảm đau, chống viêm và ngăn chặn chảy máu nướu răng. Khi được đánh giá từ hai khía cạnh mùi vị và khử mùi, mong muốn là tỷ lệ phần trăm trọng lượng của thành phần hoạt động bề mặt axit amin trong khối kem đánh răng bằng 0,1-25%, tốt hơn là 0,5-10%, và tốt hơn nhất là 1-5%. Khi thành phần hoạt động bề mặt axit amin chiếm 1-5% trọng lượng của khối kem đánh răng có chứa thuốc, tác dụng được phẩm và mùi vị của kem đánh răng ở mức cân bằng tốt, và việc loại bỏ mùi hôi miệng đạt mức tốt nhất. Đồng thời, ngay cả khi trái cây được ăn ngay sau khi đánh răng, mùi vị của trái cây không bị ảnh hưởng, và không có cảm giác đắng hoặc cay rát. Các Fig. 17 và 18 so sánh độ sạch của răng của bệnh nhân trước và sau khi được làm sạch bằng kem đánh răng axit amin thu được theo ví dụ 4 theo sáng chế. Như có thể quan sát từ các hình vẽ, sau khi đánh răng bằng kem đánh răng axit amin theo sáng chế trong thời gian đánh răng thông thường 3 phút, răng của bệnh nhân trắng hơn và sạch hơn một cách rõ rệt so với trước đó.

Ví dụ ứng dụng 5: Ví dụ ứng dụng của các axit amin siêu phân tử trong nước giặt

Bảng 6: nước giặt chứa axit amin siêu phân tử

Các thành phần	Tỷ lệ phần trăm trọng lượng đối với mỗi thành phần của toàn bộ công thức	
	Công thức 1	Công thức 2
Nước	78	78
Polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp	10	0
Natri hydroxit	1,4	1,4
Lauroyl alanin (chứa 2% axit lauric)	0	10
Dexyl glucosit	5	5
Cocamidopropyl betain	5	5
GPL	0,5	0,5
DMDM	0,1	0,1
Chất tạo mùi thơm	0,05	0,05

Nước giặt được lập công thức theo công thức 1 được thử nghiệm bởi Viện giám sát và kiểm tra chất lượng sản phẩm Tô Châu (Suzhou Institute of Product Quality Supervision and Inspection), và khả năng tẩy rửa cao hơn hoặc bằng khả năng tẩy rửa của nước giặt tiêu chuẩn. Các mẫu tạo ra có khả năng tẩy rửa cao hơn trên vải bẩn JB01, JB02, và JB03 so với khả năng tẩy rửa của nước giặt tiêu chuẩn trên vải bẩn JB01, JB02, JB03. Như được thử nghiệm bởi Viện giám sát và kiểm tra chất lượng sản phẩm Tô Châu, nước giặt được lập công thức theo công thức 2 có khả năng tẩy rửa thấp hơn khả năng tẩy rửa của nước giặt tiêu chuẩn (Fig.19).

Ví dụ ứng dụng 6: Ví dụ ứng dụng của muối của axit amin siêu phân tử và axit amin bazơ trong chế phẩm làm sạch mặt

Bảng 6: chế phẩm làm sạch mặt axit amin siêu phân tử

Các thành phần	Tỷ lệ phần trăm của các nguyên liệu ban đầu trong công thức
Nước	82
Polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp	4
Arginin	0,7
Cocamidopropyl betain	7,8
Glyxerol	4,5
Muối N,N-diactat tetra natri của axit glutamic	0,3
GPL	0,5
DMDM	0,1
Chất tạo mùi thơm	0,05

Muối hữu cơ được tạo ra từ polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp và axit amin bazơ (như arginin) trong hệ nước là chất hoạt động bề mặt làm sạch. Nó dịu nhẹ, không gây kích ứng và phù hợp hơn cho da nhạy cảm. Khi da được làm sạch, da sẽ được chăm sóc nhiều hơn.

Ví dụ ứng dụng 7: Ví dụ ứng dụng của polyme tự lắp ráp được tạo ra từ polyme siêu phân tử tự lắp ráp và N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin trong nước giặt

Bảng 7: nước giặt chứa axit amin siêu phân tử

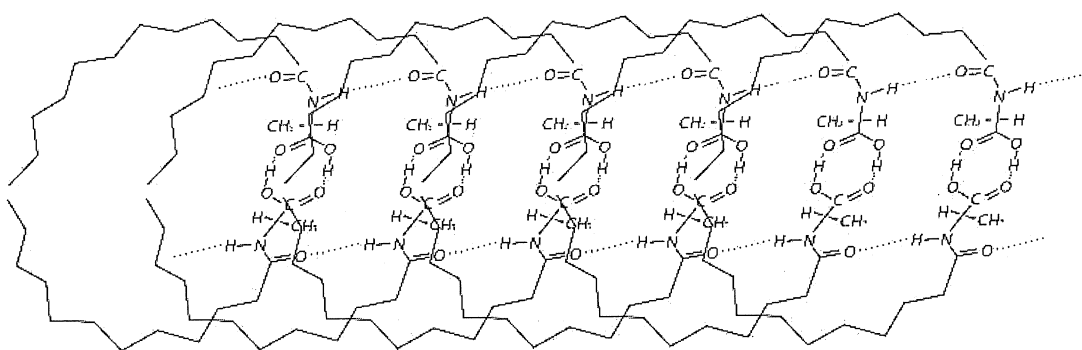
Các thành phần	Tỷ lệ phần trăm của các nguyên liệu ban đầu trong công thức
Nước	75,5
Polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp	8
Polyme N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin tự lắp ráp	2
Natri hydroxit	1
Cocamidopropyl betain	7,6
Glyxerol	5
Muối N,N-diactat tetra natri của axit glutamic	0,3
GPL	0,5
DMDM	0,1
Chất tạo mùi thơm	0,05

Muối được tạo ra từ polyme N-lauroyl-L-alanin tự lắp ráp và polyme N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin tự lắp ráp trong các điều kiện kiềm là chất hoạt động bề mặt làm sạch. Nó dịu nhẹ hơn, không làm tổn thương bàn tay, và có khả năng tẩy rửa cao hơn.

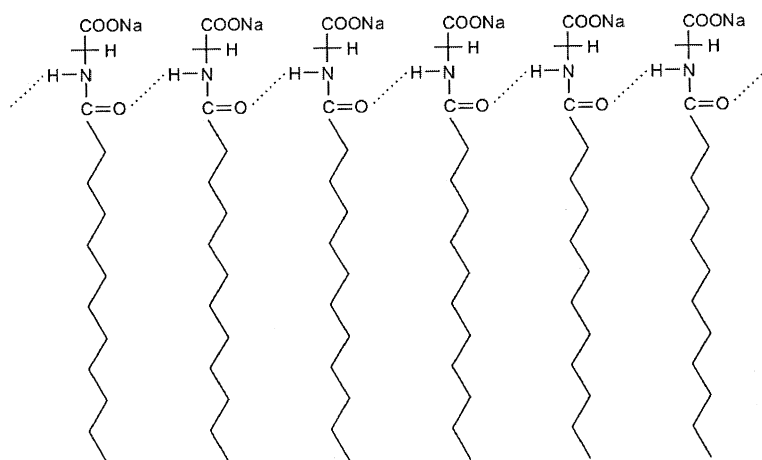
Ngoài ra, do người có hiểu biết thông thường trong lĩnh vực này có thể hiểu được rằng, mặc dù một vài phương án được mô tả ở đây bao gồm các dấu hiệu nhất định được bao gồm trong các phương án khác nhưng không bao gồm các dấu hiệu khác, sự phối hợp của các dấu hiệu trong các phương án khác nhau được dự định để được bao gồm trong phạm vi của sáng chế này, và tạo ra các phương án khác nhau. Chẳng hạn, trong Yêu cầu bảo hộ sau đây, bất kỳ một trong số các phương án được yêu cầu bảo hộ có thể được sử dụng trong phối hợp bất kỳ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

