



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

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

(11)



1-0025908

(51)⁷ A01N 25/24; A01N 59/16

(13) B

(21) 1-2014-00908

(22) 22/08/2012

(86) PCT/FI2012/050803 22/08/2012

(87) WO2013/026961 28/02/2013

(30) 61/525,888 22/08/2011 US; 20115816 22/08/2011 FI

(45) 26/10/2020 391

(43) 25/06/2014 315A

(73) ARGENLAB GLOBAL LTD. (MT)

Vincenti Buildings 29/19 (Suite 1338) Strait Street Valletta LVT 1432, Malta

(72) MAKI Markus (FI); NIEMINEN Jyri (FI); LAAKSONEN Harri (FI); AREVA Sami (FI).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) CHẾ PHẨM IONOME KHÁNG KHUẨN VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM POLYME KHÁNG KHUẨN

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm polyme kháng khuẩn, phương pháp điều chế chúng và mô tả việc sử dụng chế phẩm này. Chế phẩm ionome này bao gồm hợp chất polyme có nhóm chức amin được cho phản ứng với bạc halogenua, tùy ý cùng với chất làm ổn định như chất hữu cơ mang nhóm chức sulfonamid. Chế phẩm ionome này điều chế được bằng cách cho phản ứng cùng nhau (i) ít nhất một polyamin và bạc halogenua và tùy ý ít nhất một chất làm ổn định hữu cơ hoặc; (ii) ít nhất một polyamin, ít nhất một muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua, hydro halogenua và/hoặc muối halogen của kim loại kiềm và tùy ý ít nhất một chất làm ổn định hữu cơ. Chế phẩm ionome theo sáng chế thích hợp để dùng làm lớp phủ kháng khuẩn, lớp phủ hoàn thiện kháng khuẩn, chất phụ gia kháng khuẩn và làm thành phần kháng khuẩn để tạo ra vật liệu kháng khuẩn mới.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polyme kháng khuẩn. Cụ thể, sáng chế đề cập đến chế phẩm ionome kháng khuẩn mới, phương pháp điều chế chúng và mô tả việc sử dụng chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Công nghệ kháng khuẩn dựa vào sự hoạt hóa sinh học ion bạc hiện đang được công nhận rộng rãi là giải pháp tiên tiến nhất trong nhiều lĩnh vực ứng dụng liên quan đến vật liệu kháng khuẩn cả trong cộng đồng khoa học lẫn trong các ngành công nghiệp sử dụng công nghệ bề mặt kháng khuẩn. Ion bạc về tổng quát được coi là chất diệt sinh vật an toàn trong nhiều ứng dụng. Ngoài ra, phổ kháng khuẩn rộng của bạc đối với hầu hết các loài vi khuẩn, bao gồm các chủng kháng thuốc kháng sinh, ví dụ, MRSA và NDM-1 hiện đang ảnh hưởng nghiêm trọng tới sức khỏe của bệnh nhân dưới dạng nhiễm khuẩn bệnh viện, khiến cho ion bạc được quan tâm đặc biệt.

Gần đây, trong lĩnh vực y tế, chiến lược cải thiện vệ sinh bệnh viện và phòng ngừa nhiễm khuẩn đã được mở rộng tới cả các khía cạnh liên quan đến truyền nhiễm thông qua các bề mặt khác nhau trong môi trường y tế. Do đó, việc ứng dụng vật liệu kháng khuẩn và công nghệ tạo lớp phủ đã được coi trọng như một phương thức bổ sung góp phần vào cuộc chiến chống lại các bệnh lây nhiễm bệnh viện.

Nhiều phương pháp đã được sử dụng để tạo ra bề mặt giải phóng bạc có hoạt tính kháng khuẩn trên sợi và bề mặt vật liệu khối. Các phương pháp thông thường thường bao gồm việc gắn lên bề mặt này các hạt chứa bạc như bạc nano, bạc zeolit, bạc ziriconi phosphat và bạc clorua có chứa hạt titan đioxit, bằng các phương tiện hóa học khác nhau, thông thường là sử dụng vật liệu mang. Một phương pháp thông thường khác là xử lý vật liệu bề mặt bằng phương pháp hóa học để gắn ion bạc hoặc hạt chứa bạc lên bề mặt này.

Gần đây, các nghiên cứu chi tiết cho thấy bạc dạng hạt nano (bạc nano) là loại vật liệu có khả năng gây nguy hiểm cho sức khỏe và môi trường, điều này một lần nữa lại làm gia tăng áp lực đối với sự phát triển các công nghệ ion bạc mới.

Các chất phụ gia kháng khuẩn dùng cho các sản phẩm dạng lỏng như dung dịch khử trùng, chất hoạt động bề mặt, sơn, lớp phủ sáp/polyme, dung dịch khử mùi và dung dịch mỹ phẩm, thường dựa vào việc sử dụng dung dịch bạc xitrat hoặc bạc zeolit hoặc thể phân tán chứa hạt bạc, bạc dạng keo.

Cho đến nay, công nghệ bạc trên nền chất mang polyme vẫn chưa được nghiên cứu hoặc phát triển sâu rộng. Có rất ít công nghệ dựa vào polyme với nhóm chức ion.

WO2002/030204 đã đề cập đến các chất kháng khuẩn mới, trong đó cặp điện tử duy nhất của nguyên tử nitơ trong hợp chất amin có điểm sôi cao hoặc polyme hòa tan trong nước có nitơ bazơ ở mạch chính hoặc mạch bên được liên kết phối trí với ion bạc. Dung dịch kháng khuẩn và khử mùi chứa chúng cũng được đề cập.

WO 98/18330 đã đề cập đến lớp phủ hoặc lớp kháng khuẩn không lọc bao gồm nền hữu cơ được cố định lên bề mặt của cơ chất, vật liệu kim loại diệt sinh vật được kết hợp không lọc với nền này.

US 6 224 898 đã đề cập đến chế phẩm kháng khuẩn có bạc hoặc bạc có kích cỡ nano chứa hợp chất được phân bố trên hoặc trong polyme phân nhánh, cụ thể là các polyamidoamin dendrime.

US 2009246258 đã đề cập đến nền vải kháng khuẩn và hấp phụ mùi có lớp phủ bề mặt. Lớp phủ này chứa các hợp chất bạc và hỗn hợp của chúng, dẫn xuất polyetylenimin siêu phân nhánh, kali xitrat, clorua vô cơ, chất kết dính polyuretan, và chất tạo liên kết ngang. Các hợp chất bạc được chọn từ nhóm bao gồm bạc ziriconi phosphat, bạc zeolit, thủy tinh bạc, và hỗn hợp bất kỳ của chúng hoặc các hạt nano chứa bạc dẫn điện, nhựa trao đổi ion, zeolit, hoặc hợp chất thủy tinh có khả năng được thể.

Theo tài liệu này, dẫn xuất polyetylenimin siêu phân nhánh, viết tắt là "h-PEI", bao gồm ít nhất một polyetylenimin siêu phân nhánh liên kết với một hoặc nhiều nhóm hydrocacbon mạch thẳng có từ 5 đến 30 nguyên tử cacbon. Hợp chất chứa bạc được ưu tiên là bạc ziriconi phosphat mua từ Milliken & Company dưới tên thương mại ALPHASAN, bạc zeolit mua từ Sinanen dưới tên thương mại ZEOMIC, và bạc thủy tinh mua từ Ishizuka Glass dưới tên thương mại IONPURE. Clorua vô cơ được ưu tiên, đặc biệt là magiê clorua và amoni clorua với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 1:10 đến

05:01 (giữa clorua và ion bạc). Dẫn xuất h-PEI cũng bị đổi màu và đã phát hiện ra rằng kali xitrat có thể làm giảm hoặc khử hiện tượng ngả vàng của h-PEI.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm ionome kháng khuẩn, chứa polyme cation có nhóm chức amin và bạc halogenua, trong đó polyme có nhóm chức amin này bao gồm poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000.

Theo sáng chế, chế phẩm ionome kháng khuẩn vô định hình có thể điều chế được bằng quy trình bao gồm bước cho poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000 phản ứng với bạc halogenua. Theo cách khác, chế phẩm này có thể điều chế được bằng quy trình bao gồm bước cho poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000 phản ứng với ít nhất một muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua và hydro halogenua hoặc muối của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ hoặc muối halogenua amoni.

Do đó, theo phương án được ưu tiên thứ nhất, chế phẩm ionome kháng khuẩn điều chế được bằng cách cho phản ứng cùng nhau trong nền dung môi:

- poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000, và
- bạc halogenua.

