

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(21) 201791221 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки  
2017.12.29

(51) Int. Cl. A61K 8/64 (2006.01)  
A61K 8/67 (2006.01)  
A61K 8/73 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки  
2015.12.02

(54) ШЕЛКОВАЯ ФУНКЦИОНАЛЬНАЯ ОДЕЖДА И ИЗДЕЛИЯ И СПОСОБЫ ИХ ИЗГОТОВЛЕНИЯ

(31) 62/086,297; 62/192,477; 62/245,221

(32) 2014.12.02; 2015.07.14; 2015.10.22

(33) US

(86) PCT/US2015/063545

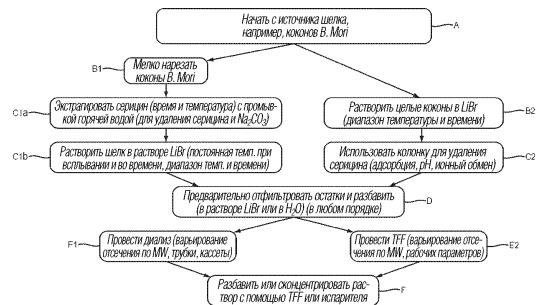
(87) WO 2016/090055 2016.06.09

(71) Заявитель:  
СИЛК ТЕРАПЬЮТИКС, ИНК. (US)

(72) Изобретатель:  
Алтман Грегори Х., Мортарино Энрико (US)

(74) Представитель:  
Медведев В.Н. (RU)

(57) В изобретении раскрыты шелковая функциональная одежда и способы ее изготовления. В некоторых вариантах осуществления шелковая функциональная одежда включает разновидности текстиля, ткани, потребительские продукты и другие материалы, на которые нанесено покрытие из водных растворов белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В некоторых вариантах осуществления имеющие покрытие изделия одежды обнаруживают неожиданно улучшенные свойства контролирования влаги и повышенную стойкость к микробному росту.



201791221 A1

201791221 A1

## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

2420-543666EA/032

### ШЕЛКОВАЯ ФУНКЦИОНАЛЬНАЯ ОДЕЖДА И ИЗДЕЛИЯ И СПОСОБЫ ИХ ИЗГОТОВЛЕНИЯ

#### ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ, К КОТОРОЙ ОТНОСИТСЯ ИЗОБРЕТЕНИЕ

В некоторых вариантах осуществления настоящее изобретение относится к шелковой функциональной одежде и изделиям, таким как ткани, покрытые белками или белковыми фрагментами на основе чистого фиброина шелка.

#### УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Шелк представляет собой природный полимер, продуцируемый разнообразными насекомыми и пауками, и содержит образующий сердцевину волокна белок, фиброин шелка, и клееобразное покрытие, состоящее из неволокнистого белка, серицина. Волокна шелка являются легкими, пропускают воздух и гипоаллергенны. Шелк обеспечивает чувство комфорта при ношении в контакте с кожей и весьма хорошую изоляцию; сохраняет тепло носящего при низких температурах и дает ощущение большей прохлады, чем многие другие ткани в условиях теплых температур.

#### СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Здесь раскрыты шелковая функциональная одежда и способы ее изготовления. Согласно проиллюстрированным здесь аспектам настоящее изобретение относится к изделию, включая следующие изделия, но без ограничения ими: одежду, подкладку, обувь, перчатки, багаж, мех, ювелирные изделия и сумки, выполненному с возможностью ношения или перенесения на теле, по меньшей мере часть поверхности которого обработана водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка настоящего изобретения, результатом чего является шелковое покрытие на изделии. В одном варианте осуществления изделие изготавливают из текстильного материала. В одном варианте осуществления изделие изготавливают из нетекстильного материала. В одном варианте осуществления желательные добавки могут быть добавлены к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка настоящего изобретения, результатом чего является шелковое покрытие, имеющее желательные добавки.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка настоящего изобретения доступен в распылительном баллоне для распыления на изделие, включая следующие изделия, но без ограничения ими:



одежду, подкладку, обувь, перчатки, багаж, мех, ювелирные изделия и сумки, или для непосредственного распыления на тело потребителя, чтобы придать изделию желаемые свойства. В одном варианте осуществления изделие изготавливают из текстильного материала. В одном варианте осуществления изделие изготавливают из нетекстильного материала. В одном варианте осуществления желательные добавки могут быть добавлены к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка настоящего изобретения, результатом чего является шелковое покрытие, имеющее желательные добавки.

В одном варианте осуществления текстиль, содержащий шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, продают потребителю. В одном варианте осуществления текстиль настоящего изобретения используют при создании одежды для активного занятия спортом. В одном варианте осуществления текстиль согласно настоящему изобретению используют при создании одежды для фитнеса. В одном варианте осуществления текстиль согласно настоящему изобретению используют при создании функциональной одежды. В одном варианте осуществления текстиль согласно настоящему изобретению используют при создании одежды для гольфа. В одном варианте осуществления текстиль согласно настоящему изобретению используют при создании женского нижнего белья. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению размещено на подкладке одежды/одежды для активного спорта. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению размещено на оболочке, подкладке или промежуточной подкладке одежды/одежды для активного спорта. В одном варианте осуществления одежда/одежда для активного спорта частично изготовлена из покрытого шелком текстиля согласно настоящему изобретению и частично изготовлена из не имеющего покрытия текстиля. В одном варианте осуществления одежда/одежда для активного спорта, частично изготовленная из покрытого шелком текстиля и частично изготовленная из не имеющего покрытия текстиля, сочетает в себе не имеющий покрытия инертный синтетический материал с покрытым шелком инертным синтетическим материалом. Примеры инертного синтетического материала включают следующие, но без ограничения ими: сложный полиэфир, полиамид, полиарамид, политетрафторэтилен, полиэтилен, полипропилен, полиуретан, силикон, смеси полиуретана и полиэтиленгликоля, сверхвысокомолекулярный полиэтилен,

высокотехнологичный полиэтилен, нейлон, LYCRA (сополимер сложного полиэфира-полиуретана, также известный как SPANDEX и эластомер) и их смеси. В одном варианте осуществления одежда/одежда для активного спорта, частично изготовленная из покрытого шелком текстиля и частично изготовленная из не имеющего покрытия текстиля, сочетает в себе эластомерный материал, по меньшей мере частично покрытый шелковым покрытием согласно настоящему изобретению. В одном варианте осуществления процентную долю шелка к эластомерному материалу можно варьировать для достижения желаемых свойств сопротивления усадке или сминанию и желаемого влагосодержания относительно поверхности кожи. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению размещено на внутреннем слое обуви (на текстильной или нетекстильной основе). В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, размещенное на внутреннем слое обуви, способствует поддержанию оптимального микроклимата ступни, такого как температура и влажность, уменьшая любое избыточное потоотделение.

В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению является видимым. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению является прозрачным. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, размещенное на одежде/одежде для активного спорта, способствует контролю температуры кожи индивидуума, носящего одежду. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, размещенное на одежде/одежде для активного спорта, способствует контролю отведения жидкости с кожи индивидуума, носящего одежду. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, размещенное на одежде/одежде для активного спорта, является мягким на ощупь при контакте с кожей, что уменьшает трение ткани о кожу. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, размещенное на текстиле, имеет свойства, которые придают текстилю по меньшей мере одно из качеств: стойкость к сминанию, стойкость к усадке или пригодность к машинной стирке. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению является на 100% пригодным для машинной стирки и пригодным для сухой чистки. В одном варианте

осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению является на 100% водонепромокаемым. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению является стойким к сминанию. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению является стойким к усадке. В одном варианте осуществления покрытая шелком ткань улучшает здоровье кожи. В одном варианте осуществления здоровая кожа может быть определена визуальным осмотром даже тона кожи. В одном варианте осуществления здоровая кожа может быть определена визуальным осмотром гладкостных и цветовых характеристик кожи. В одном варианте осуществления покрытая шелком ткань уменьшает раздражение кожи. В одном варианте осуществления уменьшение раздражения кожи может иметь результатом уменьшение образование наростов или язв на коже. В одном варианте осуществления уменьшение раздражения кожи может иметь результатом уменьшение шелушения или покраснения кожи. В одном варианте осуществления уменьшение раздражения кожи может иметь результатом уменьшение зуда или жжения. В одном варианте осуществления покрытая шелком ткань уменьшает воспаление кожи. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению имеет качества водонепромокаемости, воздухопроницаемости и эластичности, и обладает рядом других качеств, которые являются высокожелательными в случае одежды для активного спорта. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению, изготовленный из шелковой ткани настоящего изобретения, дополнительно включает волокна спандекс торговой марки LYCRA (сополимер сложного полиэфира-полиуретана).

В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой воздухопроницаемую ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой водоотталкивающую ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой стойкую к усадке ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере

частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой пригодную для машинной стирки ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой стойкую к сминанию ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, обеспечивает кожу влагой и витаминами.

В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта более 140. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта более 120. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта более 100. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта более 80.

В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет общую способность контролирования влаги более 0,4. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет общую способность контролирования влаги более 0,35. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет общую способность контролирования влаги более 0,3. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно



время абсорбции с нижней поверхности по меньшей мере 60 секунд. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет время абсорбции с нижней поверхности по меньшей мере 50 секунд. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет время абсорбции с нижней поверхности по меньшей мере 40 секунд.

В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет скорость распределения по меньшей мере 1,6 мм/секунда. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет скорость распределения по меньшей мере 1,4 мм/секунда. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет скорость распределения по меньшей мере 1,2 мм/секунда. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет скорость распределения по меньшей мере 1,0 мм/секунда. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, имеет скорость распределения по меньшей мере 0,8 мм/секунда.

В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, показывает менее 2000% микробного роста за 24 часа. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, показывает менее 1000% микробного роста за 24 часа. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, показывает менее 500%







настоящему изобретению, показывает менее 200% роста *Staphylococcus aureus* за 24 часа.

В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, показывает менее 2000% роста *Klebsiella pneumoniae* за 24 часа. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, показывает менее 1000% роста *Klebsiella pneumoniae* за 24 часа. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, показывает менее 500% роста *Klebsiella pneumoniae* за 24 часа. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, показывает менее 400% роста *Klebsiella pneumoniae* за 24 часа. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, показывает менее 300% роста *Klebsiella pneumoniae* за 24 часа. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, показывает менее 200% роста *Klebsiella pneumoniae* за 24 часа.

В одном варианте осуществления водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению используют для нанесения покрытия на текстиль. В одном варианте осуществления концентрация шелка в растворе находится в диапазоне от приблизительно 0,1% до приблизительно 20,0%. В одном варианте осуществления концентрация шелка в растворе находится в диапазоне от приблизительно 0,1% до приблизительно 15,0%. В одном варианте осуществления концентрация шелка в растворе находится в диапазоне от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. В одном варианте осуществления концентрация шелка в растворе находится в диапазоне от приблизительно 1,0% до приблизительно 5,0%. В одном варианте осуществления водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению наносят непосредственно на ткань. Альтернативно, для нанесения

покрытия на ткань можно использовать микросферы шелка и любые добавки. В одном варианте осуществления добавки можно прибавлять к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению перед нанесением покрытия (например, спирты) для дополнительного улучшения свойств материала. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению может иметь рисунок для оптимизации свойств шелка на ткани. В одном варианте осуществления покрытие наносят на ткань под натяжением и/или без натяжения для варьирования проникновения в ткань.

В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению можно наносить на уровне пряжи с последующим созданием ткани после нанесения покрытия на пряжу. В одном варианте осуществления из водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению могут быть спрядены волокна для изготовления шелковой ткани и/или смеси шелковой ткани с другими материалами, известными в швейной промышленности.

В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает погружение ткани в любой из водных растворов белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению. В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает распыление. В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает химическое осаждение из пара. В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает электрохимическое нанесение покрытия. В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает нанесение покрытия ножевым устройством для распределения на ткани любого из водных растворов белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению. Затем покрытая ткань может быть высушена на воздухе, высушена при нагреве/в потоке воздуха или сшита с поверхностью ткани. В одном варианте осуществления способ сушки включает отверждение с помощью добавок и/или в окружающих условиях.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыты способы получения водных растворов белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления получают по меньшей мере один раствор смеси белковых фрагментов на основе

чистого фиброина шелка (SPF), имеющий особый диапазон усредненной средневзвешенной молекулярной массы (MW) и полидисперсности. В одном варианте осуществления получают по меньшей мере один раствор смеси SPF, имеющий диапазон MW примерно от 6 кДа до 16 кДа и диапазон полидисперсности от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления получают по меньшей мере один раствор смеси SPF, имеющий MW примерно от 17 кДа до 38 кДа и диапазон полидисперсности от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления получают по меньшей мере один раствор смеси SPF, имеющий диапазон MW примерно от 39 кДа до 80 кДа и диапазон полидисперсности от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыта композиция, которая включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, которые по существу лишены серицина, где композиция имеет усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 6 кДа до приблизительно 16 кДа, где композиция имеет полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0, где композиция является по существу гомогенной, где композиция включает от 0 ч.н.м. (частей на миллион) до приблизительно 500 ч.н.м. неорганических остатков и где композиция включает от 0 ч.н.м. до приблизительно 500 ч.н.м. органических остатков. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка имеют от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 300 ч.н.м. остатков бромида лития и от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 100 ч.н.м. остатков карбоната натрия. В одном варианте осуществления остатки бромида лития можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на бромид лития, и остатки карбоната натрия можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на карбонат натрия. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает менее 10% воды. В одном варианте осуществления композиция находится в форме раствора. В одном варианте осуществления композиция включает от приблизительно 0,1 масс. % до приблизительно 30,0 масс. % белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка стабильны в растворе на протяжении по меньшей мере 30 дней. В одном варианте осуществления термин "стабильный"

относится к отсутствию самопроизвольной или постепенной желатинизации, причем не наблюдается визуальное изменение цвета или помутнение раствора. В одном варианте осуществления термин "стабильный" относится к отсутствию агрегации фрагментов и, следовательно, к отсутствию увеличения молекулярной массы со временем. В одном варианте осуществления композиция находится в форме водного раствора. В одном варианте осуществления композиция находится в форме органического раствора. Композиция может быть предоставлена в герметично закрытом контейнере. В некоторых вариантах осуществления композиция дополнительно включает одну или более молекул, выбранных из группы, состоящей из терапевтических агентов, факторов роста, антиоксидантов, белков, витаминов, углеводов, полимеров, нуклеиновых кислот, солей, кислот, оснований, биомолекул, гликозаминогликанов, полисахаридов, молекул внеклеточного матрикса, металлов, иона металла, оксида металла, синтетических молекул, полиангидридов, клеток, жирных кислот, ароматизаторов, минеральных веществ, растений, экстрактов растений, консервантов и эфирных масел. В одном варианте осуществления добавленная молекула или добавленные молекулы стабильны (то есть, сохраняют активность во времени) в составе композиции и могут высвобождаться с желаемой скоростью. В одном варианте осуществления одна или более молекул представляет собой витамин С или его производное. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает альфа-гидроксикислоту, выбранную из группы, состоящей из гликолевой кислоты, молочной кислоты, винной кислоты и лимонной кислоты. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает гиалуроновую кислоту или ее солевую форму в концентрации от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает по меньшей мере один из оксида цинка или диоксида титана. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, содержащиеся в композиции, являются гипоаллергенными. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка являются биосовместимыми, несенсибилизирующими и неиммуногенными.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыта композиция, которая включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, которые по существу лишены серицина, где композиция имеет усредненную средневзвешенную молекулярную массу

в диапазоне от приблизительно 17 кДа до приблизительно 38 кДа, где композиция имеет полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0, где композиция является по существу гомогенной, где композиция включает от 0 ч.н.м. до приблизительно 500 ч.н.м. неорганических остатков и где композиция включает от 0 ч.н.м. до приблизительно 500 ч.н.м. органических остатков. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка имеют от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 300 ч.н.м. остатков бромида лития и от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 100 ч.н.м. остатков карбоната натрия. В одном варианте осуществления остатки бромида лития можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на бромид лития, и остатки карбоната натрия можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на карбонат натрия. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает менее 10% воды. В одном варианте осуществления композиция находится в форме раствора. В одном варианте осуществления композиция включает от приблизительно 0,1 масс. % до приблизительно 30,0 масс. % белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка стабильны в растворе на протяжении по меньшей мере 30 дней. В одном варианте осуществления термин "стабильный" относится к отсутствию самопроизвольной или постепенной желатинизации, причем не наблюдается визуальное изменение цвета или помутнение раствора. В одном варианте осуществления термин "стабильный" относится к отсутствию агрегации фрагментов и, следовательно, к отсутствию увеличения молекулярной массы со временем. В одном варианте осуществления композиция находится в форме водного раствора. В одном варианте осуществления композиция находится в форме органического раствора. Композиция может быть предоставлена в герметично закрытом контейнере. В некоторых вариантах осуществления композиция дополнительно включает одну или более молекул, выбранных из группы, состоящей из терапевтических агентов, факторов роста, антиоксидантов, белков, витаминов, углеводов, полимеров, нуклеиновых кислот, солей, кислот, оснований, биомолекул, гликозаминогликанов, полисахаридов, молекул внеклеточного матрикса, металлов, иона металла, оксида металла, синтетических молекул, полиангидридов, клеток, жирных кислот, ароматизаторов, минеральных веществ,

растений, экстрактов растений, консервантов и эфирных масел. В одном варианте осуществления добавленная молекула или добавленные молекулы стабильны (то есть, сохраняют активность во времени) в составе композиции и могут высвобождаться с желаемой скоростью. В одном варианте осуществления одна или более молекул представляет собой витамин С или его производное. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает альфа-гидроксикислоту, выбранную из группы, состоящей из гликолевой кислоты, молочной кислоты, винной кислоты и лимонной кислоты. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает гиалуроновую кислоту или ее солевую форму в концентрации от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает по меньшей мере один из оксида цинка или диоксида титана. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, содержащиеся в композиции, являются гипоаллергенными. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка являются биосовместимыми, несенсибилизирующими и неиммуногенными.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыта композиция, которая включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, которые по существу лишены серицина, где композиция имеет усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 39 кДа до приблизительно 80 кДа, где композиция имеет полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0, где композиция является по существу гомогенной, где композиция включает от 0 ч.н.м. до приблизительно 500 ч.н.м. неорганических остатков и где композиция включает от 0 ч.н.м. до приблизительно 500 ч.н.м. органических остатков. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка имеют от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 300 ч.н.м. остатков бромида лития и от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 100 ч.н.м. остатков карбоната натрия. В одном варианте осуществления остатки бромида лития можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на бромид лития, и остатки карбоната натрия можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на карбонат натрия. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает менее 10% воды. В одном варианте осуществления

композиция находится в форме раствора. В одном варианте осуществления композиция включает от приблизительно 0,1 масс. % до приблизительно 30,0 масс. % белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка стабильны в растворе на протяжении по меньшей мере 30 дней. В одном варианте осуществления термин "стабильный" относится к отсутствию самопроизвольной или постепенной желатинизации, причем не наблюдается визуальное изменение цвета или помутнение раствора. В одном варианте осуществления термин "стабильный" относится к отсутствию агрегации фрагментов и, следовательно, к отсутствию увеличения молекулярной массы со временем. В одном варианте осуществления композиция находится в форме водного раствора. В одном варианте осуществления композиция находится в форме органического раствора. Композиция может быть предоставлена в герметично закрытом контейнере. В некоторых вариантах осуществления композиция дополнительно включает одну или более молекул, выбранных из группы, состоящей из терапевтических агентов, факторов роста, антиоксидантов, белков, витаминов, углеводов, полимеров, нуклеиновых кислот, солей, кислот, оснований, биомолекул, гликозаминогликанов, полисахаридов, молекул внеклеточного матрикса, металлов, иона металла, оксида металла, синтетических молекул, полиангидридов, клеток, жирных кислот, ароматизаторов, минеральных веществ, растений, экстрактов растений, консервантов и эфирных масел. В одном варианте осуществления добавленная молекула или добавленные молекулы стабильны (то есть, сохраняют активность во времени) в составе композиции и могут высвобождаться с желаемой скоростью. В одном варианте осуществления одна или более молекул представляет собой витамин С или его производное. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает альфа-гидроксикислоту, выбранную из группы, состоящей из гликолевой кислоты, молочной кислоты, винной кислоты и лимонной кислоты. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает гиалуроновую кислоту или ее солевую форму в концентрации от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. В одном варианте осуществления композиция дополнительно включает по меньшей мере один из оксида цинка или диоксида титана. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, содержащиеся в композиции, являются гипоаллергенными. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе

чистого фиброина шелка являются биосовместимыми, несенсибилизирующими и неиммуногенными.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыт гель, который включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, по существу лишенные серицина и имеющие: усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 17 кДа до приблизительно 38 кДа; и полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0; и содержащие воду в количестве от приблизительно 20 масс. % до приблизительно 99,9 масс. %, где гель включает от 0 ч.н.м. до 500 ч.н.м. неорганических остатков, и где гель включает от 0 ч.н.м. до 500 ч.н.м. органических остатков. В одном варианте осуществления гель включает от приблизительно 1,0% до приблизительно 50,0% кристаллических белковых доменов. В одном варианте осуществления гель включает от приблизительно 0,1 масс. % до примерно 6,0 масс. % белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления гель имеет рН от приблизительно 1,0 до приблизительно 7,0. В одном варианте осуществления гель дополнительно включает от приблизительно 0,5 масс. % до приблизительно 20,0 масс. % витамина С или его производного. В одном варианте осуществления витамин С или его производное остается стабильным, содержась в геле, в течение периода от приблизительно 5 суток до приблизительно 5 лет. В одном варианте осуществления витамин С или его производное стабильно, содержась в геле, так что это приводит к высвобождению витамина С в биологически активной форме. В одном варианте осуществления гель дополнительно включает добавку, выбранную из группы, состоящей из витамина Е, розмаринового масла, розового масла, сока лимона, лемонграссового масла и кофеина. В одном варианте осуществления гель упакован в герметичный контейнер. В одном варианте осуществления белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка являются гипоаллергенными. В одном варианте осуществления гель имеет менее 10 колониеобразующих единиц на миллилитр.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыт способ получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, имеющих усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 6 кДа до приблизительно 16 кДа, причем способ включает стадии: дегуммирования источника шелка прибавлением источника шелка к



кипящему (100°C) водному раствору карбоната натрия в течение времени обработки от приблизительно 30 минут до приблизительно 60 минут; удаления серицина из раствора с получением экстракта фиброина шелка, содержащего недетектируемые уровни серицина; отделения раствора от экстракта фиброина шелка; растворения экстракта фиброина шелка в растворе бромида лития, имеющем начальную температуру при внесении экстракта фиброина шелка в раствор бромида лития, которая находится в диапазоне от приблизительно 60°C до приблизительно 140°C; выдерживания раствора фиброина шелка и бромида лития в печи, имеющей температуру примерно 140°C, в течение периода по меньшей мере 1 часа; удаления бромида лития из экстракта фиброина шелка; и получения водного раствора белковых фрагментов шелка, причем водный раствор содержит: фрагменты, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 6 кДа до приблизительно 16 кДа, и где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка имеет полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления способ включает стадию сушки экстракта фиброина шелка перед стадией растворения. В одном варианте осуществления количество остатков бромида лития в водном растворе можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на бромид лития. В одном варианте осуществления количество остатков карбоната натрия в водном растворе можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на карбонат натрия. В одном варианте осуществления способ включает стадию прибавления терапевтического агента к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления способ включает стадию прибавления к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка молекулы, выбранной из антиоксиданта или фермента. В одном варианте осуществления способ включает стадию прибавления витамина к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления витамин выбирают из витамина С или его производного. В одном варианте осуществления способ дополнительно включает стадию прибавления альфа-гидроксикислоты к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления альфа-гидроксикислоту выбирают из группы, состоящей из

гликолевой кислоты, молочной кислоты, винной кислоты и лимонной кислоты. В одном варианте осуществления способ дополнительно включает стадию прибавления к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка гиалуроновой кислоты в концентрации от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. В одном варианте осуществления способ дополнительно включает стадию прибавления к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка по меньшей мере одного из оксида цинка или диоксида титана.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыт способ получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, имеющих усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 17 кДа до приблизительно 38 кДа, причем способ включает стадии: прибавления источника шелка к кипящему (100°C) водному раствору карбоната натрия в течение времени обработки от приблизительно 30 минут до приблизительно 60 минут с тем, чтобы привести к дегуммированию; удаления серицина из раствора с получением экстракта фиброина шелка, содержащего недетектируемые уровни серицина; отделения раствора от экстракта фиброина шелка; растворения экстракта фиброина шелка в растворе бромида лития, имеющем начальную температуру при внесении экстракта фиброина шелка в раствор бромида лития, которая находится в диапазоне от приблизительно 80°C до приблизительно 140°C; выдерживания раствора фиброина шелка и бромида лития в сушильной печи, имеющей температуру в диапазоне от приблизительно 60°C до приблизительно 100°C, в течение периода по меньшей мере 1 часа; удаления бромида лития из экстракта фиброина шелка; и получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка содержит остатки бромида лития в количестве от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 300 ч.н.м., где водный раствор белковых фрагментов шелка содержит остатки карбоната натрия в количестве от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 100 ч.н.м., где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка содержит фрагменты, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 17 кДа до приблизительно 38 кДа, и где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка имеет полидисперсность от приблизительно 1,5 до

приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления способ включает стадию сушки экстракта фиброина шелка перед стадией растворения. В одном варианте осуществления количество остатков бромида лития в водном растворе можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на бромид лития. В одном варианте осуществления количество остатков карбоната натрия в водном растворе можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на карбонат натрия. В одном варианте осуществления способ включает стадию прибавления терапевтического агента к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления способ включает стадию прибавления к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка молекулы, выбранной из антиоксиданта или фермента. В одном варианте осуществления способ включает стадию прибавления витамина к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления витамин выбирают из витамина С или его производного. В одном варианте осуществления способ дополнительно включает стадию прибавления альфа-гидроксикислоты к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления альфа-гидроксикислоту выбирают из группы, состоящей из гликолевой кислоты, молочной кислоты, винной кислоты и лимонной кислоты. В одном варианте осуществления способ дополнительно включает стадию прибавления к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка гиалуроновой кислоты в концентрации от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. В одном варианте осуществления способ дополнительно включает стадию прибавления к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка по меньшей мере одного из оксида цинка или диоксида титана.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыт способ получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, имеющих усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 39 кДа до приблизительно 80 кДа, причем способ включает стадии: прибавления источника шелка к кипящему (100°C) водному раствору карбоната натрия в течение времени обработки примерно 30 минут с тем, чтобы привести к дегуммированию; удаления серицина из раствора с получением экстракта фиброина шелка, содержащего

недетектируемые уровни серицина; отделения раствора от экстракта фиброина шелка; растворения экстракта фиброина шелка в растворе бромида лития, имеющем начальную температуру при внесении экстракта фиброина шелка в раствор бромида лития, которая находится в диапазоне от приблизительно 80°C до приблизительно 140°C; выдерживания раствора фиброина шелка и бромида лития в сушильной печи, имеющей температуру в диапазоне от приблизительно 60°C до приблизительно 100°C, в течение периода по меньшей мере 1 часа; удаления бромида лития из экстракта фиброина шелка; и получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка содержит остатки бромида лития в количестве от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 300 ч.н.м., остатки карбоната натрия в количестве от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 100 ч.н.м., фрагменты, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 40 кДа до приблизительно 65 кДа, и где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка имеет полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления способ включает стадию сушки экстракта фиброина шелка перед стадией растворения. В одном варианте осуществления количество остатков бромида лития в водном растворе можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на бромид лития. В одном варианте осуществления количество остатков карбоната натрия в водном растворе можно измерять, используя анализ высокоэффективной жидкостной хроматографией на карбонат натрия. В одном варианте осуществления способ включает стадию прибавления терапевтического агента к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления способ включает стадию прибавления к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка молекулы, выбранной из антиоксиданта или фермента. В одном варианте осуществления способ включает стадию прибавления витамина к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления витамин выбирают из витамина С или его производного. В одном варианте осуществления способ дополнительно включает стадию прибавления альфа-гидроксикислоты к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. В одном варианте осуществления

альфа-гидроксикислоту выбирают из группы, состоящей из гликолевой кислоты, молочной кислоты, винной кислоты и лимонной кислоты. В одном варианте осуществления способ дополнительно включает стадию прибавления к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка гиалуроновой кислоты в концентрации от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. В одном варианте осуществления способ дополнительно включает стадию прибавления к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка по меньшей мере одного из оксида цинка или диоксида титана.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыт способ получения шелковых гелей, имеющих захваченные молекулы или терапевтические агенты, такие как таковые, перечисленные в нижеследующих абзацах. В одном варианте осуществления по меньшей мере одна молекула или терапевтический агент, представляющая(ий) интерес, физически захватывается в раствор смеси SPF настоящего изобретения в ходе переработки в водные гели. Водный шелковый гель настоящего изобретения можно использовать для высвобождения по меньшей мере одной молекулы или терапевтического агента, представляющей(его) интерес.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам из белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка из водных растворов настоящего изобретения могут быть сформированы нити пряжи и ткани, включая, например, тканые или плетеные ткани, и данные ткани можно использовать в текстильных изделиях, описанных выше.

Согласно проиллюстрированным здесь аспектам раскрыта шелковая ткань, изготовленная из растворов смеси SPF настоящего изобретения. В одном варианте осуществления по меньшей мере одна молекула или терапевтический агент, представляющая(ий) интерес, физически захвачен(а) в раствор смеси SPF настоящего изобретения. Шелковую пленку настоящего изобретения можно использовать для высвобождения по меньшей мере одной молекулы или терапевтического агента, представляющей(его) интерес.

#### КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

Варианты осуществления настоящего изобретения будут дополнительно пояснены со ссылкой на прилагаемые чертежи. Показанные чертежи необязательно приведены в масштабе, но вместо этого, в общем, акцент делается на иллюстрацию принципов раскрытых в настоящем описании вариантов осуществления.

На **Фиг. 1** представлена блок-схема, иллюстрирующая различные

варианты осуществления получения белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка (SPF) настоящего изобретения.

На **фиг. 2** представлена блок-схема, иллюстрирующая различные параметры, которые можно модифицировать в ходе осуществления способа получения фрагментов SPF настоящего изобретения на стадиях экстракции и растворения.

На **фиг. 3** представлена фотография, показывающая сухой экстрагированный фиброин шелка.

На **фиг. 4** представлена фотография, иллюстрирующая вариант осуществления SPF в форме раствора настоящего изобретения.

На **фиг. 5A-5D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих комнатную температуру растворах бромида лития (LiBr), растворенный в печи при 60°C в течение 4 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 6A-6D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих комнатную температуру растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 6 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 7A-7D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих комнатную температуру растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 8 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 8A-8D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих комнатную температуру растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 12 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 9A-9D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих комнатную температуру растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 24 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 10A-10C** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих комнатную температуру растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 168/192 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 11A-11C** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих комнатную температуру растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 1, 4 и 6 часов, где экстракция серицина завершалась при 100°C в течение 60 мин.

На **фиг. 12A-12D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 60°C растворах LiBr,

растворенный в печи при 60°C в течение 1 часа (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 13A-13D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 60°C растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 4 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 14A-14D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 60°C растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 6 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 15A-15D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 80°C растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 1 часа (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 16A-16D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 80°C растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 4 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 17A-17D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 80°C растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 6 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 18A-18D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 100°C растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 1 часа (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 19A-19D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 100°C растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 4 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 20A-20D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 100°C растворах LiBr, растворенный в печи при 60°C в течение 6 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 21A-21D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 140°C растворах LiBr (температура кипения для раствора LiBr), растворенный в печи при 60°C в течение 1 часа (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 22A-22D** представлены фотографии, иллюстрирующие

растворенный шелк в имеющих температуру 140°C растворах LiBr (температура кипения для раствора LiBr), растворенный в печи при 60°C в течение 4 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 23А-23D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 140°C растворах LiBr (температура кипения для раствора LiBr), растворенный в печи при 60°C в течение 6 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 24А-24D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 80°C растворах LiBr, растворенный в печи при 80°C в течение 1 часа (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 25А-25D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 80°C растворах LiBr, растворенный в печи при 80°C в течение 4 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 26А-26D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 80°C растворах LiBr, растворенный в печи при 80°C в течение 6 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 27А-27D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 100°C растворах LiBr, растворенный в печи при 100°C в течение 1 часа (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 28А-28D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 100°C растворах LiBr, растворенный в печи при 100°C в течение 4 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 29А-29D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 100°C растворах LiBr, растворенный в печи при 100°C в течение 6 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 30А-30D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 140°C растворах LiBr (температура кипения для раствора LiBr), растворенный в печи при 120°C в течение 1 часа (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 31А-31D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 140°C растворах LiBr



(температура кипения для раствора LiBr), растворенный в печи при 120°C в течение 4 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 32А-32D** представлены фотографии, иллюстрирующие растворенный шелк в имеющих температуру 140°C растворах LiBr (температура кипения для раствора LiBr), растворенный в печи при 120°C в течение 6 часов (температура и время экстракции серицина варьировались).

На **фиг. 33** представлены хроматограммы HPLC для образцов, содержащих витамин С. На **фиг. 33** показаны пики от (1) химически стабилизированного образца витамина С в окружающих условиях и (2) от образца витамина С, отобранного после выдерживания в течение 1 часа в окружающих условиях без химической стабилизации по предотвращению окисления, где видны пики продуктов разложения.

На **фиг. 34** представлена таблица, в которой сведены данные по концентрации LiBr и карбоната натрия ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) в растворах белка шелка согласно настоящему изобретению.

На **фиг. 35** представлена таблица, в которой сведены данные по концентрации LiBr и  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  в растворах белка шелка согласно настоящему изобретению.

На **фиг. 36** представлена таблица, в которой сведены данные по стабильности витамина С в химически стабилизированных растворах.

На **фиг. 37** представлена таблица, в которой сведены данные по молекулярным массам растворов белка шелка согласно настоящему изобретению.

На **фиг. 38А и 38В** представлены графики, иллюстрирующие эффект объема экстракции на % потери массы.

На **фиг. 39** представлена таблица, в которой сведены данные по молекулярным массам шелка, растворенного при различных концентрациях LiBr и различных масштабах экстракции и растворения.

На **фиг. 40** представлен график, обобщающий эффект времени экстракции на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции 100°C, действия раствора LiBr при 100°C и растворения в печи при 100°C (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 41** представлен график, обобщающий эффект времени экстракции на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях

температуры экстракции  $100^{\circ}\text{C}$ , действия кипящего раствора LiBr и растворения в печи при  $60^{\circ}\text{C}$  (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 42** представлен график, обобщающий эффект времени экстракции на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции  $100^{\circ}\text{C}$ , действия раствора LiBr при  $60^{\circ}\text{C}$  и растворения в печи при  $60^{\circ}\text{C}$  (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 43** представлен график, обобщающий эффект времени экстракции на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции  $100^{\circ}\text{C}$ , действия раствора LiBr при  $80^{\circ}\text{C}$  и растворения в печи при  $80^{\circ}\text{C}$  (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 44** представлен график, обобщающий эффект времени экстракции на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции  $100^{\circ}\text{C}$ , действия раствора LiBr при  $80^{\circ}\text{C}$  и растворения в печи при  $60^{\circ}\text{C}$  (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 45** представлен график, обобщающий эффект времени экстракции на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции  $100^{\circ}\text{C}$ , действия раствора LiBr при  $100^{\circ}\text{C}$  и растворения в печи при  $60^{\circ}\text{C}$  (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 46** представлен график, обобщающий эффект времени экстракции на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции  $100^{\circ}\text{C}$ , действия раствора LiBr при  $140^{\circ}\text{C}$  и растворения в печи при  $140^{\circ}\text{C}$  (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 47** представлен график, обобщающий эффект температуры экстракции на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях времени экстракции 60 минут, действия раствора LiBr при  $100^{\circ}\text{C}$  и растворения в печи при  $100^{\circ}\text{C}$  (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 48** представлен график, обобщающий эффект температуры раствора LiBr на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях времени экстракции 60 минут, температуры экстракции  $100^{\circ}\text{C}$  и растворения в печи при  $60^{\circ}\text{C}$  (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 49** представлен график, обобщающий эффект температуры раствора LiBr на молекулярную массу шелка,

обработанного в условиях времени экстракции 30 минут, температуры экстракции 100°C и растворения в печи при 60°C (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 50** представлен график, обобщающий эффект температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 30 минут и действия раствора LiBr при 100°C (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 51** представлен график, обобщающий эффект температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 60 минут и действия раствора LiBr при 100°C (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 52** представлен график, обобщающий эффект температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 60 минут и действия раствора LiBr при 140°C (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 53** представлен график, обобщающий эффект температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 30 минут и действия раствора LiBr при 140°C (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 54** представлен график, обобщающий эффект температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, обработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 60 минут и действия раствора LiBr при 80°C (время пребывания в печи/время растворения варьировалось).

На **фиг. 55** представлен график, обобщающий данные по молекулярным массам шелка, обработанного в варьирующихся условиях, включающих в себя время экстракции, температуру экстракции, температуру раствора бромида лития (LiBr), температуру печи для растворения, время пребывания в печи для растворения.

На **фиг. 56** представлен график, обобщающий данные по молекулярным массам шелка, обработанного в условиях, при которых температура пребывания в печи/время растворения равна температуре раствора LiBr.

На **фиг. 57A** представлен график, иллюстрирующий время намокания для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 57В** представлен график, иллюстрирующий время намокания для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 57С** представлен график, иллюстрирующий время намокания для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 57D** представлен график, иллюстрирующий время намокания для покрытия, нанесенного с помощью экрана.

На **фиг. 58А** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 58В** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 58С** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 58D** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для покрытия, нанесенного с помощью экрана.

На **фиг. 59А** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 59В** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 59С** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 59D** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для покрытия, нанесенного с помощью экрана.

На **фиг. 60А** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 60В** график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 6°С** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 60D** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для покрытия, нанесенного с помощью экрана.

На **фиг. 61А** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 61В** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 61С** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 61D** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для покрытия, нанесенного с помощью экрана.

На **фиг. 62А** представлен график, иллюстрирующий время намокания сверху.

На **фиг. 62В** представлен график, иллюстрирующий время намокания снизу.

На **фиг. 63А** представлен график, иллюстрирующий скорость абсорбции сверху.

На **фиг. 63В** представлен график, иллюстрирующий скорость абсорбции сверху снизу.

На **фиг. 64А** представлен график, иллюстрирующий максимальный смоченный радиус сверху.

На **фиг. 64В** представлен график, иллюстрирующий максимальный смоченный радиус снизу.

На **фиг. 65А** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения сверху.

На **фиг. 65В** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения снизу.

На **фиг. 66А** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта.

На **фиг. 66В** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги.

На **фиг. 67А** представлен график, иллюстрирующий время намокания для невпитывающей влагу отделки.

На **фиг. 67В** представлен график, иллюстрирующий время намокания для неполной отделки перед окончательным формированием.

На **фиг. 68А** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для невпитывающей влагу отделки.

На **фиг. 68В** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для неполной отделки перед окончательным формированием.

На **фиг. 69А** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для невпитывающей влагу отделки.

На **фиг. 69В** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для неполной отделки перед окончательным

формированием.

На **фиг. 70А** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для непитывающей влагу отделки.

На **фиг. 70В** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для неполной отделки перед окончательным формированием.

На **фиг. 71А** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для непитывающей влагу отделки.

На **фиг. 71В** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для неполной отделки перед окончательным формированием.

На **фиг. 72А** представлен график, иллюстрирующий время намкания для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 72В** представлен график, иллюстрирующий время намкания для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 72С** представлен график, иллюстрирующий время намкания для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 73А** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 73В** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 73С** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 74А** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 74В** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 74С** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 75А** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 75В** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 75С** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 76А** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для покрытия, нанесенного распылением.

На **фиг. 76В** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для трафаретно нанесенного покрытия.

На **фиг. 76С** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для покрытия, нанесенного в ванне.

На **фиг. 77А** представлен график, иллюстрирующий время намокания для 1% SFS.

На **фиг. 77В** представлен график, иллюстрирующий время намокания для 0,1% SFS.

На **фиг. 78А** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для 1% SFS.

На **фиг. 78В** представлен график, иллюстрирующий время абсорбции для 0,1% SFS.

На **фиг. 79А** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для 1% SFS.

На **фиг. 79В** представлен график, иллюстрирующий скорость распространения для 0,1% SFS.

На **фиг. 80А** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для 1% SFS.

На **фиг. 80В** представлен график, иллюстрирующий аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта для 0,1% SFS.

На **фиг. 81А** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для 1% SFS.

На **фиг. 81В** представлен график, иллюстрирующий общую способность контролирования влаги для 0,1% SFS.

На **фиг. 82А** представлен график, иллюстрирующий сводку по времени намокания сверху.

На **фиг. 82В** представлен график, иллюстрирующий сводку по времени намокания снизу.

На **фиг. 83А** представлен график, иллюстрирующий сводку по скорости абсорбции сверху.

На **фиг. 83В** представлен график, иллюстрирующий сводку по скорости абсорбции снизу.

На **фиг. 84А** представлен график, иллюстрирующий сводку по максимальному смоченному радиусу сверху.

На **фиг. 84В** представлен график, иллюстрирующий сводку по

максимальному смоченному радиусу снизу.

На **фиг. 85А** представлен график, иллюстрирующий сводку по скорости распространения сверху.

На **фиг. 85В** представлен график, иллюстрирующий сводку по скорости распространения снизу.

На **фиг. 86А** представлен график, иллюстрирующий сводку по аккумулятивному индексу однонаправленного транспорта.

На **фиг. 86В** представлен график, иллюстрирующий сводку по общей способности контролирования влаги.

На **фиг. 87** проиллюстрированы результаты исследования бактериального роста.

На **фиг. 88** проиллюстрированы результаты исследования бактериального роста.

На **фиг. 89** проиллюстрированы результаты исследования бактериального роста.

На **фиг. 90** проиллюстрированы результаты исследования бактериального роста.

На **фиг. 91** проиллюстрированы результаты исследования бактериального роста.

На **фиг. 92** проиллюстрированы результаты исследования бактериального роста.

На **фиг. 93** проиллюстрирован аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 94** проиллюстрирована общая способность контролирования влаги (ОММС) в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 95** проиллюстрировано время намокания сверху ткани в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 96** проиллюстрировано время намокания снизу ткани в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 97** проиллюстрирована скорость абсорбции сверху ткани в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 98** проиллюстрирована скорость абсорбции снизу ткани в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 99** проиллюстрирована скорость распространения сверху ткани в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 100** проиллюстрирована скорость распространения снизу ткани в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 101** проиллюстрирован смоченный радиус сверху ткани



в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 102** проиллюстрирован смоченный радиус снизу ткани в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 103** проиллюстрирован процент уменьшения роста *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 104** проиллюстрирован процент уменьшения роста *Klebsiella pneumoniae* ATCC 4354 в зависимости от циклов стирки ткани.

На **фиг. 105** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-ВАТН-В (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 106** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-ВАТН-В (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 107** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-ВАТН-В (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 108** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-ВАТН-В (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 109** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-SPRAY-В (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 110** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-SPRAY-В (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 111** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-SPRAY-В (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 112** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-SPRAY-В (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 113** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-SPRAY-В (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 114** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-01-SPRAY-В (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 115** проиллюстрировано изображение образца ткани

FAB-01-SPRAY-B (седьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 116** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-SPRAY-C (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 117** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-SPRAY-C (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 118** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-SPRAY-C (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 119** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-SPRAY-C (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 120** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-SPRAY-C (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 121** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-STEN-C (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 122** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-STEN-C (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 123** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-STEN-C (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 124** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-STEN-C (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 125** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-STEN-C (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 126** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-STEN-C (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 127** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-STEN-C (седьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 128** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-01-STEN-C (восьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

микроскопией.

На **фиг. 129** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-01-STEN-C (девятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 130** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-B (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 131** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-B (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 132** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-B (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 133** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-B (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 134** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-B (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 135** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-B (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 136** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-B (седьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 137** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-C (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 138** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-C (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 139** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-C (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 140** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-C (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 141** проиллюстрировано изображение образца ткани FAV-10-BATH-C (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 142** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-ВАТН-С (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 143** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-ВАТН-С (седьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 144** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-ВАТН-С (восьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 145** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-ВАТН-С (девятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 146** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-SPRAY-B (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 147** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-SPRAY-B (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 148** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-SPRAY-B (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 149** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-SPRAY-B (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 150** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-SPRAY-B (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 151** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-SPRAY-B (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 152** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-SPRAY-B (седьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 153** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-SPRAY-B (восьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 154** проиллюстрировано изображение образца ткани FАВ-10-SPRAY-B (девятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 155** проиллюстрировано изображение образца ткани

FAB-10-SPRAY-C, полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 156** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-10-STEN-B (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 157** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-10-STEN-B (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 158** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-10-STEN-B (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 159** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-10-STEN-B (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 160** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-10-STEN-B (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 161** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-10-STEN-B (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 162** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-10-STEN-B (седьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 163** проиллюстрировано изображение образца ткани FAB-10-STEN-B (восьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 164** проиллюстрировано изображение контрольного образца ткани (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 165** проиллюстрировано изображение контрольного образца ткани (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 166** проиллюстрировано изображение контрольного образца ткани (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 167** проиллюстрировано изображение контрольного образца ткани (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 168** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-BATH-B-01MYL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 169** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-BATH-B-01MYL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 170** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-BATH-B-01MYL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 171** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-BATH-B-01MYL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 172** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-BATH-B-01MYL (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 173** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-BATH-B-01MYL (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 174** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-BATH-B-01MYL (седьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 175** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 176** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 177** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 178** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 179** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 180** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 181** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL (седьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 182** проиллюстрировано изображение образца пленки

FIL-01-SPRAY-B-01MYL (восьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 183** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-007MYL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 184** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-007MYL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 185** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-007MYL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 186** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-007MYL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 187** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-007MYL (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 188** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL\_поперечное сечение (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 189** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL\_поперечное сечение (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 190** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL\_поперечное сечение (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 191** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL\_поперечное сечение (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 192** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-C-01MYL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 193** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-C-01MYL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 194** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-C-01MYL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 195** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-C-01MYL (четвертый вид), полученное сканирующей

электронной микроскопией.