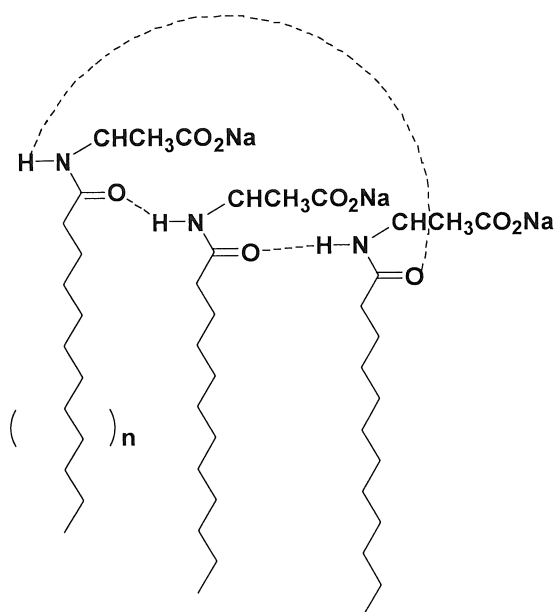
1. Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó, trong đó polyme này được tạo ra bằng cách liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanin, trong đó muối của nó được tạo ra bằng cách liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanin muối, trong đó polyme hoặc muối của nó gần như không chứa hoặc không chứa axit lauric, và trong đó muối của polyme này có độ tan không lớn hơn 15g/100ml trong nước; và polyme có điểm nóng chảy bằng 82-84°C.
2. Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1, trong đó sự liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanin này tạo ra cấu trúc được thể hiện bởi công thức (I); hoặc trong đó sự liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanin muối này tạo ra cấu trúc thể hiện bởi công thức (II):



(I)



(II)



trong đó n bằng 10-3000; và trong đó số lượng n phân tử natri N-lauroyl-L-alanin được liên kết theo thứ tự bằng các liên kết hydro trong cùng một mặt phẳng, hoặc số lượng n phân tử natri N-lauroyl-L-alanin được liên kết theo thứ tự bằng các liên kết hydro và các phân tử đầu tiên và cuối cùng cũng được liên kết bằng các liên kết hydro để tạo ra cấu trúc dạng cột.

3. Polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1, trong đó polyme này có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 2000 đến 5000000; và trong đó muối của polyme có trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng nằm trong khoảng từ 2800 đến 770000.

4. Phương pháp điều chế polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1, trong đó phương pháp này bao gồm các bước sau đây:

trộn sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, dung môi, L-alanin và chất xúc tác và khuấy trộn để thu được polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1.

5. Phương pháp theo điểm 4, trong đó sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô được điều chế bằng các bước sau đây:

(1) hòa tan L-alanin và bazơ vô cơ kim loại trong dung dịch hỗn hợp gồm nước cất và dung môi hữu cơ, và khuấy trộn đều để thu được dung dịch muối L-alanin;

(2) bổ sung lauroyl clorua và bazơ vô cơ kim loại vào dung dịch muối L-alanin của (1), và khuấy trộn để thu được muối N-lauroyl-L-alanin nhão;

(3) axit hóa muối N-lauroyl-L-alanin nhão của (2) để kết tủa chất rắn màu trắng một cách từ từ, và sau đó để chất tạo ra trong chậu nước đá, lọc để thu được sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó, ở bước (1), tỷ số mol của L-alanin với bazơ vô cơ kim loại bằng 1:(1-1,5); bazơ vô cơ kim loại được chọn từ một hoặc nhiều bazơ trong số natri hydroxit, kali hydroxit, natri cacbonat, và kali cacbonat; và dung môi hữu cơ được chọn từ một hoặc nhiều dung môi trong số axeton, metanol, etanol, axetonitril, và tetrahydrofuran.

7. Phương pháp theo điểm 5, trong đó, ở bước (2), tỷ số mol cấp của lauroyl clorua với L-alanin bằng (0,8-1):1; việc khuấy trộn được thực hiện trong các điều kiện sau đây: nhiệt độ 5-50°C, thời gian 0,5-3,5 giờ; bazơ vô cơ kim loại có nồng độ bằng 30-80%; và bazơ vô cơ kim loại được chọn từ một hoặc nhiều bazơ trong số natri hydroxit, kali hydroxit, natri cacbonat, và kali cacbonat.

8. Phương pháp theo điểm 4, trong đó dung môi được chọn từ axeton, metanol, etanol, axetonitril, tetrahydrofuran, và dung môi hỗn hợp bao gồm một hoặc nhiều dung môi ở trên và nước; chất xúc tác được chọn từ một hoặc nhiều chất trong số axit sulfuric, axit p-toluensulfonic, và chất nhũ hóa; tỷ số mol của sản phẩm N-lauroyl-L-alanin thô, dung môi, L-alanin, và chất xúc tác bằng 1:(5-10):(0,2-1,1):(0,001-0,2); và việc khuấy trộn được thực hiện trong các điều kiện sau đây: nhiệt độ 125-100°C, áp suất 5kg-50kg, thời gian 1-3 giờ.

9. Chất hoạt động bề mặt chứa polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1.

10. Chế phẩm, chứa (i) polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1, và (ii) polyme tạo ra bằng cách liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin hoặc muối của nó, trong đó polyme này được tạo ra bằng cách liên kết hydro các monome N-lauroyl-L-alanyl-L-alanin hoặc muối của nó là 0-40% trọng lượng trên cơ sở tổng trọng lượng của chế phẩm.

11. Kem đánh răng axit amin, chứa chất ma sát, chất hút ẩm, chất làm đặc và chất hoạt động bề mặt, trong đó chất hoạt động bề mặt chứa polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1; trong đó kem đánh răng bao gồm chất hoạt động bề mặt với lượng 0,1-25% trọng lượng, chất ma sát với lượng 10-50% trọng lượng, chất hút ẩm với lượng 5-40% trọng lượng, và chất làm đặc với lượng 0,1-6% trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng của kem đánh răng.

12. Chế phẩm chăm sóc da, dựa trên tổng trọng lượng của nó, chế phẩm này chứa:

dầu	50-95% trọng lượng
chất hoạt động bề	0,5-30% trọng lượng
các hạt đã được tạo huyền phù	0-45% trọng lượng

trong đó chất hoạt động bề mặt bao gồm chất hoạt động bề mặt axit amin chứa polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1.

13. Nước giặt axit amin, chứa chất hoạt động bề mặt, chất làm mềm, chất chelat hóa, nước khử ion, chất bảo quản và chất tạo mùi thơm, trong đó tỷ lệ phần trăm trọng lượng của các thành phần này trong nước giặt axit amin là:

Chất hoạt động bề mặt	5-50%,
Chất làm mềm	0,1-3%,
Chất chelat hóa	0,1-5%,
Nước khử ion	50-90%,
Chất bảo quản	0,1-6%,
Chất tạo mùi thơm	0,1-2%,

trong đó chất hoạt động bề mặt bao gồm chất hoạt động bề mặt axit amin chứa polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1.

14. Xà phòng thơm axit amin, chứa chất hoạt động bề mặt, axit béo, glyxerol, chất làm mềm, chất chelat hóa, chất độn, và nước khử ion, trong đó tỷ lệ phần trăm trọng lượng của các thành phần này trong xà phòng thơm axit amin là:

Chất hoạt động bề mặt	10-50%,
Axit béo	0,1-7%,
Glyxerol	0,1-5%,
Chất làm mềm	0,1-6%,
Chất chelat hóa	0,1-1%,
Chất độn	10-40%,
Nước khử ion	1-5%,

trong đó chất hoạt động bề mặt bao gồm chất hoạt động bề mặt axit amin chứa polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1.

15. Bột giặt axit amin, chứa chất hoạt động bề mặt và chất ma sát, trong đó tỷ lệ phần trăm trọng lượng của các thành phần này trong bột giặt axit amin là:

Chất hoạt động bề mặt	10-50%,
Chất ma sát	50-90%,

trong đó chất hoạt động bề mặt bao gồm chất hoạt động bề mặt axit amin chứa polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1.

16. Tinh chất làm sạch axit amin, chứa chất hoạt động bề mặt, nước khử ion, chất làm đặc, glyxerol, chất bảo quản và chất tạo mùi thơm, trong đó tỷ lệ phần trăm trọng lượng của các thành phần này trong tinh chất làm sạch axit amin là:

Chất hoạt động bề mặt	5-20%,
Nước khử ion	70-90%,
Chất làm đặc	1-2%
Glyxerol	5-10%
Chất bảo quản	0,1-6%
Chất tạo mùi thơm	0,1-2%,

trong đó chất hoạt động bề mặt bao gồm chất hoạt động bề mặt axit amin chứa polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1.