Theo phương án được ưu tiên khác, chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế điều chế được bằng cách cho phản ứng cùng nhau trong nền dung môi:

- poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000,
- ít nhất một muối bạc hoặc phức chất bạc hữu cơ không phải là halogenua, và
- hydro halogenua, muối halogen của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ hoặc muối halogenua amoni, hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo phương án được ưu tiên khác nữa, chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế còn được tạo cân bằng và kiểm soát bằng cách cho thêm chất làm ổn định vào chế phẩm. Theo phương án được ưu tiên khác nữa, chất làm ổn định này bao gồm

nhóm sulfonamit chứa chất hữu cơ. Theo một số phương án, chất làm ổn định này có thể là anion trái dấu hoặc phối tử của ít nhất một muối bạc hữu cơ hoặc phức chất.

Chế phẩm kháng khuẩn này có thể chứa các thành phần khác như chất tạo liên kết ngang, chất cải biến kỵ nước, chất chống thấm nước, chất làm ổn định và chất hoạt động bề mặt khác nhau.

Các phương pháp điều chế mô tả trên đây cũng có thể được kết hợp.

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế có thể được sử dụng để phủ và xử lý nhiều loại bề mặt.

Đặc biệt hơn, chế phẩm ionome theo sáng chế được đặc trưng chủ yếu bởi các dấu hiệu được nêu trong phần khác biệt của điểm 1.

Phương pháp theo sáng chế được đặc trưng bởi các dấu hiệu được nêu trong phần khác biệt của điểm 25.

Việc sử dụng chế phẩm ionome được đặc trưng bởi các dấu hiệu được nêu trong điểm 31.

Sáng chế tạo ra các lợi ích đáng kể. Nói chung, chế phẩm mới thích hợp để dùng làm lớp phủ kháng khuẩn, lớp hoàn thiện kháng khuẩn và vệ sinh, chất phụ gia kháng khuẩn và làm thành phần kháng khuẩn để tạo ra vật liệu kháng khuẩn mới.

Chế phẩm ionome kháng khuẩn mới đặc biệt hữu ích để phủ các nền khác nhau như bề mặt xơ, sợi và bề mặt vật liệu khối, bao gồm các sợi tổng hợp, sợi bán tổng hợp, và sợi tự nhiên khác nhau, sợi dệt, sợi không dệt, vải dệt kim, giấy, các bề mặt polyme khác nhau, bề mặt kim loại, bề mặt cần phủ khác nhau, bề mặt gỗ và sợi. Chế phẩm ionome kháng khuẩn mới đặc biệt hữu ích dùng cho giấy ướt kháng khuẩn, nước rửa tay dạng lỏng và mỹ phẩm.

Chế phẩm ionome theo sáng chế tạo ra hiệu quả kháng khuẩn, đặc tính quang học và độ ổn định tăng vượt trội so với các chế phẩm kháng khuẩn đã biết chứa các nguồn bạc khác nhau được trộn với polyme polyamin. Có vẻ như các ionome của polyamin mang halogenua và bạc tạo ra đặc tính, hoạt tính kháng khuẩn, kiểm soát mức giải phóng ion bạc và đặc tính quang học tăng cường. Tốt hơn là, chế phẩm ionome theo sáng chế không chứa các hạt.

Tiếp theo, sáng chế sẽ được xem xét kỹ hơn với sự hỗ trợ của phần mô tả chi tiết và có dựa vào một số ví dụ thực hiện.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm kháng khuẩn mới chứa ionome của polyme có nhóm chức amin (tức là polyme có nhóm chức amin) và bạc halogen, trong đó polyme có nhóm chức amin này bao gồm poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000. Theo phương án được ưu tiên theo sáng chế, chế phẩm ionome được điều chế trong - và vì vậy nó cũng bao gồm - nền dung môi, tốt hơn là bao gồm rượu, như rượu metylic hoặc rượu etylic, rượu isopropylic hoặc nước và hỗn hợp của chúng.

Theo phương án được ưu tiên thứ nhất, chế phẩm ionome thu được bằng cách cùng cho phản ứng poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000 (tiền polyme ionome, polyme mang) và bạc halogenua. Theo phương án được ưu tiên khác, chế phẩm ionome thu được bằng cách cùng cho phản ứng poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000 (tiền polyme ionome, polyme mang), ít nhất một muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua và hydro halogenua và/hoặc muối halogen kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ (với cùng tên gọi dưới đây là “kim loại kiềm”).

Theo một phương án, polyme “mang” poly(etylenimin) được phản ứng cùng với bạc halogenua hoặc muối hoặc phức chất bạc, tuy nhiên trong trường hợp sau chế phẩm được halogen hóa bằng hydro halogenua hoặc kim loại kiềm muối halogen (“hợp chất halogen”) để tạo ra chế phẩm khác biệt theo sáng chế. Theo một phương án được ưu tiên, ít nhất một thành phần/chất làm ổn định được chứa trong hệ (chế phẩm). Với cả hai con đường, sản phẩm thu được có các đặc tính cần thiết tương tự độc lập về các biến theo nồng độ muối proton hoặc cation kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm.

Theo một phương án được ưu tiên theo sáng chế, tiền polyme ionome poly(etylenimin) này bao gồm polyetylenimin mạch nhánh, polyetylenimin mạch thẳng hoặc hỗn hợp của polyetylenimin tương ứng gồm các loại khác nhau với các đặc tính khác nhau về, ví dụ, khối lượng phân tử và tỷ lệ amin bậc một : bậc hai : bậc ba. Copolyme của polyetylenimin cũng hữu ích.

Các polyme có nhóm chức amin khác bao gồm polyamin mạch nhánh hoặc mạch thẳng như polyvinylamin, polyacrylamin, polyarylamin, polyetylenimin, polyhexametylen-biguanidin và polyvinylpyridin. Hỗn hợp của các poly(etylenimin) khác nhau có thể được dùng để thu được chế phẩm ionome kháng khuẩn khác biệt theo sáng chế.

Polyme có nhóm chức amin bao gồm hoặc chứa hoặc gồm hầu như polyetylenimin mạch nhánh tiềm năng có khối lượng phân tử (M_w) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 750 đến 2.000.000.

Sáng chế cũng đề xuất chế phẩm trong đó thành phần polyme được liên kết ngang bên trong bằng ít nhất một chất tạo liên kết ngang.

Theo một số phương án, chất làm ổn định bao gồm một hoặc nhiều chất vô cơ hoặc hữu cơ có khả năng làm tăng độ ổn định của gốc bạc trong chế phẩm với các yếu tố ứng suất khác nhau như bức xạ UV, nhiệt, độ ẩm, phản ứng oxy hóa khử, độ pH và các yếu tố khác có thể gây ra các thay đổi bất lợi cho chế phẩm theo sáng chế. Các tác dụng bất lợi bao gồm sự mất màu, sự tạo thành hạt và các tác dụng bất lợi khác về cấu trúc hóa học quan trọng của chế phẩm và do đó có tác dụng bất lợi, ví dụ, đối với sự thể hiện trạng thái của chế phẩm.

Theo một phương án được ưu tiên theo sáng chế, chất làm ổn định bao gồm ít nhất một chất hoặc hợp chất mang nhóm chức sulfonamid.

Theo phương án được ưu tiên khác, chất làm ổn định bao gồm cation amoni.

Theo phương án được ưu tiên khác, chất làm ổn định bao gồm anion clorua với lượng dư.

Theo phương án được ưu tiên khác, chất làm ổn định này hoặc hỗn hợp của chất làm ổn định này được chọn từ nhóm bao gồm saccarin, axit xyclamic, sulfadiazin, axesulfam, amoni clorua và amoni saccarin.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên, chất làm ổn định này bao gồm saccarin.

Theo một số phương án, chất làm ổn định này có thể bao gồm, ví dụ, axit hữu cơ (như axit carboxylic, axit sulfonic và axit amin), hợp chất amoni bậc bốn, phosphat, este, aldehyt, keton, hợp chất lưỡng cực, titanat và các dẫn xuất hữu cơ của chúng, silan và các dẫn xuất hữu cơ của chúng và hợp chất lưu huỳnh hữu cơ.