На **фиг. 196** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-C-01MYL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 197** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-B-01-MYL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 198** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-B-01-MYL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 199** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-B-01-MYL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 200** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-B-01-MYL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 201** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-C-01-MYL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 202** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-C-01-MYL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 203** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-C-01-MYL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 204** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-C-01-MYL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 205** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-C-01-MYL (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 206** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-STEN-C-01-MYL (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 207** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-01MYL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 208** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-01MYL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.



На **фиг. 209** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-01MYL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 210** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-01MYL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 211** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-01MYL (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 212** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-01MYL (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 213** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-01MYL (седьмой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 214** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-007MEL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 215** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-007MEL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 216** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-007MEL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 217** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-007MEL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 218** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-B-007MEL (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 219** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-BATH-C-01MYL\_поперечное сечение (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 220** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-SPRAY-B-01MYL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 221** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-SPRAY-B-01MYL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 222** проиллюстрировано изображение образца пленки

FIL-10-SPRAY-B-01MYL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией).

На **фиг. 223** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-SPRAY-B-01MYL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 224** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-SPRAY-B-01MYL (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 225** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-SPRAY-B-01MYL (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 226** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-BATH-C-01-MYL (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 227** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-BATH-C-01-MYL (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 228** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-BATH-C-01-MYL (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 229** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-BATH-C-01-MYL (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 230** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-BATH-C-01-MYL (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 231** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-BATH-C-01-MYL (шестой вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 232** проиллюстрировано изображение контрольного образца пленки Melinex Control (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 233** проиллюстрировано изображение контрольного образца пленки Melinex Control (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 234** проиллюстрировано изображение контрольного образца пленки Melinex Control (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 235** проиллюстрировано изображение контрольного образца пленки Melinex Control (четвертый вид), полученное

сканирующей электронной микроскопией.

На **Фиг. 236** проиллюстрировано изображение контрольного образца пленки Mylar Control (первый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **Фиг. 237** проиллюстрировано изображение контрольного образца пленки Mylar Control (второй вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **Фиг. 238** проиллюстрировано изображение контрольного образца пленки Mylar Control (третий вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **Фиг. 239** проиллюстрировано изображение контрольного образца пленки Mylar Control (четвертый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **Фиг. 240** проиллюстрировано изображение контрольного образца пленки Mylar Control (пятый вид), полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **Фиг. 241** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для контрольного образца Mylar Control, выполненных сверху, положение 1 (блестящая сторона).

На **Фиг. 242** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для контрольного образца Mylar Control, выполненных снизу, положение 2 (более матовая сторона).

На **Фиг. 243** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для контрольного образца Melinex Control, выполненных сверху, положение 1.

На **Фиг. 244** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для контрольного образца Melinex Control, выполненных снизу, положение 2.

На **Фиг. 245** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-10-SPRAY-B-01MYL, выполненных сверху, положение 1.

На **Фиг. 246** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-10-SPRAY-B-01MYL, выполненных снизу, положение 2.

На **Фиг. 247** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-SPRAY-B-01MYL, выполненных сверху, положение 1.

На **Фиг. 248** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-SPRAY-B-01MYL, выполненных снизу, положение 2.

На **фиг. 249** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-SPRAY-B-007MEL, выполненных сверху, положение 1.

На **фиг. 250** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-SPRAY-B-007MEL, выполненных снизу, положение 2.

На **фиг. 251** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-SPRAY-C-01MYL, выполненных сверху, положение 1.

На **фиг. 252** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-SPRAY-C-01MYL, выполненных снизу, положение 2.

На **фиг. 253** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-STEN-B-01MYL, выполненных сверху, положение 1.

На **фиг. 254** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-STEN-B-01MYL, выполненных снизу, положение 2.

На **фиг. 255** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-STEN-C-01MYL, выполненных сверху, положение 1.

На **фиг. 256** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-STEN-C-01MYL, выполненных снизу, положение 2.

На **фиг. 257** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-10-BATH-B-01MYL, выполненных сверху, положение 1.

На **фиг. 258** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-10-BATH-B-01MYL, выполненных снизу, положение 2.

На **фиг. 259** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-10-BATH-B-007MEL, выполненных сверху, положение 1.

На **фиг. 260** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-10-BATH-B-007MEL, выполненных снизу, положение 2.

На **фиг. 261** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-10-BATH-C-01MYL, выполненных сверху, положение 1.

На **фиг. 262** проиллюстрированы результаты оптических

профильных измерений для образца FIL-10-BATH-C-01MYL, выполненных снизу, положение 2.

На **фиг. 263** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-BATH-B-01MYL, выполненных сверху, положение 1.

На **фиг. 264** проиллюстрированы результаты оптических профильных измерений для образца FIL-01-BATH-B-01MYL, выполненных снизу, положение 2.

На **фиг. 265** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL\_поперечное сечение, полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 266** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL\_поперечное сечение, полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 267** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-01-SPRAY-B-01MYL\_поперечное сечение, полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 268** проиллюстрировано изображение образца пленки FIL-10-BATH-C-01MYL\_поперечное сечение, полученное сканирующей электронной микроскопией.

На **фиг. 269** проиллюстрированы результаты для аккумулятивного индекса однонаправленного транспорта для натуральных волокон.

На **фиг. 270** проиллюстрированы данные по общей способности контролирования влаги для натуральных волокон.

Хотя вышеупомянутые чертежи представляют раскрытые в настоящем описании варианты осуществления, другие варианты осуществления также подразумеваются, как отмечено в обсуждении. В данном описании иллюстративные варианты осуществления даны путем представления, но не ограничения. Специалистами в данной области могут быть предложены многочисленные другие изменения и варианты осуществления, которые находятся в пределах объема и сущности принципов раскрытых в настоящем описании вариантов осуществления.

#### ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Здесь предоставлены способы получения чистых и высокомасштабируемых растворов смеси белковых фрагментов шелка (SPF), которые можно использовать для нанесения покрытия на по меньшей мере часть текстиля или можно формовать в подходящие для использования волокна для сплетения в пряжу. Растворы получают

из сырого чистого материала интактного белка шелка и подвергают переработке, чтобы удалить любой серицин и достичь желаемых средневзвешенной молекулярной массы (MW) и полидисперсности смеси фрагментов. Избранные параметры способа можно изменять, чтобы добиться определенных конечных характеристик белковых фрагментов шелка в зависимости от предполагаемого применения. Получаемый в результате конечный раствор фрагментов представляет собой чистые фрагменты белка шелка и воду с содержаниями технологических загрязнителей от частей на миллион (ч.н.м.) до недетектируемых. Концентрацию, размер и полидисперсность фрагментов белка шелка в растворе можно дополнительно изменять в зависимости от желаемого использования и функциональных требований. В одном варианте осуществления находящиеся в растворе белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка по существу лишены серицина, имеют усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 6 кДа до приблизительно 16 кДа и имеют полидисперсность в диапазоне от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления находящиеся в растворе белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка по существу лишены серицина, имеют усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 17 кДа до приблизительно 38 кДа и имеют полидисперсность в диапазоне от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления находящиеся в растворе белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка по существу лишены серицина, имеют усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 39 кДа до приблизительно 80 кДа и имеют полидисперсность в диапазоне от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления растворы можно использовать для изготовления изделий, таких как шелковые гели с различными гелевыми и жидкими консистенциями, изменяя содержание/концентрацию воды, или продавать их в качестве исходного ингредиента на потребительском рынке.

Использованные здесь термины "по существу не содержат серицина" или "по существу лишен серицина" относятся к волокнам шелка, из которых удалена большая часть белка серицина. В одном варианте осуществления фиброин шелка, который по существу лишен серицина, относится к фиброину шелка, содержащему от приблизительно 0,01% (масс./масс.) до приблизительно 10,0%



(масс./масс.) серицина. В одном варианте осуществления фиброин шелка, который по существу лишен серицина, относится к фиброину шелка, содержащему от приблизительно 2,5% (масс./масс.) до приблизительно 4,0% (масс./масс.) серицина. В одном варианте осуществления фиброин шелка, который по существу лишен серицина, относится к фиброину шелка, имеющему содержание серицина от приблизительно 0,01% (масс./масс.) до приблизительно 0,1% (масс./масс.) серицина. В одном варианте осуществления фиброин шелка, который по существу лишен серицина, относится к фиброину шелка, имеющему содержание серицина ниже примерно 0,1% (масс./масс.). В одном варианте осуществления фиброин шелка, который по существу лишен серицина, относится к фиброину шелка, имеющему содержание серицина ниже примерно 0,05% (масс./масс.). В одном варианте осуществления, когда источник шелка прибавляют к кипящему (100°C) водному раствору карбоната натрия в течение времени обработки от приблизительно 30 минут до приблизительно 60 минут, получают потерю при дегуммировании от приблизительно 26 масс. % до приблизительно 31 масс. %.

Использованный здесь термин "по существу гомогенный" может относиться к белковым фрагментам на основе чистого фиброина шелка, которые распределены по нормальному распределению около установленной молекулярной массы. Использованный здесь термин "по существу гомогенный" может относиться к равномерному распределению добавки, например витамина С, в композиции настоящего изобретения.

Использованный здесь термин "по существу не содержащий неорганических остатков" означает, что композиция обнаруживает остатки в количестве 0,1% (масс./масс.) или менее. В одном варианте осуществления по существу не содержащий неорганических остатков относится к композиции, которая обнаруживает остатки в количестве 0,05% (масс./масс.) или менее. В одном варианте осуществления по существу не содержащий неорганических остатков относится к композиции, которая обнаруживает остатки в количестве 0,01% (масс./масс.) или менее. В одном варианте осуществления количество неорганических остатков составляет от 0 ч.н.м. ("недетектируемое" или "НД") до 1000 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество неорганических остатков составляет от НД до приблизительно 500 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество неорганических остатков составляет от НД до приблизительно 400 ч.н.м. В одном варианте осуществления



количество неорганических остатков составляет от НД до приблизительно 300 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество неорганических остатков составляет от НД до приблизительно 200 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество неорганических остатков составляет от НД до приблизительно 100 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество неорганических остатков составляет от 10 ч.н.м. до 1000 ч.н.м.

Использованный здесь термин "по существу не содержащий органических остатков" означает, что композиция обнаруживает остатки в количестве 0,1% (масс./масс.) или менее. В одном варианте осуществления по существу не содержащий органических остатков относится к композиции, которая обнаруживает остатки в количестве 0,05% (масс./масс.) или менее. В одном варианте осуществления по существу не содержащий органических остатков относится к композиции, которая обнаруживает остатки в количестве 0,01% (масс./масс.) или менее. В одном варианте осуществления количество органических остатков составляет от 0 ч.н.м. ("недетектируемое" или "НД") до 1000 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество органических остатков составляет от НД до приблизительно 500 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество органических остатков составляет от НД до приблизительно 400 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество органических остатков составляет от НД до приблизительно 300 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество органических остатков составляет от НД до приблизительно 200 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество органических остатков составляет от НД до приблизительно 100 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество органических остатков составляет от 10 ч.н.м. до 1000 ч.н.м.

Композиции настоящего изобретения обнаруживают "биосовместимость", означающую, что композиции совместимы с живой тканью или живой системой, не являясь токсичными, вредными или физиологически реактивными, и не вызывая иммунологического отторжения. Такая биосовместимость может быть засвидетельствована пользователями, местно использующими композиции настоящего изобретения на своей коже в течение продолжительного периода времени. В одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 3 суток. В

одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 7 суток. В одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 14 суток. В одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 21 сутки. В одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 30 суток. В одном варианте осуществления продолжительный период времени выбран из группы, состоящей из примерно 1 месяца, примерно 2 месяцев, примерно 3 месяцев, примерно 4 месяцев, примерно 5 месяцев, примерно 6 месяцев, примерно 7 месяцев, примерно 8 месяцев, примерно 9 месяцев, примерно 10 месяцев, примерно 11 месяцев, примерно 12 месяцев и неопределенного срока.

Композиции настоящего изобретения являются "гипоаллергенными", что означает, что относительно маловероятно, что они вызовут аллергическую реакцию. Такая гипоаллергенность может быть засвидетельствована пользователями, местно использующими композиции настоящего изобретения на своей коже в течение продолжительного периода времени. В одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 3 суток. В одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 7 суток. В одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 14 суток. В одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 21 сутки. В одном варианте осуществления продолжительный период времени составляет примерно 30 суток. В одном варианте осуществления продолжительный период времени выбран из группы, состоящей из примерно 1 месяца, примерно 2 месяцев, примерно 3 месяцев, примерно 4 месяцев, примерно 5 месяцев, примерно 6 месяцев, примерно 7 месяцев, примерно 8 месяцев, примерно 9 месяцев, примерно 10 месяцев, примерно 11 месяцев, примерно 12 месяцев и неопределенного срока.

Использованный здесь термин "пригодный для стирки" и "обнаруживающий пригодность для стирки" означает, что покрытая шелком ткань настоящего изобретения способна подвергаться стирке без усадки, выцветания или тому подобное.

Использованный здесь термин "текстиль" относится к гибкому тканому материалу, состоящему из сети натуральных или искусственных волокон, часто называемых нитью или пряжей. В одном варианте осуществления текстили можно использовать для

изготовления одежды, обуви и сумок. В одном варианте осуществления текстили можно использовать для изготовления коврового покрытия, обитой мебели, оконных штор, полотенец и скатертей, покрывал и покрытий для других плоских поверхностей. В одном варианте осуществления текстили можно использовать для изготовления флагов, рюкзаков, палаток, сетей, носовых платков, воздушных шариков, воздушных змеев, парусов и парашютов.

Использованный здесь термин "ощущение на ошупь" относится к ощущению ткани, которое может быть дополнительно описано как ощущение мягкости, хрусткости, сухости, шелковистости и их сочетаний. Ощущение ткани на ошупь также называют "драпируемостью". Ткань с жестким ощущением на ошупь является шероховатой, грубой и, в общем, менее комфортной для носителя. Ткань с жестким ощущением на ошупь является подвижной и гладкой, такой как тонкий шелк или шерсть, и, в общем, более комфортной для носителя. Ощущение ткани на ошупь можно определять путем сравнения с коллекциями образцов ткани или используя такие способы, как оценка по системе Кавабата (Kawabata Evaluation System, KES), или способы подтверждения качества ткани простым тестированием (Fabric Assurance by Simple Testing, FAST), см. Behera and Hari, *Ind. J. Fibre & Textile Res.*, 1994, 19, 168-71.

Использованный здесь термин "пряжа" относится к структуре из единственного волокна или из нескольких волокон.

Использованный здесь термин "нанесение покрытия в ванне" охватывает нанесение покрытия на ткань партией, окунание ткани в ванну и погружение ткани в ванну.

В одном варианте осуществления шелковое покрытие наносят, используя способ с применением ванны, способ с применением экрана (или трафарета), способ с применением распыления, способ на основе шелковой пены и способ на основе валков.

В одном варианте осуществления волокно или пряжа содержит синтетическое волокно или пряжу, включая сложный полиэфир, майлар (Mylar), хлопок, нейлон, сополимер сложного полиэфира-полиуретана, вискозу, ацетат, арамид (ароматический полиамид), акриловое волокно, Ингео (полилактид), люрекс (сложный полиэфир-полиамид), олефин (полиэтилен-полипропилен) и их сочетания.

В одном варианте осуществления волокно или пряжа содержит натуральное волокно или пряжу, включая волокно альпака, флис альпака, шерсть альпака, волокно ламы, флис ламы, шерсть ламы, хлопок, кашемир и овечье волокно, овечий флис шерсть и овечью

шерсть.

В одном варианте осуществления водорастворимое шелковое покрытие можно использовать в качестве адгезива или связующего для связывания частиц с тканями или для связывания тканей. В одном варианте осуществления изделие содержит ткань, связанную с другой тканью с использованием шелкового покрытия. В одном варианте осуществления изделие содержит ткань с частицами, связанными с тканью с использованием шелкового адгезива.

В одном варианте осуществления покрытие наносят на изделие, включая ткань, на уровне пряжи. В одном варианте осуществления покрытие наносят на уровне ткани. В одном варианте осуществления покрытие имеет толщину, выбранную из группы, состоящей из примерно 5 нм, примерно 10 нм, примерно 15 нм, примерно 20 нм, примерно 25 нм, примерно 50 нм, примерно 100 нм, примерно 200 нм, примерно 500 нм, примерно 1 мкм, примерно 5 мкм, примерно 10 мкм и примерно 20 мкм. В одном варианте осуществления покрытие имеет диапазон толщины, выбранный из группы, состоящей из от приблизительно 5 нм до приблизительно 100 нм, от приблизительно 100 нм до приблизительно 200 нм, от приблизительно 200 нм до приблизительно 500 нм, от приблизительно 1 мкм до приблизительно 2 мкм, от приблизительно 2 мкм до приблизительно 5 мкм, от приблизительно 5 мкм до приблизительно 10 мкм и от приблизительно 10 мкм до приблизительно 20 мкм.

В одном варианте осуществления волокно или пряжу обрабатывают полимером, таким как полигликолид (PGA), полиэтиленгликоли, сополимеры гликолида, сополимеры гликолида/L-лактида (PGA/PLLA), сополимеры гликолида/триметиленкарбоната (PGA/TMC), полилактиды (PLA), стереосополимеры PLA, поли-L-лактид (PLLA), поли-DL-лактид (PDLA), сополимеры L-лактида/DL-лактида, сополимеры PLA, сополимеры лактида/тетраметилгликолида, сополимеры лактида/триметиленкарбоната, сополимеры лактида/ $\delta$ -валеролактона, сополимеры лактида/ $\epsilon$ -капролактона, полидепсипептиды, сополимеры PLA/полиэтиленоксида, несимметрично 3,6-замещенные поли-1,4-диоксан-2,5-дионы, поли- $\beta$ -гидроксипропионат (PHBA), сополимеры PHBA/ $\beta$ -гидроксивалерата (PHBA/HVA), поли- $\beta$ -гидроксипропионат (PHPA), поли-p-диоксанон (PDS), поли- $\delta$ -валеролактон, поли- $\epsilon$ -капролактон, сополимеры метилметакрилата-N-винилпирролидона, сложные полиэфирамины, сложные полиэфиры щавелевой кислоты, полидигидропираны, полиалкил-2-цианоакрилаты, полиуретаны (PU), поливиниловые спирты (PVA), полипептиды, поли-

$\beta$ -яблочная кислота (PMLA), поли- $\beta$ -алкановые кислоты, поливиниловый спирт (PVA), полиэтиленоксид (PEO), хитиновые полимеры, полиэтилен, полипропилен, полиацеталь, полиамиды, сложные полиэфиры, полисульфон, простой полиэфир-простой эфир-кетон, полиэтилентерефталат, поликарбонат, полиарил-простой эфир-кетон и простой эфир-кетон-кетон.

В одном варианте осуществления поверхность шелкового покрытия может представлять собой модифицированные кристаллы шелка, которые имеют размер в диапазоне от нм до мкм.

Критерий "видимости" удовлетворяется любым из следующего: изменение характера поверхности текстиля; шелковое покрытие заполняет промежутки, где пересекаются нити пряжи; или шелковое покрытие застилает или заслоняет узор ткани.

В одном варианте осуществления раствор белка или фрагментов на основе шелка можно использовать для нанесения покрытия на по меньшей мере часть ткани, которую можно использовать для создания текстиля. В одном варианте осуществления раствор белка или фрагментов на основе шелка можно свивать в пряжу, которую можно использовать в качестве ткани в текстиле. В одном варианте осуществления раствор белка или фрагментов на основе шелка можно использовать для нанесения покрытия на волокно. В одном варианте осуществления изобретение предоставляет изделие, содержащее раствор белка или фрагментов на основе шелка, покрывающий по меньшей мере часть ткани или текстиля. В одном варианте осуществления изобретение предоставляет изделие, содержащее раствор белка или фрагментов на основе шелка, покрывающий пряжу. В одном варианте осуществления изобретение предоставляет изделие, содержащее раствор белка или фрагментов на основе шелка, покрывающий волокно.

В одном варианте осуществления раствор настоящего изобретения приводят в контакт с добавкой, такой как терапевтический(ая) агент и/или молекула. В одном варианте осуществления молекулы включают следующие, но без ограничения ими: антиоксиданты и ферменты. В одном варианте осуществления молекулы включают следующие, но без ограничения ими: керамику, керамические частицы, металлы, частицы металлов, полимерные частицы, неорганические частицы, органические частицы, селен, производные убихинона, антиоксиданты на тиольной основе, сахаридсодержащие антиоксиданты, полифенолы, растительные экстракты, кофейную кислоту, апигенин, пикногенол, ресвератрол,

фолиевую кислоту, витамин В12, витамин В6, витамин В3, витамин Е, витамин С и его производные, витамин D, витамин А, астаксантин, лютеин, ликопин, незаменимые жирные кислоты (омега-3 и 6), железо, цинк, магний, флавоноиды (соя, куркумин, силимарин, пикногенол), факторы роста, алоэ, гиалуроновую кислоту, белки внеклеточного матрикса, клетки, нуклеиновые кислоты, биомаркеры, биологические реагенты, оксид цинка, бензоилпероксид, ретиноиды, титан, аллергены в известной дозе (для сенсibiliзирующей терапии), эфирные масла, включая следующие, но без ограничения ими: лемонграссовое или розмариновое масло, и душистые вещества. Терапевтические агенты включают следующие, но без ограничения ими: малые молекулы, лекарственные средства, белки, пептиды и нуклеиновые кислоты. В одном варианте осуществления перед формированием изделия раствор настоящего изобретения приводят в контакт с аллергеном в известном количестве. Аллергены включают следующие, но без ограничения ими: молоко, яйца, арахис, лесные орехи, рыбу, моллюски, сою и пшеницу. Известные дозы аллергена, которым нагружено шелковое изделие, могут высвободаться с известной скоростью в целях исследования аллергии при контролируемом воздействии аллергена, испытаний и сенсibiliзирующей терапии.

В одном варианте осуществления раствор настоящего изобретения используют для создания изделия с микроиглами стандартными способами, известными специалисту в данной области, для контролируемой доставки молекул или терапевтических агентов на или через кожу.

Использованный здесь термин "фиброин" включает фиброин шелковичного червя и белок шелка насекомого или белок паучьего шелка. В одном варианте осуществления фиброин получают из *Bombyx mori*. В одном варианте осуществления белок паучьего шелка выбран из группы, состоящей из шелка для обматывания жертвы (шелк прыщевидной железы), шелка защитного мешка яиц (шелк цилиндрической железы), шелка защитной капсулы яиц (шелк трубчатой железы), нелипкого шелка каркасной нити (шелк ампульной железы), шелка прикрепительной нити (шелк грушевидной железы), центральных волокон склеивающего шелка (шелк жгутиковидной железы) и внешних волокон склеивающего шелка (шелк железы склеивающего шелка).

На **Фиг. 1** представлена блок-схема, иллюстрирующая различные варианты осуществления получения белковых фрагментов на основе

чистого фиброина шелка (SPF) настоящего изобретения. Следует понимать, что не все проиллюстрированные стадии обязательно необходимы для получения всех растворов шелка согласно настоящему изобретению. Как проиллюстрировано на **фиг. 1, стадия А**, коконы (термически обработанные или не обработанные термически), волокна шелка, порошок шелка или паучий шелк можно использовать в качестве источника шелка. Если исходят из сырых шелковых коконов от *Bombyx mori*, коконы могут быть нарезаны на мелкие куски, например куски приблизительно одинакового размера, **стадия В1**. Затем шелк-сырец экстрагируют и промывают, чтобы удалить серицин, **стадия С1а**. Это приводит к по существу не содержащему серицина шелку-сырцу. В одном варианте осуществления воду нагревают до температуры от 84°C до 100°C (в идеале, до кипения), а затем прибавляют  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (карбонат натрия) к кипящей воде до полного растворения  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Шелк-сырец прибавляют к кипящей воде/ $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (100°C) и погружают его в нее приблизительно на 15-90 минут, где кипячение в течение более длительного времени приводит к меньшим фрагментам белка шелка. В одном варианте осуществления объем воды равен примерно 0,4 × масса шелка-сырца, а количество  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  равно примерно 0,848 × масса шелка-сырца. В одном варианте осуществления объем воды равен 0,4 × масса шелка-сырца, а количество  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  поддерживают равным 2,12 г/л. Это проиллюстрировано на **фиг. 38А** и **фиг. 38В**, где масса шелка (ось x) варьировалась в том же объеме экстрагирующего раствора (то есть, при том же объеме воды и концентрации  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) с достижением удаления серицина (серицин по существу не содержится), что демонстрируется суммарной потерей массы шелка от 26 до 31 процентов (ось y). Впоследствии водный раствор растворенного  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  отделяют и избыточную воду/ $\text{Na}_2\text{CO}_3$  удаляют из волокон фиброина шелка (например, отжимают фиброиновый экстракт вручную, посредством цикла вращения, используя машину, и так далее). Полученный в результате экстракт фиброина шелка промывают теплой вплоть до горячей водой, чтобы удалить любой остаточный адсорбированный серицин или загрязнитель, обычно при температуре в диапазоне от приблизительно 40°C до приблизительно 80°C, заменяя объем воды по меньшей мере один раз (повторяют столько раз, сколько необходимо). Полученный в результате экстракт фиброина шелка представляет собой существенно обедненный серицином фиброин шелка. В одном варианте осуществления полученный в результате экстракт фиброина шелка промывают водой

при температуре примерно 60°C. В одном варианте осуществления объем промывочной воды для каждого цикла равен от 0,1 л до 0,2 л × массу шелка-сырца. Предпочтительным может быть осуществление встряхивания, возвращения или циркуляции промывочной воды для максимального увеличения эффекта промывки. После промывки избыток воды удаляют из экстрагированных волокон фиброина шелка (например, отжимают экстракт фиброина вручную или используя машину). Альтернативно с целью экстракции серицина можно использовать способы, известные специалисту в данной области, такие как применение давления, температуры или других реагентов, либо их сочетания. Альтернативно шелкоотделительную железу (белок шелка на 100% свободный от серицина) можно удалять непосредственно из червя. Это давало бы жидкий белок шелка без какого-либо изменения структуры белка, не содержащего серицина.

Затем экстрагированным волокнам фиброина позволяют полностью высохнуть. На **фиг. 3** представлена фотография, показывающая сухой экстрагированный фиброин шелка. После высыхания экстрагированный фиброин шелка растворяют, используя растворитель, прибавленный к фиброину шелка при температуре в диапазоне от окружающей до температуры кипения, **стадия C1b**. В одном варианте осуществления растворитель представляет собой раствор бромида лития (LiBr) (температура кипения раствора LiBr составляет 140°C). Альтернативно волокна экстрагированного фиброина являются не высушенными, а влажными, и их помещают в растворитель; затем концентрацию растворителя можно варьировать для достижения концентраций, схожих с получаемым при прибавлении высушенного шелка к растворителю. Конечная концентрация содержащего LiBr растворителя может находиться в диапазоне от 0,1 М до 9,3 М. На **фиг. 39** представлена таблица, в которой сведены данные по молекулярным массам шелка, растворенного при различных концентрациях бромида лития (LiBr) и различных масштабах экстракции и растворения. Полного растворения экстрагированных волокон фиброина можно достичь варьированием времени и температуры обработки наряду с концентрацией растворяющего растворителя. Можно использовать другие растворители, включая следующие, но без ограничения ими: раствор фосфата, фосфорной кислоты, нитрата кальция, хлорида кальция или другие концентрированные водные растворы неорганических солей. Для обеспечения полного растворения волокна шелка следует полностью погружать в уже нагретый раствор растворителя, а затем



выдерживать при температуре в диапазоне от приблизительно 60°C до приблизительно 140°C в течение 1-168 часов. В одном варианте осуществления волокна шелка следует полностью погружать в раствор растворителя, а затем помещать в сушильную печь при температуре примерно 100°C на примерно 1 час.

Температура, при которой экстракт фиброина шелка прибавляют к раствору LiBr (или наоборот), влияет на время, требующееся для полного растворения фиброина, и на получаемые в результате молекулярную массу и полидисперсность раствора конечной смеси SPF. В одном варианте осуществления концентрация раствора растворителя шелка составляет менее, либо равна 20% масс./об. Кроме того, встряхивание в ходе введения или растворения можно использовать для содействию растворению при различных температурах и концентрациях. Температура раствора LiBr будет обеспечивать контроль получаемых молекулярной массы и полидисперсности смеси белковых фрагментов шелка. В одном варианте осуществления более высокая температура будет приводить к более быстрому растворению шелка, предлагая повышенную масштабируемость способа и массовое производство раствора шелка. В одном варианте осуществления применение раствора LiBr, нагретого до температуры в диапазоне 80-140°C, уменьшает время, требуемое для пребывания в печи для достижения полного растворения. Варьирование времени и температуры растворяющего растворителя при или около 60°C будет обеспечивать изменение и контроль MW и полидисперсности растворов смесей SPF, получаемых из нативного фиброинового белка шелка с исходной молекулярной массой.

Альтернативно целые коконы могут быть непосредственно помещены в растворитель, такой как LiBr, минуя экстракцию, **стадия В2**. Это требует последующей фильтрации частиц шелковичного червя от раствора шелка и растворителя и удаления серицина, используя способы, известные в области техники для разделения гидрофобных и гидрофильных белков, такие как разделение на колонке и/или колоночная хроматография, ионный обмен, химическое осаждение солью и/или изменением pH, и/или ферментация и фильтрация или экстракция, где все способы представляют собой общеизвестные примеры и без ограничения подходят в качестве стандартных способов разделения белка, **стадия С2**. Не подвергнутые термической обработке коконы с удаленным шелковичным червем, альтернативно, могут быть помещены

в растворитель, такой как LiBr, минуя экстракцию. Вышеописанные способы можно использовать для отделения серицина с тем преимуществом, что не подвергнутые термической обработке коконы будут содержать значительно меньше остатков червя.

Для удаления растворяющего растворителя из полученного в результате раствора растворенных фрагментов фибринового белка можно использовать диализ раствора против объема воды, **стадия E1**. Предварительная фильтрация перед диализом помогает удалить любые остатки (то есть, останки шелковичного червя) из раствора шелка и LiBr, **стадия D**. В одном примере, используют фильтр 3 мкм или 5 мкм со скоростью потока 200–300 мл/мин, чтобы отфильтровать от 0,1% до 1,0% раствора шелка и LiBr перед диализом, и, если желательно, концентрирование. Раскрытый здесь способ, как описано выше, предполагает использование времени и/или температуры для уменьшения концентрации от 9,3 М LiBr до диапазона от 0,1 М до 9,3 М для облегчения фильтрации и последующего диализа, в частности, когда предполагается создание масштабируемого способа обработки. Альтернативно, не используя дополнительное время или температуру, раствор 9,3М LiBr и фрагментов белка шелка может быть разбавлен водой для облегчения фильтрации остатков и диализа. Результатом растворения при желаемых времени и температуре фильтрации является полупрозрачный, не содержащий частиц, стойкий при хранении при комнатной температуре раствор фрагментов белка шелка и LiBr с известными MW и полидисперсностью. Предпочтительно регулярно менять диализную воду до тех пор, пока не будет удален растворитель (например, менять воду спустя 1 час, 4 часа, а затем каждые 12 часов при общем числе замен воды, равном 6). Общее число замен объема воды может варьироваться в зависимости от получаемой в результате концентрации растворителя, использованного для растворения и фрагментации белка шелка. После диализа конечный раствор белка шелка может быть дополнительно профильтрован для удаления любых остаточных остатков (то есть, останков шелковичного червя).

Альтернативно для удаления растворителя из полученного в результате раствора растворенного фибрина можно использовать тангенциальную фильтрацию потока (TFF), **стадия E2**, которая представляет собой быстрый и эффективный способ разделения и очистки биомолекул. TFF дает высокочистый водный раствор фрагментов белка шелка и обеспечивает масштабируемость способа

для получения больших объемов раствора контролируемым и воспроизводимым образом. Раствор шелка и LiBr можно разводить перед TFF (от 20% до 0,1% шелка либо в воде, либо в LiBr). Предварительная фильтрация, как описано выше, перед обработкой посредством TFF может поддерживать эффективность фильтра и потенциально позволяет избежать образования граничных слоев шелкового геля на поверхности фильтра в результате присутствия частиц остатков. Предварительная фильтрация перед TFF также помогает удалению любых остатков (то есть останков шелковичного червя) из раствора шелка и LiBr, которые могут вызывать самопроизвольное или длительное гелеобразование получаемого в результате содержащего только воду раствора, **стадия D**. TFF с рециркуляцией или с единственным проходом можно использовать для получения растворов воды и фрагментов белка шелка с концентрацией в диапазоне от 0,1% шелка до 30,0% шелка (предпочтительнее, 0,1%-6,0% шелка). TFF-мембраны с разными величинами отсечения могут требоваться в зависимости от желаемых концентрации, молекулярной массы и полидисперсности смеси фрагментов белка шелка в растворе. Мембраны со значением в диапазоне 1-100 кДа могут быть необходимы для растворов шелка с варьируемой молекулярной массой, получаемых, например, варьированием продолжительности времени кипения при экстракции или времени и температуры в растворяющем растворителе (например, LiBr). В одном варианте осуществления TFF-мембрану со значением 5 или 10 кДа используют для очистки раствора смеси фрагментов белка шелка и для получения конечного желаемого соотношения белок-вода. Также, TFF с единственным проходом, TFF и другие способы, известные в данной области, такие как применение испарителя с падающей пленкой, можно использовать для концентрирования раствора после удаления растворяющего растворителя (например, LiBr) (с получаемой в результате желаемой концентрацией шелка в диапазоне от 0,1% до 30%). Это можно использовать в качестве альтернативы стандартным способам концентрирования с использованием NFIP, известным в данной области, для получения раствора на водной основе. Мембрану с большим размером пор также можно было бы использовать для фильтрования малых фрагментов белка шелка и для получения раствора с шелком более высокой молекулярной массы с более узкими значениями полидисперсности или без них. На **фиг. 37** представлена таблица, в которой сведены данные по молекулярным

массам для некоторых вариантов осуществления растворов белка шелка согласно настоящему изобретению. Условия обработки растворов белка шелка представляли собой следующие: экстракция при 100°C в течение 20 мин, промывка при комнатной температуре, LiBr в печи при 60°C в течение 4-6 часов. На **фиг. 40-49** дополнительно продемонстрировано манипулирование временем экстракции, условиями растворения с применением LiBr и обработкой TFF и получаемые в результате примеры молекулярных масс и полидисперсностей. Данные примеры не подразумеваются в качестве ограничивающих, но скорее демонстрируют потенциал определяющих параметров для растворов фрагментов шелка с определенной молекулярной массой.

Анализ на определение LiBr и Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> осуществляли, используя систему HPLC, оборудованную испарительным детектором светорассеяния (ELSD). Расчет проводили линейной регрессией площадей получаемых пиков для анализируемого образца, отложенных на графике в зависимости от концентрации. Более одного образца ряда композиций настоящего изобретения использовали для приготовления образца и анализа. Обычно четыре образца разных композиций отвешивали непосредственно в мерную колбу на 10 мл.

Находили, что способ анализа, разработанный для количественного определения Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> и LiBr в композициях белка шелка, является линейным в диапазоне 10-165 мкг/мл, причем относительное стандартное отклонение (RSD) для точности впрыскивания составляет 2% и 1% для площади и 0,38% и 0,19% для времени удержания карбоната натрия и бромида лития, соответственно. Способ анализа можно использовать для количественного определения карбоната натрия и бромида лития в композициях белка шелка.

Конечный раствор фрагментов белка шелка, как показано на **фиг. 4**, представляет собой чистые фрагменты белка шелка и воду с уровнями остатков в виде частиц и/или технологических загрязнителей, включая LiBr и Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, от частей на миллион (ч.н.м.) до недектируемых. На **фиг. 34** и **фиг. 35** представлены таблицы, в которых сведены данные по концентрациям LiBr и Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> в растворах настоящего изобретения. Как показано на **фиг. 34**, условия обработки включали в себя экстракцию при 100°C в течение 60 мин, промывку при 60°C, обработку LiBr с температурой 100°C в печи при 100°C в течение 60 мин. Условия TFF, включающие в себя градиент давления и число объемов диафильтрации,

варьировались. Как показано на **фиг. 35**, условия обработки включали в себя кипячение при 100°C в течение 60 мин, промывку при 60°C, обработку LiBr в печи при 60°C в течение 4-6 часов. В одном варианте осуществления композиция SPF настоящего изобретения нерастворима в водном растворе из-за кристалличности белка. В одном варианте осуществления композиция SPF настоящего изобретения растворим в водном растворе. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают кристаллическую часть в количестве примерно две третьих и аморфную область в количестве примерно одна третья. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают кристаллическую часть в количестве примерно половина и аморфную область в количестве примерно половина. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 99% кристаллической части и 1% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 95% кристаллической части и 5% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 90% кристаллической части и 10% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 85% кристаллической части и 15% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 80% кристаллической части и 20% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 75% кристаллической части и 25% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 70% кристаллической части и 30% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 65% кристаллической части и 35% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 60% кристаллической части и 40% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 50% кристаллической части и 50% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 40% кристаллической части и 60% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 35% кристаллической части и 65% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF

композиции настоящего изобретения включают 30% кристаллической части и 70% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 25% кристаллической части и 75% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 20% кристаллической части и 80% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 15% кристаллической части и 85% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 10% кристаллической части и 90% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 5% кристаллической части и 95% аморфной области. В одном варианте осуществления фрагменты SPF композиции настоящего изобретения включают 1% кристаллической части и 99% аморфной области

Уникальным признаком композиций SPF настоящего изобретения является стабильность при хранении (они не будут медленно или самопроизвольно превращаться в гель при хранении в водном растворе и отсутствует агрегация фрагментов и, следовательно, увеличение молекулярной массы со временем) на протяжении от 10 суток до 3 лет в зависимости от условий хранения, процента шелка и числа транспортировок и условий транспортировки. Дополнительно, можно менять pH, чтобы увеличить время хранения, и/или вспомогательные условия при транспортировке, предотвращая преждевременное сворачивание и агрегацию шелка. В одном варианте осуществления композиция раствора SPF настоящего изобретения имеет стабильность при хранении вплоть до 2 недель при комнатной температуре (RT). В одном варианте осуществления композиция раствора SPF настоящего изобретения имеет стабильность при хранении вплоть до 4 недель при RT. В одном варианте осуществления композиция раствора SPF настоящего изобретения имеет стабильность при хранении вплоть до 6 недель при RT. В одном варианте осуществления композиция раствора SPF настоящего изобретения имеет стабильность при хранении вплоть до 8 недель при RT. В одном варианте осуществления композиция раствора SPF настоящего изобретения имеет стабильность при хранении вплоть до 10 недель при RT. В одном варианте осуществления композиция раствора SPF настоящего изобретения имеет стабильность при хранении вплоть до 12 недель при RT. В одном варианте осуществления композиция раствора SPF настоящего изобретения

имеет стабильность при хранении в диапазоне от приблизительно 4 недель до приблизительно 52 недель при RT. Ниже в **Таблице 1** показаны результаты испытания на стабильность при хранении для вариантов осуществления композиций SPF настоящего изобретения.

<b>Таблица 1.</b> Стабильность при хранении композиций SPF настоящего изобретения		
% Шелка	Температура	Время до превращения в гель
2	RT	4 недели
2	4C	>9 недель
4	RT	4 недели
4	4C	>9 недель
6	RT	2 недели
6	4C	>9 недель

Раствор фрагментов шелка и воды настоящего изобретения может быть стерилизован, следуя стандартным способам данной области, не ограниченным фильтрацией, воздействием нагрева, облучения или электронного луча. Предполагается, что смесь фрагментов белка шелка из-за более короткой длины белкового полимера в ней будет выдерживать стерилизацию лучше, чем растворы интактного белка шелка, описанные в данной области. Кроме того, шелковые изделия, созданные из описанных здесь смесей SPF, можно стерилизовать в соответствии с применением.

На **фиг. 2** представлена блок-схема, иллюстрирующая различные параметры, которые можно модифицировать в ходе осуществления способа получения раствора фрагментов белка шелка согласно настоящему изобретению на стадиях экстракции и растворения. Избранные параметры способа можно изменять, чтобы добиться определенных конечных характеристик раствора в зависимости от предполагаемого применения, например, молекулярной массы и полидисперсности. Следует понимать, что не все проиллюстрированные стадии обязательно необходимы для получения всех растворов шелка согласно настоящему изобретению.

В одном варианте осуществления способ получения раствора фрагментов белка шелка согласно настоящему изобретению включает формирование кусков шелковых коконов из шелковичного червя *Bombyx mori*; экстракцию кусков при примерно 100°C в растворе воды и Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> в течение примерно 60 минут, где объем воды равен примерно 0,4 × масса шелка-сырца, а количество Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> равно примерно 0,848 × масса кусков, чтобы сформировать экстракт фиброина шелка; трехкратную промывку экстракта фиброина шелка

при примерно 60°C в течение примерно 20 минут на промывку в объеме промывочной воды, где количество промывочной воды для каждого цикла равно примерно 0,2 л × масса кусков; удаление избытка воды из экстракта фиброина шелка; сушку экстракта фиброина шелка; растворение сухого экстракта фиброина шелка в растворе LiBr, где раствор LiBr сначала нагревают до приблизительно 100°C, чтобы получить раствор шелка и LiBr, и выдерживают в этих условиях; помещение раствора шелка и LiBr в сушильную печь при примерно 100°C на примерно 60 минут, чтобы добиться полного растворения и дополнительной фрагментации нативной структуры белка шелка в смесь с желаемыми молекулярной массой и полидисперсностью; фильтрацию раствора для удаления любых остаточных остатков шелковичного червя; разведение раствора водой с получением в результате 1% раствора шелка; и удаление растворителя из раствора, используя тангенциальную фильтрацию потока (TFF). В одном варианте осуществления мембрану 10 кДа используют для очистки раствора шелка и получения конечного желаемого соотношения шелка к воде. Затем можно использовать TFF, чтобы дополнительно сконцентрировать раствор чистого шелка до концентрации 2% шелка в воде.

Каждая стадия способа от сырых коконов до диализа является масштабируемой для повышения эффективности производства. В настоящее время целые коконы приобретают в качестве сырьевого материала, но также использовались предварительно очищенные коконы или не подвергнутые термической обработке коконы, где удаление червя дает минимальный остаток. Резка и очистка коконов представляет собой ручной процесс, однако в целях масштабирования данный процесс можно было бы сделать менее трудоемким, используя, например, автоматизированную машину в сочетании со сжатым воздухом для удаления червя и любых твердых частиц, либо используя режущую мельницу для резки коконов на более мелкие куски. Стадию экстракции, выполняемую в настоящее время малыми партиями, можно было бы осуществлять в более крупном сосуде, например, в промышленной промывочной машине, где температуры можно поддерживать при или в диапазоне от 60°C до 100°C. Стадию промывки также можно было бы осуществлять в промышленной промывочной машине, устраняющей циклы ручной промывки. Растворение шелка в растворе LiBr могло бы происходить в сосуде, отличном от конвекционной печи, например, в корпусном реакторе с перемешиванием. Диализ шелка в серии обменов воды



является ручным и времязатратным процессом, который можно было бы ускорить путем изменения определенных параметров, например, разводя раствор шелка перед диализом. Процесс диализа можно было бы масштабировать в целях производства путем использования полуавтоматического оборудования, например, системы тангенциальной фильтрации потока.

Варьирование параметров экстракции (то есть, времени и температуры), LiBr (то есть, температуры раствора LiBr при прибавлении к экстракту фибрина шелка или наоборот) и растворения (то есть, времени и температуры) приводит к растворам растворителя и шелка с разными вязкостями, гомогенностью и окраской (смотри **фиг. 5-32**). Повышение температуры экстракции, удлинение времени экстракции, использование раствора LiBr более высокой температуры при всплывании и во время растворения шелка и увеличение времени воздействия температуры (например, в печи, как показано здесь, либо при воздействии альтернативного источника тепла), все это приводило к менее вязким и более гомогенным растворам растворителя и шелка. Хотя почти все параметры приводили к пригодному раствору шелка, способы, которые обеспечивают возможность достижения полного растворения за менее чем 4-6 часов, являются предпочтительными для масштабируемости процесса.

На **фиг. 5-10** представлены фотографии для четырех протестированных разных сочетаний экстракции шелка: 90°C в течение 30 мин, 90°C в течение 60 мин, 100°C в течение 30 мин и 100°C в течение 60 мин. Если вкратце, то получали раствор 9,3 М LiBr и давали ему постоять при комнатной температуре в течение по меньшей мере 30 минут. Раствор LiBr в количестве 5 мл прибавляли к 1,25 г шелка и помещали в печь при 60°C. Образцы из каждой группы отбирали в точках 4, 6, 8, 12, 24, 168 и 192 часов. Оставшийся образец фотографировали.

На **фиг. 11-23** представлены фотографии для четырех протестированных разных сочетаний экстракции шелка: 90°C в течение 30 мин, 90°C в течение 60 мин, 100°C в течение 30 мин и 100°C в течение 60 мин. Если вкратце, то раствор 9,3 М LiBr нагревали до одной из четырех температур: 60°C, 80°C, 100°C или до кипения. Горячий раствор LiBr в количестве 5 мл прибавляли к 1,25 г шелка и помещали в печь при 60°C. Образцы из каждой группы отбирали в точках 1, 4 и 6 часов. Оставшийся образец фотографировали.

На **фиг. 24–32** представлены фотографии для четырех протестированных разных сочетаний экстракции шелка: использовали четыре разных сочетания экстракции шелка: 90°C в течение 30 мин, 90°C в течение 60 мин, 100°C в течение 30 мин и 100°C в течение 60 мин. Если вкратце, то раствор 9,3 М LiBr нагревали до одной из четырех температур: 60°C, 80°C, 100°C или до кипения. Горячий раствор LiBr в количестве 5 мл прибавляли к 1,25 г шелка и помещали в печь с той же температурой, что и раствор LiBr. Образцы из каждой группы отбирали в точках 1, 4 и 6 часов. К 7,5 мл 9,3 М LiBr прибавляли 1 мл каждого образца и замораживали для тестирования вязкости. Оставшийся образец фотографировали.