17. Mặt nạ axit amin, chứa chất hoạt động bề mặt, nước khử ion, glyxerol, chất bảo quản và chất tạo mùi thơm, trong đó tỷ lệ phần trăm trọng lượng của các

thành phần này trong mặt nạ axit amin là:

Chất hoạt động bề mặt	0,1-5%,
Nước khử ion	50-90%,
Glyxerol	1-10%,
Chất bảo quản	0,1-2%
Chất tạo mùi thơm	0,1-2%,

trong đó chất hoạt động bề mặt bao gồm chất hoạt động bề mặt axit amin chứa polyme siêu phân tử axit amin tự lắp ráp hoặc muối của nó theo điểm 1.

1/18

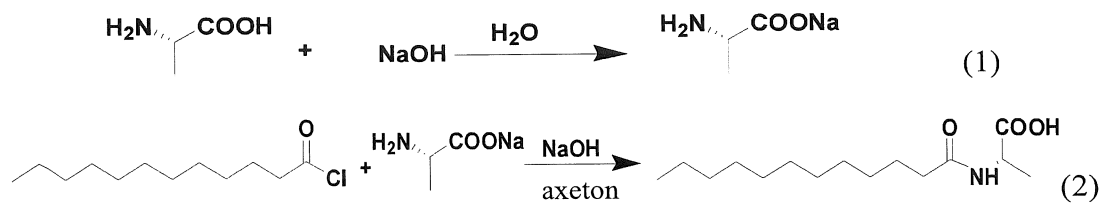


Fig. 1

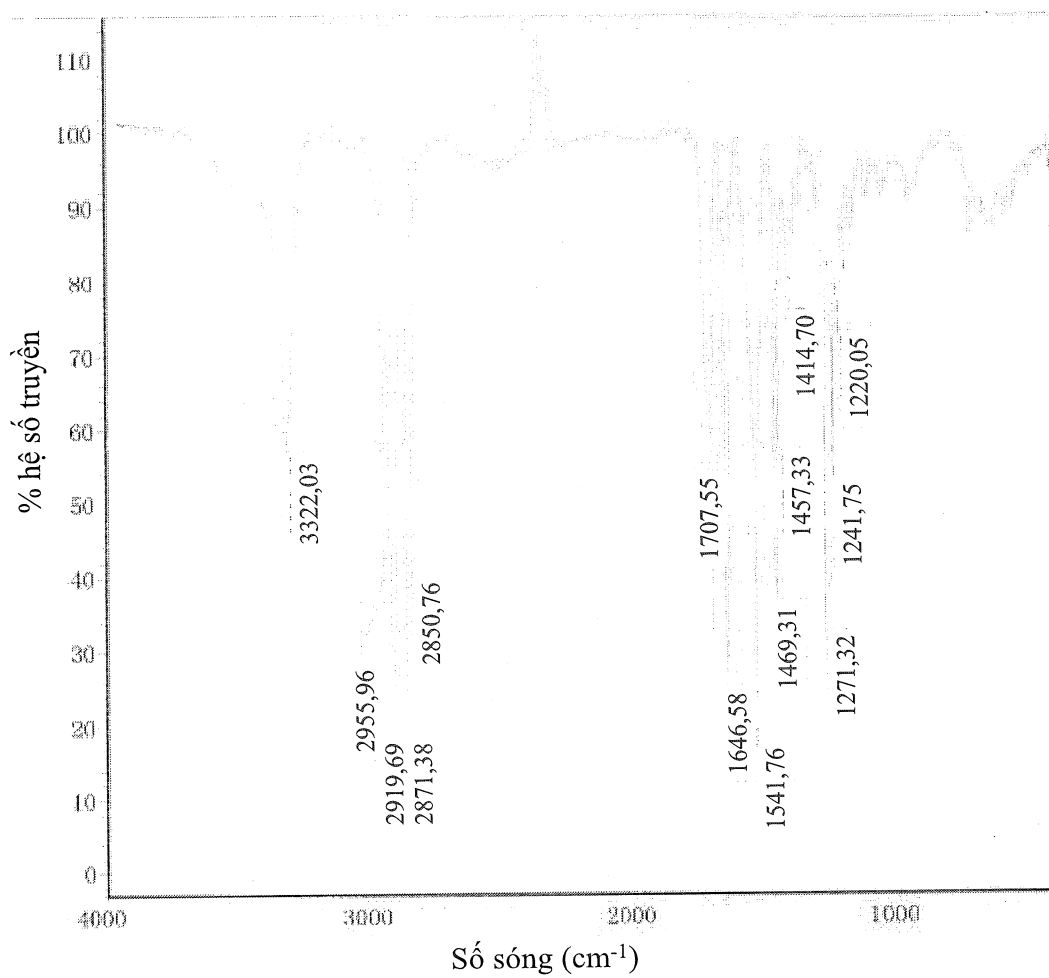


Fig. 2

2/18

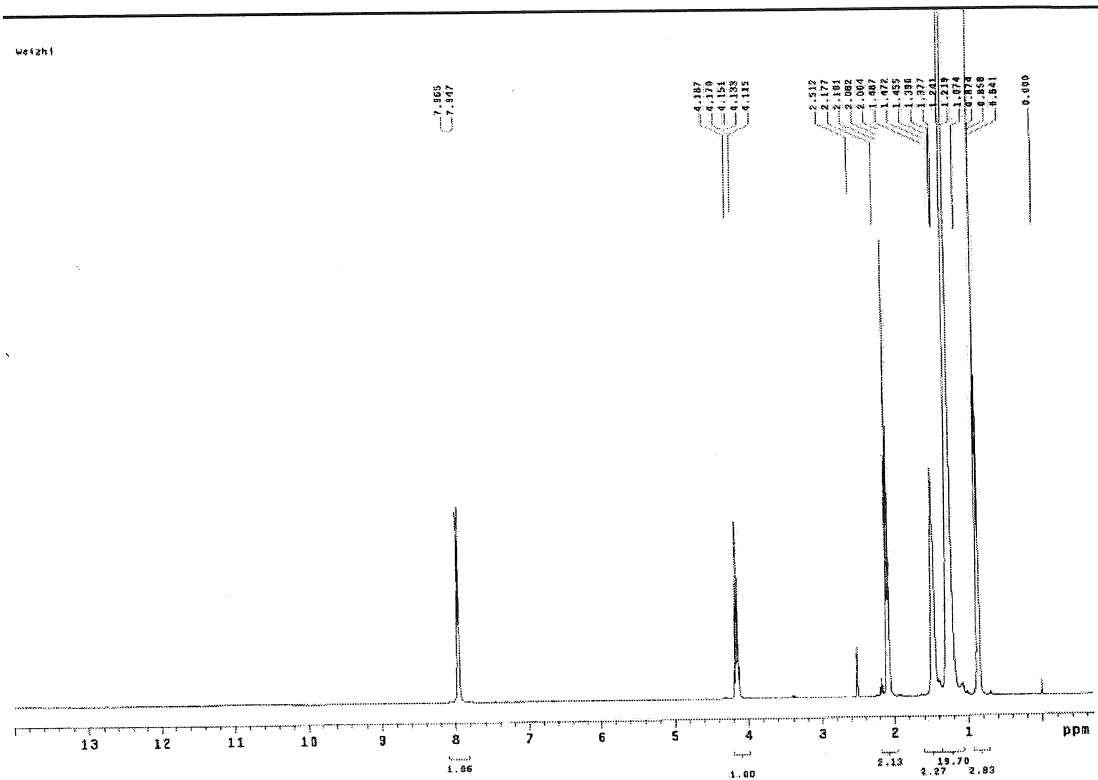


Fig. 3a

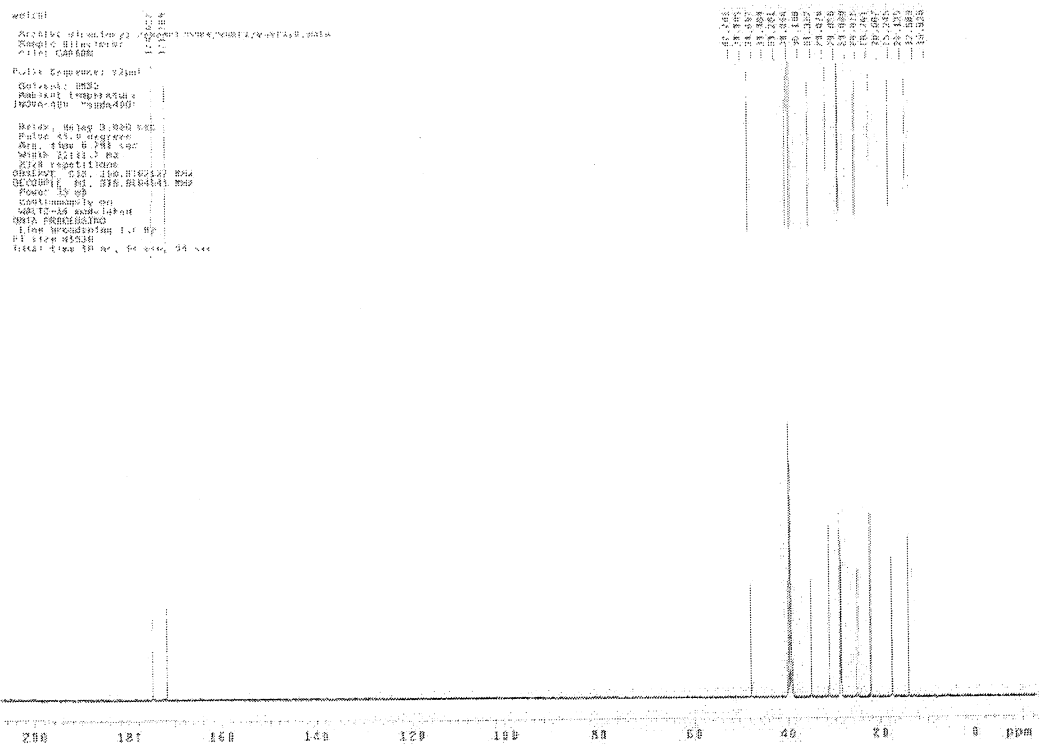


Fig. 3b

3/18

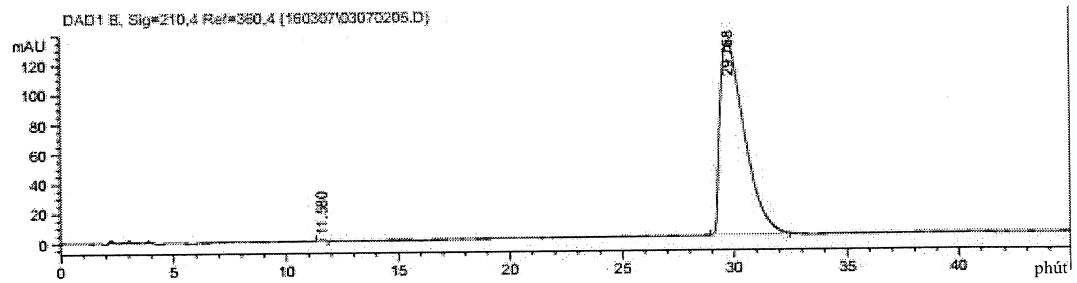


Fig. 4

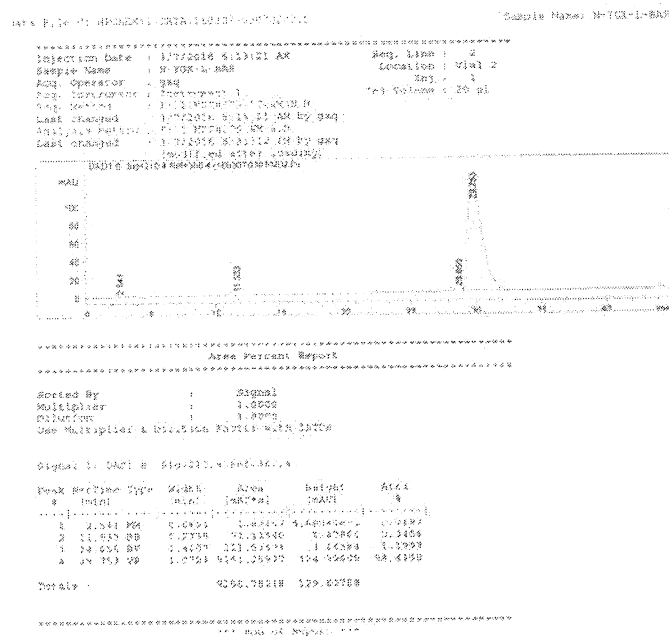


Fig. 5

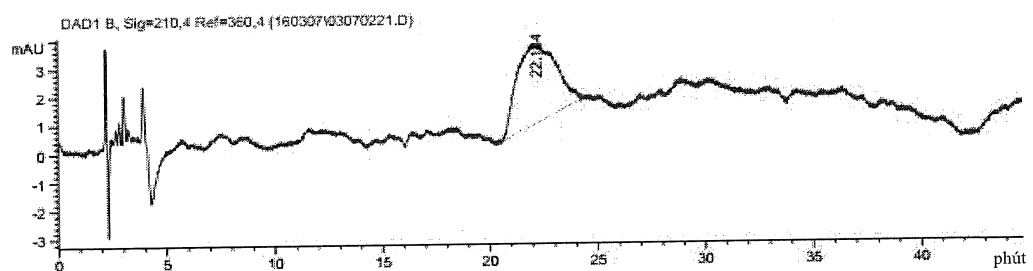


Fig. 6

4/18

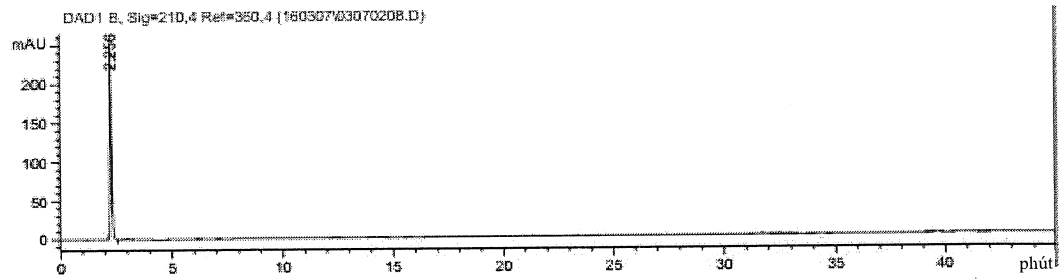


Fig. 7

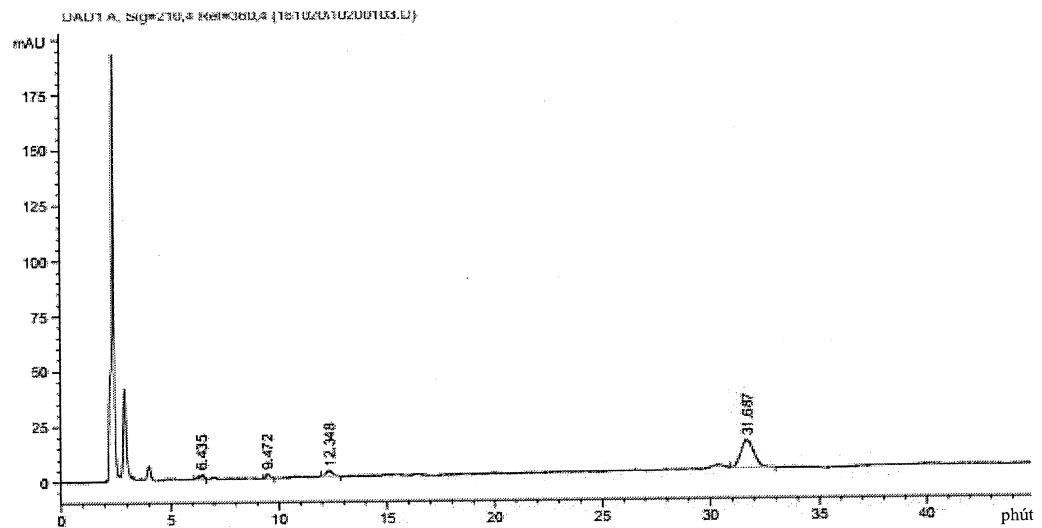


Fig. 8

5/18

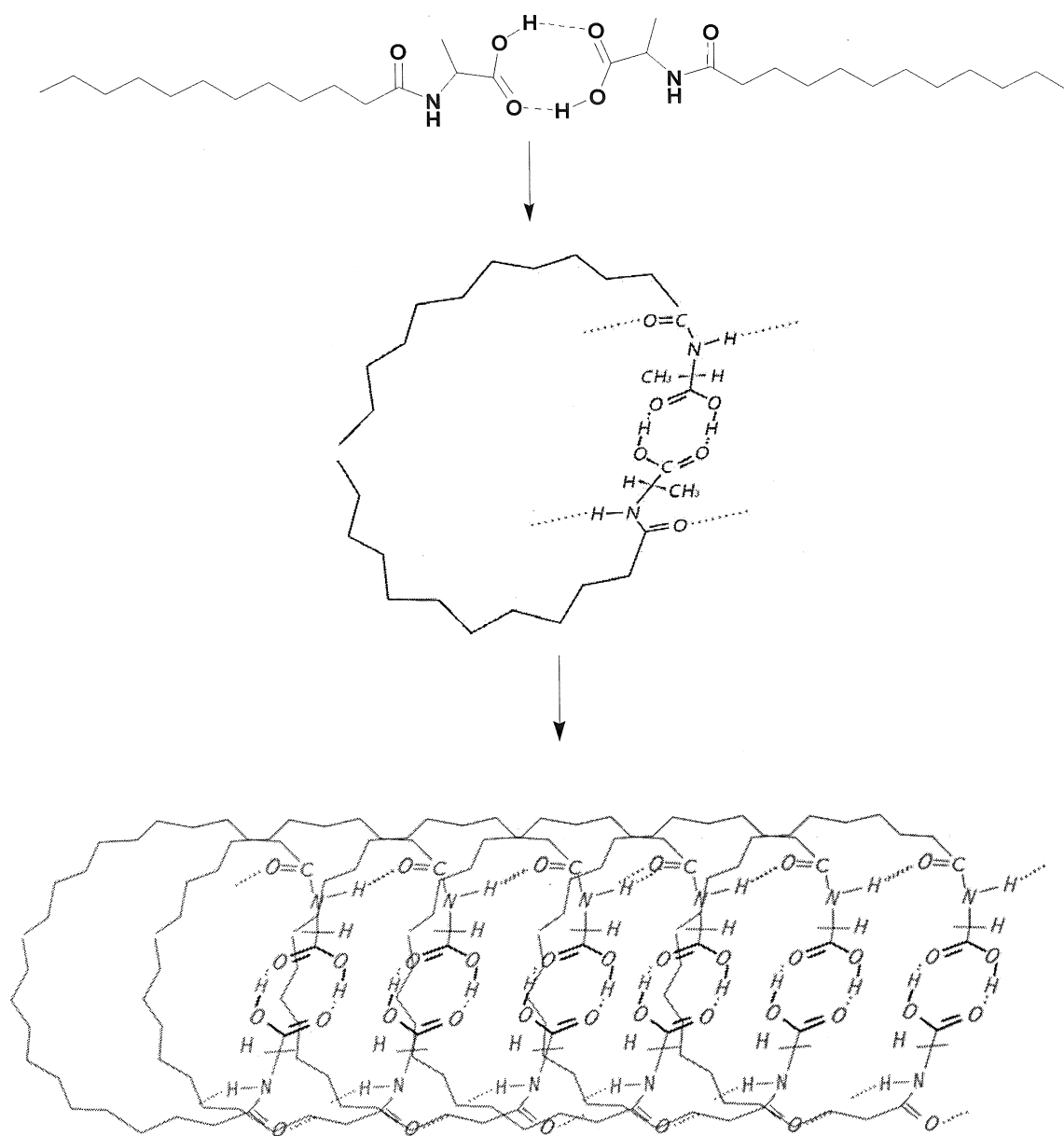


Fig. 9

6/18

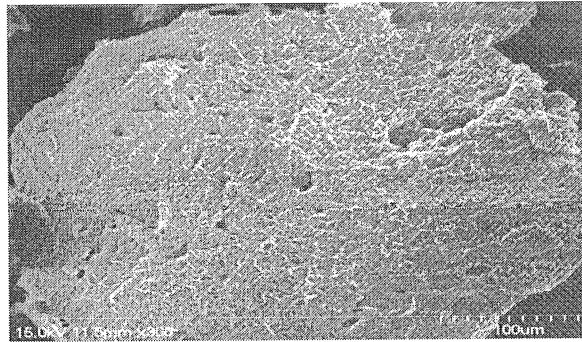


Fig. 10a

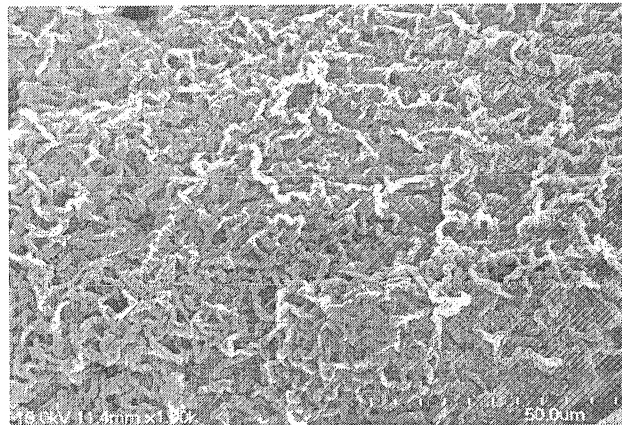


Fig. 10b