Saccarin (o-sulfobenzimid; 1,2-benzothiazol-3(2H)-on 1,1-dioxit) là một trong những chất tạo ngọt nhân tạo được sử dụng rộng rãi nhất. Imino hydro của saccarin có tính axit. Phân tử này có thể dễ dàng được chuyển hóa thành nitranion tương ứng. Phản ứng hóa học phối hợp của anion saccarinato rất dễ thay đổi. Nó tạo ra nhiều vị trí phối hợp với trung tâm kim loại.

Hợp chất bạc thông thường, bạc saccarinat (dạng thông thường: bạc saccarinat dihydrat) là bột rắn màu trắng với đặc tính hòa tan hạn chế. Bạc saccarin thường có thể được điều chế nhờ kết tủa bằng cách cho saccarin dạng axit phản ứng với bạc nitrat, hoặc từ natri saccarin và bạc nitrat trong chế phẩm dung môi nhất định tùy thuộc vào trạng thái phân tử của saccarin.

Các nhóm chức amin tự do của polyme có nhóm chức amin này, bao gồm polyetylenimin, có thể có chức trong phần gắn của chế phẩm này với vật liệu chủ (vật liệu trong đó chế phẩm ionome theo sáng chế được bổ sung để tạo ra chức năng kháng khuẩn) và bề mặt vật liệu (bề mặt được phủ bằng vật liệu bao gồm chế phẩm ionome theo sáng chế). Khi được dùng làm chất phụ gia, phần gắn với vật liệu chủ/mạng chủ có thể đạt được qua kết dính, ví dụ, liên kết ion hoặc liên kết cộng hóa trị, giữa nhóm amin của phần khung polyme có nhóm chức amin của chế phẩm ionome theo sáng chế và cấu trúc phân tử của vật liệu thứ hai hoặc các tương tác tương tự.

Theo một phương án được ưu tiên, nền dung môi bao gồm rượu etylic hoặc rượu metylic hoặc isopropanol hoặc nước hoặc hỗn hợp của chúng. Hỗn hợp dung môi có thể được sử dụng như dung dịch/hỗn hợp nước rượu. Chế phẩm ionome kháng khuẩn có thể được chiết ra khỏi nền dung môi để sử dụng tiếp, ví dụ, nhờ làm bay hơi dung môi. Tuy nhiên, thông thường, giải pháp kinh tế và thực tế hơn là xử lý tiếp để sử dụng chế phẩm trực tiếp với nền dung môi chứa chế phẩm ionome làm vật liệu ban đầu.

Theo phương án khác của sáng chế, cation bạc được phân phối vào chế phẩm ionome làm muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua, phản ứng với poly(etylenimin), tiếp theo là clo hóa chế phẩm bằng hydro halogenua hoặc kim loại kiềm muối halogen hoặc hỗn hợp của chúng. Kết hợp với phương án sau, muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua thích hợp bao gồm, ví dụ, bạc nitrat, bạc axetat, bạc stearat, bạc oxit, bạc saccarinat, bạc imidazol, bạc xitrat, bạc metacrylat và bạc sulfadiazin. Theo một số phương án, các đặc tính hóa học của các ion (anion) trái

dầu của muối bạc cụ thể được sử dụng để làm ổn định chế phẩm và kiểm soát sự di chuyển của ion bạc từ chế phẩm.

Lượng bạc của chế phẩm ionome nằm trong khoảng từ 0,001 đến 50%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 30%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 hoặc 1,5 lên đến 25%, tổng khối lượng chất khô của chế phẩm. Khối lượng chất khô trong trường hợp này được xác định là tổng khối lượng của chế phẩm khi không tính đến lượng nền dung môi.

Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm ionome theo sáng chế thu được bằng quy trình, bao gồm các bước sau:

Trước tiên, cung cấp dung dịch rượu hoặc nước của polyetylenimin (PEI). Theo một số phương án, tỷ lệ tối ưu (khối lượng/khối lượng) giữa PEI và dung môi nằm trong khoảng từ 1:0,01 đến 1:100, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1:0,5 đến 1:5, tùy thuộc vào lượng mong muốn của hợp chất ion bạc, được nạp vào dung dịch trong bước tiếp theo. Ngoài ra, việc đánh giá tỷ lệ dung môi tối ưu phụ thuộc vào khối lượng phân tử của polyetylenimin được sử dụng và độ nhớt của dung dịch. Phản ứng giữa PEI và dung môi thường là tỏa nhiệt. Theo một phương án được ưu tiên, hỗn hợp được làm nguội đến nhiệt độ chuẩn hoặc thấp hơn (tức là hỗn hợp được làm nguội đến 25°C hoặc thấp hơn, tuy nhiên, thông thường là đến nhiệt độ trên điểm sôi của phần lỏng của hỗn hợp).

Tiếp theo, nguồn ion bạc rắn được nạp vào dung dịch và trộn. Ví dụ bạc halogenua phản ứng với dung dịch PEI trong khi làm tăng độ nhớt cho biết sự tạo thành ionome. Tùy thuộc vào lượng bạc và tỷ lệ PEI:dung môi, tạo thành chế phẩm ionome bạc trong suốt, hơi vàng hoặc hầu như không màu.

Lượng bạc của chế phẩm ionome có thể được kiểm soát bằng cách điều chỉnh lượng của nguồn bạc phản ứng với dung dịch PEI, theo một phương án là bạc clorua. Thông thường, hợp chất bạc được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10.000 phần khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 1.000 phần khối lượng, ví dụ, từ 10 đến 100 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của tiền polyme ionome. Do đó, thông thường, tỷ lệ khối lượng giữa hợp chất bạc và tiền polyme ionome nằm trong khoảng từ 1:100 đến 100:1, cụ thể là từ 1-10 đến 50-100.

Các phương án cụ thể được ưu tiên bao gồm bước cho phản ứng cùng nhau từ 70 đến 99,99 phần khối lượng của tiền polyme ionome và từ 0,01 đến 30 phần khối lượng của bạc halogenua hoặc của phức chất và hydro halogenua, hoặc của kim loại kiềm hoặc muối halogenua amoni.

Tùy ý, sau đó hợp chất làm ổn định, theo một phương án được ưu tiên saccharin dạng axit và/hoặc natri saccharin và/hoặc kali axesulfam, được nạp vào chế phẩm. Khi được trộn cùng với dung dịch ionome tạo ra bằng PEI và bạc clorua, saccharin dạng axit hoặc natri saccharin hòa tan vào dung dịch ionome tạo ra chế phẩm ionome ổn định. Hợp chất làm ổn định được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 50 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của hỗn hợp của hợp chất bạc với hợp chất polyme. Thông thường, tỷ lệ khối lượng giữa hợp chất bạc và hợp chất làm ổn định nằm trong khoảng từ 1:10 đến 10:1.

Phương án được ưu tiên bao gồm bước cho phản ứng cùng nhau từ 50 đến 98,99 phần khối lượng của tiền polyme ionome, từ 0,01 đến 30 phần khối lượng của hợp chất bạc, hoặc hỗn hợp của hợp chất bạc và hợp chất halogen, như giải thích trên đây, và từ 1 đến 20 phần khối lượng của chất làm ổn định.

Theo phương án được ưu tiên khác, dung dịch của PEI và dung dịch rượu hoặc dung dịch nước trước tiên được điều chế và được làm nguội như được mô tả trên đây. Sau đó bạc saccharin rắn được phân phối vào dung dịch polyme và trộn. Bạc saccharin hòa tan vào dung dịch PEI và tạo ra dung dịch phức hợp ionome bạc trong suốt, hơi vàng hoặc hầu như không màu. Lượng bạc của chế phẩm có thể được kiểm soát, ví dụ, qua lượng bạc saccharin.

Sau đó, theo một phương án được ưu tiên, dung dịch nước của axit clohydric được cấp. Theo một phương án được ưu tiên, lượng mol của anion clorua tương đương với lượng mol của cation bạc. Khi dung dịch của PEI và bạc saccharin được clo hóa, có thể quan sát được kết tủa màu trắng tạm thời cho thấy ít nhất một phần cation bạc được kết tủa ra khỏi phức hợp PEI-bạc hòa tan nhờ anion clorua, tuy nhiên, kết tủa bạc clorua giả này nhanh chóng được phản ứng tiếp. Hiện tượng phản ứng tiếp này cũng cho thấy bạc clorua có xu hướng tạo thành các liên kết duy nhất với nhóm chức amin của polyme. Tuy nhiên, đây chỉ là giải thích có khả năng có thể xảy ra đối với hiện

tượng đã quan sát và không nên hiểu theo cách bất kỳ làm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Cấu trúc phân tử của nguồn cation bạc, thông thường là muối bạc hoặc phức hợp, về bản chất có vai trò trong việc tạo ra ionome bạc, nhờ việc đưa ion (anion) trái dấu tương ứng hoặc phối tử vào hệ và nhờ tương tác đặc hiệu với chế phẩm ionome.