Молекулярную массу фрагментов белка шелка можно регулировать, основываясь на особых параметрах, используемых в ходе стадии экстракции, включая время и температуру экстракции; особых параметрах, используемых в ходе стадии растворения, включая температуру LiBr во время погружения шелка в бромид лития и время, в течение которого раствор выдерживают при особых температурах; и особых параметрах, используемых в ходе стадии фильтрации. Регулируя параметры процесса, используя раскрытые способы, возможно получение растворов смесей SPF с полидисперсностью, равной или меньшей 2,5, при разных молекулярных массах в диапазоне от 5 кДа до 200 кДа, предпочтительнее от 10 кДа до 80 кДа. Изменяя параметры процесса для получения растворов шелка с разными молекулярными массами, целенаправленно может быть получен с учетом желаемых функциональных требований диапазон конечных продуктов в виде смеси фрагментов с желаемой полидисперсностью, равной или меньшей 2,5. Кроме того, можно получить растворы смесей SPF с полидисперсностью более 2,5. Более того, можно смешивать два раствора с разными средними молекулярными массами и полидисперсностями, чтобы получить комбинированные растворы. Альтернативно жидкую шелкоотделительную железу (на 100% свободный от серицина белок шелка), которая была непосредственно удалена из червя, можно было бы использовать в сочетании с любым из растворов смесей SPF настоящего изобретения. Молекулярную массу композиции белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка определяли, используя жидкостную хроматографию высокого давления (HPLC) с детектором показателя преломления (RID). Полидисперсность рассчитывали, используя программное обеспечение Cirrus GPC Online GPC/SEC, версия 3.3 (Agilent).

В ходе переработки сырых шелковых коконов в раствор шелка варьировали параметры. Варьирование данных параметров влияет на MW получаемого в результате раствора шелка. Регулируемые параметры включали в себя: (i) время и температуру экстракции, (ii) температуру LiBr, (iii) температуру печи для растворения и (iv) время растворения. Молекулярные массы определяли масс-спектрометрией, как показано на **фиг. 40-54**.

Проводили эксперименты для определения эффекта варьирования времени экстракции. На **фиг. 40-46** представлены графики, иллюстрирующие данные результаты, а в **Таблицах 2-8** сведены результаты. Ниже приведены краткие выводы:

-время экстракции серицина, равное 30 минутам, приводило к более высокой MW, время экстракции серицина, равное 60 минутам

-MW уменьшается с увеличением времени пребывания в печи

-действие раствора LiBr и выдерживание в печи при 140°C приводили к тому, что нижний предел доверительного интервала составляет менее MW=9500 Да

-экстракция в течение 30 мин при отрезках времени в печи в 1 час и 4 часа оставляет непереваренный шелк

-экстракция в течение 30 мин при отрезке времени в печи в 1 час приводила к существенно высокой молекулярной массе, причем нижний предел доверительного интервала составлял 35000 Да

-диапазон MW, полученный для верхнего предела доверительного интервала составлял от 18000 до 216000 Да (важно для получения растворов с заданным верхним пределом)

**Таблица 2.** Влияние времени экстракции (30 мин против 60 мин) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, температуры раствора бромида лития (LiBr) 100°C и растворения в печи при 100°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Время кипячения	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
30	1	57247	12780	35093	93387	1,63
60	1	31520	1387	11633	85407	2,71
30	4	40973	2632	14268	117658	2,87
60	4	25082	1248	10520	59803	2,38
30	6	25604	1405	10252	63943	2,50
60	6	20980	1262	10073	43695	2,08

**Таблица 3.** Влияние времени экстракции (30 мин против 60 мин) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, действия кипящего раствора бромида лития (LiBr) 100°C и растворения в печи при 60°C в течение 4 ч.

Образец	Время кипячения	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
30 мин, 4 ч	30	49656	4580	17306	142478	2,87
60 мин, 4 ч	60	30042	1536	11183	80705	2,69

**Таблица 4.** Влияние времени экстракции (30 мин против 60 мин) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, температуры раствора бромида лития (LiBr) 60°C и растворения в печи при 60°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Образец	Время кипячения	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
30 мин, 1 ч	30	1	58436		22201	153809	2,63
60 мин, 1 ч	60	1	31700		11931	84224	2,66
30 мин, 4 ч	30	4	61956,5	13337	21463	178847	2,89
60 мин, 4 ч	60	4	25578,5	2446	9979	65564	2,56

**Таблица 5.** Влияние времени экстракции (30 мин против 60 мин) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, температуры раствора бромида лития (LiBr) 80°C и растворения в печи при 80°C в течение 6 ч.

Образец	Время кипячения	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
30 мин, 6 ч	30	63510		18693	215775	3,40
60 мин, 6 ч	60	25164	238	9637	65706	2,61

**Таблица 6.** Влияние времени экстракции (30 мин против 60 мин) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, температуры раствора бромида лития (LiBr) 80°C и растворения в печи при 60°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Образец	Время кипячения	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
30 мин, 4 ч	30	4	59202	14028	19073	183760	3,10
60 мин, 4 ч	60	4	26312,5	637	10266	67442	2,56
30 мин, 6 ч	30	6	46824		18076	121293	2,59

60 мин, 6 ч	60	6	26353		10168	68302	2,59
-------------	----	---	-------	--	-------	-------	------

**Таблица 7.** Влияние времени экстракции (30 мин против 60 мин) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, температуры раствора бромида лития (LiBr) 100°C и растворения в печи при 60°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Образец	Время кипячения	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
30 мин, 4 ч	30	4	47853		19758	115900	2,42
60 мин, 4 ч	60	4	25082	1248	10520	59804	2,38
30 мин, 6 ч	30	6	55421	8992	19153	160366	2,89
60 мин, 6 ч	60	6	20980	1262	10073	43694	2,08

**Таблица 8.** Влияние времени экстракции (30 мин против 60 мин) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, температуры раствора бромида лития (LiBr) 140°C и растворения в печи при 140°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Образец	Время кипячения	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
30 мин, 4 ч	30	4	9024.5	1102	4493	18127	2,00865
60 мин, 4 ч	60	4	15548		6954	34762	2,2358
30 мин, 6 ч	30	6	13021		5987	28319	2,1749
60 мин, 6 ч	60	6	10888		5364	22100	2,0298

Проводили эксперименты для определения эффекта варьирования температуры экстракции. На **фиг. 47** представлен график, иллюстрирующий данные результаты, а в **Таблице 9** сведены результаты. Ниже приведены краткие выводы:

-экстракция серицина при 90°C приводила к более высокой MW, чем экстракция серицина при 100°C

-как 90°C, так и 100°C демонстрируют уменьшение MW с увеличением времени пребывания в печи

**Таблица 9.** Влияние температуры экстракции (90°C против 100°C) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях воздействия температуры экстракции в течение 60 мин, температуры бромида лития (LiBr) 100°C и растворения в печи при 100°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Образец	Время кипячения	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
90°C, 4 ч	60	4	37308	4204	13368	104119	2,79

100°C, 4 ч	60	4	25082	1248	10520	59804	2,38
90°C, 6 ч	60	6	34224	1135	12717	92100	2,69
100°C, 6 ч	60	6	20980	1262	10073	43694	2,08

Проводили эксперименты для определения эффекта варьирования температуры раствора бромида лития (LiBr), добавляемого к шелку. На **фиг. 48-49** представлены графики, иллюстрирующий данные результаты, а в **Таблицах 10-11** сведены результаты. Ниже приведены краткие выводы:

-отсутствие влияния на MW или доверительный интервал (все значения доверительного интервала (CI) ~10500-6500 Да)

-исследования иллюстрировали, что при добавлении и начале растворения LiBr температура растворения шелка в LiBr быстро падает ниже исходного значения температуры LiBr из-за того, что основная масса приходится на шелк при комнатной температуре

**Таблица 10.** Влияние температуры бромида лития (LiBr) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях воздействия температуры экстракции в течение 60 мин, температуры экстракции 100°C и растворения в печи при 60°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Образец	Темп. LiBr (°C)	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
60°C LiBr, 1 ч	60	1	31700		11931	84223	2,66
100°C LiBr, 1 ч	100	1	27907	200	10735	72552	2,60
RT LiBr, 4 ч	RT	4	29217	1082	10789	79119	2,71
60°C LiBr, 4 ч	60	4	25578	2445	9978	65564	2,56
80°C LiBr, 4 ч	80	4	26312	637	10265	67441	2,56
100°C LiBr, 4 ч	100	4	27681	1729	11279	67931	2,45
Кипячение LiBr, 4 ч	Кипячение	4	30042	1535	11183	80704	2,69
RT LiBr, 6 ч	RT	6	26543	1893	10783	65332	2,46
80°C LiBr, 6 ч	80	6	26353		10167	68301	2,59
100°C LiBr, 6 ч	100	6	27150	916	11020	66889	2,46

**Таблица 11.** Влияние температуры бромида лития (LiBr) на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях воздействия температуры экстракции в течение 30 мин, температуры экстракции 100°C и растворения в печи при 60°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Образец	Темп. LiBr (°C)	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
60°C LiBr, 4 ч	60	4	61956	13336	21463	178847	2,89
80°C LiBr, 4 ч	80	4	59202	14027	19073	183760	3,10
100°C LiBr, 4 ч	100	4	47853		19757	115899	2,42
80°C LiBr, 6 ч	80	6	46824		18075	121292	2,59
100°C LiBr, 6 ч	100	6	55421	8991	19152	160366	2,89

Проводили эксперименты для определения эффекта варьирования температуры печи/растворения. На **фиг. 50-54** представлены графики, иллюстрирующий данные результаты, а в **Таблицах 12-16** сведены результаты. Ниже приведены краткие выводы:

-температура печи имеет меньшее влияние на шелк, экстрагированный в течение 60 мин, чем на шелк, экстрагированный в течение 30 мин. Не желая ограничиваться теорией, авторы полагают, что экстрагированный в течение 30 мин шелк в меньшей степени подвергается деградации при экстракции и, следовательно, температура печи оказывает большее влияние на имеющую более высокую MW, меньше подвергшуюся деградации часть шелка.

-для печи при 60°C в сравнении с печью при 140°C экстрагированный в течение 30 мин шелк показал весьма существенный эффект меньшей MW при более высокой температуре печи, тогда как экстрагированный в течение 60 мин шелк имел эффект, но значительно меньший

-печь при 140°C приводила к низкому пределу доверительного интервала при ~6000 Да

**Таблица 12.** Влияние температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 30 мин и температуры раствора бромида лития (LiBr) 100°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Время кипячения	Температура печи (°C)	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
30	60	4	47853		19758	115900	2,42
30	100	4	40973	2632	14268	117658	2,87
30	60	6	55421	8992	19153	160366	2,89
30	100	6	25604	1405	10252	63943	2,50

**Таблица 13.** Влияние температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 60 мин и температуры раствора бромида лития (LiBr) 100°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Время кипячения	Температура печи (°C)	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
60	60	1	27908	200	10735	72552	2,60
60	100	1	31520	1387	11633	85407	2,71
60	60	4	27681	1730	11279	72552	2,62
60	100	4	25082	1248	10520	59803	2,38
60	60	6	27150	916	11020	66889	2,46
60	100	6	20980	1262	10073	43695	2,08



**Таблица 14.** Влияние температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 60 мин и температуры раствора бромида лития (LiBr) 140°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Время кипячения	Температура печи (°C)	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
60	60	4	30042	1536	11183	80705	2,69
60	140	4	15548		7255	33322	2,14

**Таблица 15.** Влияние температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 30 мин и температуры раствора бромида лития (LiBr) 140°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Время кипячения	Температура печи (°C)	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
30	60	4	49656	4580	17306	142478	2,87
30	140	4	9025	1102	4493	18127	2,01
30	60	6	59383	11640	17641	199889	3,37
30	140	6	13021		5987	28319	2,17

**Таблица 16.** Влияние температуры печи/растворения на молекулярную массу шелка, переработанного в условиях температуры экстракции 100°C, времени экстракции 60 мин и температуры раствора бромида лития (LiBr) 80°C (время пребывания в печи/растворения варьировалось).

Время кипячения	Температура печи (°C)	Время пребывания в печи	Средняя Mw	Стандартное отклонение	Доверительный интервал		PD
60	60	4	26313	637	10266	67442	2,56
60	80	4	30308	4293	12279	74806	2,47
60	60	6	26353		10168	68302	2,59
60	80	6	25164	238	9637	65706	2,61

В одном варианте осуществления при получении шелкового геля используют кислоту для содействия гелеобразованию. В одном варианте осуществления при получении шелкового геля, который включает нейтральную или основную молекулу и/или терапевтический агент, кислота может быть прибавлена для содействия гелеобразованию. В одном варианте осуществления при получении

шелкового геля увеличение рН (придание гелю большей основности) повышает стабильность геля при хранении. В одном варианте осуществления при получении шелкового геля увеличение рН (придание гелю большей основности) обеспечивает возможность нагрузки геля более высоким количеством кислотной молекулы.

В одном варианте осуществления натуральные добавки можно добавлять к шелковому гелю для дополнительной стабилизации добавок. Например, можно использовать следовые элементы, такие как селен или магний или L-метионин. Более того, для дальнейшего повышения стабильности можно использовать блокирующее проникновение света контейнеры.

В одном варианте осуществления раскрытые здесь способы дают раствор с характеристиками, которые можно контролировать в ходе производства, включая следующие, но без ограничения ими: MW – можно варьировать, изменяя время и температуру экстракции и/или растворения (например, температуру LiBr), давление и фильтрацию (например, применяя эксклюзионная хроматографию); структура – удаление или расщепление тяжелой или легкой цепи белкового полимера фиброина; чистота – температура горячей промывочной вода для улучшенного удаления серицина или фильтрующая способность фильтра для улучшенного удаления материала в форме частиц, который отрицательно влияет на стабильность при хранении раствора смеси фрагментов белка шелка; цвет – цвет раствора можно контролировать, например, температурой и временем обработки раствором LiBr; вязкость; прозрачность и стабильность раствора. Получаемое в результате значение рН раствора обычно составляет примерно 7, и его можно изменять, используя кислоту или основание согласно требованиям хранения.

В одном варианте осуществления вышеописанные растворы смесей SPF можно использовать для нанесения покрытия по меньшей мере на часть ткани, которую можно использовать для создания текстиля. В одном варианте осуществления вышеописанные растворы смесей SPF можно свивать в пряжу, которую можно использовать в качестве ткани в текстиле.

На **фиг. 33** представлены две хроматограммы HPLC для образцов, содержащих витамин С. На хроматограмме показаны пики от (1) химически стабилизированного образца витамина С в окружающих условиях и (2) от образца витамина С, отобранного после выдерживания в течение 1 часа в окружающих условиях без химической стабилизации по предотвращению окисления, где видны

пики продуктов разложения. На **фиг. 36** представлена таблица, в которой сведены данные по стабильности витамина С в химически стабилизированных растворах.

В некоторых вариантах осуществления композиция настоящего изобретения может дополнительно включать в себя усилители проникновения через кожу, включая следующие, но без ограничения ими: сульфоксиды (такие как диметилсульфоксид), пирролидоны (такие как 2-пирролидон), спирты (такие как этанол или деканол), азоны (такие как лаурокапрам и 1-додецилазациклогептан-2-он), поверхностно-активные вещества (включая алкилкарбоксилаты и их соответствующие кислоты, такие как олеиновая кислота, фторалкилкарбоксилаты и их соответствующие кислоты, алкилсульфаты, сульфаты алкильных простых эфиров, докузаты, такие как диоктилнатрийсульфосукцинат, алкилбензолсульфонаты, фосфаты алкильных простых эфиров и фосфаты алкиларильных простых эфиров), гликоли (такие как пропиленгликоль), терпены (такие как лимонен, п-цимол, гераниол, фарнезол, эвгенол, ментол, терпинеол, карвеол, карвон, фенхог и вербенон) и диметилизосорбид.

Ниже представлены неограничивающие примеры подходящих диапазонов для различных параметров при получении и для получения растворов шелка согласно настоящему изобретению. Растворы шелка согласно настоящему изобретению могут включать в себя один или более, но не обязательно все, из данных параметров, и их можно получать, используя различные сочетания диапазонов таких параметров.

В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 30%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 25%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 20%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 19%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 18%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 17%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 16%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 15%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 14%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 13%. В одном варианте осуществления процент шелка в растворе составляет менее 12%. В









настоящего изобретения составляет от 10 суток до 6 месяцев. В одном варианте осуществления стабильность композиции настоящего изобретения составляет от 6 месяцев до 12 месяцев. В одном варианте осуществления стабильность композиции настоящего изобретения составляет от 12 месяцев до 18 месяцев. В одном варианте осуществления стабильность композиции настоящего изобретения составляет от 18 месяцев до 24 месяцев. В одном варианте осуществления стабильность композиции настоящего изобретения составляет от 24 месяцев до 30 месяцев. В одном варианте осуществления стабильность композиции настоящего изобретения составляет от 30 месяцев до 36 месяцев. В одном варианте осуществления стабильность композиции настоящего изобретения составляет от 36 месяцев до 48 месяцев. В одном варианте осуществления стабильность композиции настоящего изобретения составляет от 48 месяцев до 60 месяцев.

В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от 6 кДа до 16 кДа. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от 17 кДа до 38 кДа. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от 39 кДа до 80 кДа. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от 1 до 5 кДа. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от 5 до 10 кДа. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от 10 до 15 кДа. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения включает белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от















В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения, содержащая белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеет полидисперсность в диапазоне от приблизительно 1 до приблизительно 5,0. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения, содержащая белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеет полидисперсность в диапазоне от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения, содержащая белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеет полидисперсность в диапазоне от приблизительно 1 до приблизительно 1,5. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения, содержащая белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеет полидисперсность в диапазоне от приблизительно 1,5 до приблизительно 2,0. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения, содержащая белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеет полидисперсность в диапазоне от приблизительно 2,0 до приблизительно 2,5. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения, содержащая белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеет полидисперсность в диапазоне от приблизительно 2,0 до приблизительно 3,0. В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения, содержащая белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеет полидисперсность в диапазоне от приблизительно 2,5 до приблизительно 3,0.

В одном варианте осуществления композиция настоящего изобретения, содержащая белковые фрагменты на основе чистого фиброина шелка, имеет недетектируемые уровни остатков LiBr. В одном варианте осуществления количество остатков LiBr в композиции настоящего изобретения составляет от 10 ч.н.м. до 1000 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество остатков LiBr в композиции настоящего изобретения составляет от 10 ч.н.м. до 300 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество остатков LiBr в композиции настоящего изобретения составляет менее 25 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество остатков LiBr в композиции настоящего изобретения составляет менее 50 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество остатков LiBr в композиции настоящего изобретения составляет менее 75 ч.н.м. В одном варианте осуществления количество остатков LiBr в композиции настоящего изобретения составляет менее 100 ч.н.м. В









в органических растворах составляет от 60 до 100%. В одном варианте осуществления растворимость белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению в органических растворах составляет от 70 до 100%. В одном варианте осуществления растворимость белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению в органических растворах составляет от 80 до 100%. В одном варианте осуществления растворимость белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению в органических растворах составляет от 90 до 100%. В одном варианте осуществления фрагменты на основе фиброина шелка согласно настоящему изобретению нерастворимы в органических растворах.

В одном варианте осуществления температура экстракции в способе получения композиции настоящего изобретения составляет более 84°C. В одном варианте осуществления температура экстракции в способе получения композиции настоящего изобретения составляет менее 100°C. В одном варианте осуществления температура экстракции в способе получения композиции настоящего изобретения составляет от 84°C до 100°C. В одном варианте осуществления температура экстракции в способе получения композиции настоящего изобретения составляет от 84°C до 94°C. В одном варианте осуществления температура экстракции в способе получения композиции настоящего изобретения составляет от 94°C до 100°C.

Нижеследующие примеры приведены, чтобы предоставить специалистам обычной квалификации в данной области полное раскрытие и описание того, как реализовать и использовать описанные варианты осуществления, и не предназначены ограничивать объем того, что авторы изобретения рассматривают как свое изобретение, также они не предназначены отражать то, что приведенные ниже эксперименты представляют собой все, либо единственные осуществленные эксперименты. Были предприняты усилия по обеспечению точности в отношении использованных чисел (например, количеств, температуры и так далее), но следует принимать во внимание некоторые экспериментальные ошибки и отклонения. Если иное не указано, части представляют собой части по массе, молекулярная масса представляет собой средневзвешенную молекулярную массу, температура приведена в градусах Цельсия, а давление представляет собой атмосферное или находится вблизи атмосферного.

Раскрыт текстиль, поверхность которого по меньшей мере частично обработана водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, так что это приводит к шелковому покрытию на текстиле. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению доступно в распылительном баллоне, и потребитель может распылять его на любой текстиль. В одном варианте осуществления текстиль, содержащий шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, продают потребителю. В одном варианте осуществления текстиль согласно настоящему изобретению используют в конструировании одежды/одежды для активного спорта. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению размещено на подкладке одежды. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению размещено оболочке, подкладке или промежуточной подкладке одежды. В одном варианте осуществления одежда частично изготовлена из покрытого шелком текстиля согласно настоящему изобретению и частично изготовлена из не имеющего покрытия текстиля. В одном варианте осуществления одежда, частично изготовленная из покрытого шелком текстиля и частично изготовленная из не имеющего покрытия текстиля, сочетает в себе не имеющий покрытия инертный синтетический материал с покрытым шелком инертным синтетическим материалом. Примеры инертного синтетического материала включают следующие, но без ограничения ими: сложный полиэфир, полиамид, полиарамид, политетрафторэтилен, полиэтилен, полипропилен, полиуретан, силикон, смеси полиуретана и полиэтиленгликоля, сверхвысокомолекулярный полиэтилен, высокотехнологичный полиэтилен и их смеси. В одном варианте осуществления одежда, частично изготовленная из покрытого шелком текстиля и частично изготовленная из не имеющего покрытия текстиля, сочетает в себе эластомерный материал, по меньшей мере частично покрытый шелковым покрытием согласно настоящему изобретению. В одном варианте осуществления процентную долю шелка к эластомерному материалу можно варьировать для достижения желаемых свойств сопротивления усадке или сминанию.

В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению является видимым. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, размещенное на одежде, способствует контролю температуры кожи. В

одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, размещенное на одежде, способствует контролю отведения жидкости с кожи. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, размещенное на одежде, является мягким на ощупь при контакте с кожей, что уменьшает трение ткани о кожу. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению, размещенное на текстиле, имеет свойства, которые придают текстилю по меньшей мере одно из качеств: стойкость к сминанию, стойкость к усадке или пригодность к машинной стирке. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению является на 100% пригодным для машинной стирки и пригодным для сухой чистки. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению является на 100% водонепромокаемым. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению является стойким к сминанию. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению является стойким к усадке. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению имеет качества водонепромокаемости, воздухопроницаемости и эластичности, и обладает рядом других качеств, которые являются высокожелательными в случае одежды для активного спорта. В одном варианте осуществления покрытый шелком текстиль согласно настоящему изобретению, изготовленный из шелковой ткани настоящего изобретения, дополнительно включает волокна спандекс торговой марки LYCRA®.

В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой воздухопроницаемую ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой водоотталкивающую ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой стойкую к усадке ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе

чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой пригодную для машинной стирки ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, представляет собой стойкую к сминанию ткань. В одном варианте осуществления текстиль, по меньшей мере частично покрытый водным раствором белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению, обеспечивает кожу влагой и витаминами.

В одном варианте осуществления водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению применяют для нанесения покрытия на текстиль. В одном варианте осуществления концентрация шелка в растворе находится в диапазоне от приблизительно 0,1% до приблизительно 20,0%. В одном варианте осуществления концентрация шелка в растворе находится в диапазоне от приблизительно 0,1% до приблизительно 15,0%. В одном варианте осуществления концентрация шелка в растворе находится в диапазоне от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. В одном варианте осуществления концентрация шелка в растворе находится в диапазоне от приблизительно 1,0% до приблизительно 5,0%. В одном варианте осуществления водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению наносят непосредственно на ткань. Альтернативно, для нанесения покрытия на ткань можно использовать микросферы шелка и любые добавки. В одном варианте осуществления добавки можно прибавлять к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению перед нанесением покрытия (например, спирты) для дополнительного улучшения свойств материала. В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению может иметь рисунок для оптимизации свойств шелка на ткани. В одном варианте осуществления покрытие наносят на ткань под натяжением и/или без натяжения для варьирования проникновения в ткань.

В одном варианте осуществления шелковое покрытие согласно настоящему изобретению можно наносить на уровне пряжи с последующим созданием ткани после нанесения покрытия на пряжу. В одном варианте осуществления из водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению могут быть спрядены волокна для изготовления

шелковой ткани и/или смеси шелковой ткани с другими материалами, известными в швейной промышленности.

В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает погружение ткани в любой из водных растворов белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению. В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает распыление. В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает химическое осаждение из пара. В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает электрохимическое нанесение покрытия. В одном варианте осуществления способ нанесения шелкового покрытия на ткань включает нанесение покрытия ножевым устройством для распределения на ткани любого из водных растворов белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка согласно настоящему изобретению. Затем покрытая ткань может быть высушена на воздухе, высушена при нагреве/в потоке воздуха или сшита с поверхностью ткани. В одном варианте осуществления способ сушки включает отверждение с помощью добавок и/или в окружающих условиях.

#### ПРИМЕРЫ

##### Пример 1. Тангенциальная фильтрация потока (TFF) для удаления растворителя из растворов растворенного шелка

Ряд концентраций шелка, %, получали, используя тангенциальную фильтрацию потока (TFF). Во всех случаях в качестве исходного сырья использовали 1% раствор шелка. В качестве исходного объема использовали диапазон 750–18000 мл 1% раствора шелка. Раствор подвергают диафильтрации в TFF для удаления бромида лития. Когда уровень остаточного LiBr опускается ниже заданного значения, раствор подвергается ультрафильтрации для увеличения концентрации путем удаления воды. Примеры смотри ниже.

**Раствор 7,30% шелка:** Раствор 7,30% шелка получали, начиная с экстракции в течение 30 минут порций шелковых коконов, каждая из которых содержала 100 г коконов. Затем экстрагированные волокна шелка растворяли, используя 9,3M раствор LiBr с температурой 100°C в печи с температурой 100°C в течение 1 часа. Волокна шелка в количестве 100 г на одну порцию растворяли для получения 20% шелка в растворе LiBr. Затем шелк, растворенный в растворе LiBr, разводили до концентрации 1% шелка и фильтровали

через фильтр с размером пор 5 мкм, чтобы удалить крупные остатки. Профильтрованный 1% раствор шелка в количестве 15500 мл использовали в качестве исходного объема/объема диафильтрации для TFF. После удаления LiBr раствор подвергали ультрафильтрации до объема около 1300 мл. Затем отделяли 1262 мл 7,30% раствора шелка. К подаваемому материалу прибавляли воду для содействия удалению остаточного раствора и затем отделяли 547 мл 3,91% раствора шелка.

**Раствор 6,44% шелка:** Раствор 6,44% шелка получали, начиная с экстракции в течение 60 минут порций шелковых коконов, используя смесь 25, 33, 50, 75 и 100 г шелковых коконов на порцию. Затем экстрагированные волокна шелка растворяли, используя 9,3M раствор LiBr с температурой 100°C в печи с температурой 100°C в течение 1 часа. Волокна шелка из порций массаами 35, 42, 50 и 71 г растворяли для получения 20% шелка в растворе LiBr и объединяли. Затем шелк, растворенный в растворе LiBr, разводили до концентрации 1% шелка и фильтровали через фильтр с размером пор 5 мкм, чтобы удалить крупные остатки. Профильтрованный 1% раствор шелка в количестве 17000 мл использовали в качестве исходного объема/объема диафильтрации для TFF. После удаления LiBr раствор подвергали ультрафильтрации до объема около 3000 мл. Затем отделяли 1490 мл 6,44% раствора шелка. К подаваемому материалу прибавляли воду для содействия удалению остаточного раствора и затем отделяли 1454 мл 4,88% раствора шелка.

**Раствор 2,70% шелка:** Раствор 2,70% шелка получали, начиная с экстракции в течение 60 минут порций шелковых коконов, каждая из которых содержала 25 г коконов. Затем экстрагированные волокна шелка растворяли, используя 9,3M раствор LiBr с температурой 100°C в печи с температурой 100°C в течение 1 часа. Волокна шелка в количестве 35,48 г на одну порцию растворяли для получения 20% шелка в растворе LiBr. Затем шелк, растворенный в растворе LiBr, разводили до концентрации 1% шелка и фильтровали через фильтр с размером пор 5 мкм, чтобы удалить крупные остатки. Профильтрованный 1% раствор шелка в количестве 1000 мл использовали в качестве исходного объема/объема диафильтрации для TFF. После удаления LiBr раствор подвергали ультрафильтрации до объема около 300 мл. Затем отделяли 312 мл 2,7% раствора шелка.

Пример 2. Получение шелковых гелей



**Таблица 17.** Образцы гелей – Композиции шелковых гелей, включая добавки, концентрация шелк и добавок, условия гелеобразования и времена гелеобразования.

Наименование образца	мл 2% раствора шелка	Масса витамина С (г)	Соотношение шелк: витамин С	Добавка	Количество добавки	Температура / Обработка	Сутки до образования геля
1	10	0,04	5:01	Нет	Нет	RT	8
2	10	0,08	2,5:1	Нет	Нет	RT	8
3	10	0,2	1:01	Нет	Нет	RT	8
4	10	0,4	1:02	Нет	Нет	RT	14
5	10	0,8	1:04	Нет	Нет	RT	Нет
6	10	0,04	5:01	Нет	Нет	Холодильник	~39
7	10	0,08	2,5:1	Нет	Нет	Холодильник	~39
8	10	0,2	1:01	Нет	Нет	Холодильник	~39
9	10	0,4	1:02	Нет	Нет	Холодильник	Нет
10	10	0,8	1:04	Нет	Нет	Холодильник	Нет
11	10	0,2	1:01	Нет	Нет	RT/Интенсивное встряхивание	8
О-1	10	0,04	5:01	Нет	Нет	37°C, печь	3
О-2	10	0,04	5:01	Нет	Нет	50°C, печь	2
О-3	10	0,2	1:01	Нет	Нет	37°C, печь	4
О-4	10	0,2	1:01	Нет	Нет	50°C, печь	3
М	40	0,16	5:01	Нет	Нет	RT	5
Д	40	0,16	5:01	Нет	Нет	RT	5
Е1	10	0,04	5:01	Вит. Е	1 капля	RT	7
Е2	10	0,04	5:01	Вит. Е	3 капли	RT	7
Е3	10	0	Нет	Вит. Е	1 капля	RT	Нет
Е4	10	0	Нет	Вит. Е	3 капли	RT	Нет
Л1	10	0,04	5:01	Лемон	300 мкл	RT	6
Л2	10	0,04	5:01	Сок лимона	300 мкл	RT	6
Л3	10	0,04	5:01	Сок лимона	1000 мкл	RT	5
Л4	10	0	Нет	Лемон	300 мкл	RT	6
Л5	10	0	Нет	Сок лимона	300 мкл	RT	7
Банка 1	20	0,08	5:01	Сок лимона	2000 мкл	RT	5-7

Банка 2	5	0,02	5:01	Лемонграссовое масло	1 капля	RT	2-3
R-1	10	0,04	5:01	Розмариновое масло	1 капля	RT	7
T-1	10	0,04	5:01	Нет	Нет	RT/туба	7
RO-1	10	0,04	5:01	Розовое масло	1 капля	RT	6
RO-2	10	Нет	Нет	Розовое масло	1 капля	RT	Нет

#### **Соотношение количеств шелка к витамину С**

Образцы 1-10 использовали для исследования влияния соотношения количеств шелка к витамину С на гелеобразование сыворотки. Образцы 1-3 с меньшим количеством витамина С превращались в гель быстрее, чем образцы 4 и 5. Все другие условия поддерживали неизменными. Образцы 6-8 с меньшим содержанием витамина С превращались в гель быстрее, чем образцы 9 и 10. Все другие условия поддерживали неизменными. Делается вывод, что уменьшение соотношения количеств шелка к витамину С (увеличение количества С) будет увеличивать время до образования геля. При соотношениях с малыми количествами витамина С, число суток до образования геля значительно не изменялось.

#### **Физическая стимуляция**

Образцы 3 и 11 использовали для исследования влияния физической стимуляции на гелеобразование сыворотки. Каждый образец получали в одних и тех же условиях. Образец 11 интенсивно встряхивали в течение примерно 3 минут после прибавления витамина С. За исключением этого обработка образцов 3 и 11 была такой же. Встряхивание приводило к образованию пузырьков, но значительно не изменяло время образования геля.

#### **Температурная обработка**

Образцы 1, 3, 6, 8, O-1, O-2, O-3 и O-4 использовали для исследования влияния температурной обработки на время гелеобразования сыворотки. Образцы 1, 6, O-1 и O-2 были идентичными, за исключением температурной обработки. Образцы 3, 8, O-3 и O-4 были идентичными, за исключением температурной обработки. Данные две группы различались соотношением количеств шелка к витамину С. Время до превращения сыворотки в гель непосредственно связано с температурной обработкой с более высокой температурой, приводящей к более быстрому превращению сыворотки в гель.

#### **Объем раствора**

Образцы 1, M и D использовали для исследования влияния

объема раствора на время превращения сыворотки в гель. Образцы М и D отличались от образца 1 только увеличенным объемом раствора. Образцы М и D превращались в течение 5 суток, тогда как образец 1 превращался в гель в течение 8 суток. Для образцов М и D определенно отмечали, что они превращались в гель в день гелеобразования, тогда как образец 1 превращался в гель на выходных.

#### **Добавки**

Образцы E1, E2, E3, E4, L1, L2, L3, L4, L5, банка 2, R1, R0-1 и R0-2 использовали для исследования влияния добавок на время гелеобразования сыворотки. Образцы E1-4 содержали витамин E. Лишь образцы E1 и E2 содержали витамин C и лишь данные два образца превращались в гель. Витамин E можно прибавлять к раствору для его превращения в гель, но, по-видимому, другая добавка может быть необходима для создания геля. Образцы L1-5 содержали разновидность сока лимона. Образцы L1 и L4 содержали сок непосредственно из лимона, тогда как образцы L2, L3 и L5 содержали сок лимона из пластмассового контейнера сока лимона. Образцы L4 и L5 не содержали витамина C, тогда как другие образцы содержали. Все образцы превращались в гель, демонстрируя, что сок лимона сам по себе может создавать гель. Количество сока лимона и тип сока лимона оказывали малое влияние на время гелеобразования. Образец банка 2 содержал лемонграссовое масло, которое образовывало подобное альбумину вещество при добавлении на начальном этапе. Данный образец также содержал витамин C, но время гелеобразования было значительно короче, чем в случае других образцов с витамином C. Образец R1 содержал розмариновое масло, которое, кажется, является растворимым, а также витамин C. Образец превращался в гель в течение временных рамок, схожих с другими образцами, содержащими только витамин C. Образцы R0-1 и R0-2 содержали розовое масло, тогда как лишь R0-1 содержал витамин C. Лишь R0-1 превращался в гель, демонстрируя, что розовое масло само по себе не будет быстро создавать гель. В обоих случаях розовое масло было несмешиваемым и наблюдалось в виде желтых пузырьков.

Водный раствор фрагментов на основе фиброина шелка и эфирные масла являются несмешивающимися жидкостями. В одном варианте осуществления, чтобы усилить аромат раствора фрагментов на основе фиброина шелка, не включая масла в раствор, раствор смешивают с эфирным маслом, используя магнитный мешальник.

Магнитный мешальник вращается с такой скоростью, что в смеси наблюдается некоторая турбулентность, приводящая, таким образом, к контакту между ароматизирующим эфирным маслом и молекулами в растворе, придавая аромат раствору. Перед заливкой продукта из раствора смешение может быть остановлено и маслу может быть позволено отделиться наверху раствора. Заливка из нижней фракции раствора в конечный продукт позволяет аромату остаться в конечном продукте без видимого эфирного масла.

Альтернативно раствор на основе фиброина шелка и эфирное масло можно объединять с дополнительными ингредиентами и/или эмульгатором или без них, чтобы создать композицию, содержащую оба ингредиента.

В одном варианте осуществления описанное выше получение смеси на основе раствора может уменьшать время гелеобразования, если раствор используют для создания композиции геля.

#### **Сосуд**

Образцы T1 и банка 1 использовали для исследования влияния сосуда для заливки на время гелеобразования сыворотки. Образец банка 1 заливали в стеклянную банку, тогда как T1 заливали в алюминиевую трубу. Оба образца превращались в гель и не влияли на время гелеобразования.

#### **Краткие выводы**

Все обработки раствора шелка для гелевого раствора проводили в конической трубке при комнатной температуре, если не указано иное. Соотношение количеств шелка к витамину С действительно влияло на способность раствора превращаться в гель, поскольку при соотношениях выше 1:2 не происходило превращение в гель, а при соотношении 1:2 требовалось в два раза больше времени, чем при других меньших соотношениях (5:1, 2.5:1, 1:1). Температура влияла на время гелеобразования, причем более высокие температуры приводили к меньшим временам превращения в гель. В случае обработки при 50°C превращение в гель происходило в течение 2 суток, в случае обработки при 37°C превращение в гель происходило в течение 3 суток, в случае обработки при комнатной температуре превращение в гель происходило в течение 5-8 суток, а при хранении в холодильнике для превращения в гель требовалось по меньшей мере 39 суток. Влияние добавок на гелеобразование зависело от добавки. Витамин Е, розмариновое масло и розовое масло, все, не оказывали влияния на гелеобразование. Каждая из данных добавок не предотвращала гелеобразование или не влияла на

время до превращения в гель. Каждая также требовала присутствия витамина С для превращения в гель. Сок лимона из свежего лимона, предварительно выжатый сок лимона из пластмассового контейнера для сока лимона и лемонграссовое масло действительно влияли на гелеобразование. Не желая ограничиваться теорией, авторы полагают, что меньшее значение рН, являющееся результатом данных добавок, является причиной того, что данные добавки влияют на уменьшение времени гелеобразования. Оба типа сока лимона были способны вызывать превращение в гель в отсутствие витамина С. Оно происходило за то же самое число суток, что и в случае витамина С. Лемонграссовое масло было способно уменьшать число суток до превращения в гель до 2-3 суток. Все добавки, за исключением лемонграссового масла и розового масла, оказывались растворимыми. Розовое масло оставалось в желтых пузырьках, тогда как лемонграссовое масло было частично растворимо и образовывало подобный альбумину комок. В одном варианте осуществления масла, которые не полностью растворимы, могут быть все же суспендированы в геле в качестве добавки. Физическая стимуляция встряхиванием, сосуд, в который заливали раствор, и объем раствора не влияли на время гелеобразования.

<b>Таблица 18.</b> Концентрация витамина С в различных гелевых композициях,			
<b>Информация об образце</b>	<b>Масса образца</b>	<b>Концентрация витамина С (мг/г)</b>	
	<b>(мг)</b>	<b>В образце</b>	<b>Среднее</b>
Розмариновое масло (хранение при комнатной температуре)	685,7	3,2511	3,2657
		3,2804	
	638	3,3336	3,3334
		3,3332	
Лемонграссовое масло (хранение при комнатной температуре)	646	2,8672	2,877
		2,8868	
	645,5	2,9051	2,9051
		2,9052	
Розмариновое масло (комнатная температура; хранение с укрытием фольгой)	645,2	3,9063	3,9147
		3,923	
	649	3,9443	3,9374
		3,9305	
Лемонграссовое масло (комнатная температура; хранение с укрытием фольгой)	630,1	3,8253	3,8274
		3,8295	
	660,4	3,8283	3,8253
		3,8222	

Розмариновое масло (холодильник, хранение с укрытием фольгой)	672,4	5,1616	5,1484
		5,1352	
	616,5	5,1984	5,201
		5,2036	
Лемонграссовое масло (холодильник, хранение с укрытием фольгой)	640,5	5,1871	5,1824
		5,1776	
	627,7	5,2098	5,2126
		5,2154	

### Пример 3. Получение шелковых гелей

Дополнительные гели можно получить согласно Таблице 19, Таблице 20, Таблице 21 и Таблице 22.

<b>Таблица 19. Лемонграссовый гель</b>	
% Шелка в растворе	2%
Количество витамина С	100 мг/15 мл раствора
Количество лемонграссового масла	20 мкл/15 мл раствора
<b>Таблица 20. Розмариновый гель</b>	
% Шелка в растворе	2%
Количество витамина С	100 мг/15 мл раствора
Количество розмаринового масла	20 мкл/15 мл раствора
<b>Таблица 21. Лемонграссовый гель (50 мл)</b>	
% Шелка в растворе (кипячение в течение 60 минут, 25 кДа)	2%
Количество витамина С (аскорбилгликозид)	12,82 мг/мл раствора (641 мг в сумме)
Количество лемонграссового масла	1,33 мкл/мл раствора
pH	4
<b>Таблица 22. Розмариновый гель (50 мл)</b>	
% Шелка в растворе (кипячение в течение 60 минут, 25 кДа)	2%
Количество витамина С (аскорбилгликозид)	12,82 мг/мл раствора (641 мг в сумме)
Количество розмаринового масла	0,8 мкл/мл раствора
pH	4

Гели настоящего изобретения могут быть получены с использованием растворов шелка с концентрациями от приблизительно 0,5% до приблизительно 8%. Гели настоящего изобретения могут быть получены с аскорбилгликозидом в концентрациях от приблизительно 0,67% до приблизительно 15% масс./об. Гели настоящего изобретения могут быть прозрачными/иметь белый цвет. Гели настоящего изобретения могут иметь консистенцию, которая легко распределяется и абсорбируется

кожей. Гели настоящего изобретения могут не оставлять визуально заметного остатка или не давать ощущение жирности после нанесения. Гели настоящего изобретения не коричневеют со временем.

Шелковые гели с эфирными маслами получали разведением раствора шелка согласно настоящему изобретению до 2%. Витамин С прибавляли к раствору и позволяли ему раствориться. Прибавляли эфирное масло, перемешивали и добивались растворения. Точный объем раствор помещали в банки.

Пример 4. Нанесение покрытия на ткани с помощью водных растворов шелка

Таблица 23. Характеристики раствора шелка					
	Молекулярная масса:	57 кДа			
	Полидисперсность:	1,6			
	% Шелка	5,0%	3,0%	1,0%	0,5%
Технологические параметры					
	Экстракция				
	Время кипячения:	30 минут			
	Температура кипячения:	100°C			
	Температура промывки:	60°C			
	Растворение				
	Температура раствора LiBr:	100°C			
	Температура печи:	100°C			
	Время пребывания в печи:	60 минут			

Таблица 24. Характеристики раствора шелка					
	Молекулярная масса:	25 кДа			
	Полидисперсность:	2,4			
	% Шелка	5,0%	3,0%	1,0%	0,5%
Технологические параметры					
	Экстракция				

	Время кипячения:	60 минут			
	Температура кипячения:	100°C			
	Температура промывки:	60°C			
	Растворение				
	Температура раствора LiBr:	100°C			
	Температура печи:	100°C			
	Время пребывания в печи:	60 минут			

### **Нанесение шелкового раствора и шелкового геля на образцы ткани и пряжи**

Три образца ткани диаметром 50 мм каждого из трех разных материалов ткани – хлопка, сложного полиэфира и нейлона/LYCRA® – помещали в пластмассовые контейнеры. Примерно 0,3 мл примерно 5,8% раствора фиброина шелка наносили, используя шприц на 1 мл и иглу 18 калибра, на два образца каждого материала и оставляли в покое на примерно 1 минуту. Затем, используя шприц на 1 мл и иглу 30 калибра, наносили примерно 0,3 мл денатурированного спирта (содержащего метанол и этанол) на один из покрытых шелком образцов каждого материала.

В дополнительном эксперименте шелковый гель с розмариновым эфирным маслом (вода, шелк, аскорбилгликозид, розмариновое эфирное масло) отбирали на кончике и наносили на половину длины 2 кусков пряжи из тенсела 400 мкм. Затем один образец смачивали примерно 0,3 мл спирта.

### **Испытание погружением в раствор шелка**

Образцы ткани из сложного полиэфира погружали в растворы фиброина шелка с разной концентрацией. Образцы помещали в инкубатор с потоком воздуха на фольге и позволяли им высохнуть при примерно 22,5°C в течение примерно 15,5 часов. Измеряли изменение массы до и после нанесения шелка.

<b>Таблица 25.</b> Образцы ткани из сложного полиэфира с шелковыми покрытиями настоящего изобретения				
Концентрация фиброина шелка (%)	Исходная масса (г)	Масса после нанесения покрытия (г)	Изменение (%)	Среднее изменение (%)
1	0,25	0,26	+4	-3%
	0,30	0,27	-10	
	0,24	0,24	0	
	0,22	0,21	-5	
3	0,30	0,36	+20	15%



	0,28	0,31	+11	
	0,29	0,33	+14	
	0,29	0,34	+15	
5	0,25	0,29	+16	16%
	0,28	0,33	+18	
	0,31	0,35	+13	
	0,27	0,31	+15	

### Испытание распылением раствора шелка

Испытание распылением проводили для подтверждения ощущения от соприкосновения с раствором фиброина шелка, распыленным на ткань из сложного полиэфира. Раствор фиброина шелка с концентрацией примерно 0,5% наносили на квадрат ткани из сложного полиэфира размером 4 дюйма на 4 дюйма (10,16 см на 10,16 см), используя пистолет-распылитель, с расстояния примерно 10 дюймов (25,4 см). Осуществляли три прохода слева направо и справа налево (всего шесть проходов). Образцы помещали в печь с температурой 50°C на алюминиевую фольгу над ванной с водой на примерно 1,5 часа. Способы нанесения повторяли для второго образца ткани из сложного полиэфира с распылительным нанесением примерно 5,8% раствора фиброина шелка. Не наблюдали изменений в ощущениях на ощупь при касании материала в случае образцов, на которые распыляли 0,5% или 5,8% растворы. Ощущаемое усиление гладкости материала наблюдали для образцов, на которые распыляли 0,5% и 5,8% растворы.

### Пример 5. Оптимизированные способы нанесения покрытия на ткань

Способы нанесения покрытия, описанные в Таблице 26, использовали для получения нескольких образцов ткани для испытания функциональных свойств, как подробнее описано ниже.