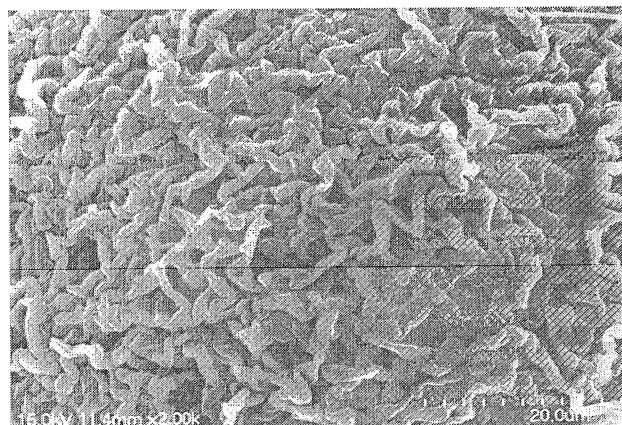


Fig. 10c

7/18

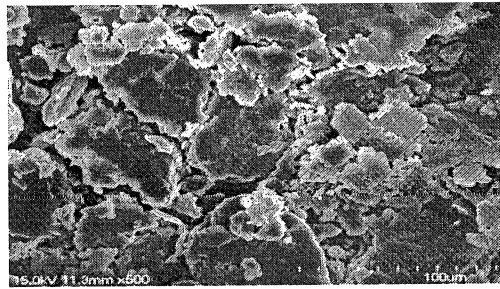


Fig. 11a

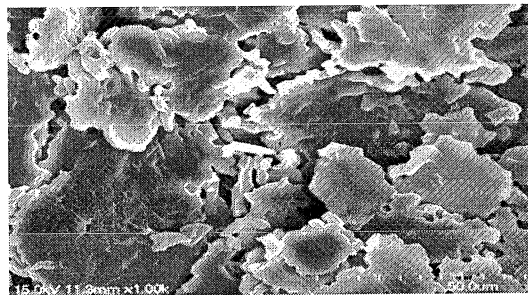


Fig. 11b

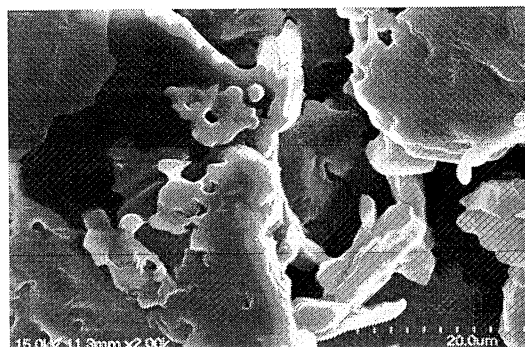


Fig. 11c

8/18

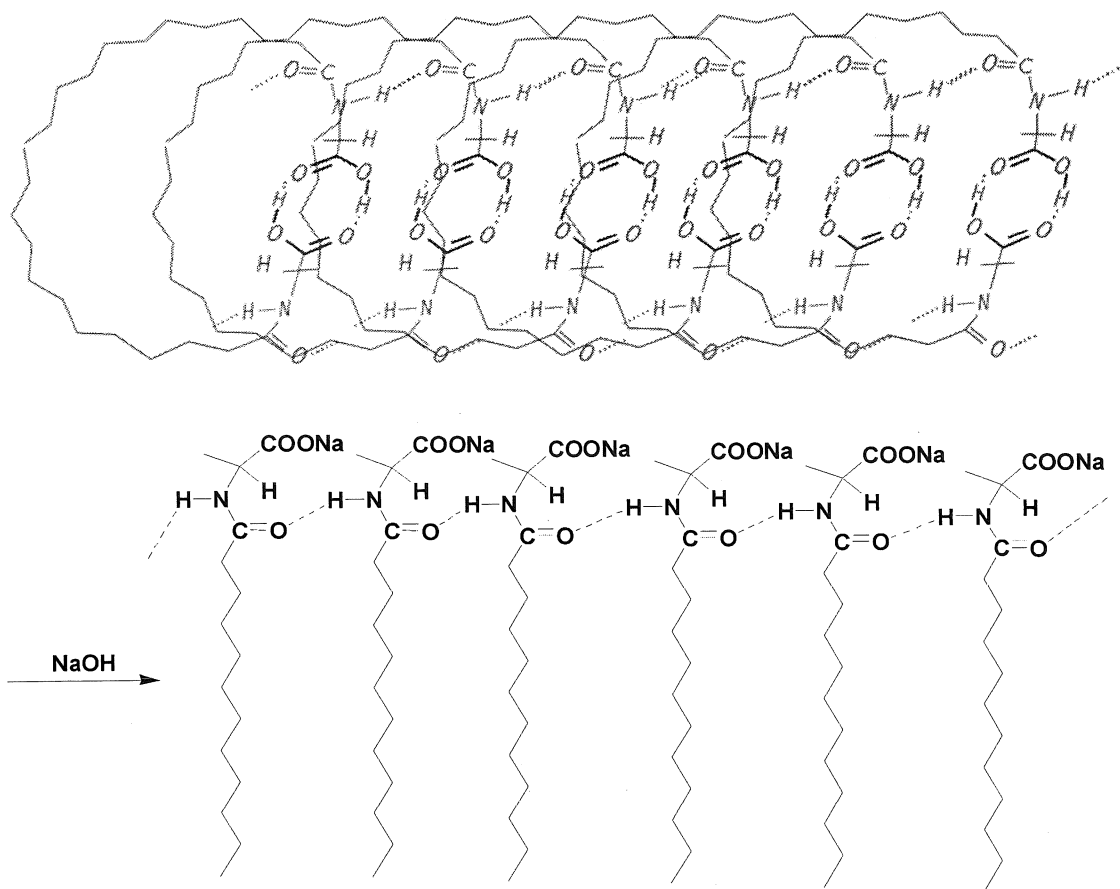
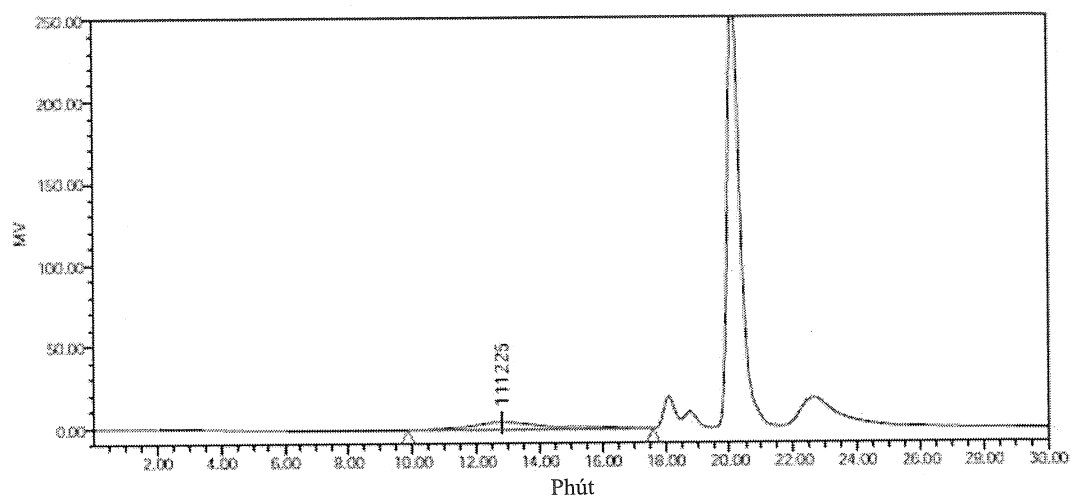


Fig. 12

9/18



Kết quả mẫu GPC

	Thời gian lưu	Mn	Mw	MP	Mz	Chỉ số đa phân tán
1	12,808	34906	120841	111,225	278904	3,016

Mp: 111225 Tên: Đinh 3

	Thời gian lưu	Trọng lượng phân tử	Log trọng lượng phân tử	Diện tích	% tích lũy
1	10,868	770427	5,886731	1751	3,016
2	10,936	711395	5,852111	3604	3,451
3	11,005	657543	5,817924	3867	3,918
4	11,073	608364	5,784164	4172	4,420
5	11,141	563406	5,750822	4461	4,958
6	11,209	522265	5,717891	4776	5,533
7	11,277	484577	5,685363	5159	6,159
8	11,345	450019	5,653231	5594	6,835
9	11,414	418299	5,621487	6051	7,565
10	11,482	389156	5,590123	6566	8,358
11	11,550	362353	5,559132	7106	9,214
12	11,618	337681	5,528506	7695	10,143
13	11,686	314947	5,498238	8313	11,146
14	11,754	293981	5,468319	8977	12,231
15	11,823	274626	5,438742	9707	13,402

10/18

16	11,891	256744	5,409500	10472	14,670