Bất ngờ là, hiện tượng thú vị quan sát được theo sáng chế là sự có mặt của anion halogen, theo một phương án được ưu tiên, anion clorua, trong ionome bạc có nhóm chức amin tạo ra hiệu quả kháng khuẩn tăng so với ionome chỉ bao gồm PEI có nhóm amin của nó phản ứng với ion bạc.

Polyetylenimin (PEI) được dùng dưới dạng polyme có nhóm chức amin theo sáng chế. PEI thuộc nhóm polyamin và polyme cation có điện tích cation cao nhất theo khối lượng. Cấu trúc của homopolyme polyetylenimin luôn theo mô hình: một amin nitơ và hai nhóm cacbon.

Nói chung, PEI kết dính với bề mặt phân cực khác nhau rất hiệu quả. PEI mạch nhánh bao gồm các điểm giữ cation (amin) cho phép cố định phân tử này với các bề mặt và chất khác nhau với mức kết dính cao khác thường. Nhóm amin của chế phẩm ionome có thể được tạo liên kết ngang với các bề mặt khác nhau. Kết quả từ đặc tính hoạt động bề mặt mạnh, chế phẩm ionome theo sáng chế có thể được dùng làm, ví dụ, chất phụ gia trong chất và chất kết dính và làm khối xây dựng trong ma trận polyme. Giống như polyme có nhóm chức amin, chế phẩm ionome theo sáng chế hòa tan được trong dung môi phân cực và có thể trộn lẫn với, ví dụ, nước, rượu etylic và rượu metylic ở nồng độ bất kỳ.

Các đặc tính của chế phẩm ionome theo sáng chế có thể được kiểm soát nhờ tạo liên kết hóa học nhóm amin của polyme có nhóm chức amin. Theo chế phẩm với các hợp chất bổ sung khác nhau và chế phẩm thích hợp cho ứng dụng cụ thể của chế phẩm ionome. Chất phụ gia có thể bao gồm các hợp chất anion, không ion và được liên kết không cộng hóa trị khác (như chất hoạt động bề mặt không ion, bazơ liên hợp của axit carboxylic, hợp chất lưỡng cực, v.v.) hoặc hợp chất hữu cơ (ví dụ, hợp chất hữu cơ được chức hóa epoxy hoặc isoxyanat) được liên kết cộng hóa trị với nhóm amin của chế phẩm.

Chế phẩm ionome theo sáng chế có thể được tạo liên kết ngang bên trong và/hoặc với và/hoặc trong bề mặt chủ, vật liệu và chế phẩm. Chất tạo liên kết ngang có thể dùng được bao gồm, ví dụ, chất có nhóm chức isoxyanat, epoxy, aziridin, titanat, silan và acrylat.

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế, khi được cấp trong ma trận chất lỏng, có nồng độ chất khô nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 99% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 90% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 75% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của chế phẩm. Như thể hiện trong các ví dụ xử lý dưới đây, chế phẩm có thể dễ dàng được sản xuất đến lượng chất khô nằm trong khoảng từ 0,1 đến 50% tổng khối lượng của chế phẩm. Chế phẩm này có thể được cô đặc hoặc thường được pha loãng với chất lỏng khác để dùng cho các ứng dụng đã định.

Dựa vào phần nêu trên, theo phương án thứ nhất, chế phẩm theo sáng chế bao gồm, hoặc theo cách khác chứa, từ 70 đến 99,99% (khối lượng) polyme và từ 0,01% đến 30% (khối lượng) hợp chất bạc như muối bạc, cụ thể là bạc halogenua, ví dụ, AgCl. Tỷ lệ phần trăm tính theo tổng khối lượng của chất khô của chế phẩm. Thông thường, chế phẩm này không chứa hợp chất làm ổn định.

Theo phương án thứ hai, chế phẩm theo sáng chế bao gồm, hoặc theo cách khác chứa, từ 50 đến 98,99% (khối lượng) polyme, từ 0,01% đến 30% (khối lượng) hợp chất bạc như muối bạc, cụ thể là bạc halogenua, ví dụ, AgCl, và từ 1 đến 20% (khối lượng) chất làm ổn định. Tỷ lệ phần trăm tính theo tổng khối lượng của chất khô của chế phẩm (tức là khối lượng/khối lượng).

Chế phẩm sau đặc biệt thích hợp làm chất cô đặc, mà có thể được pha loãng thành chất lỏng như rượu, thông thường là rượu thơm có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon.

Khi chế phẩm, ví dụ, chất cô đặc được tạo ra trong rượu, được pha loãng trong nước, chất làm ổn định khác nữa có thể được bổ sung. Nói chung, tổng nồng độ của chất làm ổn định trong pha nước có thể lên đến 95% khối lượng/khối lượng. Một ví dụ về chất làm ổn định khác đặc biệt thích hợp là amoni clorua.

Mặc dù đặc tính kết dính của chế phẩm ionome theo sáng chế có thể đạt được, chế phẩm hoạt động chức năng tốt dưới dạng màng mỏng và các lớp một phân tử. Từ

các đặc tính của PEI, 1 mg chế phẩm ionome theo sáng chế có thể bao gồm diện tích gần 2m^2 bề mặt không xếp với lớp một phân tử.

Nói chung, lượng được dùng của chế phẩm ionome theo sáng chế sẽ phụ thuộc vào nồng độ đích của bạc trên bề mặt chủ. Thông thường, nồng độ bạc nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10% tổng khối lượng của lớp phủ trên nền là đủ.

Chế phẩm ionome theo sáng chế tương thích trực tiếp với hệ cation hoặc không ion. Khung PEI với nhóm cation amin có thể phá vỡ thể phân tán anion hoặc về tự nhiên tùy thuộc vào môi trường hóa học, tạo ra thể phân tán hoặc nhũ tương cải biến chứa chế phẩm theo sáng chế. Bề mặt anion kết dính mạnh với chế phẩm do điện tích ion. Theo một số phương án, chất phụ gia anion hoặc không ion có thể được kết hợp vào chế phẩm theo sáng chế để làm tăng cường và cải thiện khả năng tương thích của chế phẩm ionome với, ví dụ, hệ anion.

Theo một số phương án, chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được dùng như vậy hoặc chứa thêm các thành phần khác như chất tạo liên kết ngang, chất cải biến kỵ nước, chất chống thấm nước, chất làm ổn định và chất hoạt động bề mặt khác nhau, để tạo lớp phủ bề mặt chủ như sợi, vải và bề mặt vật liệu khối, bao gồm các sợi tự nhiên và tổng hợp khác nhau, sợi dệt, sợi không dệt, vải dệt kim, giấy, các bề mặt polyme khác nhau, bề mặt thép, bề mặt cần phủ khác nhau, bề mặt gỗ và sợi, vải và bề mặt vật liệu khối giống với chế phẩm theo sáng chế.

Theo một số phương án, chế phẩm ionome theo sáng chế kết dính với các loại bề mặt lớn rất hiệu quả do bởi đặc tính cation của khung PEI của chế phẩm ionome có thể được sử dụng nhằm mục đích tạo lớp phủ các nền khác nhau. Đạt được mức kết dính tốt với, ví dụ, các sản phẩm xenlulo (ví dụ, xenluloza, tơ nhân tạo và vitco), protein, polyester, polyamit, clo đặc, polyme, silicat, silicium đioxit, sắt, chất màu, giấy, gỗ, bông, thực vật, da, tóc, màng và sợi. Bề mặt polyolefin trơn (PE, PP, v.v.) có thể được xử lý sơ bộ để liên kết nền nhất định như lớp phủ, chất kết dính hoặc màng polyme. Việc xử lý sơ bộ hiệu quả là xử lý oxy hóa, tạo ra sự kết dính mạnh khác thường.