**Таблица 26.** Способы нанесения покрытия.

<p><b>1. Распыление</b></p> <p><u>1.1. Материал для нанесения покрытия</u></p> <p>1.1.1. Пробковая плита 24 дюйма × 36 дюймов (61 см × 91 см) Hobby Lobby артикул 132894</p> <p>1.1.2. Имеющая покрытие пробковая плита с интерлочной тканью из сложного полиэфира</p> <p>1.1.3. Пильные козлы для опоры</p> <p>1.1.4. Несколько зажимов для удерживания пробковой панели на пильных козлах</p> <p>1.1.5. Двойной фильтр для удаления остатка масла из компрессора и соль для удаления влаги</p>
--

- 1.1.6. Распылитель Iwata eclipse MP-CS
- 1.1.7. Компрессионная система Husky с баком 30,3 литра
- 1.1.8. Кнопка для удерживания ткани на пробковой панели Hobby Lobby артикул 523456
- 1.2. Материал для изготовления
  - 1.2.1 Ножницы
  - 1.2.2. Рулетка
  - 1.2.3. Весы AWS, модель Pnx-203
- 1.3. Материал для сушки
  - 1.3.1. Печь Wolf с температурой, установленной на 150°F, с поддержанием температуры при 71-78°C с помощью вентиляторной системы.
  - 1.3.2. Плоский противень
  - 1.3.3. Алюминиевая фольга
  - 1.3.4. Термометр SC 307T со щупом
- 1.4. Проведение процедуры
  - 1.4.1. Положить ткань, на которую необходимо нанести покрытие, поверх пробковой панели, покрытой тканью из сложного полиэфира
  - 1.4.2. Прикрепить ткань кнопкой к пробковой панели
  - 1.4.3. Установить на компрессор масляный фильтр и фильтр для защиты от влаги
  - 1.4.4. Установить давление подачи воздуха равным 55 фунт/кв. дюйм (3,79 бар)
  - 1.4.5. Загрузить раствор в распылительный пистолет
  - 1.4.6. Разместить распылительный пистолет на расстоянии приблизительно 10 дюймов (25,4 см) от плиты
  - 1.4.7. Отпустить спусковой механизм распылительного пистолета и распылить из стороны в стороны по 2 дюйма (5,1 см) на ткань, на которую необходимо нанести покрытие
  - 1.4.8. Удалить кнопку с пробковой панели и поместить ткань с нанесенным покрытием на алюминиевую фольгу
  - 1.4.9. Поместить имеющую покрытие ткань в печь на 30-60 мин 150°C

## **2. Трафарет/Распыление**

- 2.1. Материал для нанесения покрытия
  - 2.1.1. Пробковая плита 24 дюйма × 36 дюймов (61 см × 91 см) Hobby Lobby артикул 132894
  - 2.1.2. Имеющая покрытие пробковая плита с интерлочной тканью из сложного полиэфира
  - 2.1.3. Пильные козлы для опоры
  - 2.1.4. Несколько зажимов для удерживания пробковой панели на пильных козлах

- 2.1.5. Двойной фильтр для удаления остатка масла из компрессора и соль для удаления влаги
- 2.1.6. Распылитель Iwata eclipse MP-CS
- 2.1.7. Компрессионная система Husky с баком 30,3 литра
- 2.1.8. Кнопка для удерживания ткани на пробковой панели Hobby Lobby артикул 523456
- 2.1.9. Трафарет SKU#75244 Lincaine 12 дюймов × 24 дюйма × 0,020 дюйма (30,5 см × 61 см × 0,051 см)
- 2.2. Материал для изготовления
  - 2.2.1 Ножницы
  - 2.2.2. Рулетка
  - 2.2.3. Весы AWS, модель Pnx-203
- 2.3. Материал для сушки
  - 2.3.1. Печь Wolf с температурой, установленной на 150°F, с поддержанием температуры при 71–78°C с помощью вентиляторной системы.
  - 2.3.2. Плоский противень
  - 2.3.3. Алюминиевая фольга
  - 2.3.4. Термометр SC 307T со щупом
- 2.4. Проведение процедуры
  - 2.4.1. Положить ткань, на которую необходимо нанести покрытие, поверх пробковой панели, покрытой тканью из сложного полиэфира
  - 2.4.2. Положить трафарет поверх ткани
  - 2.4.3. Прикрепить трафарет кнопкой к пробковой панели
  - 2.4.4. Установить на компрессор масляный фильтр и фильтр для защиты от влаги
  - 2.4.5. Установить давление подачи воздуха равным 55 фунт/кв. дюйм (3,79 бар)
  - 2.4.6. Загрузить раствор в распылительный пистолет
  - 2.4.7. Разместить распылительный пистолет на расстоянии приблизительно 10 дюймов (25,4 см) от плиты
  - 2.4.8. Отпустить спусковой механизм распылительного пистолета и распылить из стороны в стороны по 2 дюйма (5,1 см) на ткань, на которую необходимо нанести покрытие
  - 2.4.9. Удалить кнопку с пробковой панели и поместить ткань с нанесенным покрытием на алюминиевую фольгу
  - 2.4.10. Поместить имеющую покрытие ткань в печь на 30–60 мин 150°C

### **3. Печать с помощью экрана**

#### 3.1. Материал для нанесения покрытия

- 3.1.1. Пробковая плита 24 дюйма × 36 дюймов (61 см × 91 см) Hobby

Lobby артикул 132894

3.1.2. Имеющая покрытие пробковая плита с интерлочной тканью из сложного полиэфира

3.1.3. Пильные козлы для опоры

3.1.4. Несколько зажимов для удерживания пробковой панели на пильных козлах

3.1.5. Рамка для печати с помощью экрана 12 дюймов × 18 дюймов (30,5 см × 45,7 см), артикул 4710, изготовленная Speed Ball

3.1.6. Кремниевый шпатель

### 3.2. Материал для изготовления

3.2.1 Ножницы

3.2.2. Рулетка

3.2.3. Весы AWS, модель Pnx-203

### 3.3. Материал для сушки

3.3.1. Печь Wolf с температурой, установленной на 150°F, с поддержанием температуры при 71-78°C с помощью вентиляторной системы.

3.3.2. Плоский противень

3.3.3. Алюминиевая фольга

3.3.4. Термометр SC 307T со щупом

### 3.4. Проведение процедуры

3.4.1. Положить ткань, на которую необходимо нанести покрытие, поверх пробковой панели, покрытой тканью из сложного полиэфира

3.4.2. Положить рамку для печати с помощью экрана поверх ткани

3.4.3. Загрузить раствор на одну грань рамки для печати с помощью экрана

3.4.4. С помощью кремниевого шпателя перемещать раствор по рамке для печати с помощью экрана до тех пор, пока на всю ткань, на которую необходимо нанести покрытие, не будет нанесено покрытие

3.4.5. Удалить рамку для печати с помощью экрана и поместить имеющую покрытие ткань на алюминиевую фольгу

3.4.6. Поместить имеющую покрытие ткань в печь на 30-60 мин 150°C

## **4. Ванна**

### 4.1. Материал для нанесения покрытия

4.1.1. Пробковая плита 24 дюйма × 36 дюймов (61 см × 91 см) Hobby Lobby артикул 132894

4.1.2. Имеющая покрытие пробковая плита с интерлочной тканью из сложного полиэфира

4.1.3. Пильные козлы для опоры

4.1.4. Несколько зажимов для удерживания пробковой панели на

пильных козлах

4.1.5. Малярная ванночка, артикул 170418, модель LOWES0-PK170418, Lowes Hardware

4.1.6. Машина для изготовления лапши, Imperia, модель 15-4590

4.2. Материал для изготовления

4.2.1 Ножницы

4.2.2. Рулетка

4.2.3. Весы AWS, модель Pnx-203

4.3. Материал для сушки

4.3.1. Печь Wolf с температурой, установленной на 150°F, с поддержанием температуры при 71-78°C с помощью вентиляторной системы.

4.3.2. Плоский противень

4.3.3. Алюминиевая фольга

4.3.4. Термометр SC 307T со щупом

4.4. Проведение процедуры

4.4.1. Загрузить раствор шелка в резервуар малярной ванночки

4.4.2. Поместить образец ткани, на который необходимо нанести покрытие, в раствор шелка до полного насыщения ткани

4.4.3. Пропустить насыщенную ткань между прижимными роликами (машина для изготовления лапши) для удаления любого избыточного раствора

4.4.4. Поместить ткань с нанесенным покрытием на алюминиевую фольгу

4.4.5. поместить имеющую покрытие ткань в печь на 30-60 мин 150°C

Продукты, полученные с применением раскрытых выше способов нанесения покрытия, испытывали для определения аккумулятивной способности (или индекса) однонаправленного транспорта и других свойств, используя предложенный Ассоциацией профессионалов в области текстиля, одежды и материалов (ААТСС) способ испытания 195-2012 для измерения, оценки и классификации свойств контролирования жидкой влаги текстильными тканями. Подробности способов испытания доступны от ААТСС, а краткое изложение способов и расчетов приведено здесь. Скорость абсорбции (ART) (верхняя поверхность) и (ARB) (нижняя поверхность) определяют как среднюю скорость абсорбции жидкой влаги для верхней и нижних поверхностей образца в ходе первоначального изменения содержания воды в ходе испытания. Аккумулятивную способность (R) однонаправленного транспорта определяют как разницу между площадью кривых содержания жидкой влаги верхней и нижней поверхностей образца относительно времени. Нижнюю поверхность

(В) определяют в целях испытаний как сторону образца, помещенную на нижний электрический датчик, которая представляет собой сторону ткани, которая представляла бы собой внешнюю открытую поверхность предмета одежды при его ношении, либо продукта при его использовании. Верхнюю поверхность (Т) определяют в целях испытаний как сторону образца, которая - когда образец помещен на нижний электрический датчик - обращена к верхнему датчику. Она представляет собой сторону ткани, которая контактировала бы с кожей при ношении предмета одежды или использовании продукта. Максимальный смоченный радиус (MWRT) и (MWRB) (мм) определяют как наибольший радиус круга, измеренный на верхней и нижней поверхностях. Контролирование влаги определяют - в случае испытания на контролирование жидкой влаги - как спроектированный или внутренне присущий транспорт водных жидкостей, таких как пот или вода (относится к комфорту), и включает как жидкую, так и паровую формы воды. Общую способность контролирования (жидкой) влаги (ОММС), индекс общей способности ткани осуществлять транспорт жидкой влаги, рассчитывают сложением трех измеренных атрибутов потребительских качеств: скорости абсорбции жидкой влаги на нижней поверхности (ARB), способности (R) однонаправленного транспорта жидкости и максимальной скорости распространения жидкой влаги на нижней поверхности ( $SS_B$ ). Скорость распространения ( $SS_1$ ) определяют как аккумулятивную скорость намокания поверхности из центра образца, где раствор для испытания наносят каплями до максимального смоченного радиуса. Суммарное содержание воды (U) (%) определяют как сумму процентного содержания воды верхней и нижней поверхностей. Время намокания (WTT) (верхняя поверхность) и (WTB) (нижняя поверхность) определяют как время в секундах, верхняя и нижняя поверхности образца начинают намокать после того, как начинают испытание.

Для осуществления испытания используют прибор для испытания на контролирование влаги (ММТ). Аккумулятивную способность (R) однонаправленного транспорта жидкости рассчитывают как  $[Площадь (U_B) - Площадь (U_T)] / \text{суммарное время испытания}$ . ОММС рассчитывают как  $ОММС = C_1 * AR_{B\_ndv} + C_2 * R_{ndv} + C_3 * SS_{B\_ndv}$ , где  $C_1$ ,  $C_2$  и  $C_3$  представляют собой весовые значения \* для  $AR_{B\_ndv}$ ,  $R_{ndv}$  и  $SS_{B\_ndv}$ ; ( $AR_B$ )=скорость абсорбции; (R)=способность однонаправленного транспорта, и ( $SS_B$ )=скорость распространения. Подробные расчеты данных параметров и других представляющих интерес параметров

представлены в предложенном ААТСС способе испытания 195-2012.

Описание использованных образцов дано в Таблице 27.

**Таблица 27.** Описание образцов.

<b>Идентификатор образца</b>	<b>Описание</b>
15051201	Без покрытия (сложный полиэфир)
15051301	Нанесенное распылением покрытие 1% раствора шелка на 15051201
15051302	Нанесенное распылением покрытие 0,1% раствора шелка на 15051201
15051303	Нанесенное распылением покрытие 0,05% раствора шелка на 15051201
15051304	Нанесенное распылением и с помощью трафарета покрытие 1% раствора шелка на 15051201
15051305	Нанесенное распылением и с помощью трафарета 0,1% раствора шелка на 15051201
15051306	Нанесенное распылением и с помощью трафарета 0,05% раствора шелка на 15051201
15051401	Нанесенное в ванне покрытие 1% раствора шелка на 15051201
15051402	Нанесенное в ванне покрытие 0,1% раствора шелка на 15051201
15051403	Нанесенное в ванне покрытие 0,05% раствора шелка на 15051201
15051404	Печать с помощью экрана PigePr°C на 15051201
15042001	С невпитывающей отделкой
15042002	С неполной отделкой перед окончательным формированием
15042003	С впитывающей отделкой
15042101	Нанесенное распылением покрытие 1% раствора шелка на невпитывающую отделку (15042001)
15042102	Нанесенное распылением покрытие 0,1% раствора шелка на невпитывающую отделку (15042001)
15061206	Нанесенное с помощью трафарета покрытие 1% раствора шелка на невпитывающую отделку (15042001)
15061207	Нанесенное в ванне покрытие 1% раствора шелка на невпитывающую отделку (15042001)
15061205	Нанесенное с помощью трафарета покрытие 0,1% раствора шелка на невпитывающую отделку (15042001)
15061209	Нанесенное в ванне покрытие 0,1% раствора шелка на невпитывающую отделку (15042001)
15061201	Нанесенное распылением покрытие 1% раствора шелка на неполную отделку перед окончательным формированием (15042002)

<b>15061203</b>	Нанесенное с помощью трафарета покрытие 1% раствора шелка на неполную отделку перед окончательным формированием (15042002)
<b>15061208</b>	Нанесенное в ванне покрытие 1% раствора шелка на неполную отделку перед окончательным формированием (15042002)
<b>15061202</b>	Нанесенное распылением покрытие 0,1% раствора шелка на неполную отделку перед окончательным формированием (15042002)
<b>15061204</b>	Нанесенное с помощью трафарета покрытие 0,1% раствора шелка на неполную отделку перед окончательным формированием (15042002)
<b>15061210</b>	Нанесенное в ванне покрытие 0,1% раствора шелка на неполную отделку перед окончательным формированием (15042002)

Результаты испытания изображены на **фиг. 57А** по **фиг. 86В** и иллюстрируют превосходные потребительские характеристики ткани с шелковым покрытием, включая превосходные потребительские характеристики относительно аккумулятивной способности (индекса) однонаправленного транспорта и общую способность контролирования влаги.

Пример 6. Противомикробные свойства шелковых покрытий на тканях

Противомикробные свойства шелковых покрытий испытывали на четырех материалах: хлопковом/изготовленном из лайкры трикотаже (15051201), хлопковом/изготовленном из лайкры трикотаже с нанесенным в ванне покрытием 1% раствора фиброина шелка (sfs) (15070701), с отделкой из сложного полиэфира/лайкры после окончательного формирования (15042003) и с неполной отделкой из сложного полиэфира/лайкры с нанесенным в ванне 1% sfs-покрытием (15070702) (где лайкра (LYCRA) представляет собой торговое наименование сополимера сложного полиэфира-полиуретана). Для оценки антибактериальных отделок на текстильных материалах использовали предложенный ААТСС способ испытания 100-2012. Подробности способа испытания доступны от ААТСС. Если вкратце, то испытания проводили, используя в качестве питательной среды триптический соевый бульон, образец размером 4 слоя, автоклавную стерилизацию, 100 мл летинового бульона с твином для нейтрализации, целевым уровнем посева  $1-2 \times 10^5$  КОЕ/мл, 5% питательного бульона в качестве посевного носителя и среды для разведения, время контакта от 18 до 24 часов и температуру  $37 \pm 2^\circ\text{C}$ .



Результаты испытаний сведены в Таблице 28 и изображены на Фиг. 87 по Фиг. 92, и иллюстрируют превосходные противомикробные характеристики покрытых шелком тканей.

**Таблица 28.** Результаты противомикробного испытания

Номер образца	Бактерии	Результаты: КОЕ/образец		Процент уменьшения
		Нулевое время контакта	Время контакта 24 ч	
15051201	Staphylococcus aureus ATCC 6538	1,23E+05	4,90E+06	-3883,74%
	Klebsiella pneumoniae ATCC 4352	1,65E+05	4,90E+06	-2869,70%
15070701	Staphylococcus aureus ATCC 6538	1,23E+05	4,90E+06	-3883,74%
	Klebsiella pneumoniae ATCC 4352	1,65E+05	4,90E+06	-2869,70%
15042003	Staphylococcus aureus ATCC 6538	1,23E+05	4,90E+06	-3883,74%
	Klebsiella pneumoniae ATCC 4352	1,65E+05	4,90E+06	-2869,70%
15070702	Staphylococcus aureus ATCC 6538	1,23E+05	1,03E+04	91,63%
	Klebsiella pneumoniae ATCC 4352	1,65E+05	2,33E+05	-40,91%

Пример 7. Способы получения тканей с шелковыми покрытиями

Способ получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, имеющих усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 6 кДа до приблизительно 16 кДа, включает стадии: дегуммирования источника шелка прибавлением источника шелка к кипящему (100°C) водному раствору карбоната натрия в течение времени обработки от приблизительно 30 минут до приблизительно 60 минут; удаления серицина из раствора с получением экстракта фиброина шелка, содержащего недетектируемые уровни серицина; отделения раствора от экстракта фиброина шелка; растворения экстракта фиброина шелка в растворе бромида лития, имеющем начальную температуру при внесении экстракта фиброина шелка в раствор бромида лития, которая находится в диапазоне от приблизительно 60°C до приблизительно 140°C; выдерживания раствора фиброина шелка и бромида лития в печи, имеющей температуру примерно 140°C, в течение периода по меньшей мере 1 часа; удаления бромида лития из экстракта фиброина шелка; и

получения водного раствора белковых фрагментов шелка, причем водный раствор содержит: фрагменты, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 6 кДа до приблизительно 16 кДа, и где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка имеет полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. Способ может дополнительно включать в себя сушку экстракта фиброина шелка перед стадией растворения. Водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка может содержать остатки бромида лития в количестве менее 300 ч.н.м., как измерено с использованием анализа на бромид лития высокоэффективной жидкостной хроматографией. Водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка может содержать остатки карбоната натрия в количестве менее 100 ч.н.м., как измерено с использованием анализа на карбонат натрия высокоэффективной жидкостной хроматографией. Способ может дополнительно включать в себя прибавление терапевтического агента к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Способ может дополнительно включать в себя прибавление к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка молекулы, выбранной из антиоксиданта или фермента. Способ может дополнительно включать в себя прибавление витамина к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Витамин может представлять собой витамин С или его производное. Способ может дополнительно включать в себя прибавление альфа-гидроксикислоты к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Альфа-гидроксикислота может быть выбрана из группы, состоящей из гликолевой кислоты, молочной кислоты, винной кислоты и лимонной кислоты. Способ может дополнительно включать в себя прибавление к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка гиалуроновой кислоты или ее соли в концентрации от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. Способ может дополнительно включать в себя прибавление по меньшей мере одного из оксида цинка или диоксида титана.

Способ получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, имеющих усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 17 кДа до приблизительно 38 кДа, включает стадии: прибавления источника шелка к кипящему (100°C) водному раствору

карбоната натрия в течение времени обработки от приблизительно 30 минут до приблизительно 60 минут с тем, чтобы привести к дегуммированию; удаления серицина из раствора с получением экстракта фиброина шелка, содержащего недетектируемые уровни серицина; отделения раствора от экстракта фиброина шелка; растворения экстракта фиброина шелка в растворе бромида лития, имеющем начальную температуру при внесении экстракта фиброина шелка в раствор бромида лития, которая находится в диапазоне от приблизительно 80°C до приблизительно 140°C; выдерживания раствора фиброина шелка и бромида лития в сушильной печи, имеющей температуру в диапазоне от приблизительно 60°C до приблизительно 100°C, в течение периода по меньшей мере 1 часа; удаления бромида лития из экстракта фиброина шелка; и получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка содержит остатки бромида лития в количестве от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 300 ч.н.м., где водный раствор белковых фрагментов шелка содержит остатки карбоната натрия в количестве от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 100 ч.н.м., где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка содержит фрагменты, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 17 кДа до приблизительно 38 кДа, и где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка имеет полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. Способ может дополнительно включать в себя сушку экстракта фиброина шелка перед стадией растворения. Водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка может содержать остатки бромида лития в количестве менее 300 ч.н.м., как измерено с использованием анализа на бромид лития высокоэффективной жидкостной хроматографией. Водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка может содержать остатки карбоната натрия в количестве менее 100 ч.н.м., как измерено с использованием анализа на карбонат натрия высокоэффективной жидкостной хроматографией. Способ может дополнительно включать в себя прибавление терапевтического агента к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Способ может дополнительно включать в себя прибавление к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка молекулы, выбранной из антиоксиданта или

фермента. Способ может дополнительно включать в себя прибавление витамина к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Витамин может представлять собой витамин С или его производное. Способ может дополнительно включать в себя прибавление альфа-гидроксикислоты к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Альфа-гидроксикислота может быть выбрана из группы, состоящей из гликолевой кислоты, молочной кислоты, винной кислоты и лимонной кислоты. Способ может дополнительно включать в себя прибавление к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка гиалуроновой кислоты или ее соли в концентрации от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. Способ может дополнительно включать в себя прибавление по меньшей мере одного из оксида цинка или диоксида титана.

Способ получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, имеющих усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 39 кДа до приблизительно 80 кДа, включает стадии: прибавления источника шелка к кипящему (100°C) водному раствору карбоната натрия в течение времени обработки примерно 30 минут с тем, чтобы привести к дегуммированию; удаления серицина из раствора с получением экстракта фиброина шелка, содержащего недетектируемые уровни серицина; отделения раствора от экстракта фиброина шелка; растворения экстракта фиброина шелка в растворе бромида лития, имеющем начальную температуру при внесении экстракта фиброина шелка в раствор бромида лития, которая находится в диапазоне от приблизительно 80°C до приблизительно 140°C; выдерживания раствора фиброина шелка и бромида лития в сушильной печи, имеющей температуру в диапазоне от приблизительно 60°C до приблизительно 100°C, в течение периода по меньшей мере 1 часа; удаления бромида лития из экстракта фиброина шелка; и получения водного раствора белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка, где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка содержит остатки бромида лития в количестве от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 300 ч.н.м., остатки карбоната натрия в количестве от приблизительно 10 ч.н.м. до приблизительно 100 ч.н.м., фрагменты, имеющие усредненную средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 40 кДа до приблизительно 65 кДа, и где водный раствор белковых фрагментов на основе чистого

фиброина шелка имеет полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0. Способ может дополнительно включать в себя сушку экстракта фиброина шелка перед стадией растворения. Водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка может содержать остатки бромида лития в количестве менее 300 ч.н.м., как измерено с использованием анализа на бромид лития высокоэффективной жидкостной хроматографией. Водный раствор белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка может содержать остатки карбоната натрия в количестве менее 100 ч.н.м., как измерено с использованием анализа на карбонат натрия высокоэффективной жидкостной хроматографией. Способ может дополнительно включать в себя прибавление терапевтического агента к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Способ может дополнительно включать в себя прибавление к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка молекулы, выбранной из антиоксиданта или фермента. Способ может дополнительно включать в себя прибавление витамина к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Витамин может представлять собой витамин С или его производное. Способ может дополнительно включать в себя прибавление альфа-гидроксикислоты к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка. Альфа-гидроксикислота может быть выбрана из группы, состоящей из гликолевой кислоты, молочной кислоты, винной кислоты и лимонной кислоты. Способ может дополнительно включать в себя прибавление к водному раствору белковых фрагментов на основе чистого фиброина шелка гиалуроновой кислоты или ее соли в концентрации от приблизительно 0,5% до приблизительно 10,0%. Способ может дополнительно включать в себя прибавление по меньшей мере одного из оксида цинка или диоксида титана.

#### Пример 8. Характеристика шелковых покрытий на сложном полиэфире

Результаты исследований шелковых покрытий на сложном полиэфире кратко изложены в Таблице 29 и Таблице 30. Результаты, представленные на **фиг. 93** и **фиг. 94**, иллюстрируют, что аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта и характеристика ОММС сохраняются даже при 60 циклах стрики. Результаты дополнительных испытаний показаны на **фиг. 95** по **фиг. 102**. Противомикробные характеристики тканей из сложного полиэфира с шелковым покрытием сохраняются при от 25 до 50

циклах стирки, как показано на **фиг. 103** и **фиг. 104**. Результаты иллюстрируют неожиданное улучшение свойств контролирования влаги, а также неожиданный результат, заключающийся в том, что улучшенные свойства сохраняются на протяжении многих циклов стирки.

**Таблица 29.** Результаты испытаний для имеющего неполную отделку сложного полиэфира с покрытием, нанесенным с использованием 1% раствора шелка.

**Результаты испытаний: Имеющий неполную отделку сложный полиэфир с покрытием, нанесенным с использованием 1% раствора шелка**

Число стирок	Первичные данные:	намокания	намокания	абсорбции	абсорбции	Максимальный	Максимальный	Скорость распространения сверху (мм/сек)	Скорость распространения снизу (мм/сек)	Аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта (%)	Общая способность контролирования влаги ОММС
		Время намокания сверху (сек)	Время намокания снизу (сек)	Скорость абсорбции сверху (%/сек)	Скорость абсорбции снизу (%/сек)	смоченный радиус сверху (мм)	смоченный радиус снизу (мм)				
0 циклов	Среднее	5,63	3,95	7,24	28,73	5	5	0,90	1,22	133,26	0,27
	Стандартное отклонение	1,20	0,38	1,46	8,62	0	0	0,20	0,12	34,81	0,06
	Коэффициент вариации CV	0,21	0,10	0,20	0,30	0	0	0,22	0,09	0,26	0,21
10 циклов	Среднее	23,87	7,96	4,82	8,55	5	5	0,46	0,68	144,84	0,22
	Стандартное отклонение	31,51	3,30	0,84	2,94	0	0	0,28	0,23	27,71	0,03
	Коэффициент вариации CV	1,32	0,41	0,17	0,34	0	0	0,61	0,33	0,19	0,14
25 циклов	Среднее	6,09	4,59	7,36	17,22	5	5	0,83	1,05	124,05	0,22
	Стандартное отклонение	1,61	0,44	2,98	3,28	0	0	0,17	0,09	11,70	0,02
	Коэффициент вариации CV	0,26	0,10	0,40	0,19	0	0	0,20	0,09	0,09	0,09
50 циклов	Среднее	25,20	11,64	6,84	7,80	5	5	0,39	0,53	58,81	0,13
	Стандартное отклонение	28,06	6,36	3,38	5,70	0	0	0,30	0,27	26,56	0,03
	Коэффициент вариации CV	1,11	0,55	0,49	0,73	0	0	0,77	0,51	0,45	0,25

**Таблица 30.** Результаты испытаний для имеющего впитывающую отделку сложного полиэфира без шелкового покрытия.

**Результаты испытаний: Имеющий впитывающую отделку сложный полиэфир**

Число стирок	Первичные данные:	Время намочания сверху (сек)	Время намочания снизу (сек)	Скорость абсорбции сверху (%/сек)	Скорость абсорбции снизу (%/сек)	Максимальный смоченный радиус сверху (мм)	Максимальный смоченный радиус снизу (мм)	Скорость распространения сверху (мм/сек)	Скорость распространения снизу (мм/сек)	Аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта (%)	Общая способность контролирования влаги ОММС
0 циклов	Среднее	3,46	3,48	37,30	56,90	5	5	1,37	1,36	62,37	0,29
	Стандартное отклонение	0,07	0,04	12,89	10,24	0	0	0,02	0,02	9,74	0,03
	Коэффициент вариации CV	0,02	0,01	0,35	0,18	0	0	0,02	0,01	0,16	0,12
25 циклов	Среднее	6,69	6,71	7,23	6,89	5	5	0,75	0,76	30,40	0,09
	Стандартное отклонение	1,48	1,92	1,27	2,74	0	0	0,13	0,19	16,22	0,02
	Коэффициент вариации CV	0,22	0,29	0,18	0,40	0	0	0,17	0,25	0,53	0,20
50 циклов	Среднее	11,27	8,46	6,70	9,35	5	5	0,54	0,65	31,21	0,09
	Стандартное отклонение	6,57	3,53	1,45	5,21	0	0	0,23	0,25	18,26	0,03
	Коэффициент вариации CV	0,58	0,42	0,22	0,56	0	0	0,44	0,38	0,59	0,30



Пример 9. Характеристика шелковых покрытий на тканях из сложного полиэфира

Анализ методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) осуществляли, используя автоэлектронный микроскоп СЭМ Hitachi S-4800 (FE-SEM), эксплуатируемый при ускоряющем напряжении 2 кВ. Куски каждого образца разрезали, используя лезвие бритвы и помещали на углеродную адгезивную ленту, размещенную на алюминиевых столбиках для СЭМ. Покрытие из иридия толщиной приблизительно 2 нм наносили осаждением распылением, чтобы свести к минимуму накопление поверхностного заряда.

Образцы, использованные в исследовании СЭМ, описаны в Таблице 31. Микрофотографии СЭМ для образцов ткани показаны на Фиг. 105 по Фиг. 167.

**Таблица 31.** Образцы ткани, протестированные сканирующей электронной микроскопией и оптической профилометрией.

Идентификатор образца	Ткань	Раствор шелка для нанесения покрытия/обработки (средняя молекулярная масса, Да)	Способ нанесения шелка/обработки, используя раствор фиброина шелка (sfs)
FAB-10-SPRAY-B	С неполной отделкой UA R20904012	41576	распыление 1% sfs
FAB-01-SPRAY-B	С неполной отделкой UA R20904012	41576	распыление 0,1% sfs
FAB-10-STEN-B	С неполной отделкой UA R20904012	41576	трафарет и распыление 1% sfs
FAB-10-BATH-B	С неполной отделкой UA R20904012	41576	ванна 1% sfs
FAB-01-BATH-B	С неполной отделкой UA R20904012	41576	ванна 0,1% sfs
FAB-01-SPRAY-C	С неполной отделкой UA R20904012	10939	распыление 0,1% sfs
FAB-01-STEN-C	С неполной отделкой UA R20904012	10939	трафарет и распыление 0,1% sfs
FAB-10-BATH-C	С неполной отделкой UA R20904012	10939	ванна 1% sfs

Результаты СЭМ для тканей показывают, что раствор шелка был вполне отчетливо осажден на отдельных волокнах сложного полиэфира и между ними. Применение 0,1% раствора шелка дает

меньшее покрытие, чем 1,0% раствор шелка. Применение ванны для 0,1% раствора шелка со средней молекулярной массой 41 кДа дает однородное покрытие на волокнах с крупными, гладкими элементами. Применение распыления с 0,1% раствора шелка со средней молекулярной массой 41 кДа дает покрытие на волокнах, а также соединенное, сетчатое покрытие между волокнами. Применение распыления для 0,1% раствора шелка со средней молекулярной массой 11 кДа дает однородное покрытие на волокнах с малыми, имеющими вид пятен/ребристыми элементами. Применение трафарета для 0,1% раствора шелка со средней молекулярной массой 11 кДа дает покрытие на волокнах, которое имеет края и разграничение между имеющими покрытие и не имеющими покрытия сторонами. Применение ванны для 1,0% раствора шелка со средней молекулярной массой 41 кДа дает толстое покрытие на волокнах, а также толстое соединенное, сетчатое покрытие между волокнами. Применение ванны для 1,0% раствора шелка со средней молекулярной массой 11 кДа дает покрытие со всех сторон отдельных волокон. Покрытие проявляется однородно на поверхности со многими одноточечными выпячиваниями. Применение распыления для 1,0% раствора шелка со средней молекулярной массой 41 кДа дает покрытие на волокнах, а также соединенное, сетчатое покрытие между волокнами, которое было толще, чем покрытие, наблюдавшееся в случае использования 0,1% раствора шелка. Применение трафарета для 1,0% раствора шелка со средней молекулярной массой 41 кДа дает покрытие на волокнах и между волокнами, и покрытие проявляется как хорошо организованное.

Результаты СЭМ демонстрируют, что шелковое покрытие было нанесено в виде равномерного, тонкого, однородного покрытия на волокна ткани. Это иллюстрирует неожиданный результат, заключающийся в том, что шелковое покрытие наносили на волокна, не используя каких-либо добавок или сшивки, с использованием системы доставки на основе воды.

#### Пример 10. Характеристика шелковых покрытий на пленках из сложного полиэфира

Образцы пленок описаны в Таблице 32. Изображения СЭМ для данных пленок показаны на **Фиг. 168** по **Фиг. 237**.

**Таблица 32.** Образцы пленок, протестированные сканирующей электронной микроскопией и оптической профилометрией.

Идентификатор образца	Материал подложки из сложного полиэфира	Раствор шелка для нанесения покрытия/обработки (средняя молекулярная масса, Да)	Способ нанесения шелка/обработки, используя раствор фиброина шелка (sfs)
FIL-10-SPRAY-B-01MYL	0,01 милар	41576	распыление 1% sfs
FIL-01-SPRAY-B-01MYL	0,01 милар	41576	распыление 0,1% sfs
FIL-01-SPRAY-B-007MEL	0,007 мелинекс	41576	распыление 0,1% sfs
FIL-01-SPRAY-C-01MYL	0,01 милар	10939	распыление 0,1% sfs
FIL-01-STEN-B-01MYL	0,01 милар	41576	трафарет и распыление 0,1% sfs
FIL-01-STEN-C-01MYL	0,01 милар	10939	трафарет и распыление 0,1% sfs
FIL-10-BATH-B-01MYL	0,01 милар	41576	ванна 1% sfs
FIL-10-BATH-B-007MEL	0,007 мелинекс	41576	ванна 1% sfs
FIL-10-BATH-C-01MYL	0,01 милар	10939	ванна 1% sfs
FIL-01-BATH-B-01MYL	0,01 милар	41576	ванна 0.1% sfs

Результаты показывают, что шелковые покрытия нанесены однородно. Практически не наблюдается варьирование характеристик или топологии имеющих покрытие пленок из сложного полиэфира. Неожиданно оказалось, что покрытие является равномерным, однородным и тонким. Более того, неожиданно оказалось, что шелк покрывал волокна без каких-либо добавок или сшивки с использованием системы на основе воды.

Оптическое профилирование проводили, используя оптический профилометр Zygo New View 6200. На каждом образце случайно выбирали два положения и проводили измерения с 10-кратным увеличением. Результаты показаны на **Фиг. 241** по **Фиг. 264**. Результаты показывают, что покрытые шелком образцы имеют однородное отложение фиброина шелка. Элементы шероховатости поверхности, наблюдаемые в контроле, визуально различимы после нанесения шелкового покрытия на пленки из милара, что согласуется с присутствием относительно тонкой шелковой пленки,

которая формирует конформное покрытие на миларе. Результаты подтверждают однородность покрытия и демонстрируют, что шелк может быть нанесен по трафарету в дискретных местоположениях.

Проводили контактную профилометрию и посредством СЭМ исследовали срезы образцов в поперечном сечении. Результаты показаны на **фиг. 265** по **фиг. 268**. Для образца FIL-10-SPRAY-B-10MYL толщина находилась в диапазоне от приблизительно 260 нм до 850 нм в 4 проанализированных местоположениях. Для образца FIL-10-BATH-B-01MYL толщина покрытия находилась в диапазоне от приблизительно 140 нм до 400 нм в 4 местоположениях. Изображения СЭМ от поперечных сечений показывают аналогичные тенденции, причем одно местоположение на образце FIL-10-SPRAY-B-10MYL имеет поперечное сечение, которое составляет приблизительно 500 нм, и одно на FIL-10-BATH-B-01MYL, которое составляет приблизительно 180 нм.

Пример 11. Получение растворов фиброина шелка с более высокими молекулярными массами

Получение растворов фиброина шелка с более высокими молекулярными массами проиллюстрировано в Таблице 33.

**Таблица 33.** Получение и свойства растворов фиброина шелка.

Наименование образца	Время экстракции (мин)	Температура экстракции (°C)	Температура раствора LiBr (°C)	Температура печи/раствора	Усредненная средневзвешенная молекулярная масса (кДа)	Средняя полидисперсность
Группа А TFF	60	100	100	печь 100°C	34,7	2,94
Группа А DIS	60	100	100	печь 100°C	44,7	3,17
Группа В TFF	60	100	100	раствор 100°C	41,6	3,07
Группа В DIS	60	100	100	раствор 100°C	44,0	3,12
Группа С TFF	60	100	140	раствор 140°C	10,9	3,19
Группа С DIS	60	100	140	раствор 140°C		
Группа D DIS	30	90	60	раствор 60°C	129,7	2,56
Группа D FIL	30	90	60	раствор 60°C	144,2	2,73
Группа Е DIS	15	100	RT	раствор 60°C	108,8	2,78
Группа Е FIL	15	100	RT	раствор 60°C	94,8	2,62

Пример 12. Шелковые покрытия на натуральных тканях

Покрытие натуральной ткани растворами фиброина шелка и получаемые в результате свойства проиллюстрированы в Таблице 34,

Таблице 35, на **фиг. 269** и **фиг. 270**. Результаты демонстрируют, что растворы фиброина шелка могут образовывать покрытия на натуральных тканях из хлопка-лайкры, включая LUON и POWER LUXTREME.

**Таблица 34.** Ткани, имеющие покрытие из фиброина шелка.

<b>Обозначение</b>	<b>Ткань</b>
<b>15072201</b>	Power Luxtreme RT1211362
<b>15072202</b>	Luon RT20602020
<b>15072301</b>	Power Luxtreme RT1211362 (15072201) с покрытием, нанесенным распылением 1% раствора шелка
<b>15072302</b>	Luon RT20602020 (15072202) с покрытием, нанесенным распылением 1% раствора шелка
<b>15072303</b>	Power Luxtreme RT1211362 (15072201) с покрытием, нанесенным распылением 0,1% раствора шелка
<b>15072304</b>	Luon RT20602020 (15072202) с покрытием, нанесенным распылением 0,1% раствора шелка
<b>15072305</b>	Power Luxtreme RT1211362 (15072201) с покрытием, нанесенным трафаретным нанесением 1% раствора шелка
<b>15072306</b>	Luon RT20602020 (15072202) с покрытием, нанесенным трафаретным нанесением 1% раствора шелка
<b>15072307</b>	Power Luxtreme RT1211362 (15072201) с покрытием, нанесенным трафаретным нанесением 0,1% раствора шелка
<b>15072308</b>	Luon RT20602020 (15072202) с покрытием, нанесенным трафаретным нанесением 0,1% раствора шелка
<b>15072309</b>	Power Luxtreme RT1211362 (15072201) с покрытием, нанесенным в ванне с 1% раствором шелка
<b>15072310</b>	Luon RT20602020 (15072202) с покрытием, нанесенным в ванне с 1% раствором шелка
<b>15072311</b>	Power Luxtreme RT1211362 (15072201) с покрытием, нанесенным в ванне с 0,1% раствором шелка
<b>15072312</b>	Luon RT20602020 (15072202) с покрытием, нанесенным в ванне с 0,1% раствором шелка

Таблица 35. Результаты испытаний для тканей, имеющих покрытие из фибрина шелка.

	Первичные данные:	Время намокания сверху (сек)	Время намокания снизу (сек)	Скорость абсорбции сверху (%/сек)	Скорость абсорбции снизу (%/сек)	Максимальный смоченный радиус сверху (мм)	Максимальный смоченный радиус снизу (мм)	Скорость распространения сверху (мм/сек)	Скорость распространения снизу (мм/сек)	Аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта (%)	Общая способность контролирования влаги ОММС
15072201	Среднее	64,3786	3,4072	8,8123	8,60494	5	5	0,15038	1,41686	151,65248	0,25898
15072202	Среднее	25,1786	28,1922	5,4636	6,195	5	5	0,218	0,4244	80,9572	0,1529
15072301	Среднее	16,7172	12,2804	21,9859	33,6196	5	5	0,4304	0,4906	143,6659	0,2808
15072302	Среднее	25,8898	41,5026	6,16512	8,70282	5	5	0,23336	0,1791	44,06124	0,10704
15072303	Среднее	42,152	4,7268	7,9114	19,3725	4	5	0,3261	1,364	370,2757	0,5297
15072304	Среднее	78,4746	34,3138	5,01486	6,63212	5	5	0,0661	0,38728	94,97976	0,16848
15072305	Среднее	36,1954	17,2038	6,27158	6,25526	5	5	0,18872	0,89046	139,73478	0,23052
15072306	Среднее	78,4746	34,3138	5,01486	6,63212	5	5	0,0661	0,38728	94,97976	0,16848
15072307	Среднее	36,195	17,2038	6,2716	6,2553	5	5	0,1887	0,8905	139,7348	0,2305
15072308	Среднее	57,335	25,7588	5,6432	6,4437	5	5	0,1274	0,6389	117,3573	0,1995
15072309	Среднее	54,1384	9,2662	4,01594	9,11064	5	5	0,09398	0,85306	267,0755	0,36724
15072310	Среднее	28,4544	13,6658	6,8844	7,8956	5	5	0,3059	0,5111	104,5035	0,1794
15072311	Среднее	5,1292	4,4738	8,8047	13,0277	5	5	0,9486	1,1702	246,6729	0,3597
15072312	Среднее	6,8516	9,4722	11,0684	11,7268	5	5	0,7394	0,5794	73,4005	0,1461

Все патенты, патентные заявки и опубликованные ссылки, процитированные в данной заявке, включены в нее путем ссылки во всей их полноте. Хотя способы настоящего изобретения описаны в связи с конкретными вариантами его осуществления, будет понятно, что возможна дальнейшая его модификация. Более того, подразумевается, что данная заявка охватывает любые варианты, применения или адаптации способов настоящего изобретения, включая такие отступления от настоящего изобретения, которые входят в рамки известной или общепринятой практики в области, к которой относятся способы настоящего изобретения.

**ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ**

1. Изделие, содержащее волокно или пряжу, имеющие покрытие, где покрытие содержит белки на основе шелка или их фрагменты, имеющие средневзвешенную молекулярную массу в диапазоне от приблизительно 5 кДа до приблизительно 144 кДа.

2. Изделие по п.1, где изделие представляет собой ткань.

3. Изделие по п.1, где белки на основе шелка или их фрагменты содержат белки на основе фиброина шелка или фрагменты белков, имеющие от приблизительно 0,01% (масс./масс.) до приблизительно 10% (масс./масс.) серицина.

4. Изделие по п.1, где белки на основе шелка или их фрагменты выбраны из группы, состоящей из белков на основе натурального шелка или их фрагментов, рекомбинантных белков на основе шелка или их фрагментов и их комбинаций.

5. Изделие по п.4, где белки на основе шелка или их фрагменты представляют собой белки на основе натурального шелка или их фрагменты, которые выбраны из группы, состоящей из белков на основе паучьего шелка или их фрагментов, белков на основе шелка шелковичного червя или их фрагментов и их комбинаций.

6. Изделие по п.5, где белки или фрагменты на основе натурального шелка представляют собой белки на основе шелка шелковичного червя или их фрагменты, и белки на основе шелка шелковичного червя или их фрагменты представляют собой белки на основе шелка *Bombyx mori* или их фрагменты.

7. Изделие по п.1, где белки или фрагменты на основе шелка содержат шелк и сополимер.

8. Изделие по п.1, где белки на основе шелка или их белковые фрагменты имеют диапазон усредненной средневзвешенной молекулярной массы, выбранный из группы, состоящей из от приблизительно 5 до приблизительно 10 кДа, от приблизительно 6 кДа до приблизительно 16 кДа, от приблизительно 17 кДа до приблизительно 38 кДа, от приблизительно 39 кДа до приблизительно 80 кДа, от приблизительно 60 до приблизительно 100 кДа и от приблизительно 80 кДа до приблизительно 144 кДа, где белки на основе шелка или их фрагменты имеют полидисперсность от приблизительно 1,5 до приблизительно 3,0, и где белки или белковые фрагменты перед нанесением в виде покрытия на ткань самопроизвольно или постепенно не превращаются в гель и визуально не изменяются по цвету или мутности, находясь в растворе в течение по меньшей мере 10 суток.



9. Изделие по п.1, где волокно или пряжу выбирают из группы, состоящей из натуральных волокна или пряжи, синтетических волокна или пряжи, или их комбинаций.

10. Изделие по п.9, где волокно или пряжа представляет собой натуральные волокно или пряжу, выбранные из группы, состоящей из хлопка, флиса альпака, шерсти альпака, флиса ламы, шерсти ламы, хлопка, кашемира, овечьего флиса, овечьей шерсти и их комбинаций.

11. Изделие по п.9, где волокно или пряжа представляет собой синтетические волокно или пряжу, выбранные из группы, состоящей сложного полиэфира, нейлона, сополимера сложного полиэфира-полиуретана и их комбинаций.

12. Изделие по п.2, где ткань проявляет улучшенное свойство, где улучшенное свойство представляет собой аккумулятивный индекс однонаправленного транспорта влаги, выбранный из группы, состоящей из более чем 40%, более чем 60%, более чем 80%, более чем 100%, более чем 120%, более чем 140%, более чем 160% и более чем 180%.

13. Изделие по п.2, где ткань проявляет улучшенное свойство, где улучшенное свойство представляет собой увеличение аккумулятивной способности однонаправленного транспорта относительно не имеющей покрытия ткани, выбранное из группы, состоящей 1,2-кратного, 1,5-кратного, 2,0-кратного и 3,0-кратного увеличения.

14. Изделие по п.2, где ткань проявляет улучшенное свойство, где улучшенное свойство представляет собой общую способность контролирования влаги, выбранную из группы, состоящей из более чем 0,05, более чем 0,10, более чем 0,15, более чем 0,20, более чем 0,25, более чем 0,30, более чем 0,35, более чем 0,40, более чем 0,50, более чем 0,60, более чем 0,70 и более чем 0,80.

15. Изделие по п.14, где улучшенное свойство определяют после периода циклов машинной стирки, выбранного из группы, состоящей из 5 циклов, 10 циклов, 25 циклов и 50 циклов.

16. Изделие по п.2, где ткань по существу не демонстрирует увеличения микробного роста после числа циклов машинной стирки, выбранного из группы, состоящей из 5 циклов, 10 циклов, 25 циклов и 50 циклов.