17	11,959	240206	5,380584	11250	16,028
18	12,027	224899	5,351988	12044	17,482
19	12,095	210718	5,323702	12856	19,033
20	12,163	197570	5,295721	13661	20,683
21	12,231	185368	5,268036	14477	22,429
22	12,300	174036	5,240639	15282	24,269
23	12,368	163502	5,213523	16047	26,206
24	12,436	153702	5,186681	16721	28,220
25	12,504	144578	5,160103	17314	30,303
26	12,572	136077	5,133784	17786	32,442
27	12,640	128149	5,107715	18170	34,626
28	12,709	120750	5,081888	18483	36,846
29	12,777	113841	5,056297	18615	39,076
30	12,845	107382	5,030932	18615	41,308
31	12,913	101342	5,005788	18556	43,529
32	12,981	95687	4,980855	18373	45,731
33	13,049	90391	4,956126	18117	47,899
34	13,118	85427	4,931594	17792	50,026
35	13,186	80770	4,907251	17382	52,105
36	13,254	76399	4,883090	17009	54,139

11/18

Mp: 111225 Tên: Đinh 3

	Thời gian lưu	Trọng lượng phần tử	Log trọng lượng phần tử	Diện tích	% tích lũy
37	13,322	72294	4,859102	16605	56,124
38	13,390	68435	4,835260	16143	58,051
39	13,458	64806	4,811616	15655	59,919
40	13,527	61391	4,788103	15122	61,721
41	13,595	58175	4,764734	14548	63,452
42	13,663	55144	4,741499	13916	65,111