Việc phủ có thể được thực hiện bằng, ví dụ, quy trình phủ lăn, quy trình phun hoặc quy trình phủ thùng hoặc các quy trình tương tự. Chế phẩm ionome có thể được pha loãng trong, ví dụ, rượu hoặc nước hoặc hỗn hợp của chúng hoặc trong chế phẩm dung môi thích hợp khác để tạo ra dung dịch tối ưu của chế phẩm ionome theo

sáng chế liên quan đến quy trình đang đề cập đến và độ dày theo yêu cầu của chế phẩm ionome theo sáng chế. Các chất hỗ trợ sự liên kết của chế phẩm ionome theo sáng chế với bề mặt, ví dụ, chất tạo liên kết ngang, chất sơn lót hoặc các chất tương tự có thể được đưa vào chế phẩm. Các chất hỗ trợ này có thể được sử dụng, ví dụ, dưới dạng chất chứa trong hệ dung môi. Theo một số phương án, bề mặt chủ này có thể được xử lý bằng hóa học để hỗ trợ sự liên kết của chế phẩm ionome theo sáng chế, ví dụ, nhờ quá trình oxy hóa, sự liên kết của nền/lớp sơn lót và các phương pháp tương tự. Theo một số phương án chế phẩm ionome theo sáng chế có thể được liên kết ngang cộng hóa trị với và trên bề mặt chủ.

Nói chung, sau khi pha loãng, nồng độ bậc của chế phẩm đã pha loãng nằm trong khoảng từ 1/5 đến 1/1000 phần khối lượng nồng độ của chế phẩm gốc.

Theo một số phương án khác, chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được dùng làm chất phụ gia kháng khuẩn trong ma trận sản phẩm lỏng khác nhau (vật liệu chủ) tương thích với chế phẩm ionome kháng khuẩn. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế có thể được bổ sung vào vật liệu chủ, ví dụ, trong suốt quy trình theo bộ phận thích hợp kết hợp với các quy trình sản xuất của chúng, hoặc dưới dạng bước hoàn thiện, theo tự nhiên tùy thuộc vào vật liệu và quy trình. Theo sáng chế, vật liệu kháng khuẩn mới có thể được tạo ra nhờ tương tác giữa chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế (khi được dùng làm chất phụ gia kháng khuẩn) và vật liệu chủ. Theo một số phương án, chế phẩm ionome theo sáng chế được dùng làm chất phụ gia cho ma trận sản phẩm lỏng hoặc ma trận sản phẩm trung gian để tạo ra vật liệu và sản phẩm kháng khuẩn mới.

“Nền sản phẩm lỏng” theo sáng chế nghĩa là sản phẩm lỏng hoặc sản phẩm trung gian bất kỳ không liên quan đến việc sử dụng nó, sự tương tác của nó với chế phẩm phụ gia kháng khuẩn và trạng thái cuối cùng của chất sau khi sử dụng. Theo một số phương án, chế phẩm ionome theo sáng chế có thể được tạo liên kết ngang với thành phần của nền cơ sở. Một số ứng dụng được lấy làm ví dụ trong đó chế phẩm ionome theo sáng chế có thể được dùng làm chất phụ gia kháng khuẩn và/hoặc thành phần để tạo ra vật liệu kháng khuẩn mới bao gồm các chất sau: chất tẩy rửa (ví dụ, chất tẩy rửa mỹ phẩm/chất tẩy rửa vệ sinh, gel tắm, dầu gội đầu và chất tẩy rửa công nghiệp), sơn, véc-ni, chất xử lý/làm bóng sàn, chất kết dính, chất phủ gel, vật liệu epoxy, polyuretan,

mỹ phẩm, chất diệt khuẩn (ví dụ, gel rửa tay diệt khuẩn, các ứng dụng trong bệnh viện, nơi công cộng và cho người tiêu dùng, dụng cụ y tế, chất lỏng để lau ẩm), vật liệu khô, sản phẩm thuốc, thuốc đánh răng và các ứng dụng tương tự.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ được nêu dưới đây không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Ví dụ 1

Chế phẩm kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 2,0 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol WF, BASF, MW 25 000) được hòa tan trong 8 gam rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch này được cho phản ứng cùng với 0,295 gam bạc clorua bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Chế phẩm ionome thu được có hàm lượng chất khô (không bao gồm khối lượng dung môi) là 22,3% (khối lượng/khối lượng) và lượng bạc theo lý thuyết là 9,7% (khối lượng/khối lượng) khối lượng chất khô.

Ví dụ 2

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. Khoảng 2,0g polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol G20 WF, BASF, khối lượng phân tử 1300) được trộn với 6g rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch này được cho phản ứng với 0,724g bạc saccarinat bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Quy trình được tiếp tục bằng cách bổ sung 2,49ml dung dịch axit clohydric 1M vào dung dịch này trong điều kiện trộn liên tục. Dung dịch trong chứa chế phẩm ionome trong về mặt quang học được tạo ra, có hàm lượng chất khô (khối lượng/khối lượng) là 25,0% và lượng bạc theo lý thuyết là 9,5% (khối lượng/khối lượng) khối lượng chất khô.

Ví dụ 3

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 1,0 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol G20 WF, BASF, khối lượng phân tử 1300) được hòa tan vào 3 gam rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 0,156 gam bạc saccarinat bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Quy trình được tiếp tục bằng cách pha

loãng chế phẩm trung gian đến tổng thể tích là 50ml bằng EtOH. Cuối cùng, sản phẩm được clo hóa bằng cách bổ sung 0,570ml dung dịch HCl 1M trong điều kiện khuấy.

Ví dụ so sánh 4

Chế phẩm kháng khuẩn được điều chế trong nền dung môi. 1,0 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol G20 WF, BASF, khối lượng phân tử 1300) được hòa tan vào 3 gam rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 0,156 gam bạc saccarinat bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Sản phẩm được pha loãng đến tổng thể tích là 50,570ml bằng EtOH.

Ví dụ 5

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 3,0 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol PS, BASF, khối lượng phân tử 750.000, nồng độ trong nước 33%) được trộn với 1 gam rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 0,156 gam bạc saccarinat bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Chế phẩm trung gian được pha loãng đến tổng thể tích là 50ml bằng EtOH. Cuối cùng, chế phẩm được clo hóa bằng cách bổ sung 0,570ml dung dịch HCl 1M trong điều kiện khuấy.

Ví dụ so sánh 6

Chế phẩm kháng khuẩn được điều chế trong nền dung môi. 3,0 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol PS, BASF, khối lượng phân tử 750.000, nồng độ trong nước 33%) được trộn với 1 gam rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 0,156 gam bạc saccarinat bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Sản phẩm được pha loãng đến tổng thể tích là 50,570ml bằng rượu etylic.

Ví dụ ứng dụng 7

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế như được mô tả trong Ví dụ 2 được dùng làm chất phụ gia kháng khuẩn cho sơn acrylic bên trong (Tikkurila Harmony, màu trắng, khối lượng chất khô xác định được là 88% khối lượng/khối lượng). Hai mẻ thử nghiệm được điều chế bằng cách trộn chế phẩm theo

Ví dụ 2 và son với tỷ lệ trộn lần lượt là 1:10 và 1:20. Do đó, lượng bạc theo lý thuyết thu được (% khối lượng chất khô) là 0,3% và 0,14%.

Đối với cả hai mẫu, bề mặt thử nghiệm được tạo ra bằng cách son hai bề mặt của màng PVC bằng chế phẩm mẫu này và để khô ở nhiệt độ chuẩn trong 48 giờ. Hiệu quả kháng khuẩn của bề mặt son đối với *Staphylococcus Aureus* kháng methixilin (MRSA) được xác định theo chuẩn ISO 22196. Kết quả là đạt được mức giảm >4log đối với MRSA đối bề mặt hai son.

Ví dụ ứng dụng 8

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế như được mô tả trong Ví dụ 2 được dùng làm chất phụ gia kháng khuẩn cho chất đánh bóng và xử lý sàn được tạo sáp (Johnson Diversey, Jontec, khối lượng chất khô được xác định là 28,6% khối lượng/khối lượng). Mẻ thử nghiệm được điều chế bằng cách trộn chế phẩm ionome theo Ví dụ 2 và chất đánh bóng và xử lý sàn với tỷ lệ trộn là 1:10 dẫn đến thu được lượng bạc lý thuyết (% khối lượng chất khô) là 0,84%. Bề mặt thử nghiệm được tạo ra. Dung dịch xử lý được điều chế bằng cách pha loãng tiếp mẻ thử nghiệm bằng nước máy với tỷ lệ 1:20 (chế phẩm theo ví dụ 2: Jontec). Dung dịch pha loãng này được dàn trải trên màng PVC và để khô trong 48 giờ để làm khô màng vật liệu khô không màu trên bề mặt. Hiệu quả kháng khuẩn của bề mặt đã được xử lý đối với *Staphylococcus aureus* kháng Methixilin (MRSA) được xác định theo chuẩn ISO 22196. Kết quả là đối với bề mặt được xử lý bằng chất xử lý sàn pha loãng được cho vào chế phẩm kháng khuẩn theo sáng chế, đạt được mức giảm >4log đối với MRSA.