17. Изделие по п.16, где микробный рост представляет собой микробный рост микроба, выбранного из группы, состоящей из

*Staphylococcus aureus*, *Klebsiella pneumoniae* и их комбинаций.

18. Изделие по п.17, где микробный рост снижен по сравнению с не имеющей покрытия тканью на процент, выбранный из группы, состоящей из 50%, 100%, 500%, 1000%, 2000% и 3000%.

19. Изделие по п.2, где покрытие наносят на ткань на уровне волокна перед формированием ткани.

20. Изделие по п.2, где покрытие наносят на ткань на уровне ткани.

21. Изделие по п.20, где покрытие на ткань наносят в ванне.

22. Изделие по п.20, где покрытие на ткань наносят распылением.

23. Изделие по п.20, где покрытие на ткань наносят с помощью трафарета.

24. Изделие по п.20, где покрытие наносят по меньшей мере на одну сторону ткани, используя способ, выбранный из группы, состоящей из способа нанесения покрытия в ванне, способ нанесения покрытия распылением, трафаретным способом, способом на основе шелковой пены и способом на основе валков.

25. Изделие по п.1, где покрытие имеет толщину примерно в один нанослой.

26. Изделие по п.1, где покрытие имеет толщину, выбранную из группы, состоящей из примерно 5 нм, примерно 10 нм, примерно 15 нм, примерно 20 нм, примерно 25 нм, примерно 50 нм, примерно 100 нм, примерно 200 нм, примерно 500 нм, примерно 1 мкм, примерно 5 мкм, примерно 10 мкм и примерно 20 мкм.

27. Изделие по п.2, где покрытие адсорбировано на ткани.

28. Изделие по п.2, где покрытие прикреплено к ткани химической, ферментативной, термической или вызываемой излучением сшивкой.

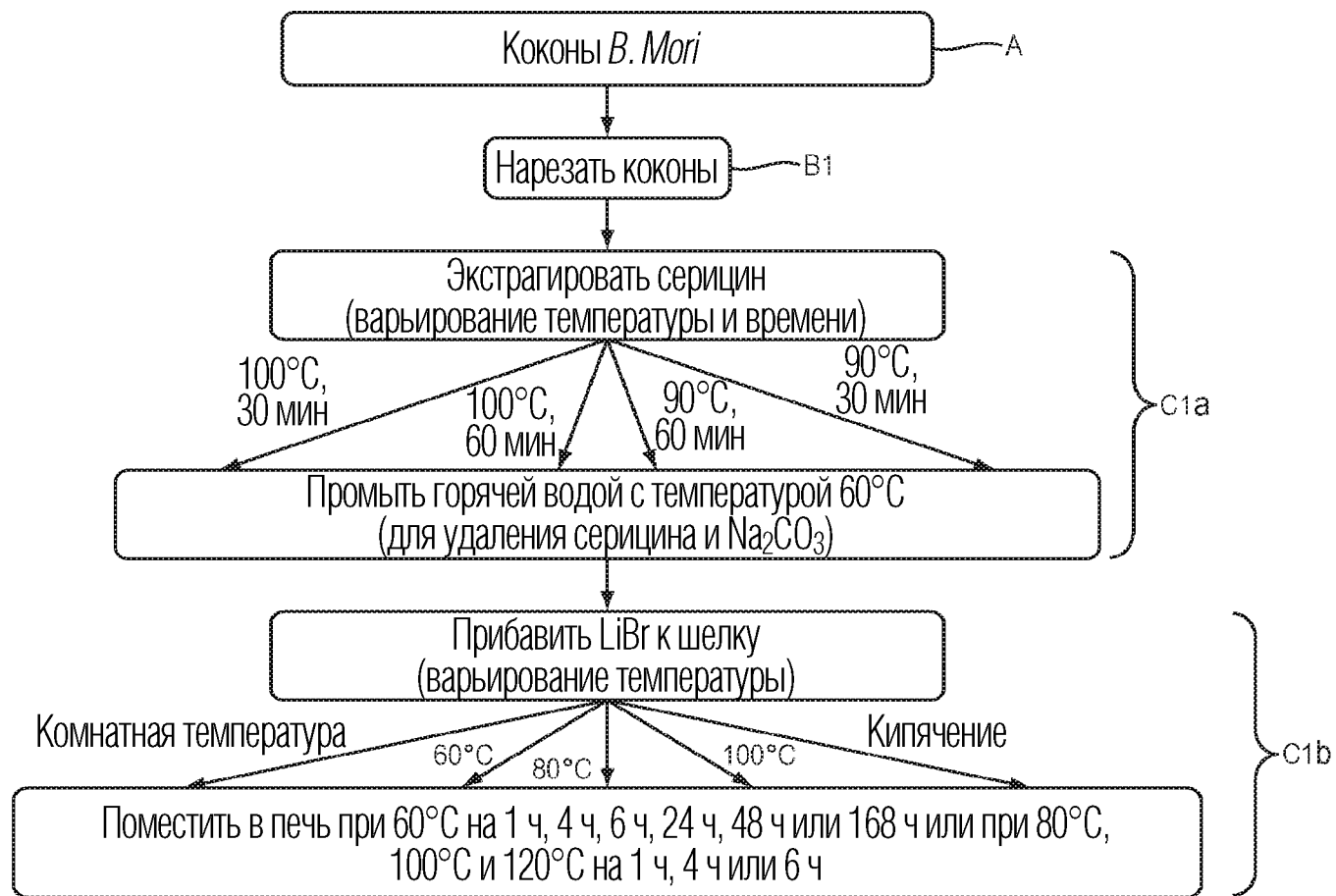
29. Изделие по п.20, где ощущение на ощупь имеющей покрытие ткани улучшено относительно не имеющей покрытия ткани.

30. Изделие по п.29, где ощущение на ощупь имеющей покрытие ткани, которое улучшено, выбрано из группы, состоящей из мягкости, хрусткости, сухости, шелковистости и их комбинаций.

По доверенности



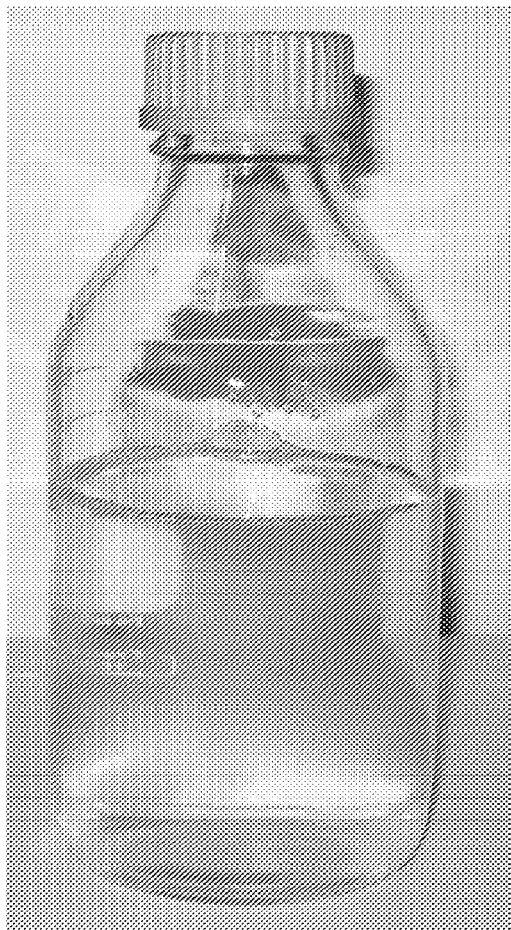
ФИГ. 1



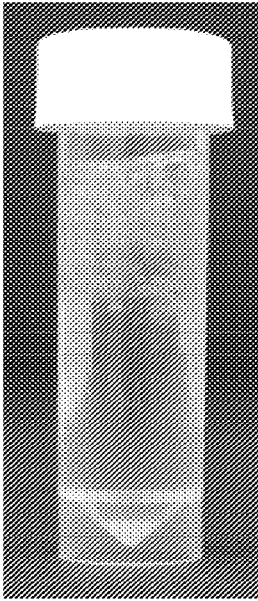
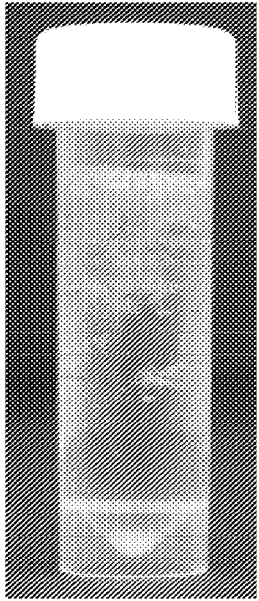
ФИГ. 2



ФИГ. 3



ФИГ. 4

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
4 часа	Некоторое количество нерастворенного шелка 	Некоторое количество нерастворенного шелка 	Значительное количество нерастворенного шелка 	Значительное количество нерастворенного шелка 

ФИГ. 5А

ФИГ. 5В

ФИГ. 5С

ФИГ. 5D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
6 часов	Некоторое количество нерастворенного шелка 	Малое количество нерастворенного шелка 	Малое количество нерастворенного шелка 	Некоторое количество нерастворенного шелка 

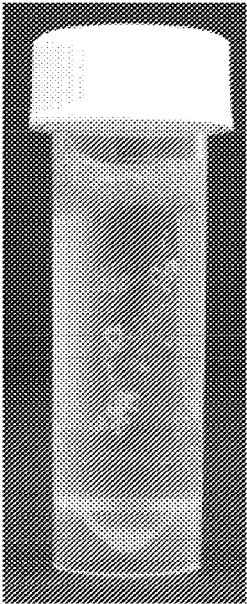
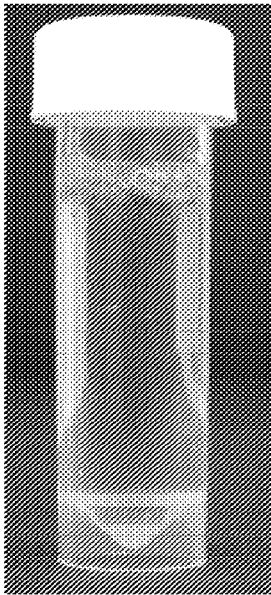
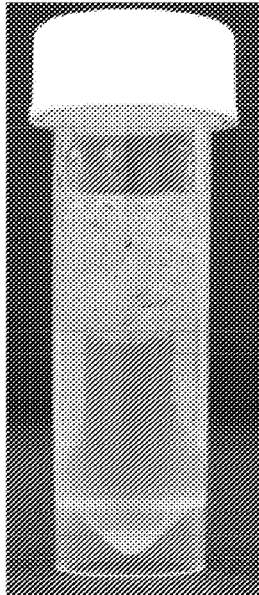
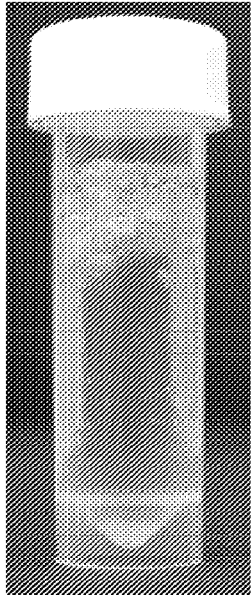
ФИГ. 6А

ФИГ. 6В

ФИГ. 6С

ФИГ. 6D



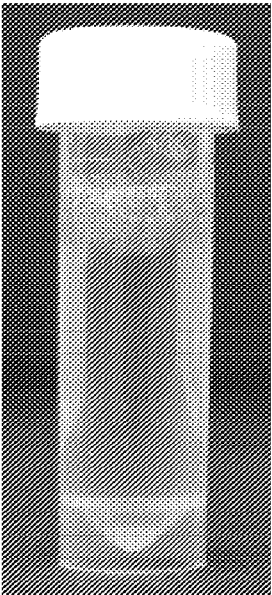
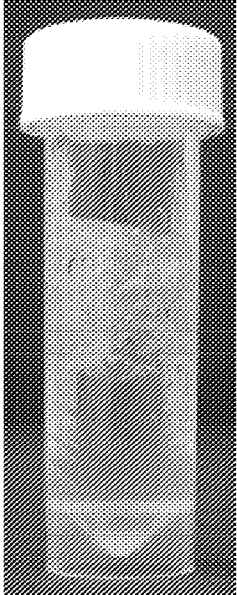
Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
8 часов	<p>Малое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Практически отсутствует нерастворенный шелк</p> 	<p>Значительное количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 

ФИГ. 7А

ФИГ. 7В

ФИГ. 7С

ФИГ. 7D

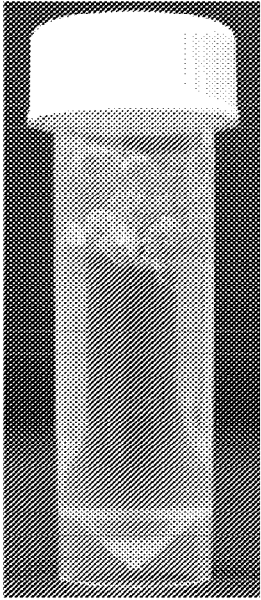
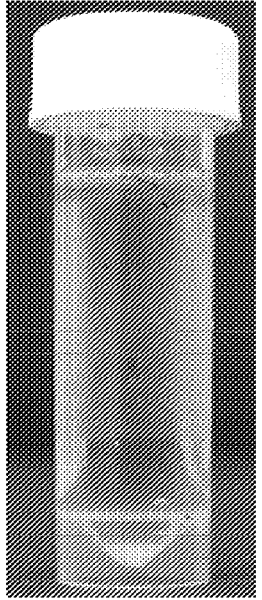
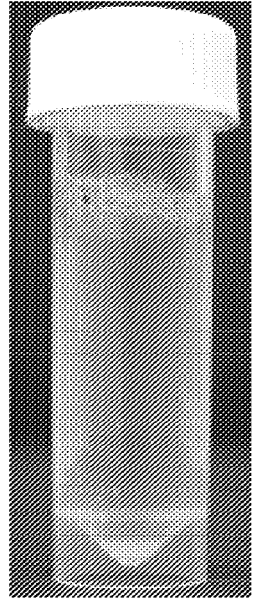
Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
12 часов	<p data-bbox="374 481 698 568">Малое количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="766 481 1090 568">Практически отсутствует нерастворенный шелк</p> 	<p data-bbox="1158 481 1482 568">Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="1550 481 1848 568">Едва присутствует нерастворенный шелк</p> 

ФИГ. 8А

ФИГ. 8В

ФИГ. 8С

ФИГ. 8D

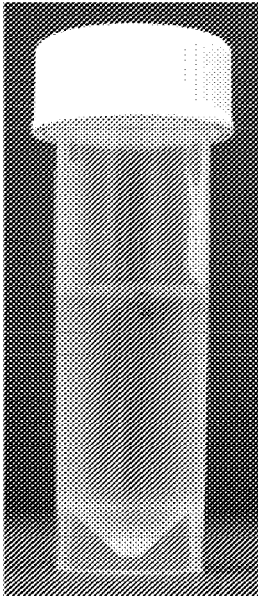
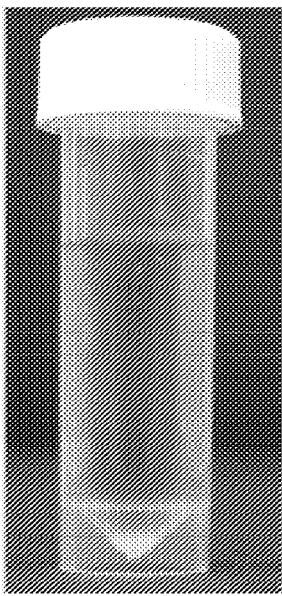
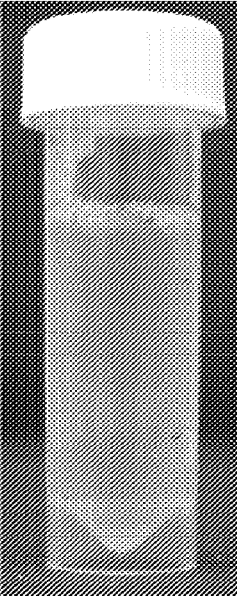
Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
24 часа	<p data-bbox="371 485 696 571">Малое количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="763 485 1088 571">Практически отсутствует нерастворенный шелк</p> 	<p data-bbox="1155 485 1480 571">Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="1547 485 1872 571">Едва присутствует нерастворенный шелк</p> 

ФИГ. 9А

ФИГ. 9В

ФИГ. 9С

ФИГ. 9D

Точка времени	1 Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	2 Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	3 Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	4 Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
168 часов (1 и 2) 192 часа (3 и 4)	Отсутствует нерастворенный шелк, лишь легкая мутность 	Отсутствует нерастворенный шелк, полная прозрачность 	Некоторое количество нерастворенного шелка 	Слабое количество нерастворенного шелка 

ФИГ. 10А

ФИГ. 10В

ФИГ. 10С

ФИГ. 10D

Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин

Час 1

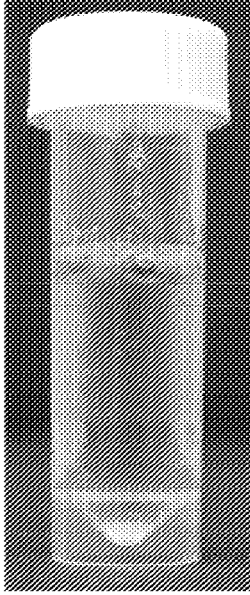
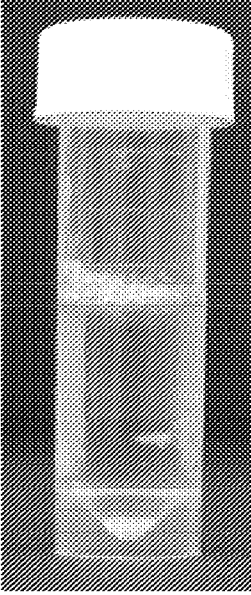
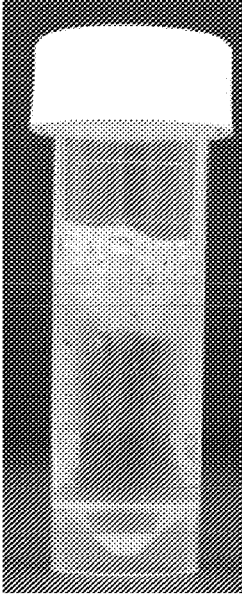
Час 4

Час 6

Большое количество  
нерастворенного шелка

Малые количества нерастворенного  
шелка и остатка

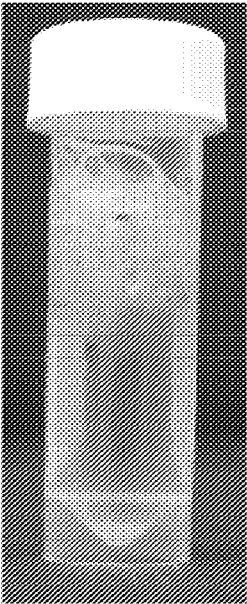
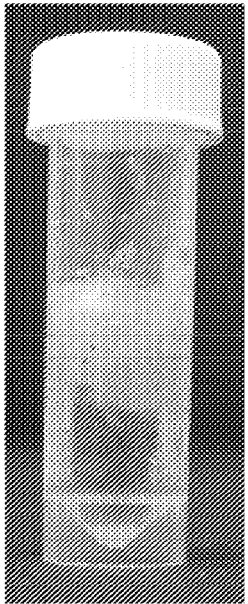
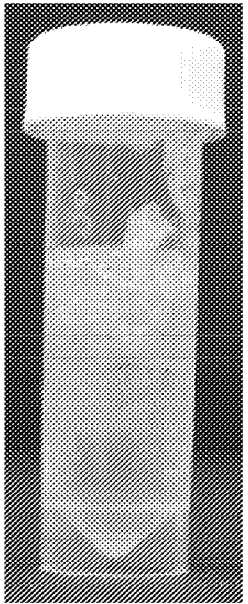
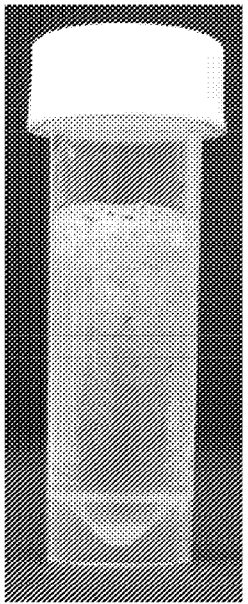
Малые количества плавающего остатка



ФИГ. 11А

ФИГ. 11В

ФИГ. 11С

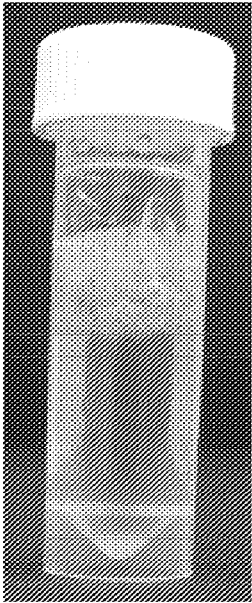
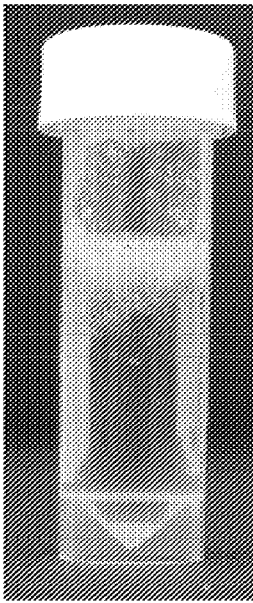
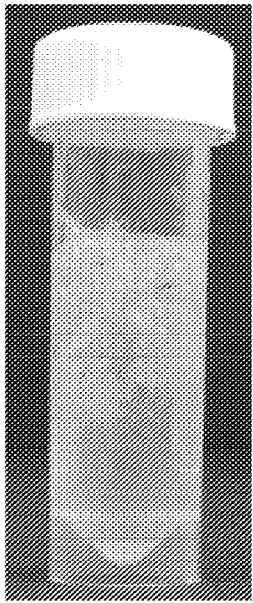
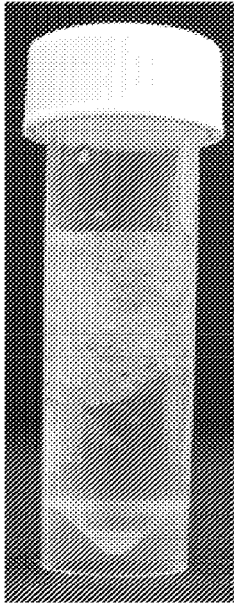
Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
1 час	<p data-bbox="371 464 719 552">Значительное количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="763 448 1111 568">Значительное количество нерастворенного шелка и остатка</p> 	<p data-bbox="1155 448 1503 568">Значительное количество нерастворенного шелка, высокая вязкость</p> 	<p data-bbox="1547 464 1895 552">Значительное количество нерастворенного шелка</p> 

ФИГ. 12А

ФИГ. 12В

ФИГ. 12С

ФИГ. 12D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
4 часа	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Значительное количество нерастворенного шелка, высокая вязкость</p> 	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 

ФИГ. 13А

ФИГ. 13В

ФИГ. 13С

ФИГ. 13D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
6 часов	<p data-bbox="371 464 696 552">Малое количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="763 464 1088 552">Малое количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="1155 464 1480 552">Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="1547 464 1872 552">Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 

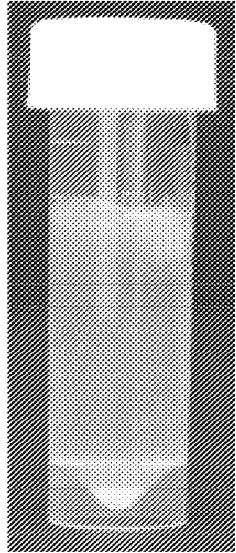
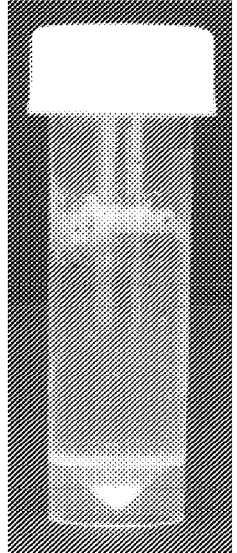
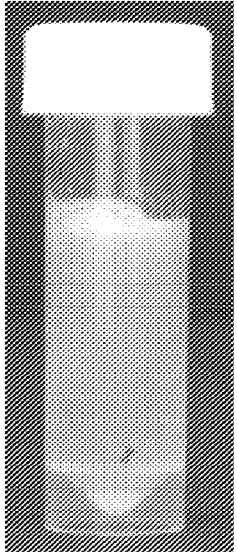
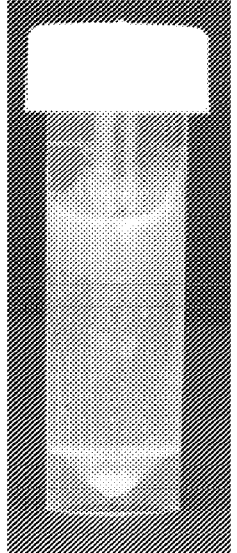
ФИГ. 14А

ФИГ. 14В

ФИГ. 14С

ФИГ. 14D



Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
1 час	<p>Весьма малое количество нерастворенного шелка, достаточно выраженная вязкость, из пузырьков образовался осадок</p> 	<p>Менее выраженная вязкость, чем в случае образца 1, отсутствует нерастворенный шелк</p> 	<p>Высокая вязкость, некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Менее выраженная вязкость, чем в случае образца 3, некоторое количество нерастворенного шелка</p> 

ФИГ. 15А

ФИГ. 15В

ФИГ. 15С

ФИГ. 15D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
6 часов	<p>Чрезвычайно малое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Отсутствует нерастворенный шелк</p> 	<p>Высокая вязкость, некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 

ФИГ. 16А

ФИГ. 16В

ФИГ. 16С

ФИГ. 16D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
6 часов	<p>Чрезвычайно малое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Отсутствует нерастворенный шелк</p> 	<p>Высокая вязкость, некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Почти отсутствует нерастворенный шелк</p> 

ФИГ. 17А

ФИГ. 17В

ФИГ. 17С

ФИГ. 17D

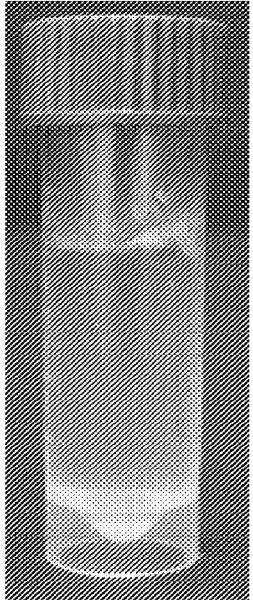
Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
1 час	<p>Малое количество нерастворенного шелка, некоторое количество осадка из пузырьков</p> 	<p>Весь шелк растворился, некоторое количество осадка из пузырьков</p> 	<p>Некоторое количество осадка из пузырьков и нерастворенный шелк</p> 	<p>Некоторое количество осадка из пузырьков и нерастворенный шелк</p> 

ФИГ. 18А

ФИГ. 18В

ФИГ. 18С

ФИГ. 18D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
4 часа	<p>Весь шелк растворился, некоторое количество осадка из пузырьков</p> 	<p>Полная прозрачность без осадка</p> 	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Некоторое количество осадка из пузырьков, главным образом прозрачный раствор</p> 

ФИГ. 19А

ФИГ. 19В

ФИГ. 19С

ФИГ. 19D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
6 часов	<p>Некоторое количество осадка из пузырьков, отсутствует нерастворенный шелк</p> 	<p>Прозрачный раствор без осадка или шелка</p> 	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p>Прозрачный раствор, отсутствует нерастворенный шелк</p> 

ФИГ. 20А

ФИГ. 20В

ФИГ. 20С

ФИГ. 20D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
1 час	<p data-bbox="371 467 750 596">Большая часть шелка растворилась, некоторое количество осадка из пузырьков</p> 	<p data-bbox="763 448 1142 619">Большая часть шелка растворилась, некоторое малое количество осадка из пузырьков</p> 	<p data-bbox="1155 448 1534 619">Некоторое количество осадка из пузырьков и значительное количество растворенного шелка</p> 	<p data-bbox="1547 491 1904 576">Значительное количество нерастворенного шелка</p> 

ФИГ. 21А

ФИГ. 21В

ФИГ. 21С

ФИГ. 21D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
4 часа	<p>Полная прозрачность, отсутствует шелк или осадок</p> 	<p>Некоторое количество осадка из пузырьков</p> 	<p>Мутный раствор с некоторым количеством нерастворенного шелка</p> 	<p>Весьма вязкий с некоторым количеством нерастворенного шелка</p> 

ФИГ. 22А

ФИГ. 22В

ФИГ. 22С

ФИГ. 22D



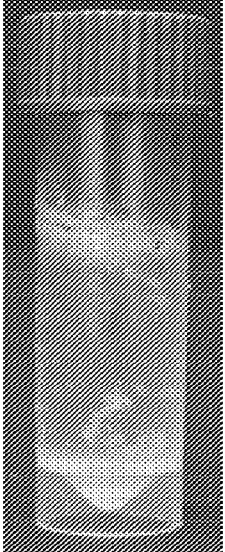
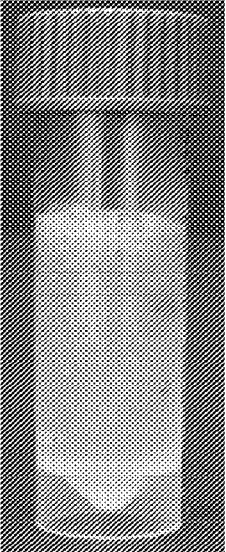
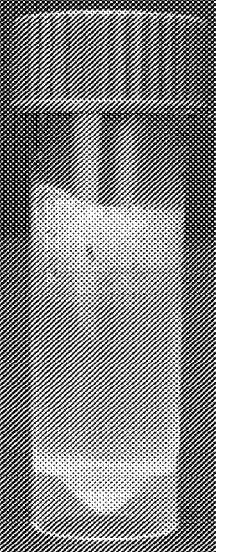
Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
6 часов	Легкая мутность с частицами шелка наверху 	Мутный раствор с осадком из пузырьков 	Высоковязкое, мутное, почти твердое вещество 	Высоковязкое, мутное, почти твердое вещество 

ФИГ. 23А

ФИГ. 23В

ФИГ. 23С

ФИГ. 23D

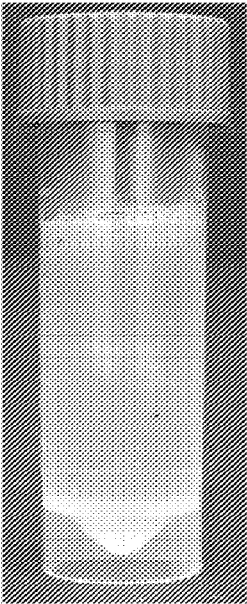
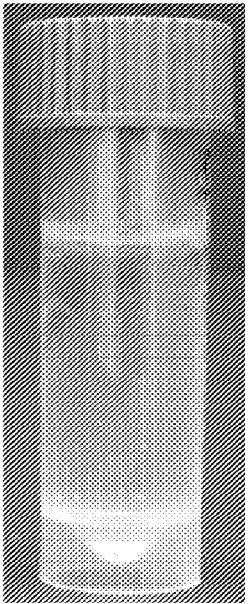
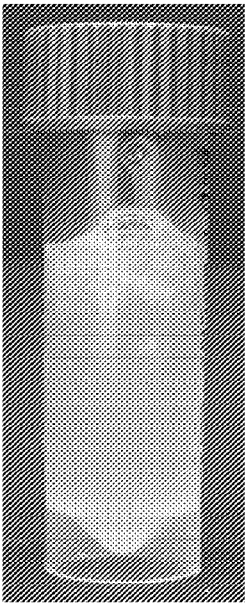
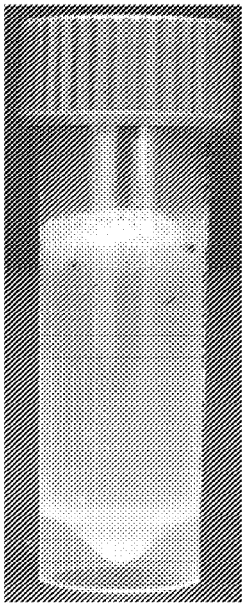
Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
1 час	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка, вязкость немного выше, чем в случае 2</p> 	<p>Вязкость подобная вязкости воды, почти весь шелк полностью растворился и отсутствует осадок, прозрачный оранжевый/желтый раствор</p> 	<p>Высокая вязкость, некоторое количество нерастворенного шелка и пузырьков</p> 	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка, но не слишком вязкое</p> 

ФИГ. 24А

ФИГ. 24В

ФИГ. 24С

ФИГ. 24D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
4 часа	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка, мутность, слабая вязкость</p> 	<p>Весьма слабое количество нерастворенного шелка, прозрачный раствор с более темной окраской</p> 	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка, высокая вязкость</p> 	<p>Малое количество нерастворенного шелка, но не слишком вязкое</p> 

ФИГ. 25А

ФИГ. 25В

ФИГ. 25С

ФИГ. 25D

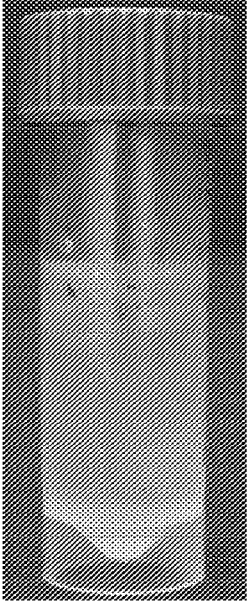
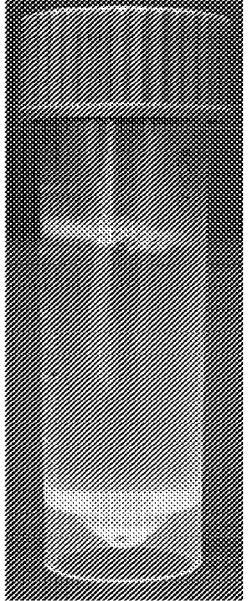
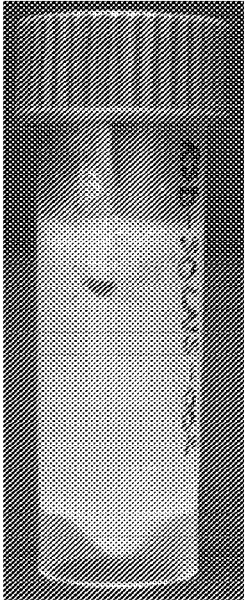
Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
6 часов	<p>Легкая мутность с некоторым количеством нерастворенного шелка</p> 	<p>Прозрачный раствор с более темной окраской</p> 	<p>Некоторое количество нерастворенного шелка, вязкий раствор</p> 	<p>Более темная окраска, некоторое количество нерастворенного шелка, слегка мутный раствор</p> 

ФИГ. 26А

ФИГ. 26В

ФИГ. 26С

ФИГ. 26D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
1 час	Некоторая мутность с более темной окраской, некоторое количество частиц шелка 	Полная прозрачность с темной окраской, слабое количество частиц шелка 	Мутный раствор, некоторое количество нерастворенного шелка, высокая вязкость 	Малое количество нерастворенного шелка, частичная мутность, более темная окраска 

ФИГ. 27А

ФИГ. 27В

ФИГ. 27С

ФИГ. 27D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
4 часа	<p data-bbox="371 443 750 571">Малое количество нерастворенного шелка, высокая мутность</p> 	<p data-bbox="763 443 1142 571">Практически отсутствует нерастворенный шелк, глубокая каштановая окраска</p> 	<p data-bbox="1155 443 1534 571">Некоторое количество нерастворенного шелка, высокая мутность</p> 	<p data-bbox="1547 443 1926 571">Слабое количество частиц шелка, темная окраска, меньшая вязкость</p> 

ФИГ. 28А

ФИГ. 28В

ФИГ. 28С

ФИГ. 28D

Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
6 часов	<p data-bbox="365 443 757 571">Легкая мутность, слабое количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="757 443 1149 571">Отсутствует нерастворенный шелк, полная прозрачность, темная каштановая окраска</p> 	<p data-bbox="1149 443 1541 571">Мутный, вязкий раствор, некоторое количество нерастворенного шелка</p> 	<p data-bbox="1541 443 1933 571">Слабое количество нерастворенного шелка, легкая мутность</p> 

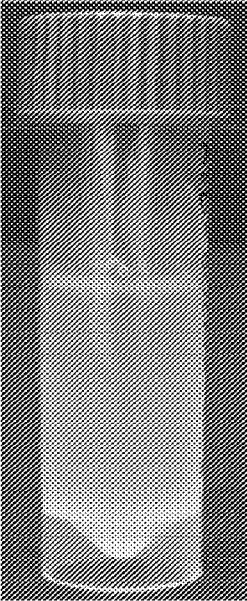
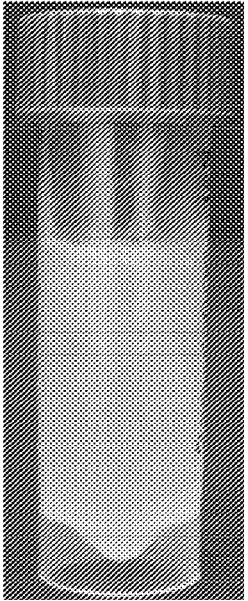
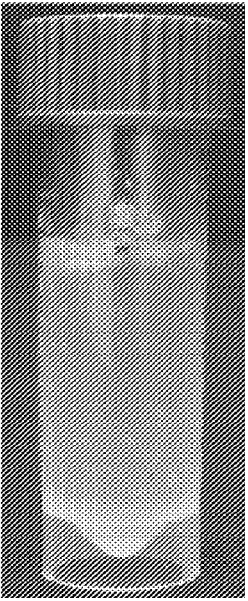
ФИГ. 29А

ФИГ. 29В

ФИГ. 29С

ФИГ. 29D



Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
1 час	<p>Весь шелк растворился, мутный раствор</p> 	<p>Весь шелк растворился, прозрачный раствор</p> 	<p>Весь шелк растворился, вязкий, мутный раствор</p> 	<p>Весь шелк растворился, вязкий, мутный раствор</p> 

ФИГ. 30А

ФИГ. 30В

ФИГ. 30С

ФИГ. 30D



Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
4 часа	<p>Весь шелк растворился, слегка мутный, но главным образом прозрачный раствор</p> 	<p>Весь шелк растворился, прозрачный, темный раствор</p> 	<p>Весь шелк растворился, мутный раствор</p> 	<p>Весь шелк растворился, мутный раствор</p> 

ФИГ. 31А

ФИГ. 31В

ФИГ. 31С

ФИГ. 31D

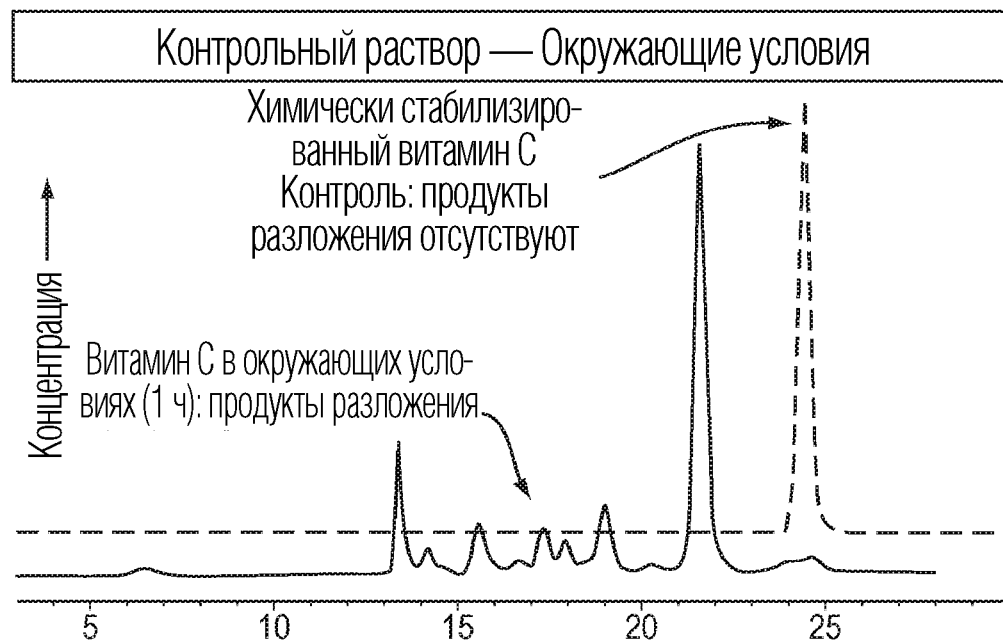
Точка времени	Серицин экстрагировали при 100°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 100°C, 60 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 30 мин	Серицин экстрагировали при 90°C, 60 мин
6 часов	<p>Весь шелк растворился, мутный раствор</p> 	<p>Весь шелк растворился, прозрачный раствор</p> 	<p>Весь шелк растворился, мутный раствор</p> 	<p>Весь шелк растворился, только слабая мутность</p> 

ФИГ. 32А

ФИГ. 32В

ФИГ. 32С

ФИГ. 32D



ФИГ. 33

# Концентрация бромида лития и карбоната натрия в растворе белка шелка

Идентификатор образца	Описание образца	Средняя концентрация $\text{Na}_2\text{CO}_3$ (ч.н.м.)	Средняя концентрация LiBr (ч.н.м.)
A	TFF 5кДа	32.13	90.85
B	TFF 10 кДа	42.91	107
C	TFF 10 кДа	49.06	78.55
D	STI 1(TFF-10-0019)	2.17	129.07
E	STI 2(TFF-10-0033)	2.63	196.2
F	STI 3(TFF-10-0034)	4.18	248.93

Способ: экстракция при 100°C в течение 60 мин, промывка при 60°C, обработка раствором LiBr с температурой 100°C в печи при 100°C в течение 60 мин.

Следует отметить, что TFF можно было бы проводить в течение большего времени и/или при разных расходах потока (как в случае отличий между A-C и D-F) для изменения значений ч.н.м. для  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  и LiBr

ФИГ. 34

# Содержание бромида лития и карбоната натрия в растворе белка шелка

Идентификатор образца	Эквивалент объема раствора по отношению к пленкам (X)	Масса образца (мг)	Концентрация	
			Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	LiBr
1	6	0.171	НД	НД
2	8	0.228	НД	НД
3	10	0.285	НД	НД
4	12	0.342	НД	НД
5	Неразбавленный	-	НД	НД

\*НД = не детектировано

Способ: кипячение при 100°C в течение 60 мин, промывка при 60°C, обработка раствором LiBr в печи при 60°C в течение 4-6 часов.

ФИГ. 35

35/278

## Стабильность витамина С в растворе

Идентификатор образца	Время (час)	Фактическая концентрация (мкг/мл)	Площадь	Концентрация витамина С (мкг/мл)	Извлечено (%)	Стабильность (%) спустя 24 часа
А	0	82.4	4277.9	80.53	97.73	
В	26	82.4	4088.94	77.62	94.2	
Среднее =			4183.42	79.07	95.96	96.39
Стандартное отклонение			133.62	2.06	2.49	
Ошибка, %			3%	3%	3%	

36/278

Способ: раствор витамина С (без шелка)

ФИГ. 36

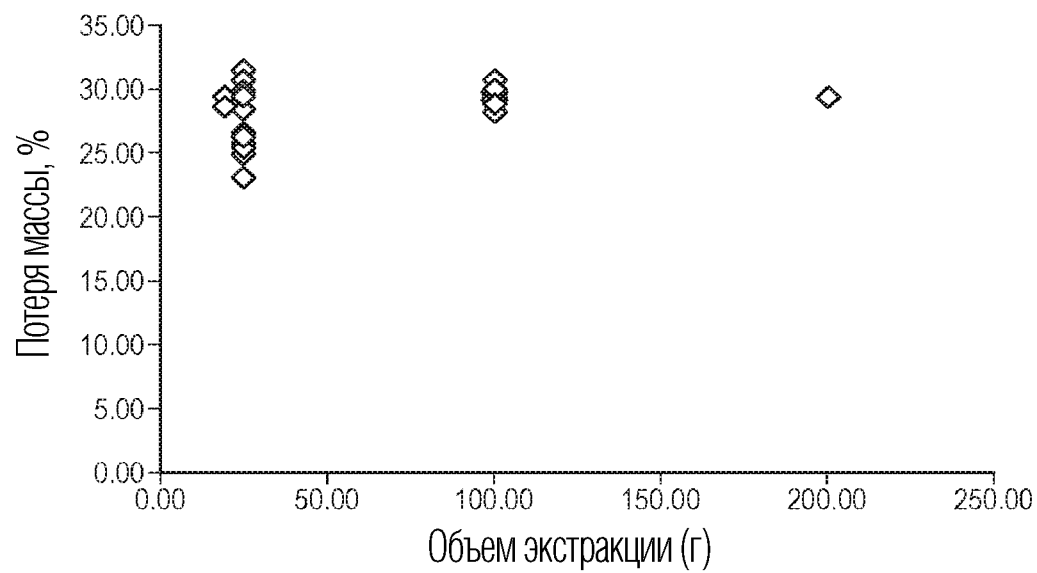
# Молекулярные массы растворов белков шелка

Идентификатор образца	Описание образца	Mn	Mw	Полидисперсность (PD) (Mw/Mn)
A	TFF 5кДа	14,497	33,874	2.3366
B	TFF 10 кДа	14,542	33,455	2.3006
C	TFF 10 кДа	14,972	34,026	2.2726
D	Раствор белка шелка в воде	12,055	26,531	2.2008

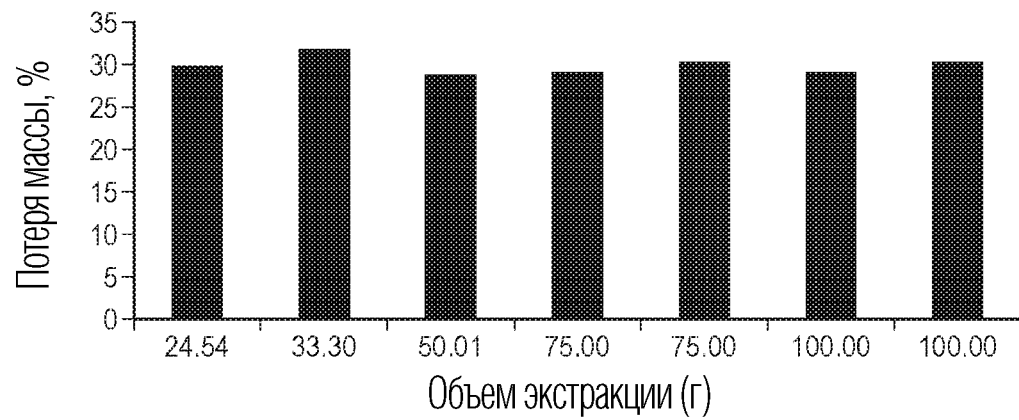
Способ: TFF: экстракция при 100°C в течение 60 мин, промывка при 60°C, обработка раствором LiBr с температурой 100°C в печи при 100°C в течение 60 мин.