43	13,731	52287	4,718393	13260	66,695
44	13,799	49591	4,695406	12607	68,197
45	13,867	47047	4,672532	11912	69,614
46	13,936	44644	4,649763	11200	70,946
47	14,004	42373	4,627090	10460	72,191
48	14,072	40226	4,604508	9715	73,346
49	14,140	38195	4,582007	8993	74,414
50	14,208	36273	4,559580	8308	75,397
51	14,276	34452	4,537220	7699	76,310
52	14,345	32728	4,514918	7216	77,169
53	14,413	31093	4,492668	6811	77,979
54	14,481	29543	4,470462	6528	78,758
55	14,549	28073	4,448291	6351	79,517
56	14,617	26678	4,426149	6233	80,264
57	14,685	25353	4,404027	6212	81,007
58	14,754	24094	4,381918	6263	81,754
59	14,822	22899	4,359814	6307	82,510
60	14,890	21762	4,337708	6359	83,273
61	14,958	20682	4,315592	6433	84,046
62	15,026	19654	4,293458	6505	84,827
63	15,094	18677	4,271299	6572	85,613
64	15,163	17746	4,249107	6561	86,394
65	15,231	16861	4,226874	6531	87,178
66	15,299	16017	4,204593	6505	87,954
67	15,367	15214	4,182257	6411	88,718
68	15,435	14450	4,159856	6287	89,473
69	15,503	13721	4,137384	6128	90,205
70	15,572	13027	4,114833	5927	90,913
71	15,640	12365	4,092196	5700	91,593
72	15,708	11735	4,069465	5421	92,240