Ví dụ ứng dụng 9

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong ví dụ 3 và 5 và chế phẩm được điều chế trong các ví dụ so sánh 4 và 6 được dùng làm lớp phủ kháng khuẩn/lớp phủ hoàn thiện kháng khuẩn đối với sợi đan. Bốn mảnh vải cọ rửa y tế bằng hỗn hợp polyester-bông (65%-35%) (2,5x15 cm²) được xử lý bằng chế phẩm thu được trong các ví dụ 3 (AE91, 4 (AE92), 5 (AE93) và 6 (AE94). Mẫu vải này được nhúng vào dung dịch pha loãng trong 30 giây. Mẫu đã nhúng được để khô qua đêm ở nhiệt độ trong phòng trên giấy lụa. Hiệu quả kháng khuẩn đối với *Staphylococcus aureus* (ATCC 6538) được thử nghiệm theo chuẩn ISO 20645. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

Mẫu	Thang đo Vinson	Hiệu quả kháng khuẩn
AE91	4+(2mm)	Rất tốt
AE92	2	Khá tốt
AE93	4+(2mm)	Rất tốt
AE94	2	Khá tốt

Theo kết quả được thể hiện trong Bảng 1, hiệu quả kháng khuẩn của chế phẩm ionome được clo hóa, trở nên cao hơn so với chế phẩm thu được nhờ chỉ cho phản ứng PEI và bạc saccarinat.

Ví dụ ứng dụng 10

Nhiều phép xử lý kháng khuẩn được thực hiện đối với sợi polypropylen không dệt ($19,9 \text{ g/m}^2$) (4 mẫu, AE101-AE104) và hỗn hợp polyester-bông (65%-35%) ($212,5 \text{ g/m}^2$), vải cọ rửa y tế (4 mẫu, AE105-AE108). Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 2,0 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol G20 WF, BASF, khối lượng phân tử 1300) được hòa tan vào 6,0 gam rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 0,3 gam bạc saccarinat bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Quy trình được tiếp tục bằng cách bổ sung 1,140 ml axit clohydric 1 M vào dung dịch này. Dung dịch trong chứa chế phẩm ionome quang học rõ ràng được tạo ra, có hàm lượng chất khô (khối lượng/khối lượng) là 24,8% và lượng bạc theo lý thuyết là 4,7% (khối lượng/khối lượng) khối lượng chất khô. Nhiều bể chứa chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế thu được được điều chế trên đây. Các chế phẩm trong bể được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

Bể	Độ pha loãng (AM-chế phẩm:EtOH)	AM-Chế phẩm (g/l)	Ag (mg/l)
1	1:20	11,50	541
2	1:50	4,60	216
3	1:100	2,30	108
4	1:200	1,15	54

Các mẫu sợi được xử lý bằng chế phẩm ionome kháng khuẩn bằng cách nhúng các mẫu sợi này vào dung dịch pha loãng. Các mẫu đã được nhúng được để khô trên giấy lụa hấp thụ phần dịch lỏng dư. Tỷ lệ phần trăm khối lượng thu được của lớp phủ kháng khuẩn và lượng bạc theo lý thuyết của sợi đã được xử lý được liệt kê trong Bảng 3.

Bảng 3

Mẫu/Bể	Vật liệu	AM-Chế phẩm (% khối lượng/khối lượng)	Ag (mg/m ²)
AE101/1	PP không dệt	6,20	54
AE102/2	PP không dệt	3,26	26
AE103/3	không dệt PP	0,83	8
AE104/4	không dệt PP	0,40	4
AE105/1	hỗn hợp bông-PE	1,55	155
AE106/2	hỗn hợp bông-PE	0,84	84
AE107/3	hỗn hợp bông-PE	0,39	39
AE108/4	hỗn hợp bông-PE	0,33	33

Hiệu quả kháng khuẩn của các sợi mẫu đã được xử lý được phủ bằng chế phẩm kháng khuẩn theo sáng chế được thử nghiệm với *Staphylococcus aureus* (ATCC 6538) theo ISO 20743 – tiêu chuẩn. Kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Bảng 4

Mẫu	Thang đo Vinson	Hiệu quả kháng khuẩn
AE101	4	Rất tốt
AE102	2	Khá tốt
AE103	2	Khá tốt
AE104	2	Khá tốt
AE105	4 (+2)	Rất tốt
AE106	4 (+1)	Rất tốt
AE107	4	Rất tốt
AE108	4	Rất tốt

Cần phải lưu ý rằng thử nghiệm vi sinh đã được áp dụng có hạn chế khi thử nghiệm với các sợi có khối lượng rất nhẹ, như CE 101-104. Với việc tính đến các hạn chế này, đã đạt được đặc tính kháng khuẩn rất thành công đối với tất cả các mẫu.

Ví dụ 11

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 2,0 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol WF, BASF, MW 25.000) được hòa tan trong 8 gam rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 0,295 gam bạc clorua bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Quy trình được tiếp tục bằng cách bổ sung 0,378 gam sacarin và trộn cho đến khi tạo ra dung dịch trong.

Ví dụ 12

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 2,0 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol P, BASF, MW 750.000, Nồng độ trong nước 50%) được trộn với 5,460 gam rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 0,345 gam bạc clorua bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Quy trình được tiếp tục bằng cách bổ sung 0,5 gam sacarin.

Ví dụ 13

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 160 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol WF, BASF, MW 25.000) được hòa tan vào 640 gam rượu etylic và được làm nguội. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 23,64 gam bạc clorua bằng cách làm đồng nhất ban đầu sản phẩm này trong máy nghiền đồng nhất có lực cắt cao trong một phút và trộn tiếp huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng trong điều kiện lắc bằng máy khuấy từ cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Quy trình được tiếp tục bằng cách bổ sung 35,21 gam sacarin, tiếp theo là trộn cho đến khi tạo ra chế phẩm sáng, trong suốt.

Ví dụ 14

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 2,1 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol WF, BASF, MW 25.000) được hòa tan trong 1000 ml nước đã được khử ion. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 0,3 gam

bạc clorua, 0,16 gam sacarin và 2 gam amoni clorua ở nhiệt độ trong phòng thu được dung dịch ionome rõ ràng.

Ví dụ 15

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 4 gam polyvinylamin (Catiofast GM, BASF) và 22,32 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol WF, BASF, MW 25 000) được hòa tan trong 80,86 gam isopropanol và được làm nguội. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 3,88 gam bạc clorua bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ trong phòng cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Quy trình được tiếp tục bằng cách bổ sung 2,08 gam sacarin và trộn cho đến khi tạo ra dung dịch trong.

Ví dụ 16

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế được điều chế trong nền dung môi. 26,26 gam polyetylenimin mạch nhánh (Lupasol WF, BASF, MW 25 000) được hòa tan trong 80,86 gam isopropanol. Dung dịch được cho phản ứng cùng với 3,88 gam bạc clorua bằng cách trộn huyền phù này ở nhiệt độ không đổi là 16°C cho đến khi tạo ra dung dịch trong. Quy trình được tiếp tục bằng cách bổ sung 2,08 gam sacarin và trộn cho đến khi tạo ra dung dịch trong.

Ví dụ ứng dụng 17

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế có thể được dùng làm chất phủ/chất xử lý khu trú/chất phủ hoàn thiện đối với nhiều loại sợi và sản phẩm sợi khác nhau, bao gồm sợi tự nhiên (ví dụ, bông), sợi bán tổng hợp (ví dụ, vitco) và sợi tổng hợp (ví dụ PET, PS, nylon, polyamit, polyacrylonitril v.v.) và các sản phẩm sợi được dùng như vậy hoặc ở dạng kết hợp (phản ứng hoặc không phản ứng), với chất phụ gia xử lý sợi/tơ/vải khác nhau, chất cải biến, chất phụ gia bẻ kéo sợi, chất hoàn thiện, chất làm trơn, chất tạo liên kết ngang, thuốc nhuộm, chất phủ, chất chống cháy và các chất tương tự. Rõ ràng là các hỗn hợp vật liệu khác nhau được sử dụng kết hợp với chế phẩm ionome kháng khuẩn tạo ra các đặc tính khác nhau đối với sợi hoàn thiện về khả năng hòa tan trong nước của chế phẩm hoàn thiện cuối lên bề mặt sợi, khả năng giải phóng bạc và do đó có chức năng kháng khuẩn.