Белок шелка: экстракция при 100°C в течение 20 мин, промывка при RT (комнатная температура), обработка раствором LiBr в печи при 60°C в течение 4-6 часов.

ФИГ. 37



**ФИГ. 38А**



**ФИГ. 38В**



Образец	LiBr (M)	Средняя MW	PD
STI 1(TFF-10-0019)	9.3	15727	2.033
STI 2(TFF-10-0033)	9.3	24587	2.3669
STI 3(TFF-10-0034)	9.3	25273	2.338
STI 9.3 M. средн.		21862	2.25
STI 1(TFF-10-0031)	~7.5	29645	3.0868
STI 2(TFF-10-0030)	~7.5	26856	2.9748
STI 7.5M средн.		28250.5	3.0308

\*TFF-10-0019 после экстракции 2,25 г/растворения 35 г

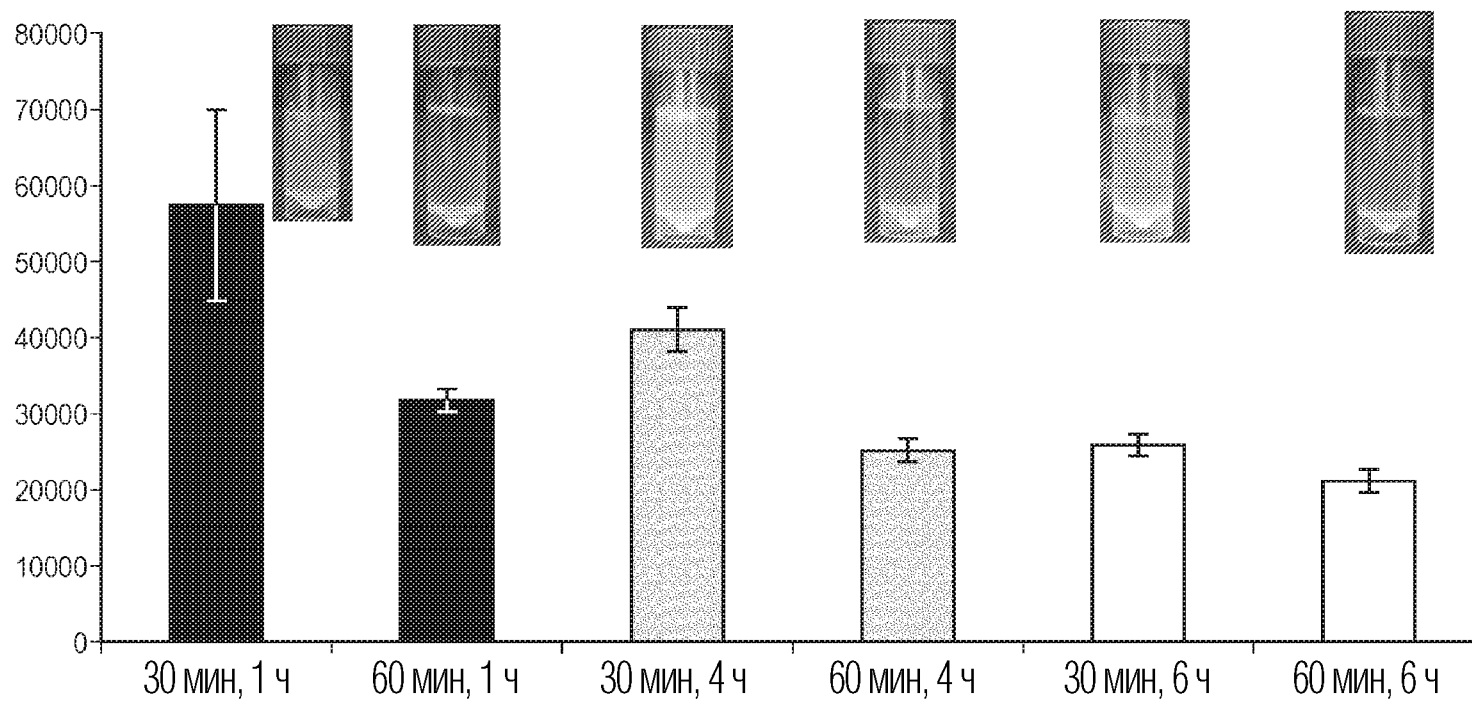
\*TFF-10-0034 после экстракции 100 г/растворения 17-35 г

\*TFF-10-0034 после экстракции 100 г/растворения 100 г

**ФИГ. 39**

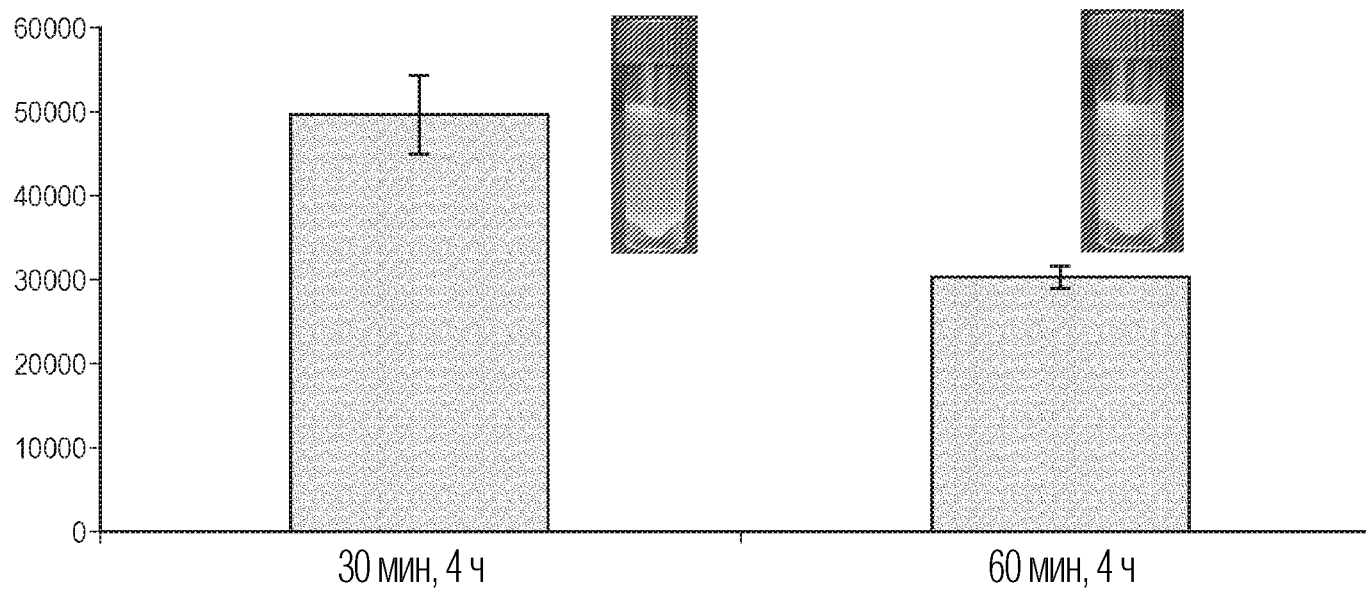
39/278

30 мин в сравнении с 60 мин: кипячение при 100°C, LiBr при 100°C, печь при 100°C

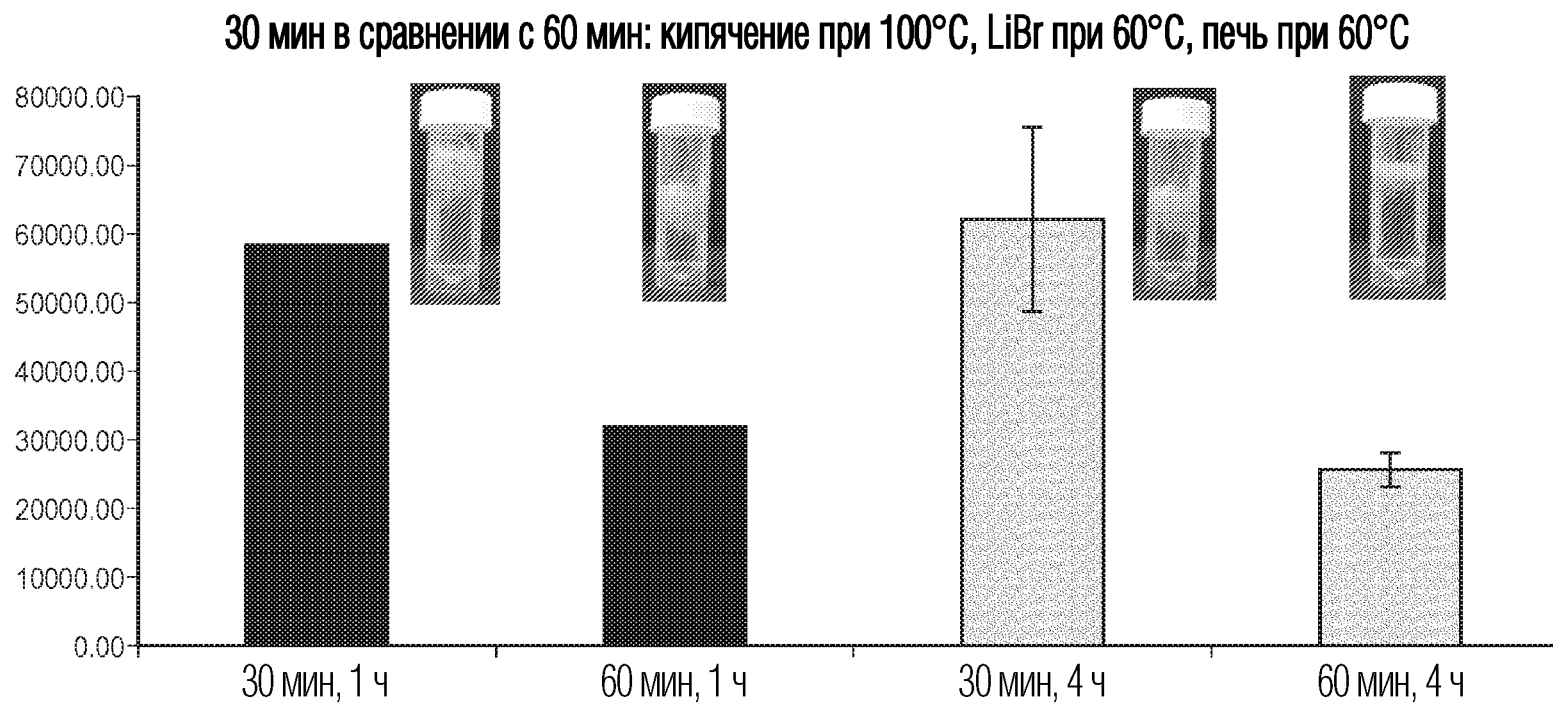


ФИГ. 40

30 мин в сравнении с 60 мин: кипячение при 100°C, LiBr при 100°C, печь при 100°C

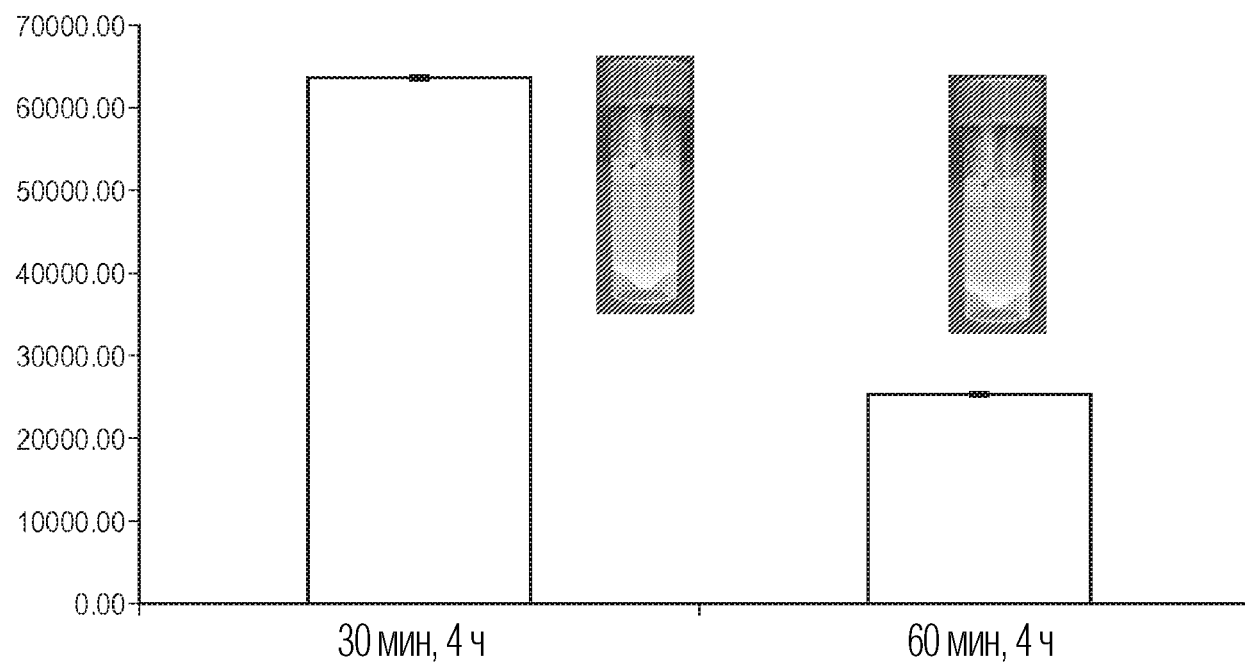


ФИГ. 41

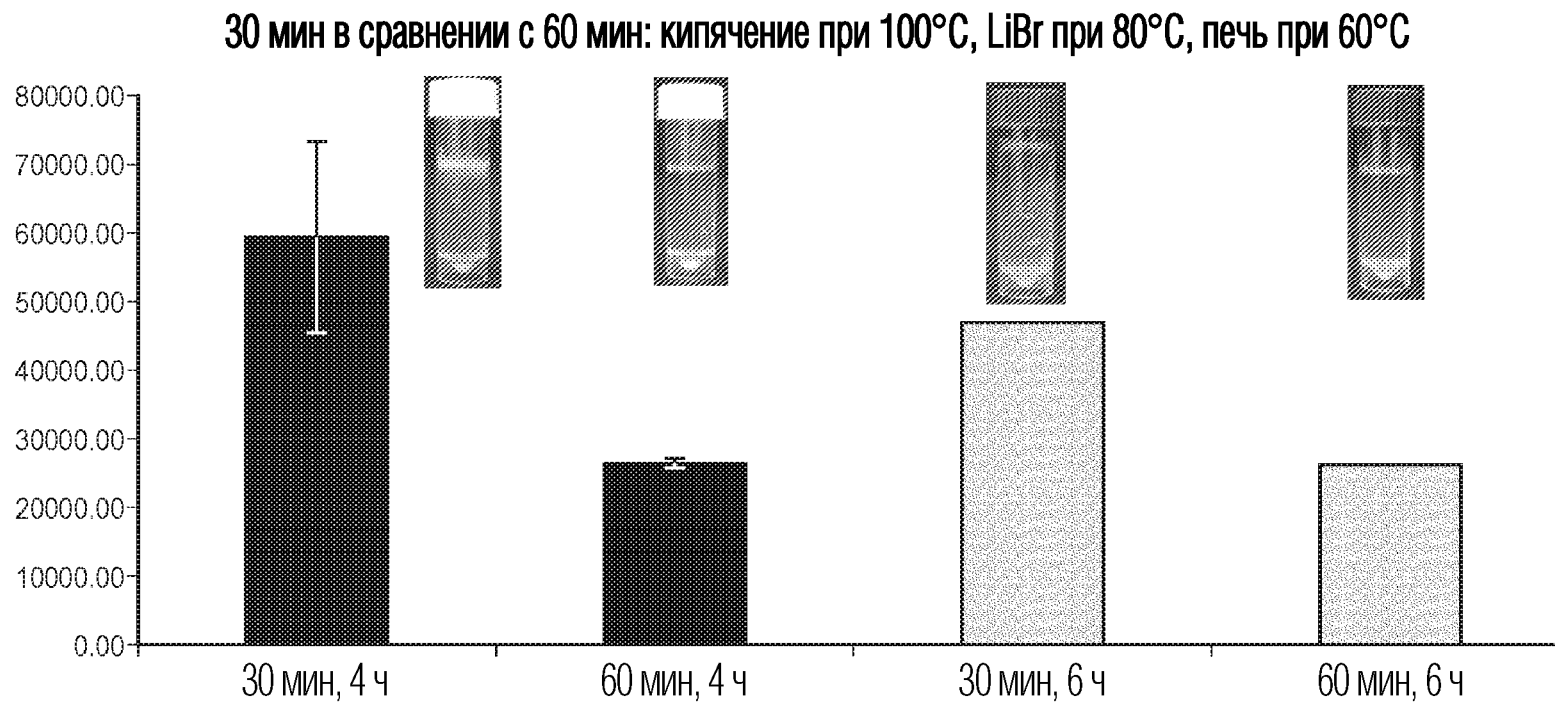


ФИГ. 42

30 мин в сравнении с 60 мин: кипячение при 100°C, LiBr при 80°C, печь при 80°C

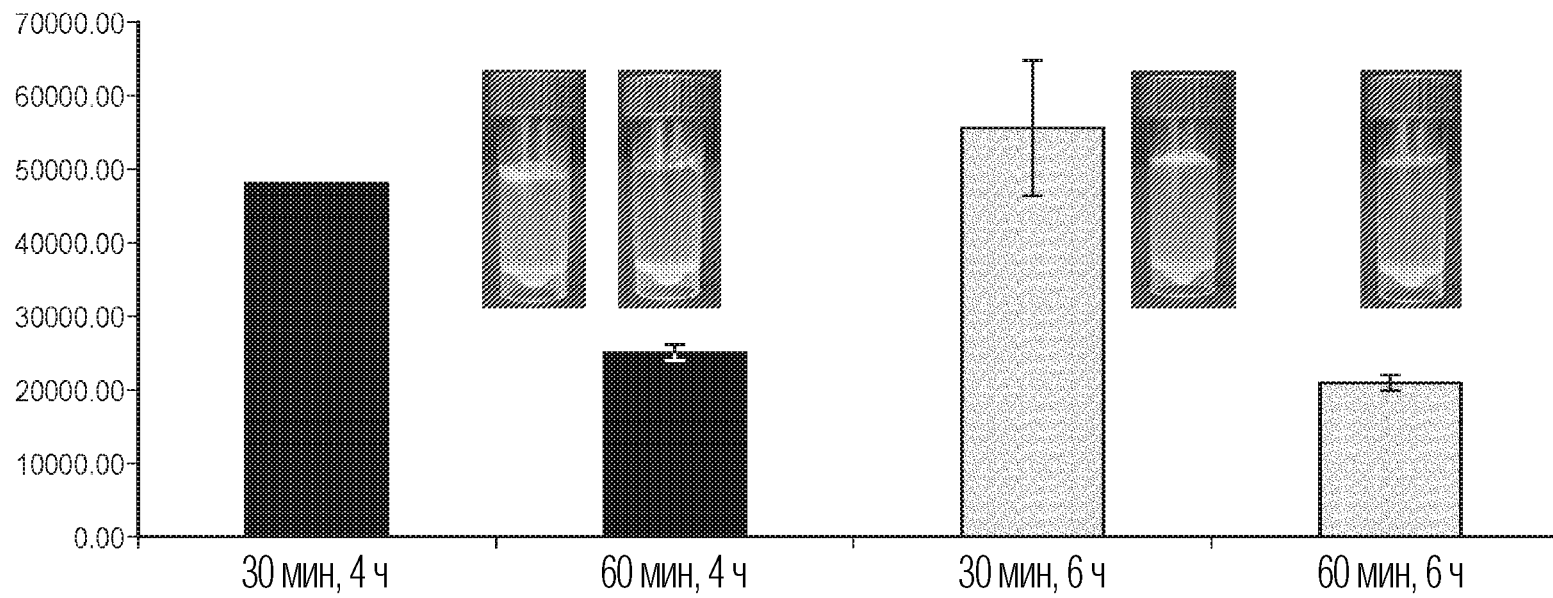


ФИГ. 43



ФИГ. 44

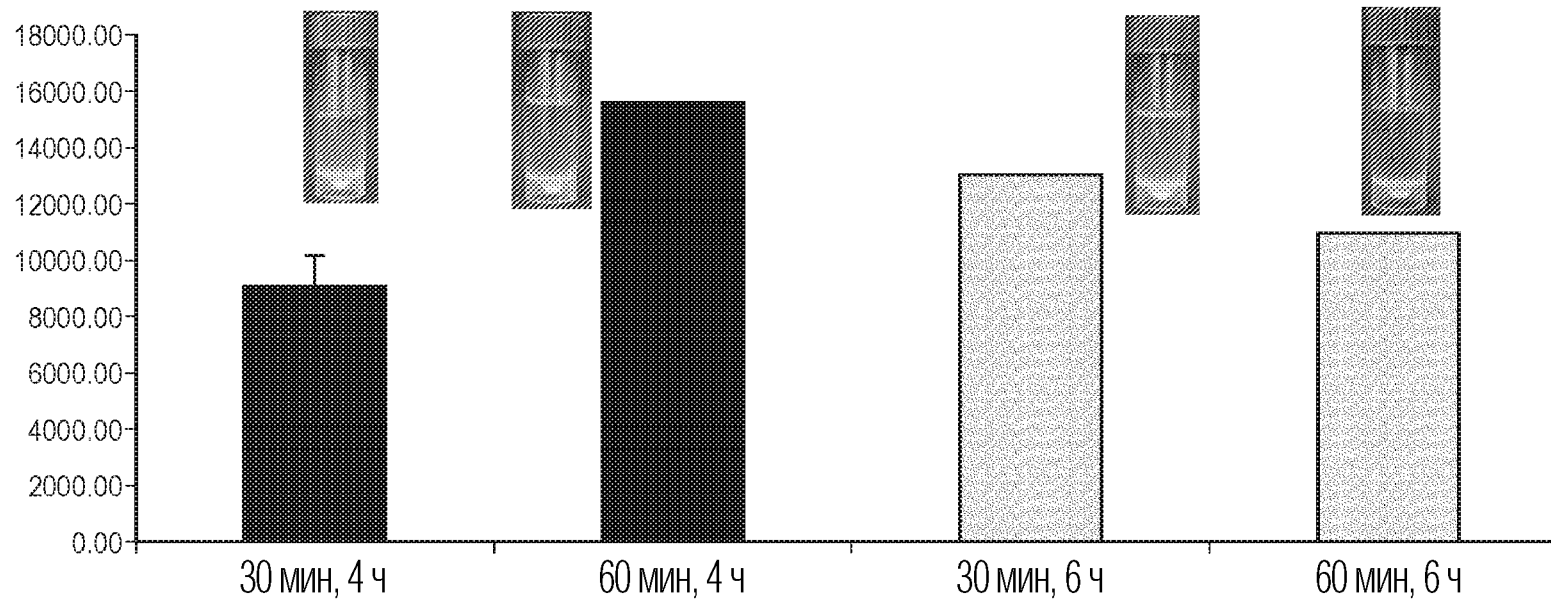
30 мин в сравнении с 60 мин: кипячение при 100°C, LiBr при 100°C, печь при 60°C



ФИГ. 45

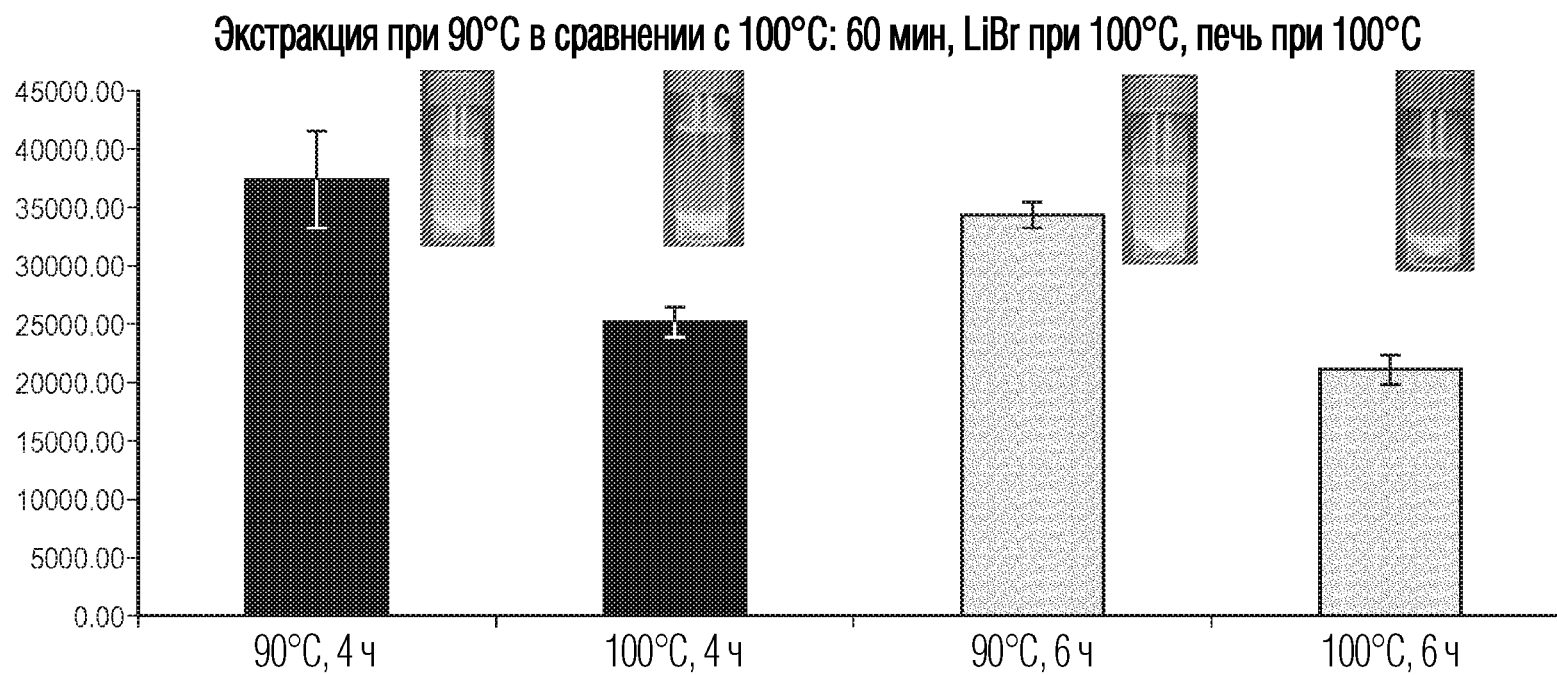
45/278

30 мин в сравнении с 60 мин: кипячение при 100°C, LiBr при 140°C, печь при 140°C



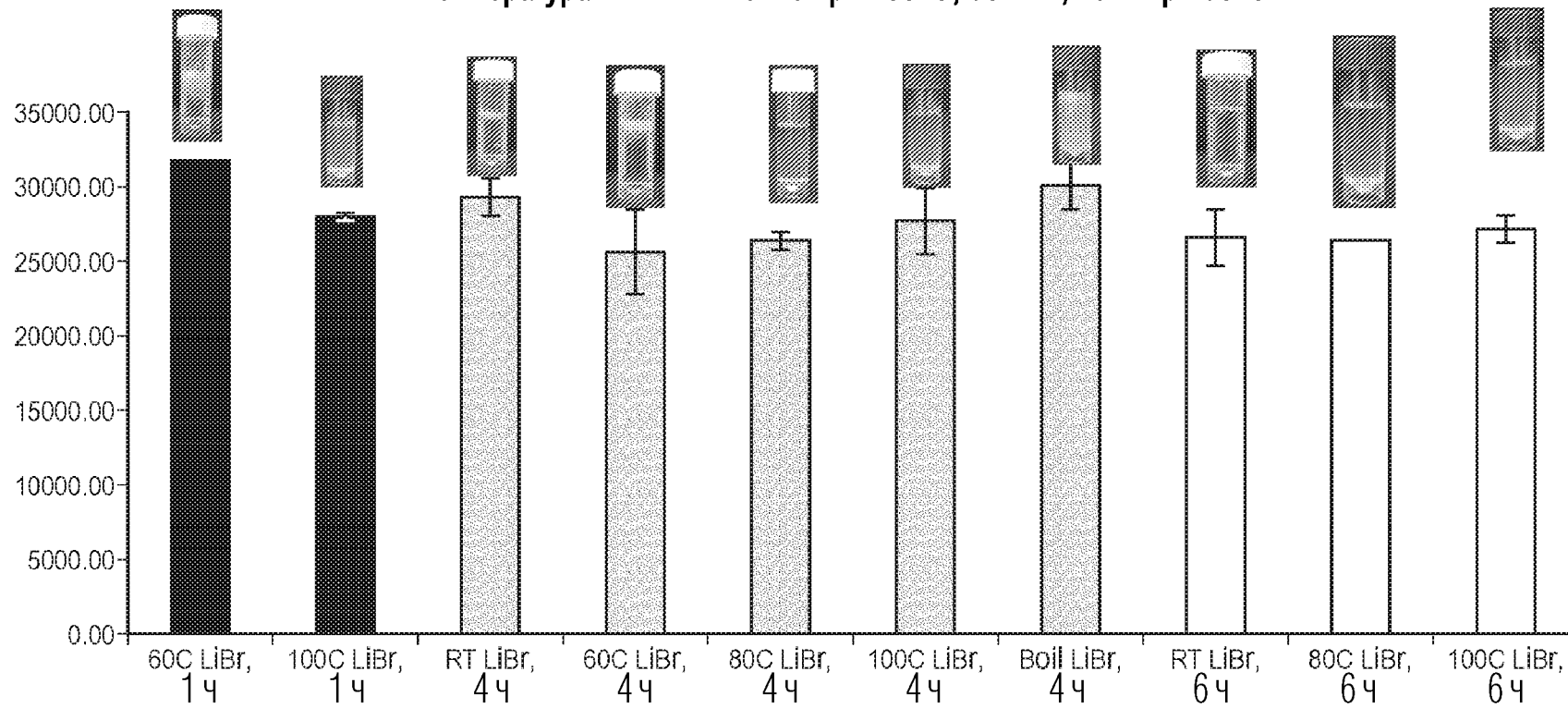
ФИГ. 46





ФИГ. 47

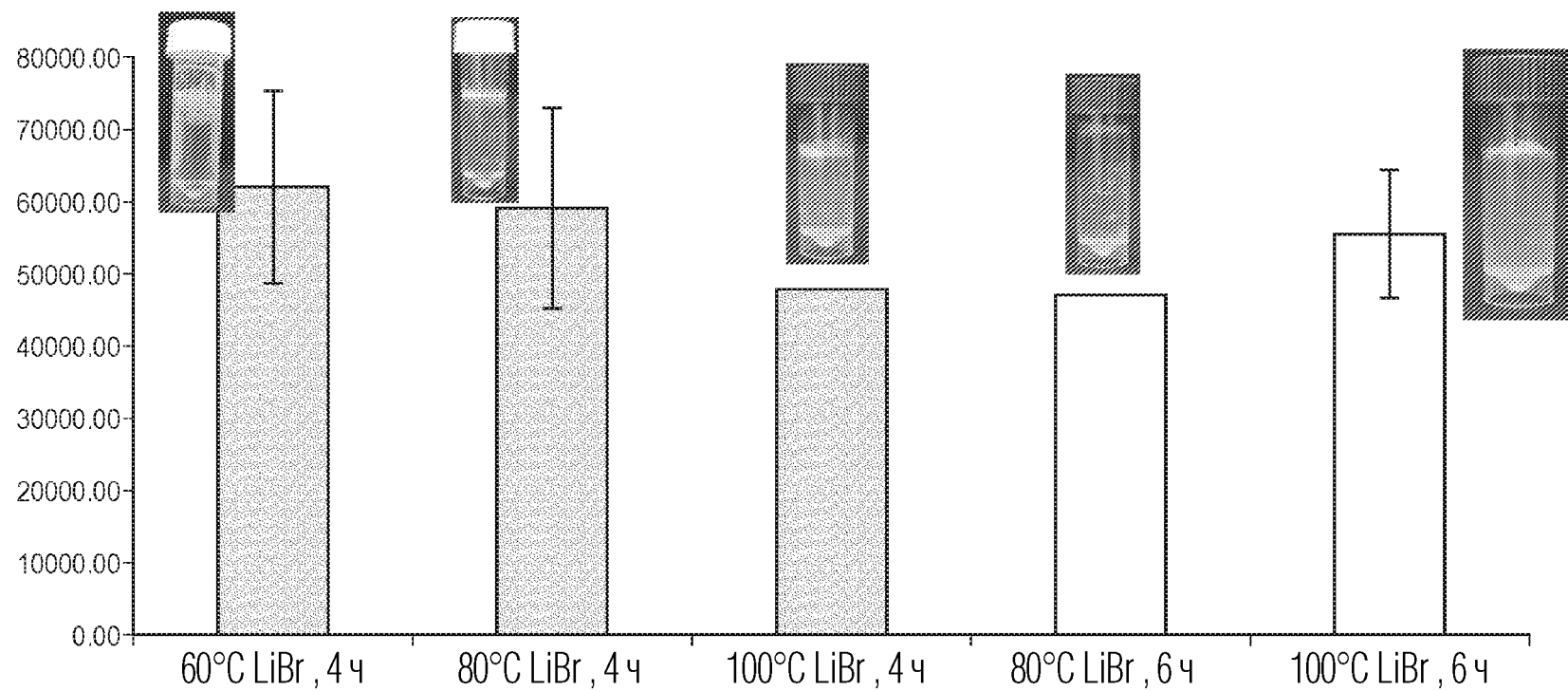
Температура LiBr: кипячение при 100°C, 60 мин, печь при 60°C



ФИГ. 48

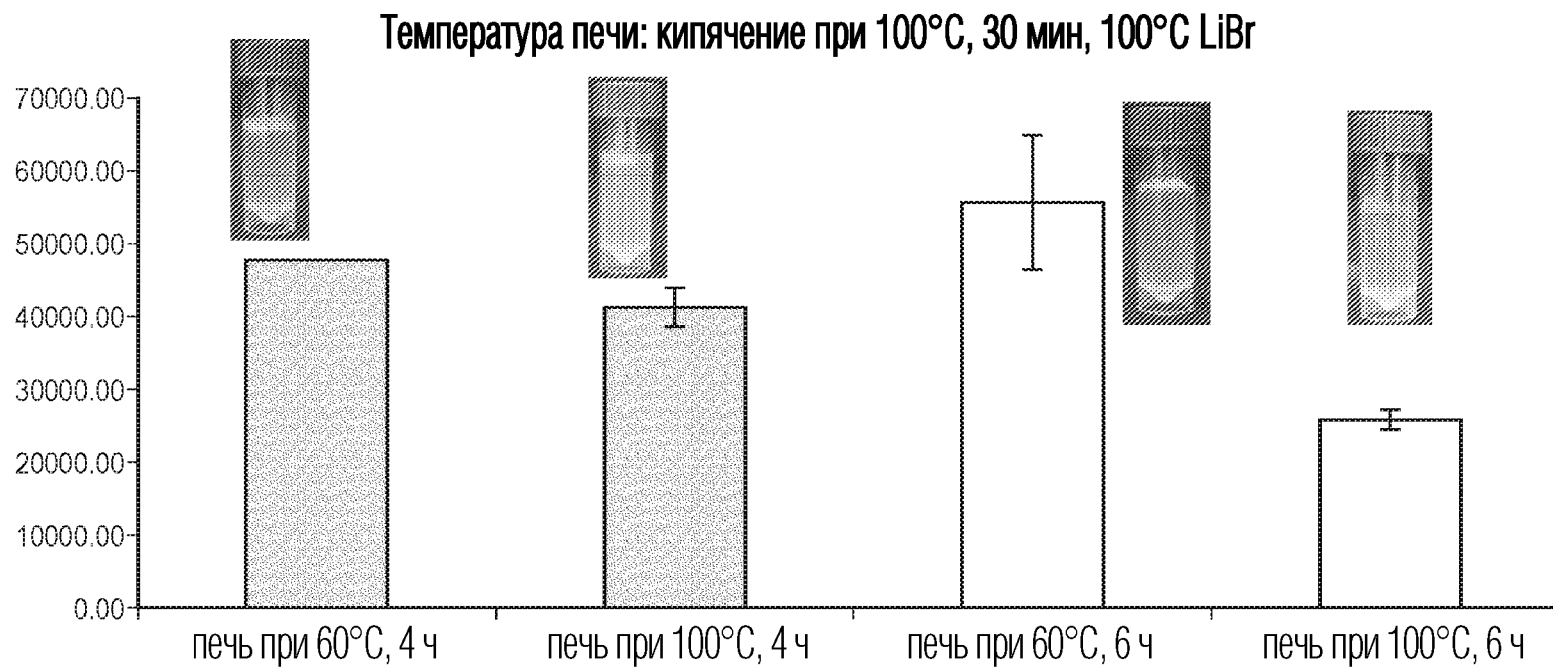
48/278

Температура LiBr: кипячение при 100°C, 30 мин, печь при 60°C



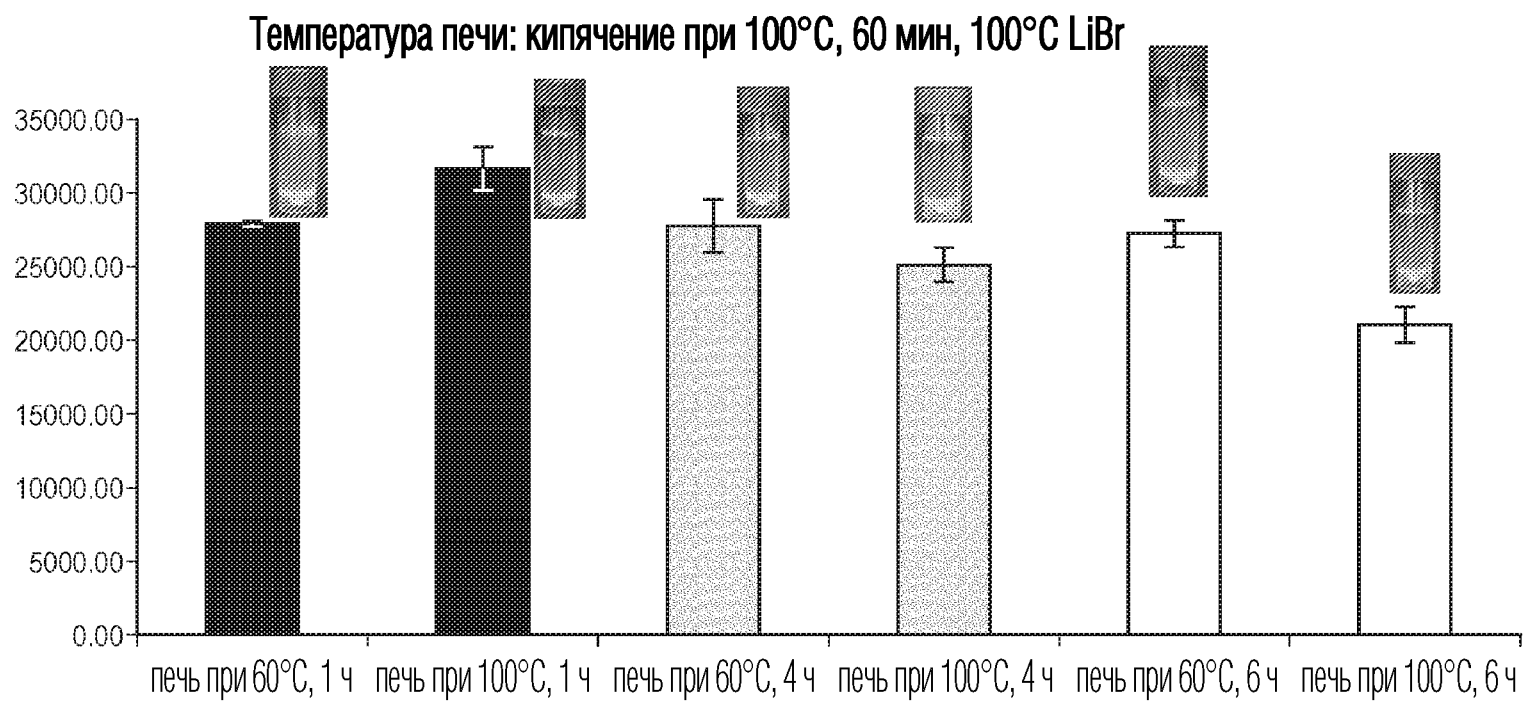
ФИГ. 49

49/278



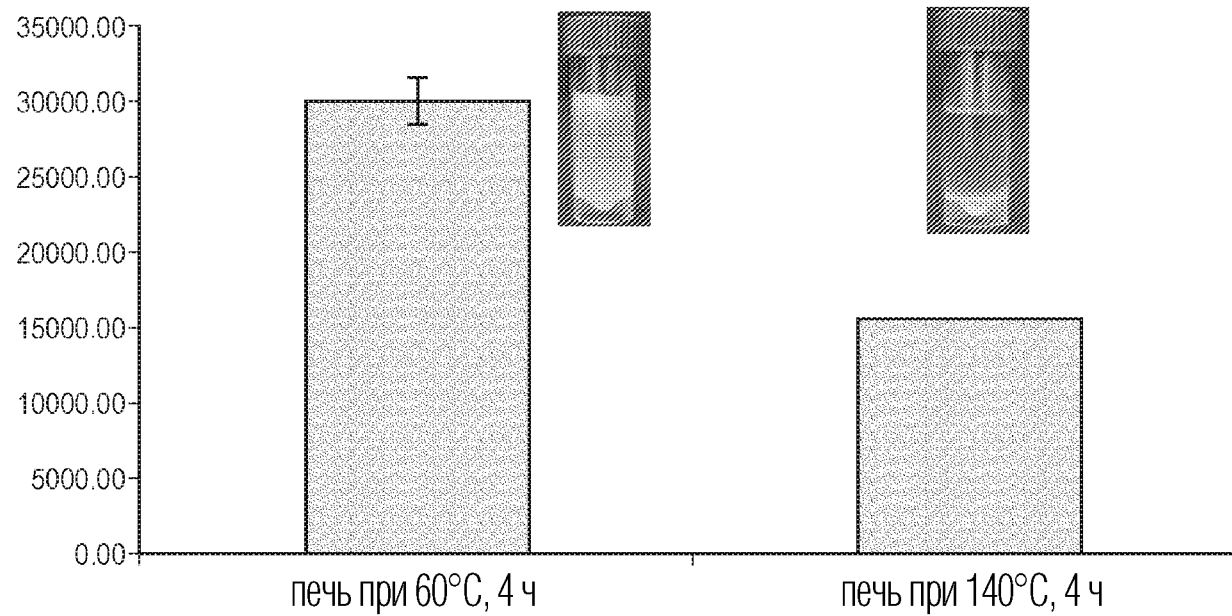
ФИГ. 50

50/278

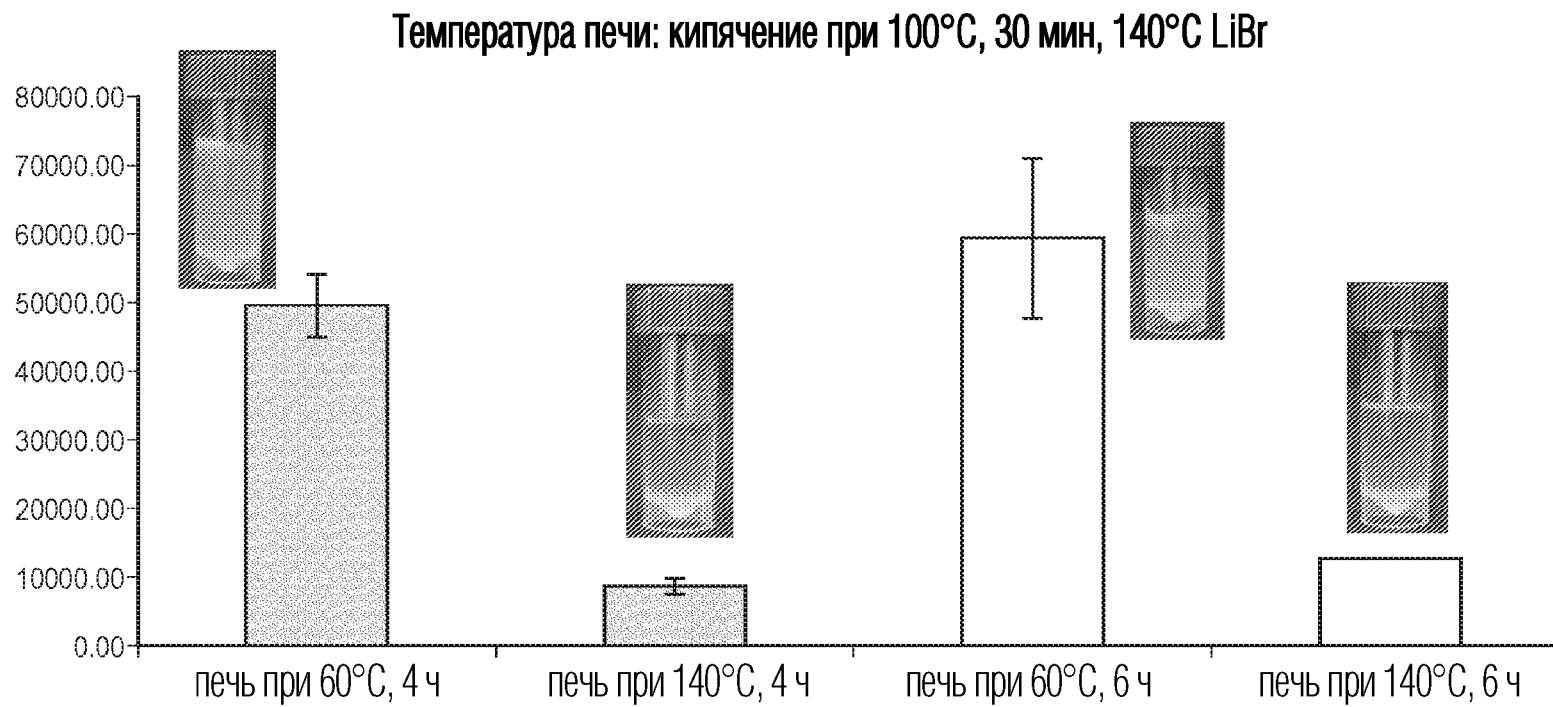


ФИГ. 51

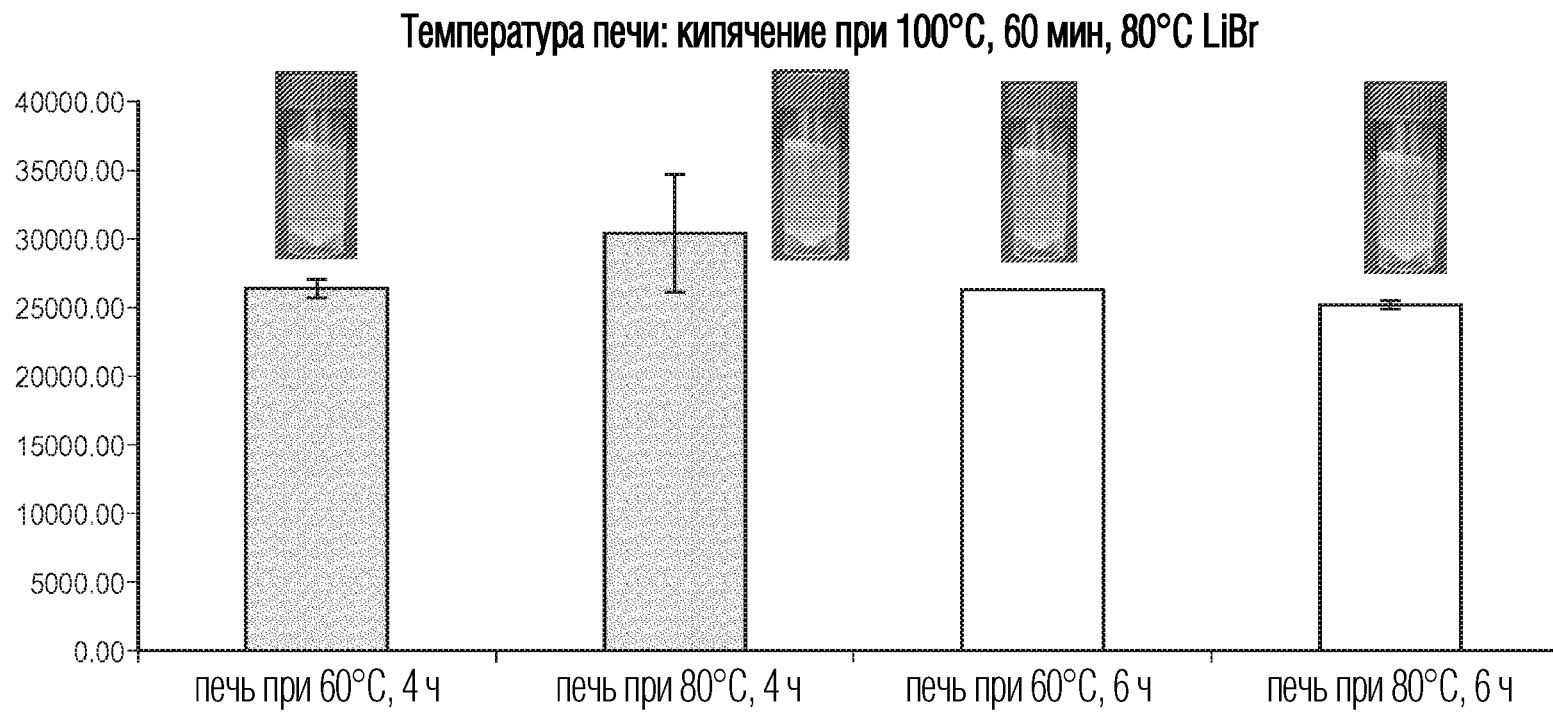
Температура печи: кипячение при 100°C, 60 мин, 140°C LiBr