12/18

Mp: 111225 Tên: Đinh 3

	Thời gian lưu	Trọng lượng phần tử	Log trọng lượng phần tử	Diện tích	% tích lũy
73	15,776	11133	4,046631	5135	92,852
74	15,844	10561	4,023688	4847	93,426
75	15,912	10014	4,000628	4537	93,967
76	15,981	9494	3,977443	4250	94,469
77	16,049	8998	3,954126	4019	94,948
78	16,117	8524	3,930668	3786	95,393
79	16,185	8074	3,907063	3533	95,813
80	16,253	7644	3,883302	3297	96,202
81	16,321	7234	3,859378	3045	96,564
82	16,390	6844	3,835284	2812	96,896
83	16,458	6472	3,811010	2621	97,206
84	16,526	6117	3,786551	2426	97,494
85	16,594	5780	3,761898	2235	97,759
86	16,662	5458	3,737044	2081	98,005
87	16,730	5152	3,711981	1936	98,234
88	16,799	4861	3,686701	1809	98,447
89	16,867	4583	3,661196	1705	98,651
90	16,935	4320	3,635460	1561	98,835
91	17,003	4069	3,609484	1409	99,000
92	17,071	3831	3,583261	1306	99,156
93	17,139	3604	3,556782	1214	99,300
94	17,208	3389	3,530042	1119	99,433
95	17,276	3184	3,503030	1094	99,564
96	17,344	2990	3,475741	1075	99,695
97	17,412	2807	3,448167	999	99,815
98	17,480	2632	3,420299	899	99,922
99	17,548	2467	3,392130	604	99,988
100	17,617	2310	3,363653	178	100,001

Fig. 13

13/18



BÁO CÁO THỬ NGHIỆM

Báo cáo số: HWS201506169
Tên mẫu: kem đánh răng axit amin Uraful (hương vị bạc hà)
Nhà sản xuất: Suzhou Jinmao Daily Chemicals Co., Ltd.
Bên ủy thác: Suzhou Weimei Biotechnology Co., Ltd.

PHÒNG THÍ NGHIỆM TRONG ĐIỂM VỀ THỬ NGHIỆM CỦA CƠ QUAN
QUẢN LÝ CHUNG VỀ GIÁM SÁT CHẤT LƯỢNG, KIỂM TRA & KIỂM DỊCH
TRUNG TÂM CÔNG NGHỆ TỔNG HỢP VỀ KIỂM TRA VÀ KIỂM DỊCH CỦA
CỤC KIỂM TRA & KIỂM DỊCH XUẤT NHẬP KHẨU TỔ CHÂU

Trang 1 trong số 3 trang

Fig. 14

14/18

PHÒNG THÍ NGHIỆM TRONG ĐIỂM VỀ THỬ NGHIỆM CỦA CƠ QUAN QUẢN
LÝ CHUNG VỀ GIÁM SÁT CHẤT LƯỢNG, KIỂM TRA & KIỂM DỊCH
TRUNG TÂM CÔNG NGHỆ TỔNG HỢP VỀ KIỂM TRA VÀ KIỂM DỊCH CỦA
CỤC KIỂM TRA & KIỂM DỊCH XUẤT NHẬP KHẨU TÒ CHÁU

Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo số: HWS201506169
Ngày: 2015-11-10

Thông tin sau đây được cung cấp và xác nhận bởi khách hàng				
Thông tin mẫu	Tên mẫu	Kem đánh răng axit amin Uraful (hương vị bạc hà)		
	Số lô hoặc ngày sản xuất	20151022		
	Thời hạn sử dụng hoặc ngày hết hạn	20181021		
	Đặc điểm của mẫu	Kem màu xanh da trời		
	Quy cách	135g/ống		
	Số lượng mẫu	7 ống trong các gói thay thế		
Thông tin khách hàng	Nhà sản xuất	Suzhou Jinmao Daily Chemicals Co., Ltd.		
	Bên ủy thác	Suzhou Weimei Biotechnology Co., Ltd.		
Phần mô tả sau đây được cung cấp bởi phòng thí nghiệm				
Thông tin thử nghiệm	Loại thử nghiệm	Thử nghiệm được ủy thác		
	Ngày nhận (các) mẫu	2015.11.03	Thời gian thử nghiệm	2015.11.03-2015.11.10
	Tiêu chuẩn thử nghiệm	GB8372-2008		
Kết luận thử nghiệm	Các mẫu được thử nghiệm cảm quan, lý-hóa và vi sinh theo GB8372-2008. Trong các điều kiện thử nghiệm của phòng thí nghiệm hiện tại, các kết quả thử nghiệm cho thấy rằng: các mục thử nghiệm của các mẫu đáp ứng các yêu cầu của GB8372-2008.			

CHỮ KÝ HỢP PHÁP



*** Cuối trang***

Lưu ý: báo cáo thử nghiệm chỉ chịu trách nhiệm đối với các mẫu được thử nghiệm. Bất kỳ phản đối nào đối với (các) kết quả có thể được đưa ra để kiểm tra lại trong vòng 15 ngày kể từ ngày nhận được báo cáo. Không được phép sao chép nội dung báo cáo hoặc lưu trữ báo cáo để phân phối. Báo cáo không phù hợp nếu không có sự đồng ý bằng văn bản của phòng thí nghiệm của chúng tôi.

Trang 2 trong số 3 trang

Fig. 15

15/18

PHÒNG THÍ NGHIỆM TRỌNG ĐIỂM VỀ THỬ NGHIỆM CỦA CƠ QUAN QUẢN
LÝ CHUNG VỀ GIÁM SÁT CHẤT LƯỢNG, KIỂM TRA & KIỂM DỊCH

TRUNG TÂM CÔNG NGHỆ TỔNG HỢP VỀ KIỂM TRA VÀ KIỂM DỊCH CỦA
CỤC KIỂM TRA & KIỂM DỊCH XUẤT NHẬP KHẨU TỔ CHÁU

Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo số: HWS201506169

Ngày: 2015-11-10

Các kết quả thử nghiệm (cảm quan)

Mục	Đơn vị của kết quả thử nghiệm	Các yêu cầu kỹ thuật	Kết quả thử nghiệm	Đánh giá riêng lẻ
Khối kem	--	Đồng nhất: không có tạp chất	Các yêu cầu được đáp ứng	Đạt tiêu chuẩn
Hình thức bên ngoài của bao gói	--	Nắp và miệng ống vừa khít; miệng ống không bị phá hủy; khối kem không bị rò rỉ	Các yêu cầu được đáp ứng	Đạt tiêu chuẩn

Các kết quả thử nghiệm (lý-hóa)

Mục	Đơn vị của kết quả thử nghiệm	Các yêu cầu kỹ thuật	Kết quả thử nghiệm	Đánh giá riêng lẻ
Hàm lượng chì (Pb)	mg/kg	≤ 15	< 5	Đạt tiêu chuẩn
Hàm lượng arsen (As)	mg/kg	≤ 5	$< 5,0$	Đạt tiêu chuẩn
Giá trị độ pH	--	5,5-10,0	6,4	Đạt tiêu chuẩn
Độ ổn định	--	Kem không chảy ra ngoài miệng ống; chất lỏng không bị tách ra; mùi thơm và màu sắc bình thường	Các yêu cầu được đáp ứng	Đạt tiêu chuẩn
Các hạt cứng quá mức	--	Không tạo vết xước trên tấm kính	Các yêu cầu được đáp ứng	Đạt tiêu chuẩn
Flo tự do	%	0,05-0,15 (giới hạn thấp hơn chỉ có thể áp dụng cho kem đánh răng chống sâu răng chứa flo)	$< 0,01$	Đạt tiêu chuẩn
Tổng flo	--	0,05-0,15% (giới hạn thấp hơn chỉ có thể áp dụng cho kem đánh răng chống sâu răng chứa flo)	Không phát hiện được	Đạt tiêu chuẩn