Trong ví dụ này, chế phẩm ionome kháng khuẩn theo Ví dụ 16 được dùng làm chế phẩm hoàn thiện sợi kháng khuẩn với sợi visco làm vật liệu ví dụ. Chế phẩm kháng khuẩn được dùng cùng với nhiều chất xử lý sợi và chất xử lý vải của các dạng khác nhau được lấy làm ví dụ, chi tiết hơn, với chất xử lý hoàn thiện cho lớp hoàn thiện chống nước và dầu của sợi và vải tổng hợp và xenluloza (Nuva 2110, Clariant), chất bôi trơn tạo bột thấp cho sợi xenluloza (Imacol C), chất làm trắng quang học cho sợi xenluloza (Leucophor BFB, Clariant), chất trợ xử lý/chất làm sạch vitco (Afilan ZS, Clariant) và lớp hoàn thiện vitco không dệt (Afilan HSGV, Clariant).

Bể dung dịch xử lý/xử lý hoàn thiện sợi FB1-FB5 bằng chế phẩm theo Bảng 5 được tạo ra. Đối với mỗi bể, 3,3 g mẫu sợi visco khô (1,3 dtex) được tạo ẩm sơ bộ bằng nước và nhúng vào bể ($T=60^{\circ}\text{C}$, thể tích 100 ml) trong 3 phút. Lượng dung dịch hoàn thiện thừa được loại bỏ ra khỏi khối lượng sợi của mỗi mẫu nhờ ép cho đến khi thu được hàm lượng ẩm là 50% (khối lượng ướt của mẫu khoảng 6,6 gam). Tất cả các mẫu được làm khô ở 80°C trong 40 phút và ghi thẻ.

Bảng 5

Mẫu/bể	Thành phần	Nồng độ trong nước
AE171/FB1	AM Comp. Nuva 2110	0,5% (thể tích/thể tích) 0,5% (khối lượng/khối lượng)
AE172/FB2	AM Comp. Imacol C	0,5% (thể tích/thể tích) 0,5% (khối lượng/khối lượng)
AE173/FB3	AM Comp. Leucophor BFB	0,5% (thể tích/thể tích) 0,5% (khối lượng/khối lượng)
AE174/FB4	AM Comp. Afilan ZS	0,5% (thể tích/thể tích) 0,5% (khối lượng/khối lượng)
AE175/FB5	AM Comp. Afilan HSGV	0,5% (thể tích/thể tích) 0,5% (khối lượng/khối lượng)

Các mẫu sợi đã ghi thẻ và xử lý hoàn thiện được đưa vào phân tích định lượng về hiệu quả kháng khuẩn theo chuẩn quốc tế ISO 20743:2007 (Textiles - Xác định hoạt tính kháng khuẩn của thành phẩm kháng khuẩn). Kết quả được thể hiện trong Bảng 6.

Bảng 6

Mẫu/bể	Trị số hoạt tính kháng khuẩn (ISO 20743:2007)
AE171 /FB1	>4,5
AE172 /FB2	3,2
AE173 /FB3	>4,5
AE174 /FB4	3,1
AE175 /FB5	>4,3

Các chế phẩm của bể xử lý hoàn thiện vải và sợi bao gồm chế phẩm kháng khuẩn và nhiệt được đưa vào kết hợp với quy trình làm khô có thể tác động một cách tự nhiên đến các đặc tính của cấu trúc hóa học riêng của hỗn hợp hoàn thiện (chế phẩm ionome AM và thành phần khác của bể riêng) nhờ, ví dụ, tạo ra liên kết cộng hóa trị giữa các nhóm chức của chất làm bóng và các nhóm chức này được đưa vào sợi hoặc vải. Điều này có thể lại làm thay đổi điện tích và khả năng hòa tan trong nước của chế phẩm làm bóng bề mặt sợi cuối và do đó làm tăng độ bền giặt của sợi hoàn thiện và các sản phẩm dệt được tạo ra từ đó.

Ví dụ ứng dụng 18

Chế phẩm ionome kháng khuẩn Theo Ví dụ 16 được dùng làm dung dịch pha loãng nước dưới dạng chất làm bóng sợi kháng khuẩn cùng với sợi và vải và xenluloza và tổng hợp không thấm nước và dầu (Nuva 2110, Clariant). Khả năng chống chịu nhiệt và UV của chế phẩm ionome AM được tăng tiếp bằng amoni clorua và natri saccharin dihydrat chứa trong chế phẩm làm chất làm ổn định. Bể làm bóng dung tích 100 ml theo Bảng 7 được chuẩn bị.

Bảng 7

Mẫu/bể	Thành phần	Nồng độ trong nước
AE181 /FB6	Chế phẩm AM	0,5% (thể tích/thể tích)
	Nuva 2110	0,5% (khối lượng/khối lượng)
	NH ₄ Cl	0,3% (khối lượng/thể tích)
	Natri saccharin dihydrat	0,2% (khối lượng/thể tích)

Mẫu sợi visco (1,3 dtex) AE181 3,3 gam được xử lý bằng bể FB6 theo các bước và điều kiện tương tự như được mô tả trong Ví dụ 17, tuy nhiên được làm khô ở nhiệt độ là 120°C trong 10 phút. Hoạt tính kháng khuẩn của mẫu sợi đã làm bóng kháng

khuẩn AE181 được đo theo chuẩn quốc tế ISO 20743:2007. Kết quả là, đạt được trị số hoạt tính kháng khuẩn rất tốt là 3,9 đối với mẫu này.

Ví dụ ứng dụng 19

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo Ví dụ 16 được dùng làm chất làm bóng sợi kháng khuẩn cùng với hai chất tạo liên kết ngang phân tán được trong nước. Các chất tạo liên kết ngang khác nhau được sử dụng cùng với polyme có nhóm chức amin dẫn đến việc cấu trúc làm bóng sợi được liên kết cộng hóa trị làm giảm khả năng hòa tan trong nước của nền khô hoàn thiện. Trong ví dụ này, nhựa epoxy trên cơ sở epiclohydrin và dipropylen glycol (D.E.R 736P, Dow) và polyisoxyanat phân tán được trong nước (Easqua X D 803, Perstorp) được dùng làm chất tạo liên kết ngang. Dung dịch của bể xử lý sợi FS3 theo Bảng 8 được điều chế.

Bảng 8

Mẫu/ Dung dịch	Thành phần	Nồng độ trong nước
AE191 /FB7	AM comp.	0,5% (thể tích/thể tích)
	Perstorp Easqua X D 803	0,18% (thể tích/thể tích)
	Dow D.E.R 803	0,23% (thể tích/thể tích)

Mẫu sợi visco (1,3 dtex) AE191 3,3 gam được xử lý bằng bể FB7 theo các bước và điều kiện tương tự như được mô tả trong Ví dụ 17.

Hoạt tính kháng khuẩn sợi đã làm bóng kháng khuẩn được đo theo chuẩn quốc tế ISO 20743:2007. Kết quả là, đạt được trị số hoạt tính kháng khuẩn rất tốt là 3,9 đối với mẫu này.

Ví dụ ứng dụng 20

Chế phẩm ionome kháng khuẩn Theo Ví dụ 16 được dùng làm chất làm bóng sợi kháng khuẩn kết hợp với chất tạo liên kết ngang dạng polyisoxyanat có thể tự nhũ hóa trong bố trí nhiều bể nối tiếp. Ba bể xử lý sợi dung tích 100ml nước FB8.1-FB8.3 với chế phẩm theo Bảng 8 được chuẩn bị. Trong bể FS4,1 khả năng chống chịu nhiệt và UV của chế phẩm ionome kháng khuẩn được tăng nhờ đưa amoni clorua vào chế phẩm. Bể FB4.2 chứa dung dịch nước của chất tạo liên kết ngang dạng di-isoxyanat.