ФИГ. 52

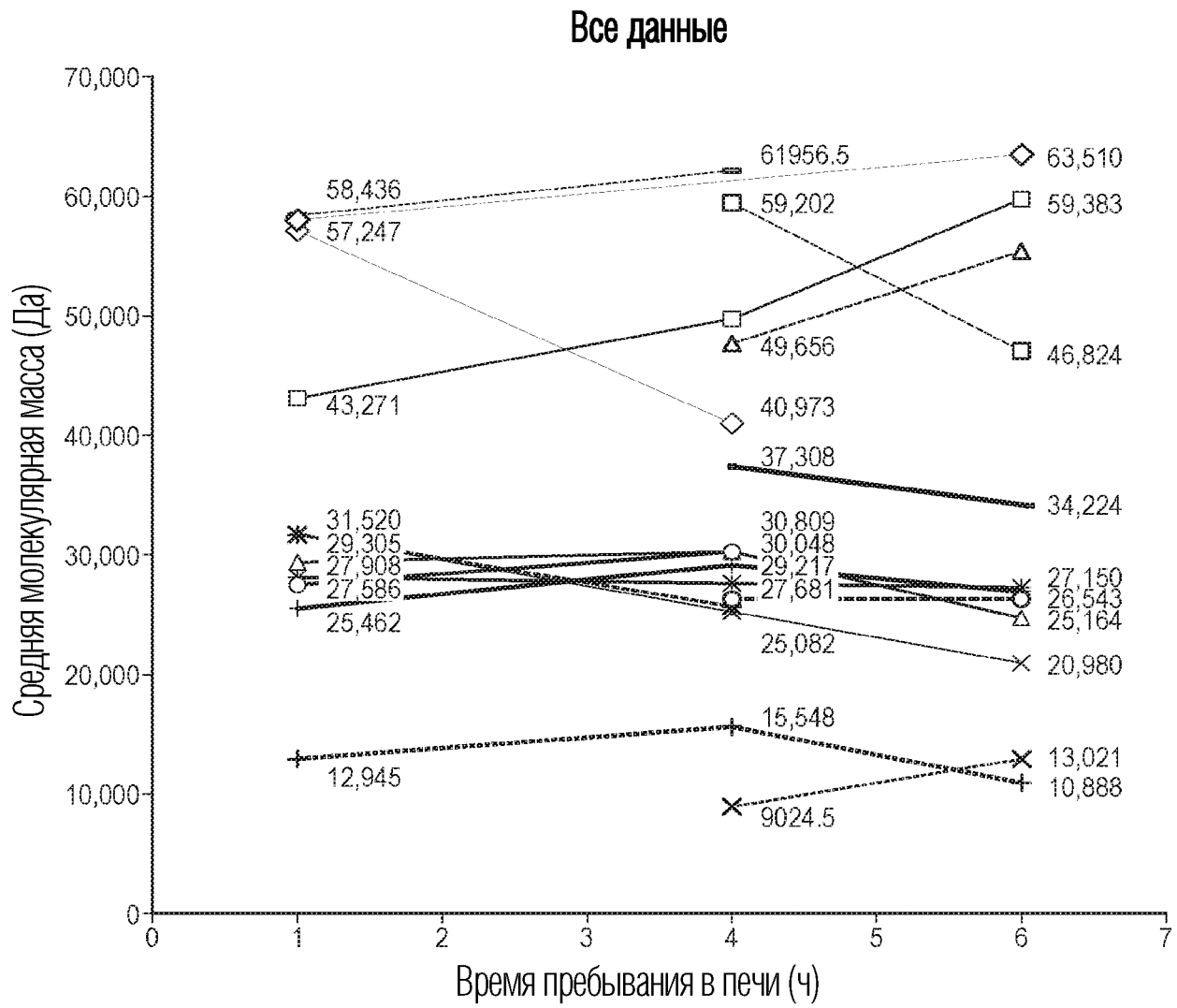


ФИГ. 53



ФИГ. 54



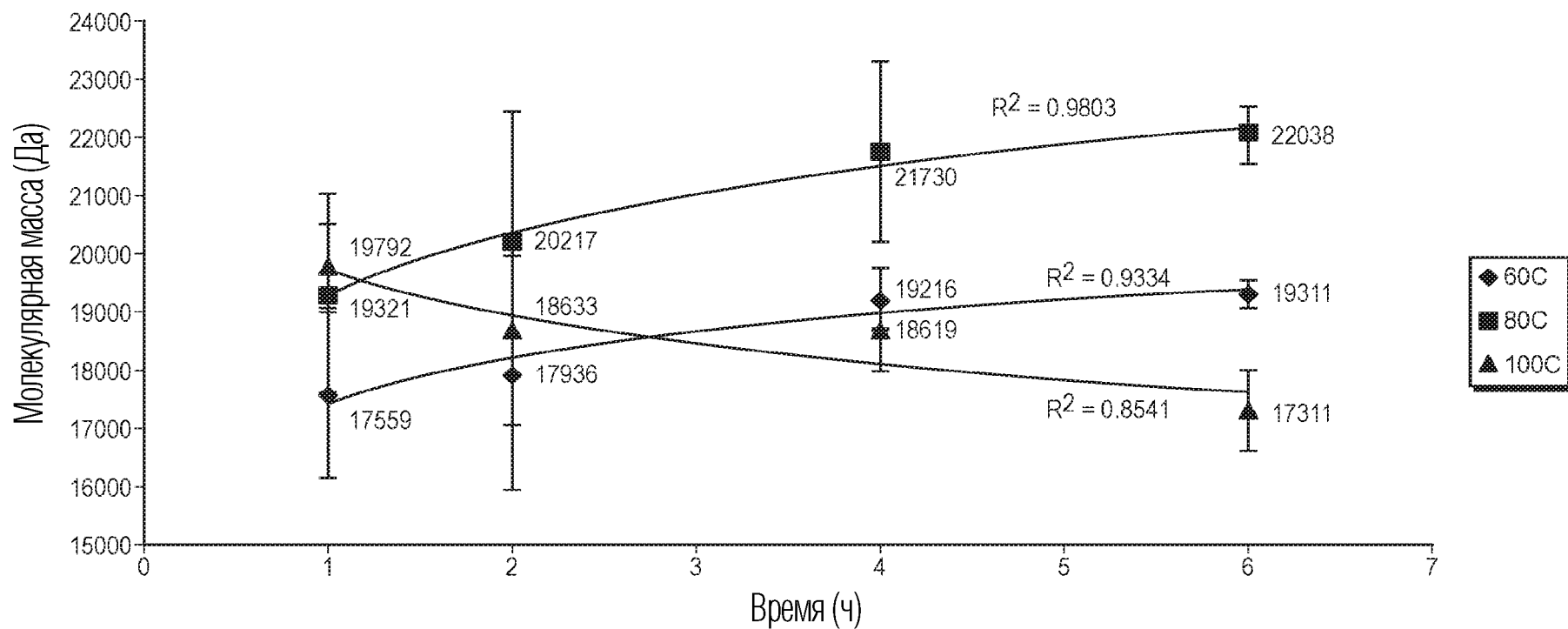


ФИГ. 55

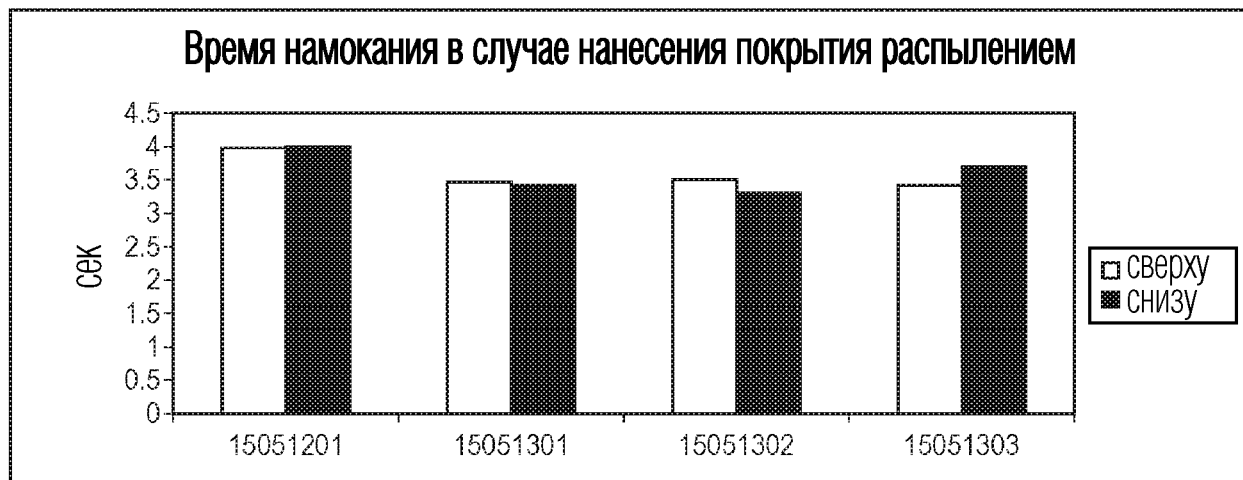
55/278

# Данные по температуре печи=температуре LiBr: Цикл 2

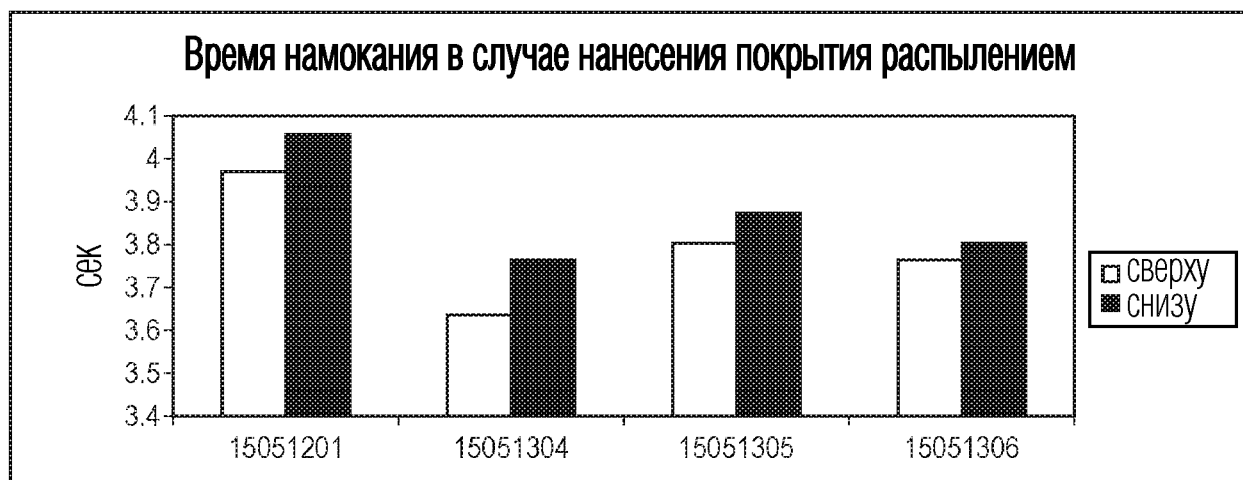
Данные по молекулярной массе: Температура в печи=Температура LiBr