Các kết quả thử nghiệm (vi sinh)

Mục	Đơn vị của kết quả thử nghiệm	Các yêu cầu kỹ thuật	Kết quả thử nghiệm	Đánh giá riêng lẻ
Tổng số đếm vi khuẩn	CFU/g	≤ 500	Không phát hiện được	< 10
Vi khuẩn dạng coli trong phân	--	Không thể phát hiện được	Không phát hiện được	Đạt tiêu chuẩn
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	--	Không thể phát hiện được	Không phát hiện được	Đạt tiêu chuẩn
<i>Staphylococcus aureus</i>	--	Không thể phát hiện được	Không phát hiện được	Đạt tiêu chuẩn
Tổng số đếm nấm mốc và nấm men saccharomyces	CFU/g	Không thể phát hiện được	Không phát hiện được	Đạt tiêu chuẩn

Lưu ý: khi tổng lượng flo đo được thấp hơn nồng độ 0,2mg/kg được đo bằng phương pháp này, kết quả được thể hiện là "không phát hiện được".

*** Cuối trang***

*** Cuối trang***

Lưu ý: báo cáo thử nghiệm chỉ chịu trách nhiệm đối với các mẫu được thử nghiệm. Bất kỳ phân đối mẫu đầu với (các) kết quả cụ thể được đưa ra để kiểm tra lại trong vòng 15 ngày kể từ ngày nhận được báo cáo. Không được phép sao chép một phần báo cáo hoặc lạm dụng báo cáo để quảng bá không phù hợp nếu không có sự đồng ý bằng văn bản của phòng thí nghiệm của chúng tôi.

Trang 3 trong số 3 trang

Fig. 16

16/18

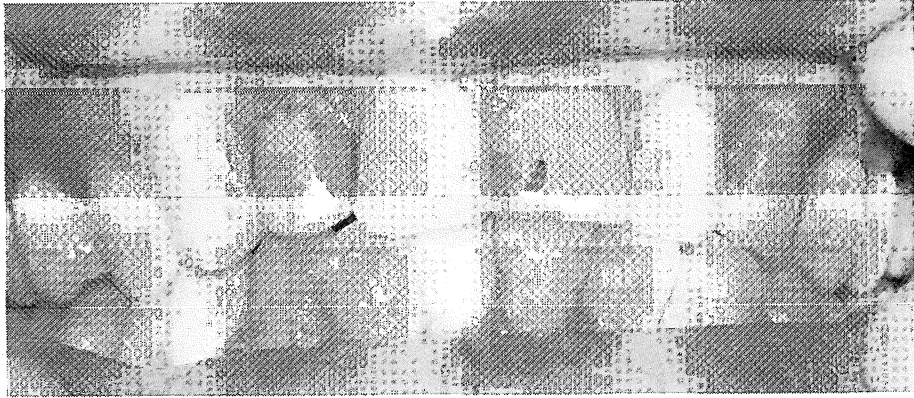


Fig. 17

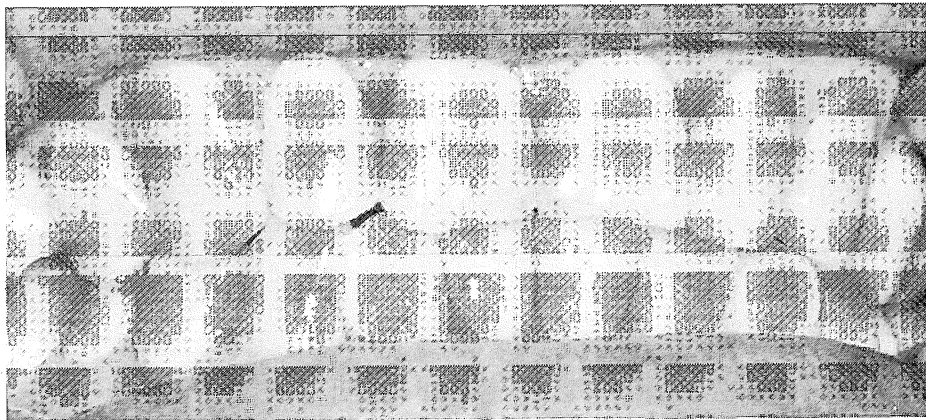


Fig. 18

Số: 39/PPC0523 Trang 2/2

Tập hợp các kết quả thử nghiệm

Số	Mục thử nghiệm	Đơn vị	Yêu cầu kỹ thuật	Kết quả thử nghiệm	Đánh giá riêng lẻ
1	Khả năng tẩy rửa	---	$\geq$ khả năng tẩy rửa của nước giặt tiêu chuẩn	Các mẫu có khả năng tẩy rửa trên vải bông bản JB01, JB02, và JB03 cao hơn khả năng tẩy rửa của nước giặt tiêu chuẩn trên trên vải bông bản JB01, JB02, và JB03	Đạt tiêu chuẩn
Lưu ý: _____ (Chỉ chịu trách nhiệm đối với các mẫu đã được gửi đến)					

Fig. 19

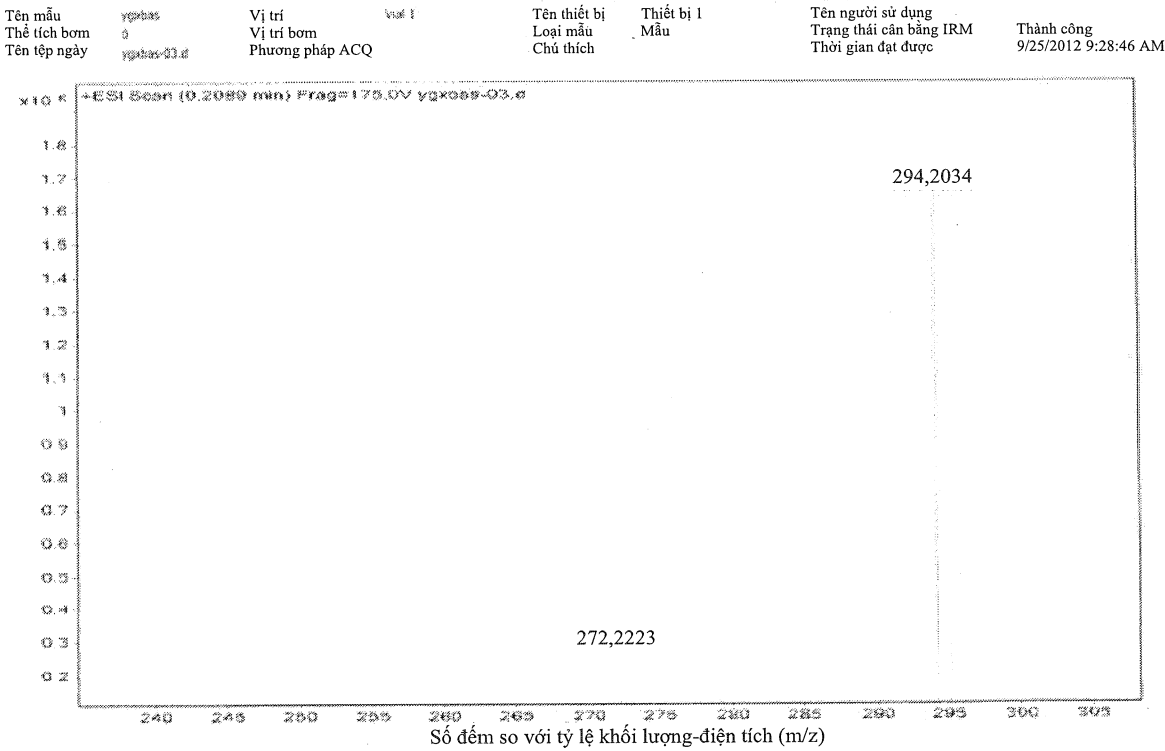


Fig. 20