Bảng 9

Mẫu/bể	Thành phần	Nồng độ trong nước
AE201/FB8,1	AM comp. NH ₄ Cl	0,5% (thể tích/thể tích) 0,2% (khối lượng/thể tích)
AE201/FB8,2	Perstorp Easaqua X D 803	0,2% (thể tích/thể tích)
AE201/FB8,3	Chỉ có H ₂ O	

3,3g mẫu sợi visco khô (1,3 dtex) được tạo ẩm sơ bộ bằng nước và nhúng lần lượt vào các bể FB8.1-FB8.3 (đối với tất cả các bể: T=60°C, thể tích =100 ml) trong 3 phút cho mỗi bể. Lượng dung dịch hoàn thiện thừa được loại bỏ ra khỏi lượng sợi sau mỗi bể bằng cách ép cho đến khi thu được hàm lượng ẩm là 50% (khối lượng ướt của mẫu là khoảng 6,6 gam). Cuối cùng, mẫu được làm khô ở 100°C trong 30 phút và ghi thẻ. Hoạt tính kháng khuẩn của sợi đã chải hoàn thiện kháng khuẩn được đo theo chuẩn quốc tế ISO 20743:2007. Kết quả là, đạt được trị số hoạt tính kháng khuẩn rất tốt >4,3 với mẫu này.

Ví dụ ứng dụng 21

Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo sáng chế có thể được dùng làm chất kháng khuẩn và chất khử mùi và chất phụ gia trong nhiều chế phẩm và sản phẩm vệ sinh và khử trùng bề mặt bao gồm, ví dụ, khử trùng bề mặt, khử trùng tay, khử mùi giày dép và quần áo và sản phẩm và chế phẩm lông lau sàn ướt và các sản phẩm tương tự.

Một trong những ưu điểm độc đáo thu được của chế phẩm ionome kháng khuẩn trong các ứng dụng xử lý bề mặt là tạo ra lớp ionome mỏng trên bề mặt được xử lý, làm cho bề mặt này trở thành bề mặt diệt sinh vật sau khi dung môi lỏng bay hơi.

Ví dụ, rượu isopropyllic được dùng làm sản phẩm khử trùng bề mặt đơn giản và chế phẩm ionome kháng khuẩn được dùng làm chất phụ gia xử lý bề mặt kháng khuẩn tạo ra chế phẩm ionome kháng khuẩn loãng theo sáng chế. Dung dịch gốc của chế phẩm ionome kháng khuẩn được điều chế tương tự như Ví dụ 16, tuy nhiên sử dụng polyetylenimin SP-012 (Nippon Shokubai) đạt tiêu chuẩn dùng trong mỹ phẩm. Chế phẩm gốc được pha loãng tiếp thành, ví dụ, sản phẩm cô đặc với 200 phần rượu isopropyllic. Hoạt tính diệt khuẩn của sản phẩm khử trùng bề mặt ví dụ được thử nghiệm theo chuẩn EN 13697:2001 (thử nghiệm định lượng bề mặt không xốp để đánh

giá hoạt tính diệt khuẩn và/hoặc diệt nấm của chất tẩy rửa hóa học) cho thấy mức giảm $>\log 5,8$ (0 cfu sau khi xử lý = mức vô trùng trên thực tế) đối với *Staphylococcus aureus*. Chức năng kháng khuẩn của lớp ionome kháng khuẩn mỏng còn lại trên bề mặt được xử lý được minh họa như sau: màng của chế phẩm được dán trải trên bề mặt của các tấm PVC vô trùng kích thước 5x5 cm nhờ phủ bằng cách ngâm. Ba mẫu giống nhau được chuẩn bị tương tự được làm khô trong 24 giờ ở nhiệt độ trong phòng. Hiệu quả kháng khuẩn của bề mặt được xử lý được thử nghiệm theo chuẩn quốc tế ISO 22196. Kết quả đã chỉ ra mức giảm log 4 đối với *Staphylococcus aureus*.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm ionome kháng khuẩn chứa hợp chất polyme cation có nhóm chức amin và bạc halogenua và trong đó polyme có nhóm chức amin này bao gồm poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000.
2. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn chứa chất làm ổn định.
3. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm 1, trong đó bạc halogenua là ở dạng phân tử hoặc bạc halogenua là bạc clorua.
4. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chế phẩm này chứa ít nhất một chất làm ổn định được chọn từ nhóm bao gồm chất vô cơ hoặc chất hữu cơ, tốt hơn là hợp chất bao gồm cation amoni, hoặc sacarin, hoặc chất hữu cơ mang nhóm chức sulfonamid, cụ thể là ít nhất một chất làm ổn định được chọn từ nhóm bao gồm sacarin, axit xyclamic, sulfadiazin, axesulfam và muối của kim loại kiềm hoặc muối amoni của chúng hoặc dẫn xuất phức của chúng, amoni clorua và clorua kim loại kiềm, và tùy ý bao gồm nền dung môi, tốt hơn là được tạo ra bằng rượu như rượu metylic, rượu etylic, rượu propylic hoặc rượu butylic hoặc nước và hỗn hợp của chúng.
5. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 750 đến 2.000.000.
6. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó chế phẩm này được điều chế bằng cách cho phản ứng cùng nhau:
 - (i) từ 70 đến 99,99 phần khối lượng của poly(etylenimin) và từ 0,01 đến 30 phần khối lượng của ít nhất một bạc halogenua hoặc;
 - (ii) từ 50 đến 99,99 phần khối lượng của poly(etylenimin), từ 0,01 đến 50 phần khối lượng của ít nhất một muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua, và hydro halogenua, hoặc muối của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ hoặc muối halogenua amoni.

7. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm 6, trong đó:

(i) poly(etylenimin) và bạc halogenua; hoặc

(ii) poly(etylenimin) và ít nhất một muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua và hydro halogenua, hoặc muối của kim loại kiềm hoặc muối halogenua amoni,

được tiếp tục cho phản ứng cùng với ít nhất một chất làm ổn định.

8. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm 6, trong đó anion trái dấu hoặc phối tử của ít nhất một muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua bao gồm chất làm ổn định hữu cơ.

9. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bạc halogenua bao gồm bạc clorua, hydro halogenua bao gồm hydrogenua clorua và muối halogen của kim loại kiềm bao gồm natri clorua hoặc kali clorua.

10. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó phản ứng này được thực hiện trong nền dung môi, cụ thể là nền dung môi bao gồm rượu như rượu metylic, rượu etylic, rượu propylic, rượu butylic hoặc nước và hỗn hợp của chúng.

11. Chế phẩm ionome kháng khuẩn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó lượng bạc của chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,01% đến 50%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1% đến 30%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,5% đến 25% tổng khối lượng của chế phẩm.

12. Chế phẩm kháng khuẩn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa hợp chất bạc và hợp chất amin nằm trong khoảng từ 1:100 đến 100:1, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1–10 đến 50–100.

13. Phương pháp điều chế chế phẩm polyme kháng khuẩn như được mô tả trong điểm 1, trong đó phương pháp này bao gồm bước cho phản ứng cùng nhau:

(i) poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (Mw) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000 và bạc halogenua; hoặc

(ii) poly(etylenimin) có khối lượng phân tử (M_w) nằm trong khoảng từ 200 đến 3.000.000 và ít nhất một muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua và hydro halogenua và/hoặc muối halogen của kim loại kiềm; và,

(iii) tùy ý, ít nhất một chất làm ổn định.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó phương pháp này bao gồm bước cho phản ứng cùng nhau:

(i) từ 70 đến 99,99 phần khối lượng của poly(etylenimin) và từ 0,01 đến 30 phần khối lượng của ít nhất một bạc halogenua hoặc;

(ii) từ 70 đến 99,99 phần khối lượng của poly(etylenimin), từ 0,01 đến 30 phần khối lượng của ít nhất một muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua, và hydro halogenua, hoặc muối của kim loại kiềm hoặc muối halogenua amoni.

15. Phương pháp theo điểm 13 hoặc 14, trong đó phương pháp này bao gồm bước cho phản ứng cùng nhau trong nền dung môi:

(i) poly(etylenimin);

(ii) bạc halogenua; và

(iii) tùy ý, ít nhất một chất làm ổn định.

16. Phương pháp theo điểm 13 hoặc 14, trong đó phương pháp này bao gồm bước cho phản ứng cùng nhau trong nền dung môi:

(i) muối bạc hoặc phức chất bạc không phải là halogenua;

(ii) hydro halogenua hoặc muối halogen của kim loại kiềm hoặc hỗn hợp của chúng; và

(iii) tùy ý, ít nhất một chất làm ổn định.

17. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 13 đến 16, trong đó phương pháp này được thực hiện trong nền dung môi, tốt hơn là bao gồm rượu như rượu metylic, rượu etylic hoặc nước và hỗn hợp của chúng.