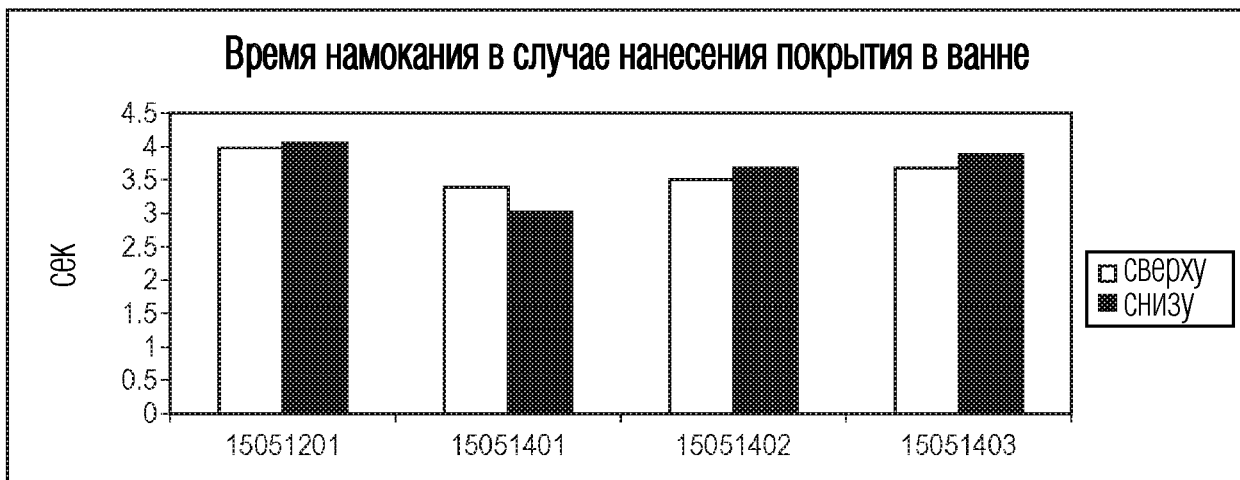
ФИГ. 56



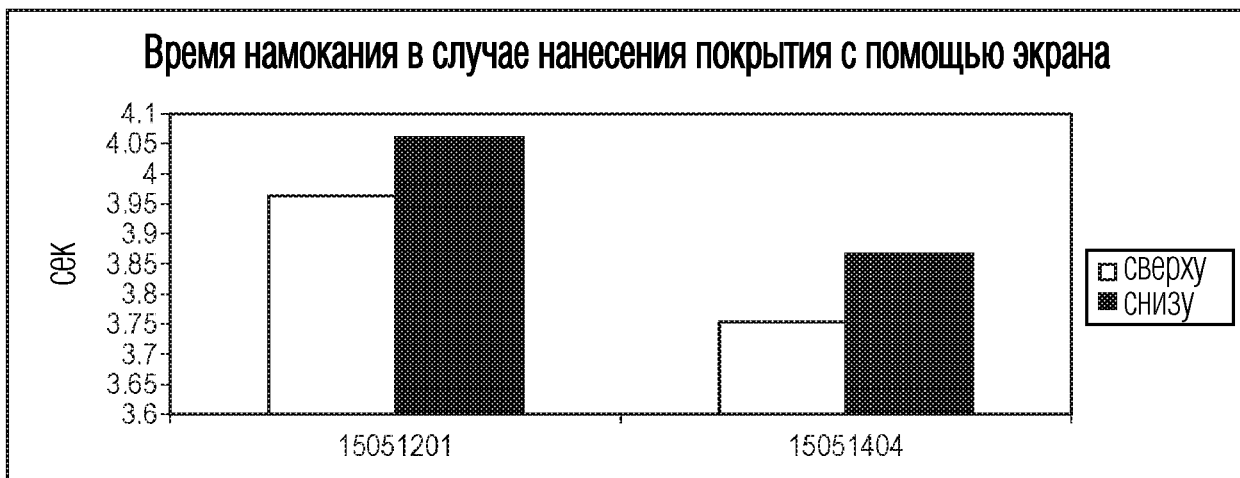
**ФИГ. 57А**



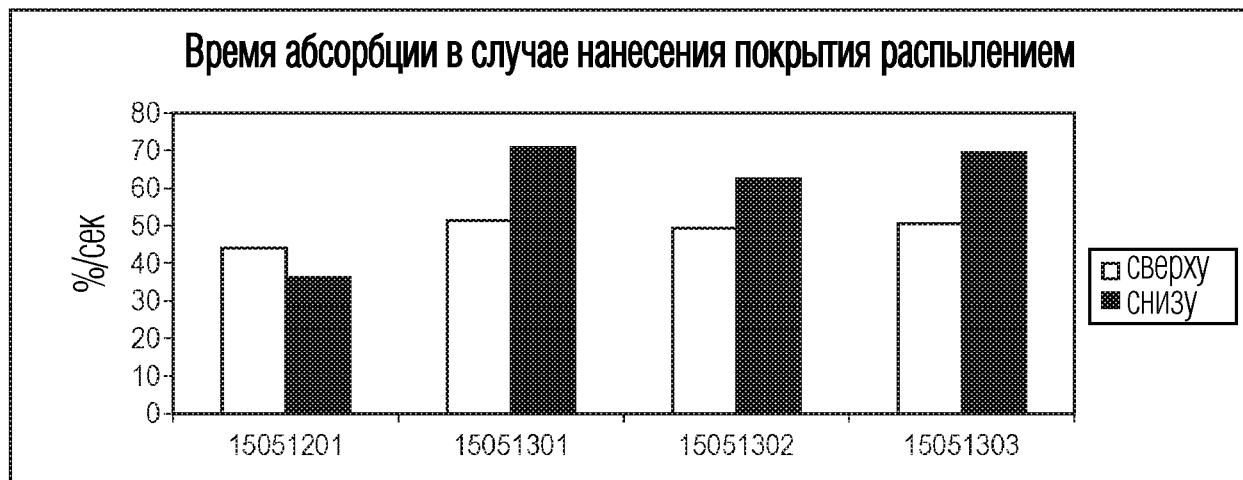
**ФИГ. 57В**



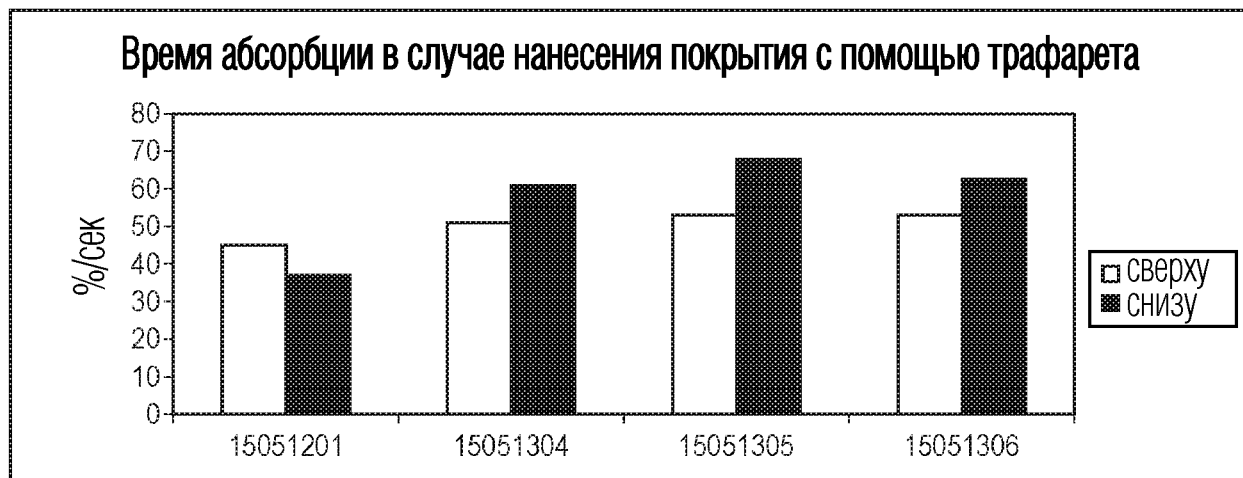
**ФИГ. 57С**



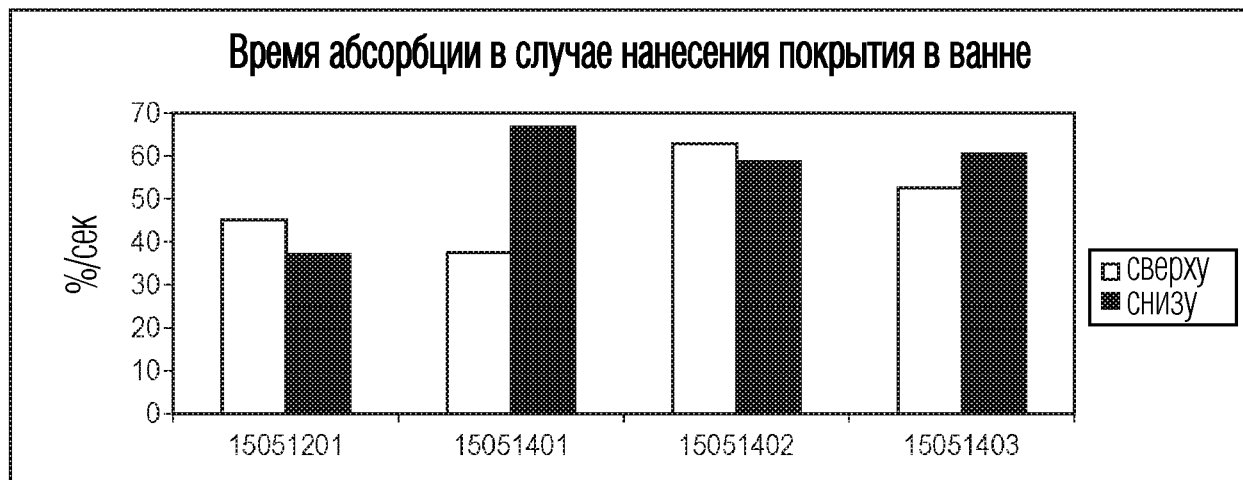
**ФИГ. 57D**



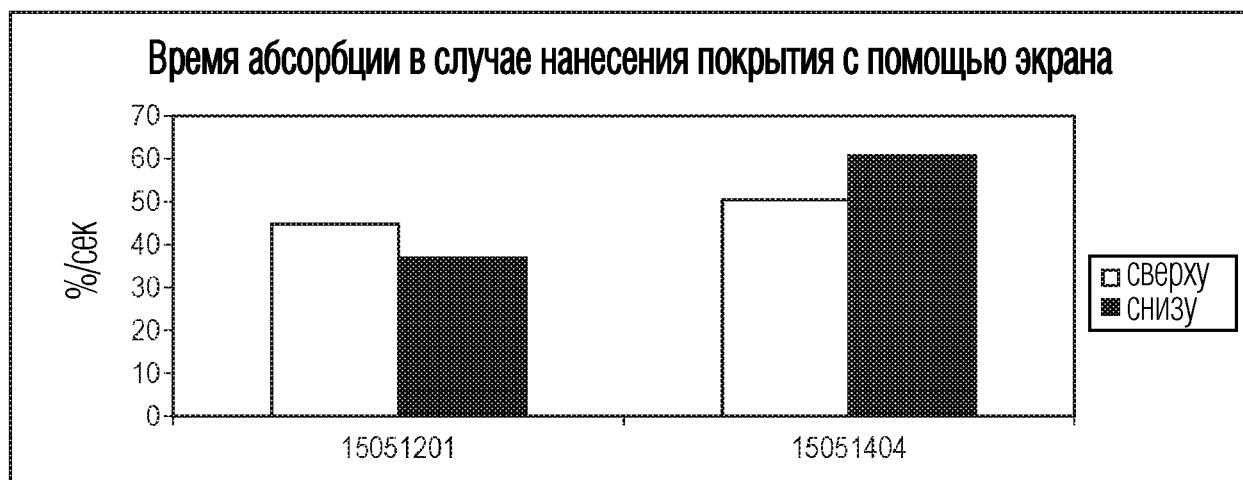
**ФИГ. 58А**



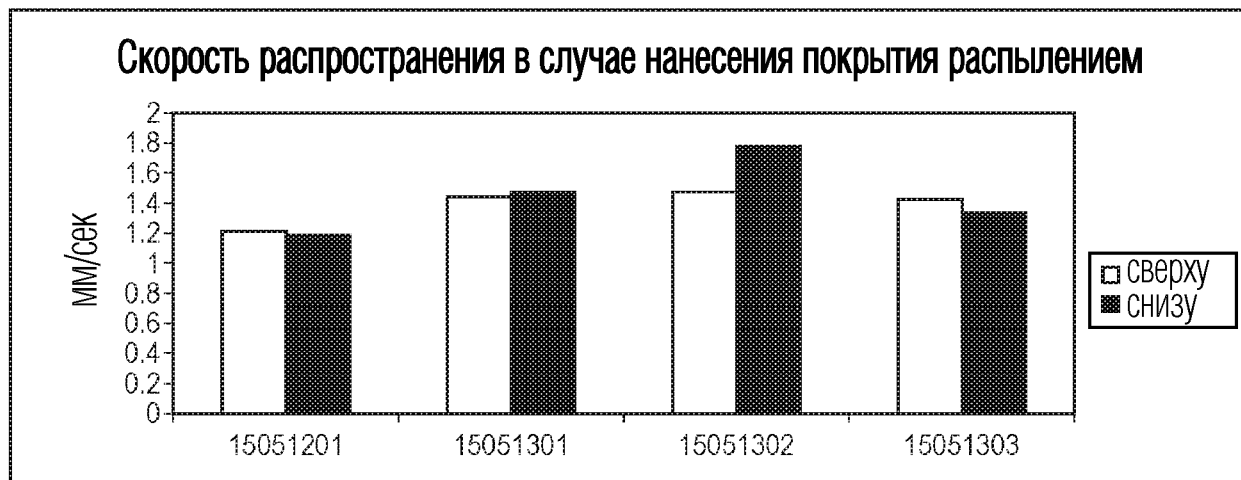
**ФИГ. 58В**



**ФИГ. 58С**



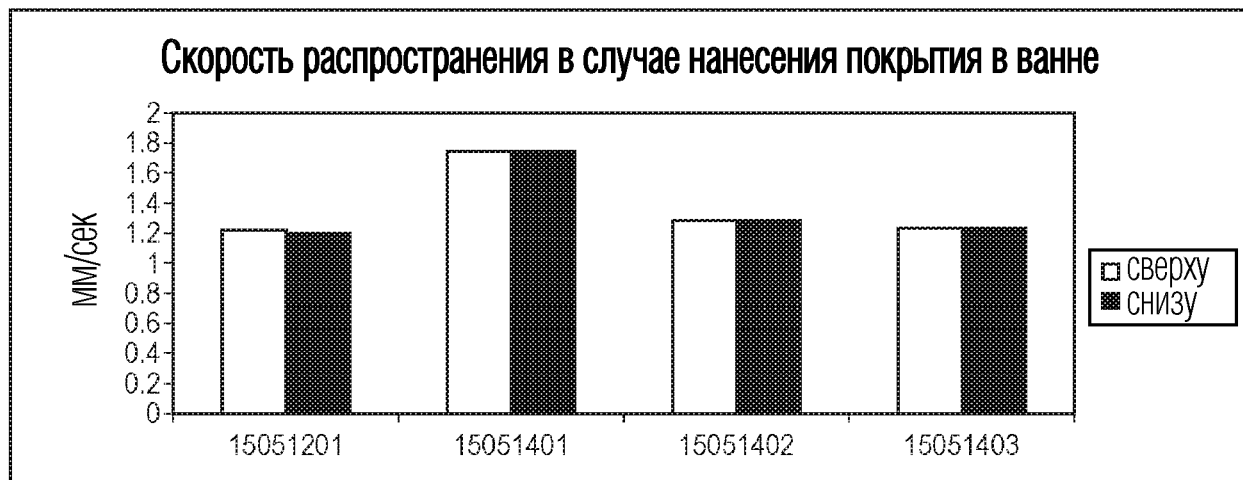
**ФИГ. 58D**



**ФИГ. 59А**



**ФИГ. 59В**

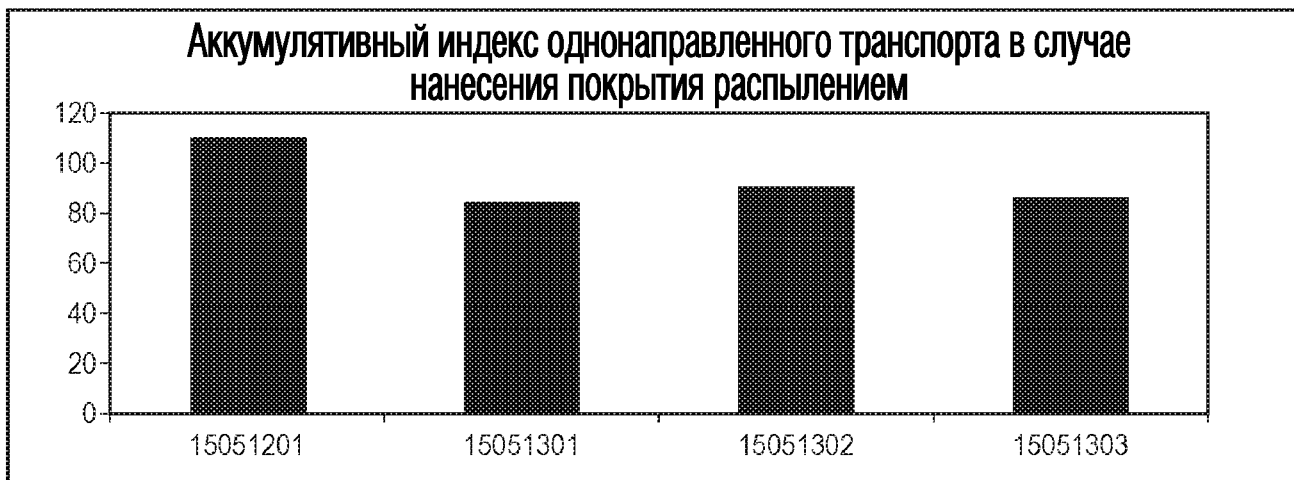


**ФИГ. 59С**

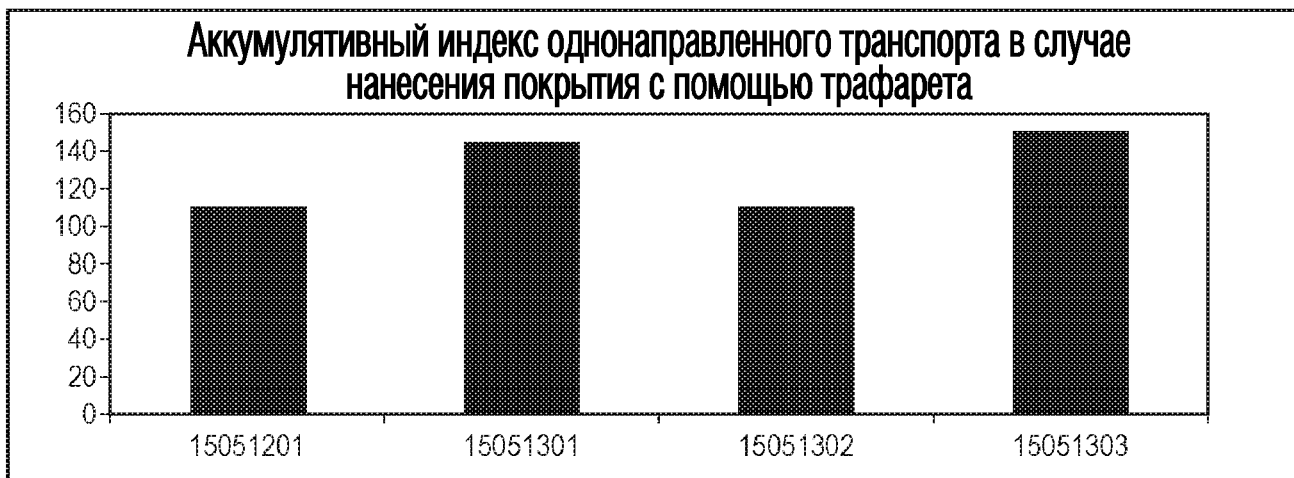


**ФИГ. 59D**





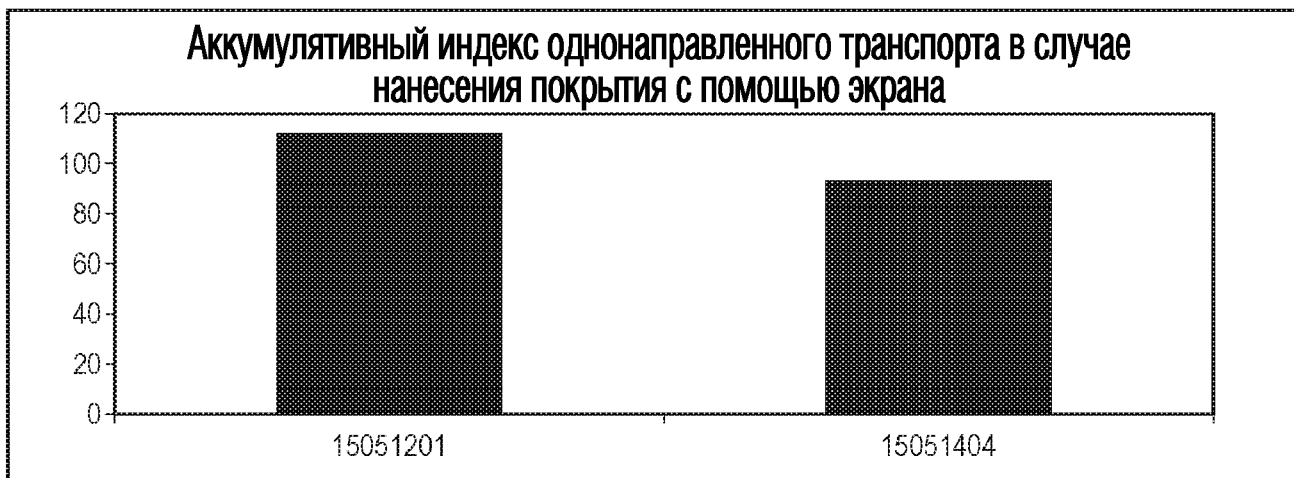
**ФИГ. 60А**



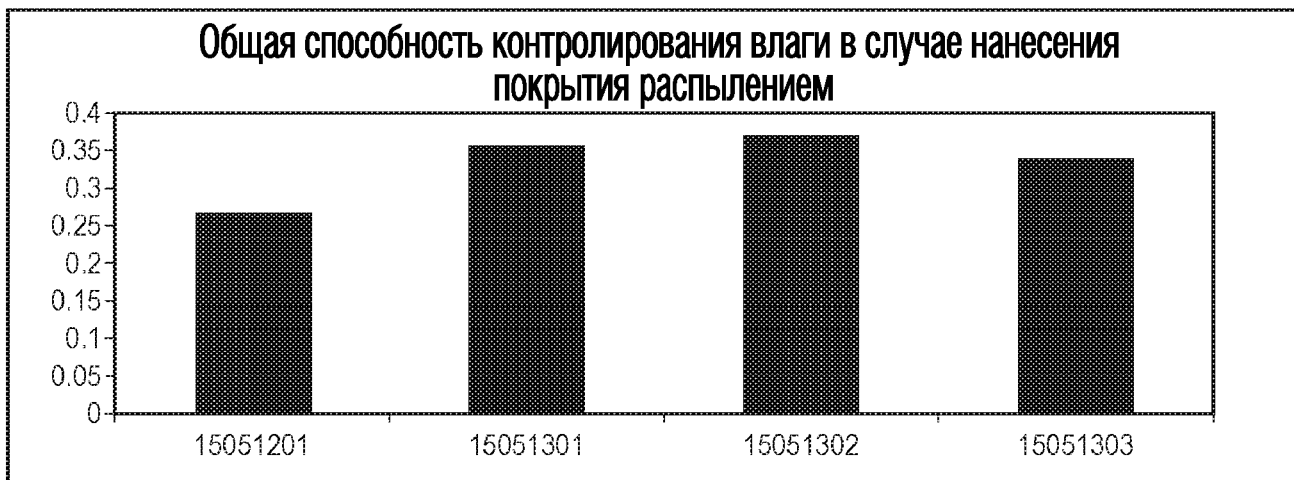
**ФИГ. 60В**



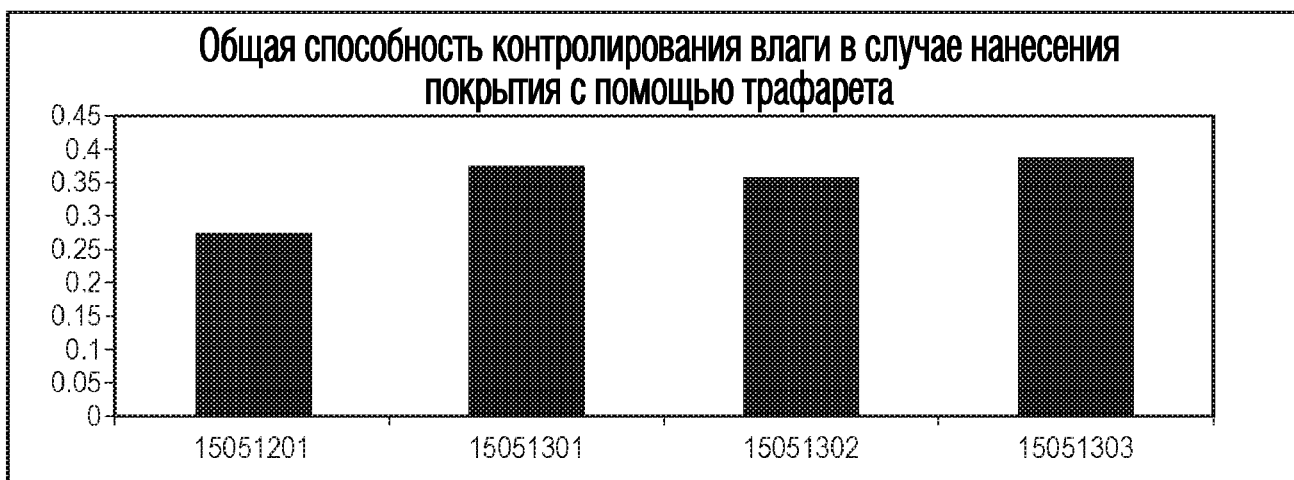
**ФИГ. 60С**



**ФИГ. 60D**



**ФИГ. 61А**



**ФИГ. 61В**



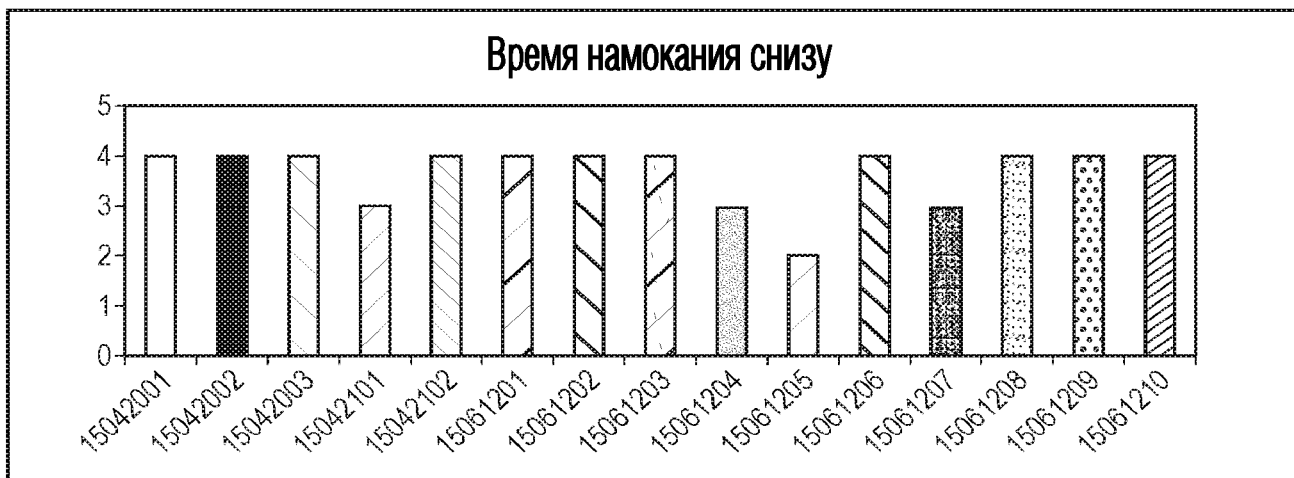
ФИГ. 61С



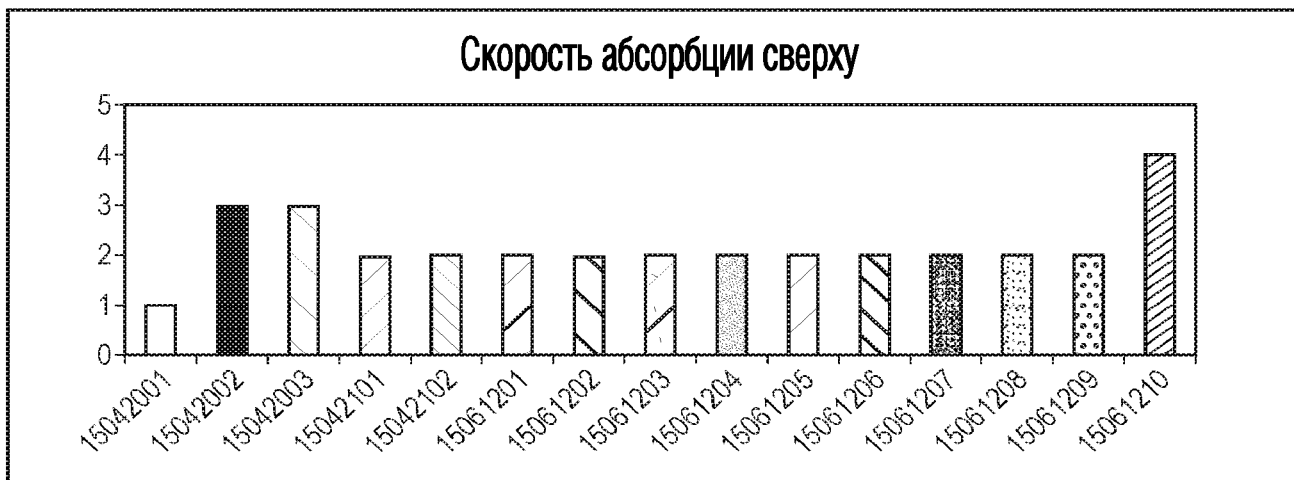
ФИГ. 61D



ФИГ. 62А



ФИГ. 62В



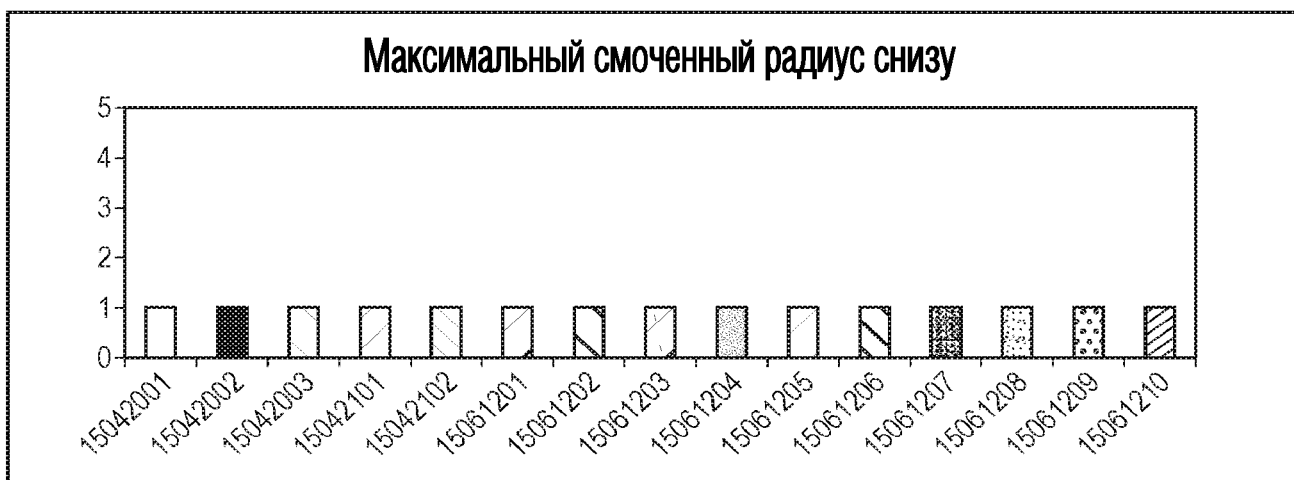
ФИГ. 63А



ФИГ. 63В



ФИГ. 64А



ФИГ. 64В



ФИГ. 65А



ФИГ. 65В

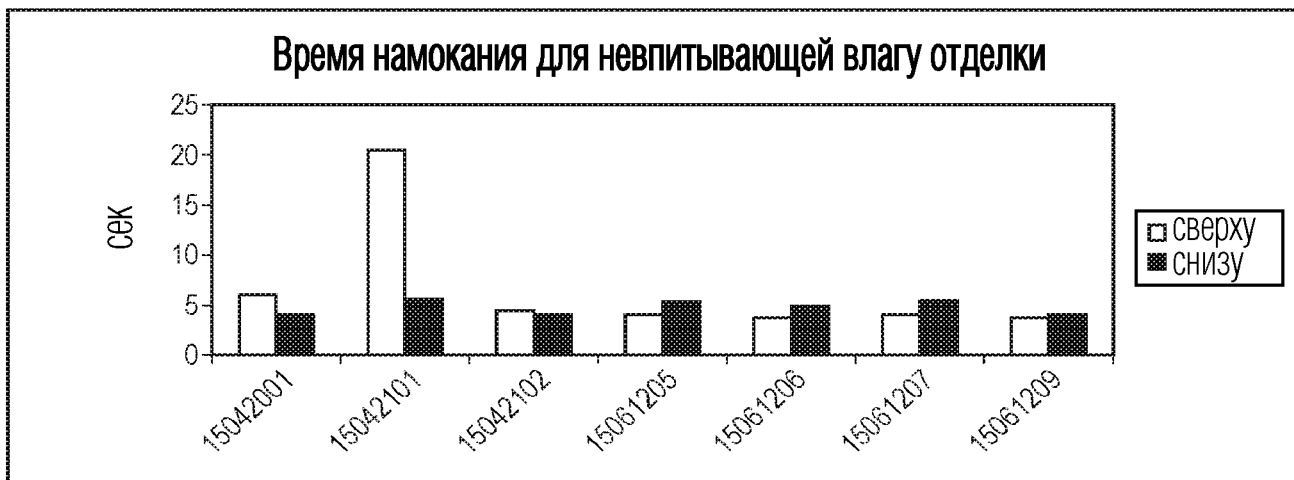




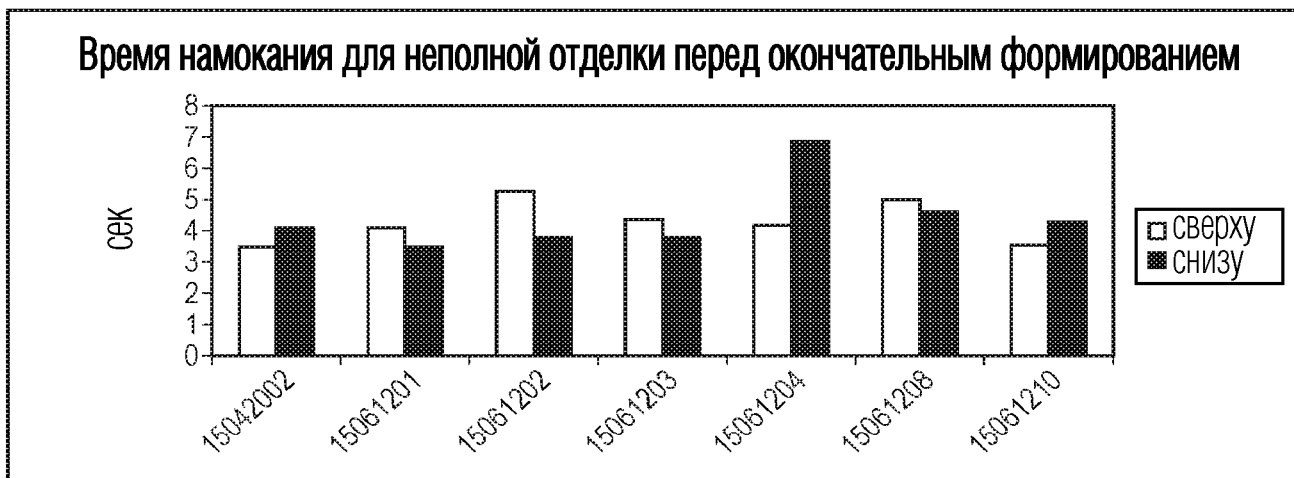
ФИГ. 66А



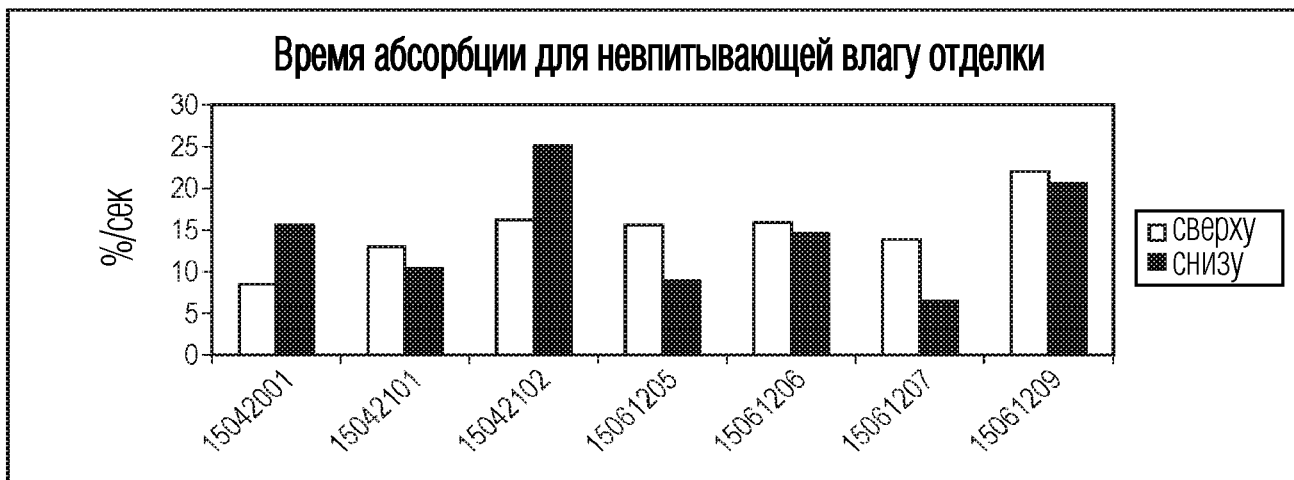
ФИГ. 66В



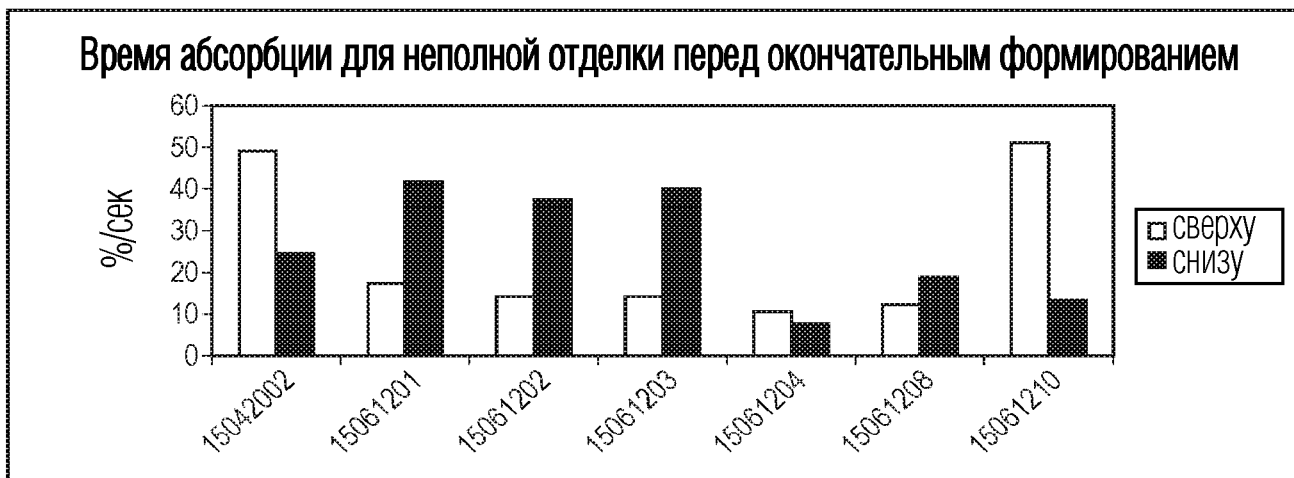
**ФИГ. 67А**



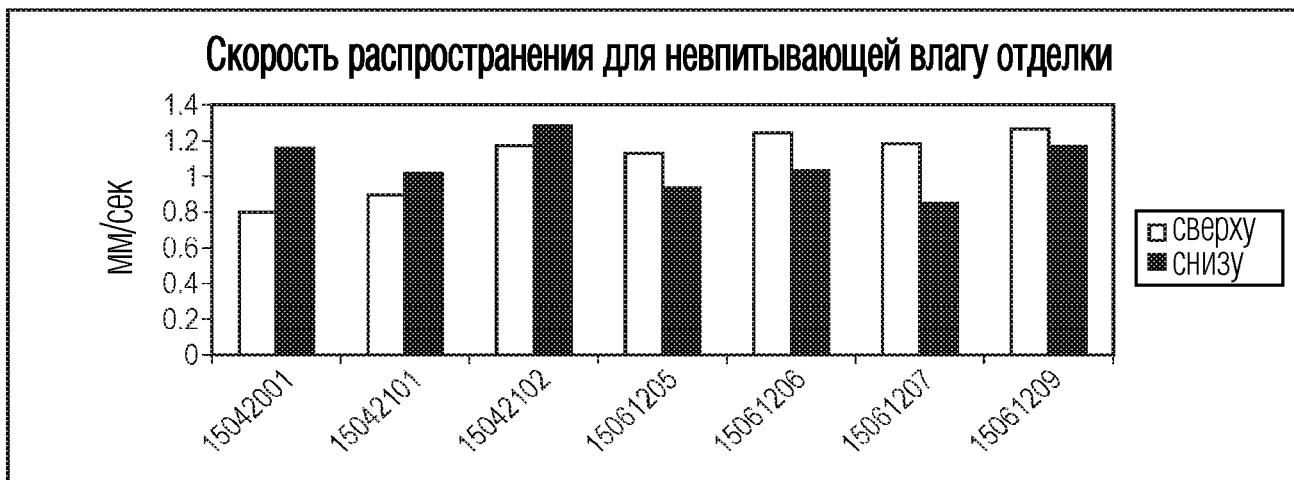
**ФИГ. 67В**



**ФИГ. 68А**



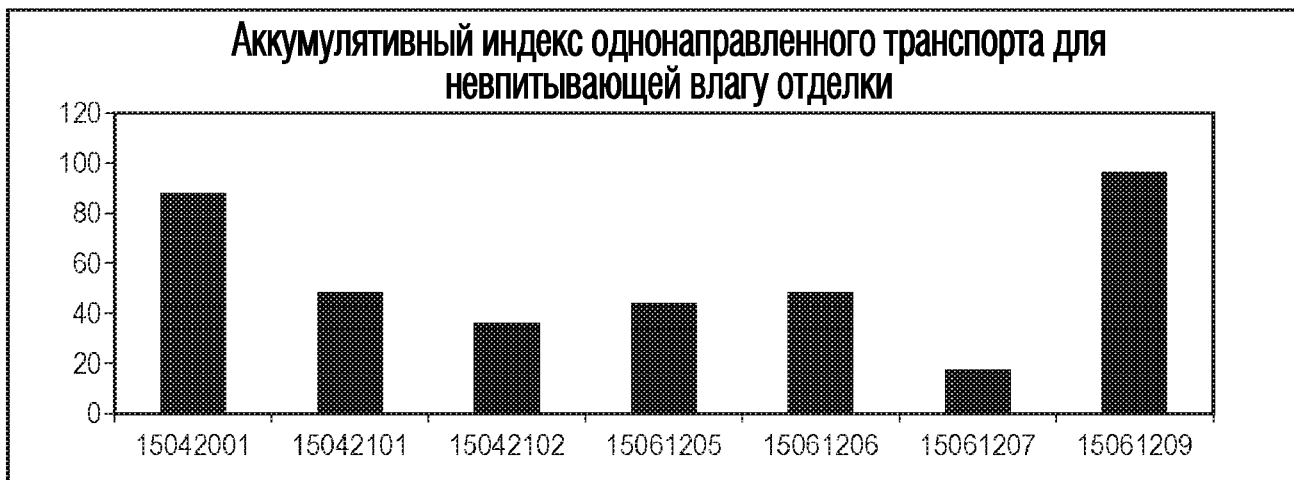
**ФИГ. 68В**



**ФИГ. 69А**



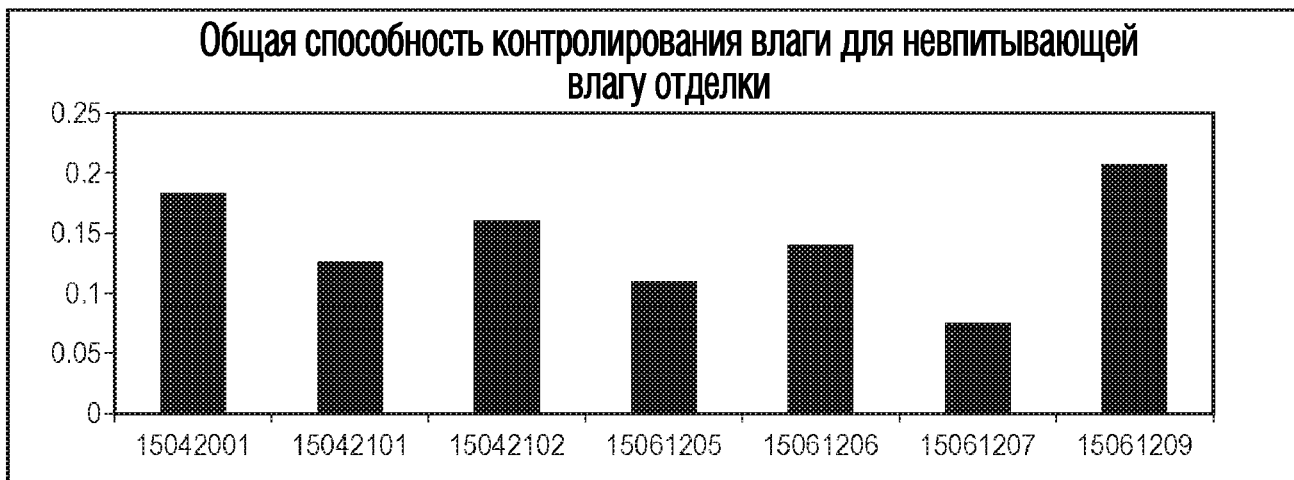
**ФИГ. 69В**



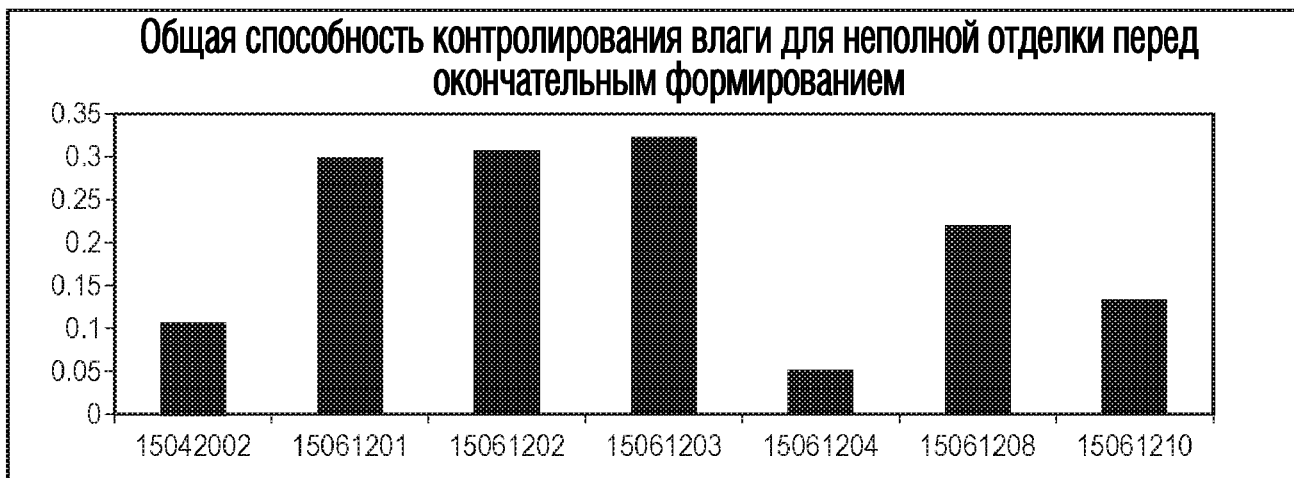
**ФИГ. 70А**



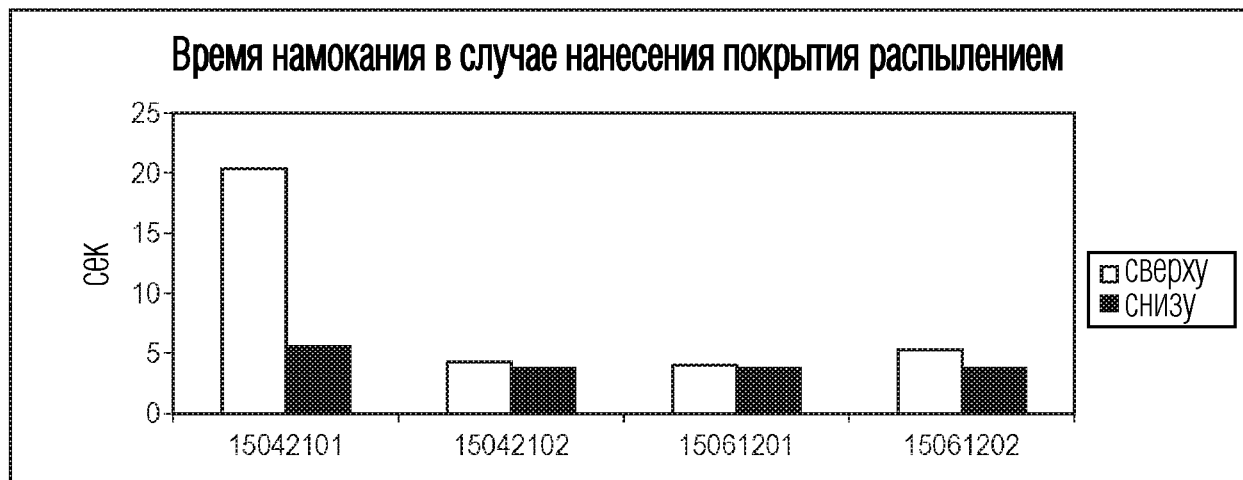
**ФИГ. 70В**



**ФИГ. 71А**



**ФИГ. 71В**



**ФИГ. 72А**



**ФИГ. 72В**

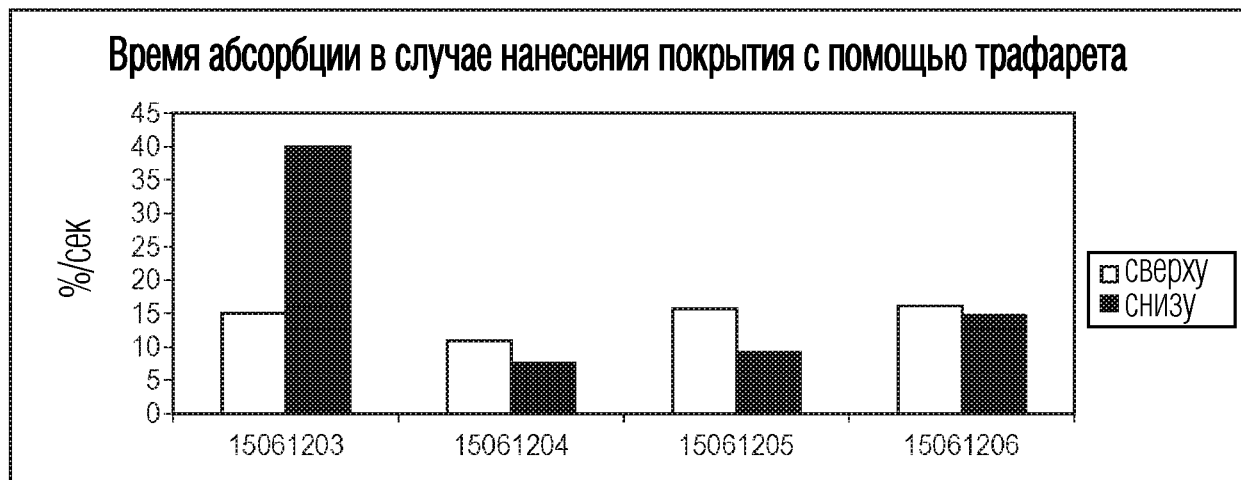


ФИГ. 72С

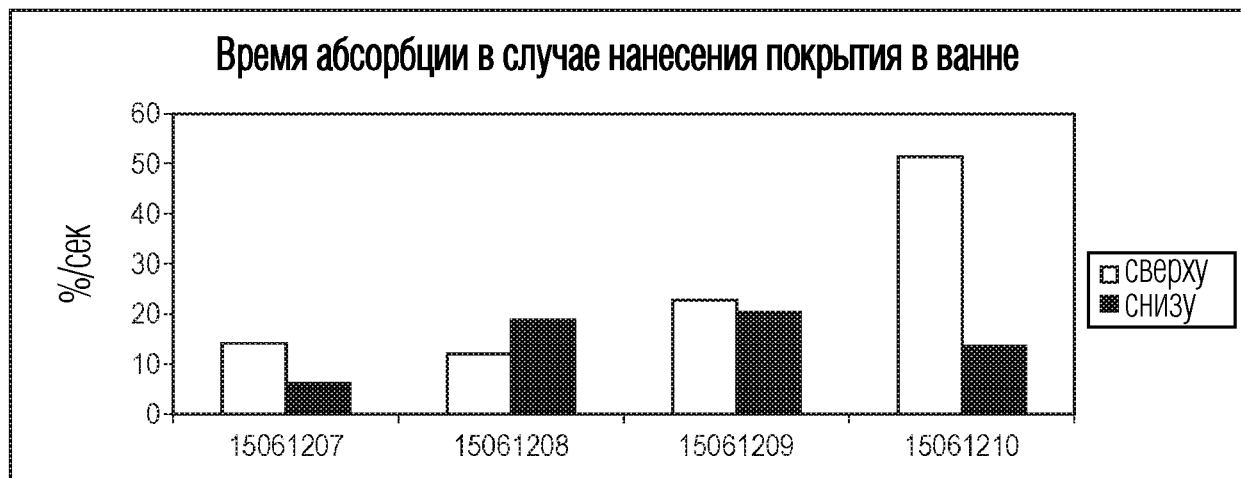


ФИГ. 73А





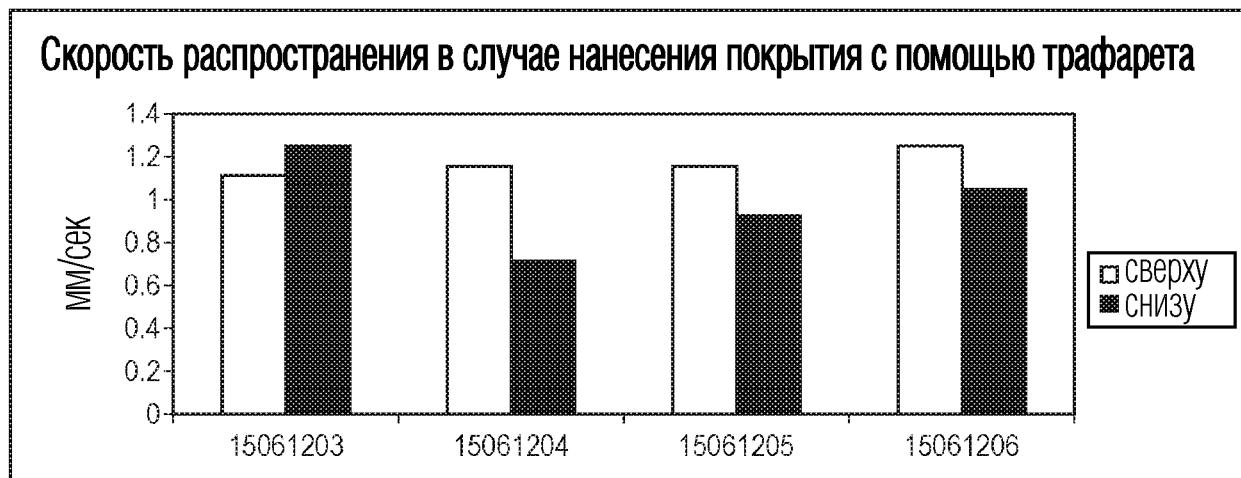
**ФИГ. 73В**



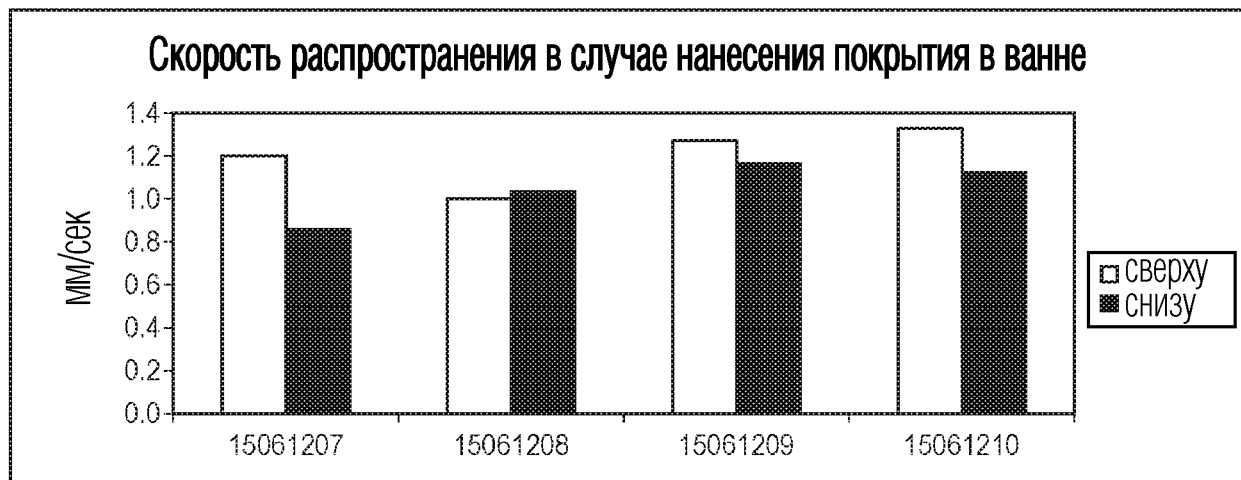
**ФИГ. 73С**



**ФИГ. 74А**



**ФИГ. 74В**



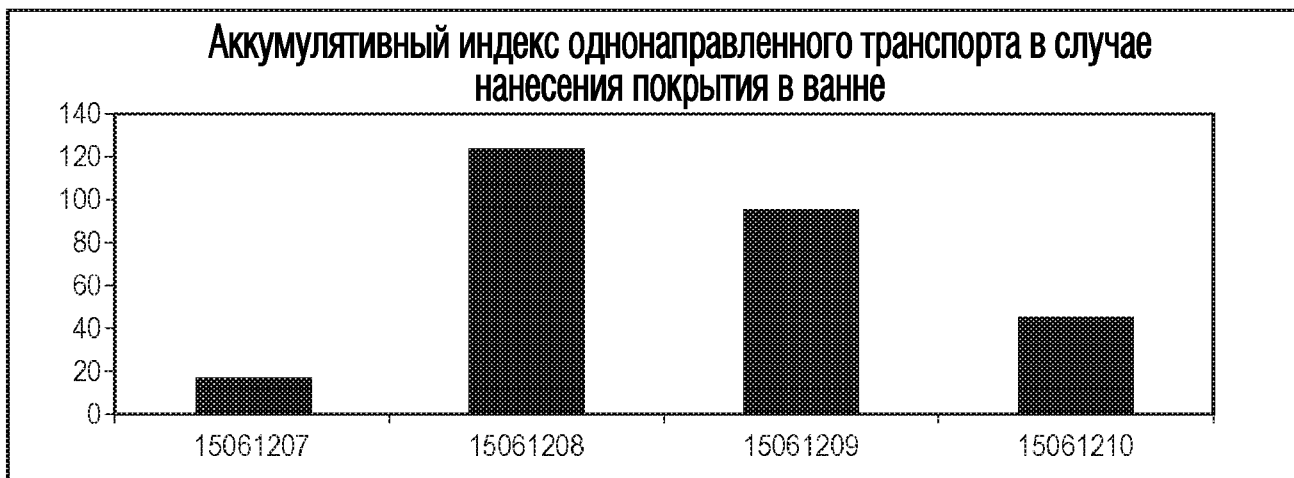
**ФИГ. 74С**



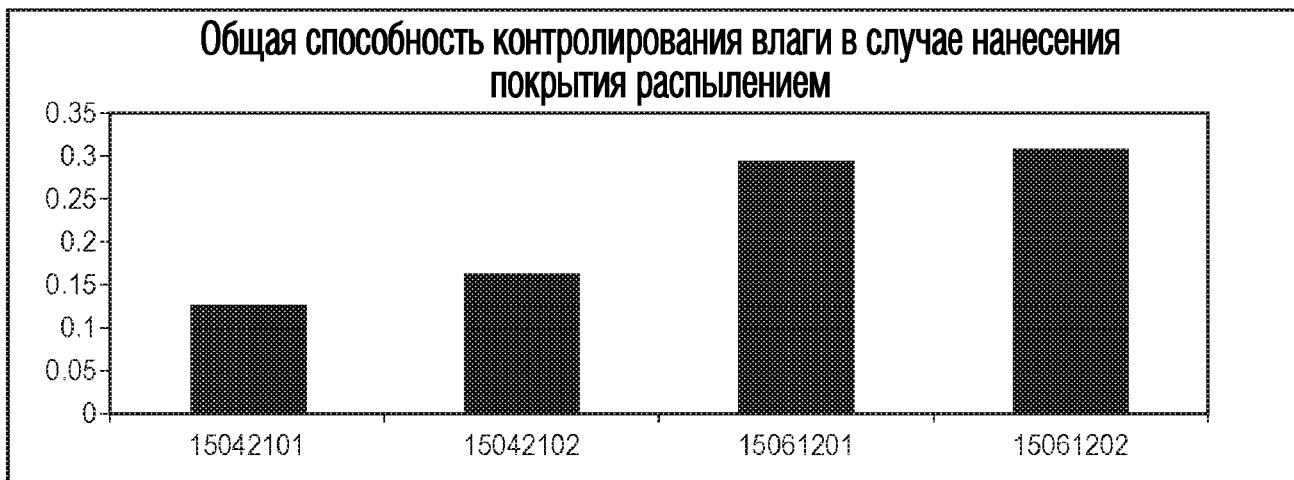
**ФИГ. 75А**



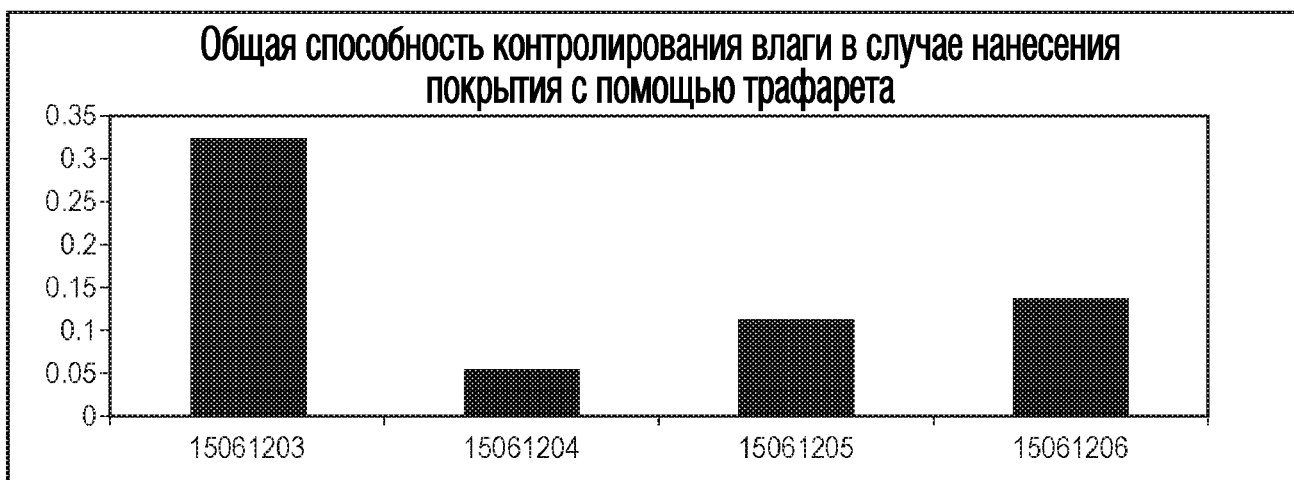
**ФИГ. 75В**



**ФИГ. 75С**



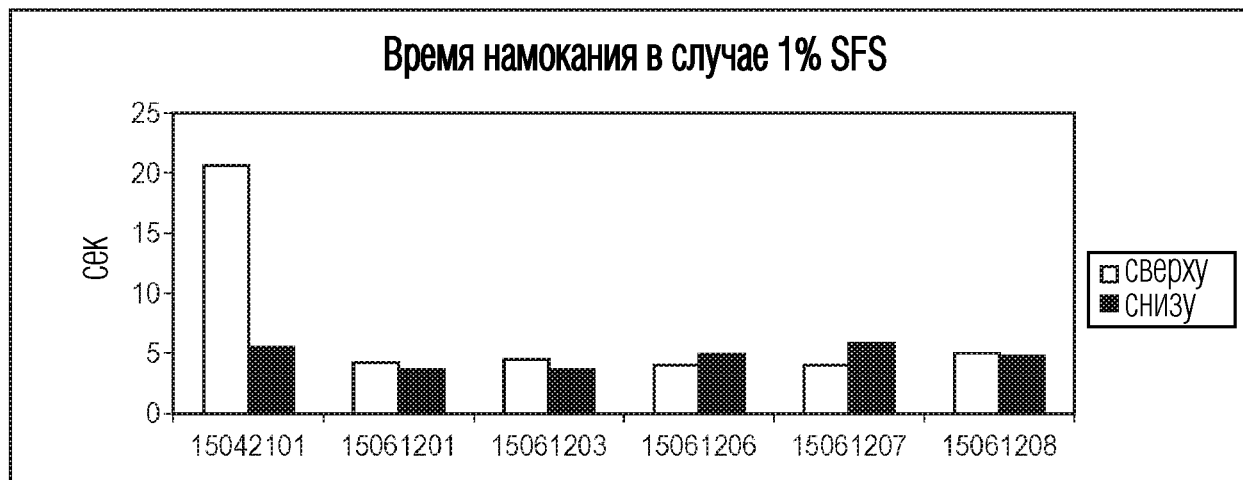
**ФИГ. 76А**



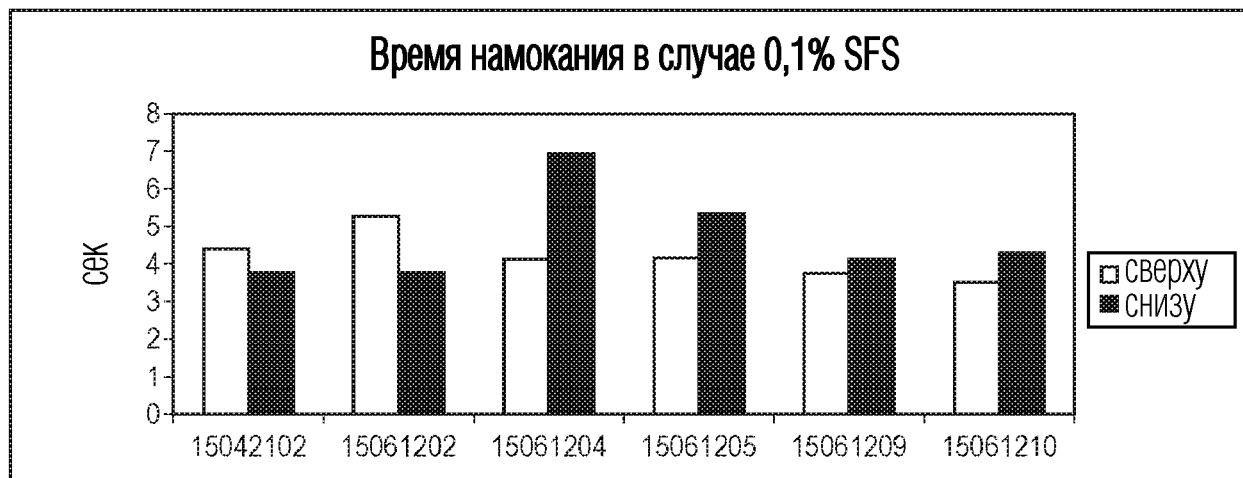
**ФИГ. 76В**



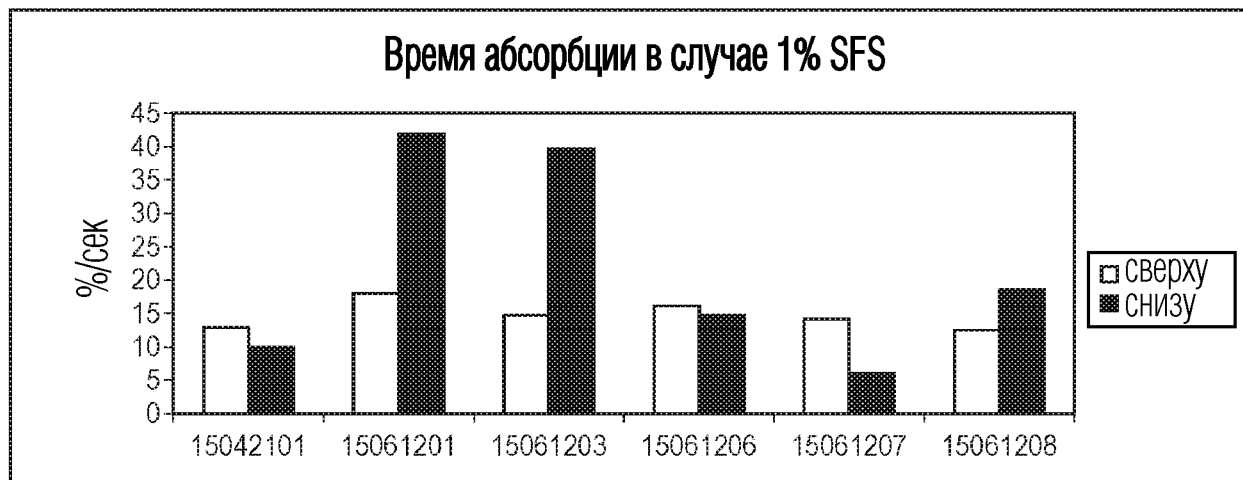
ФИГ. 76С



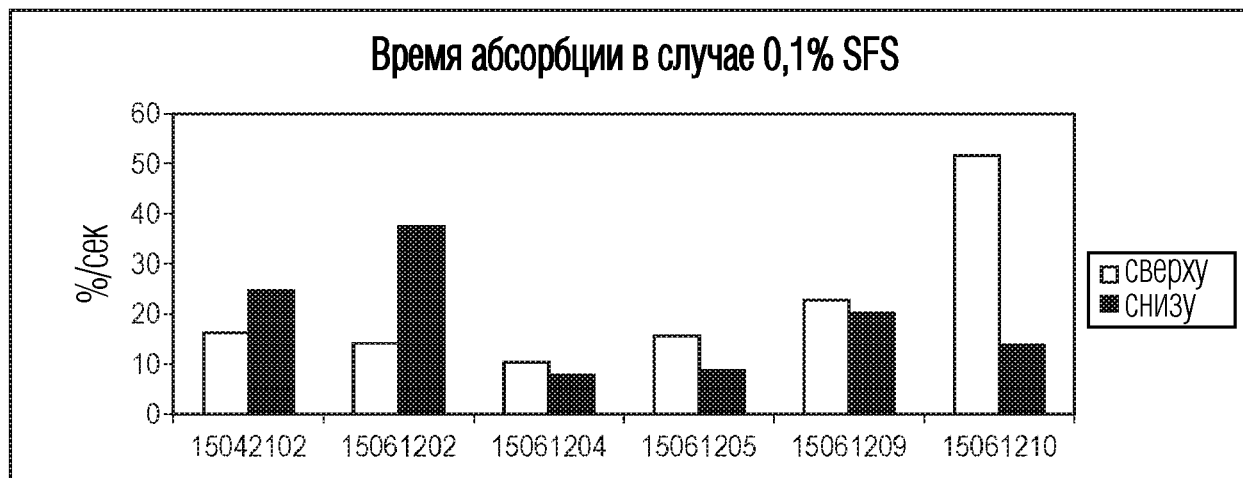
ФИГ. 77А



ФИГ. 77В



ФИГ. 78А

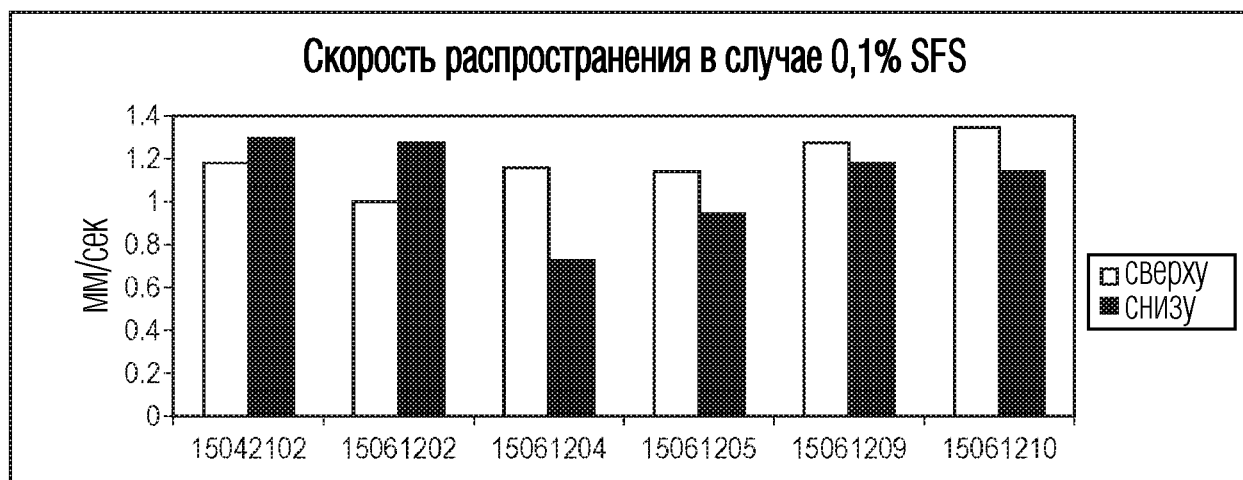


ФИГ. 78В

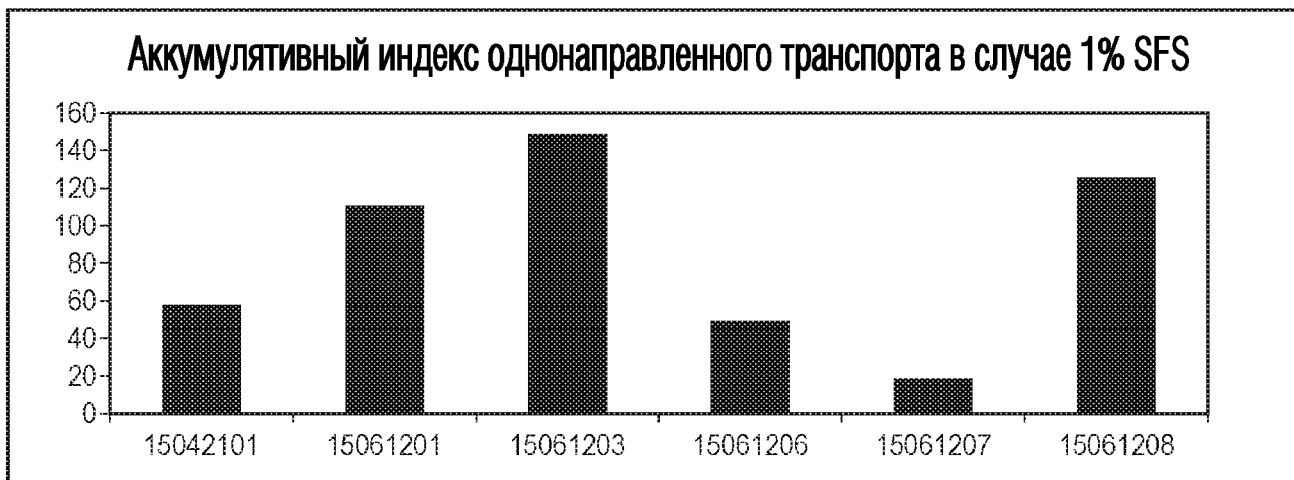




ФИГ. 79А



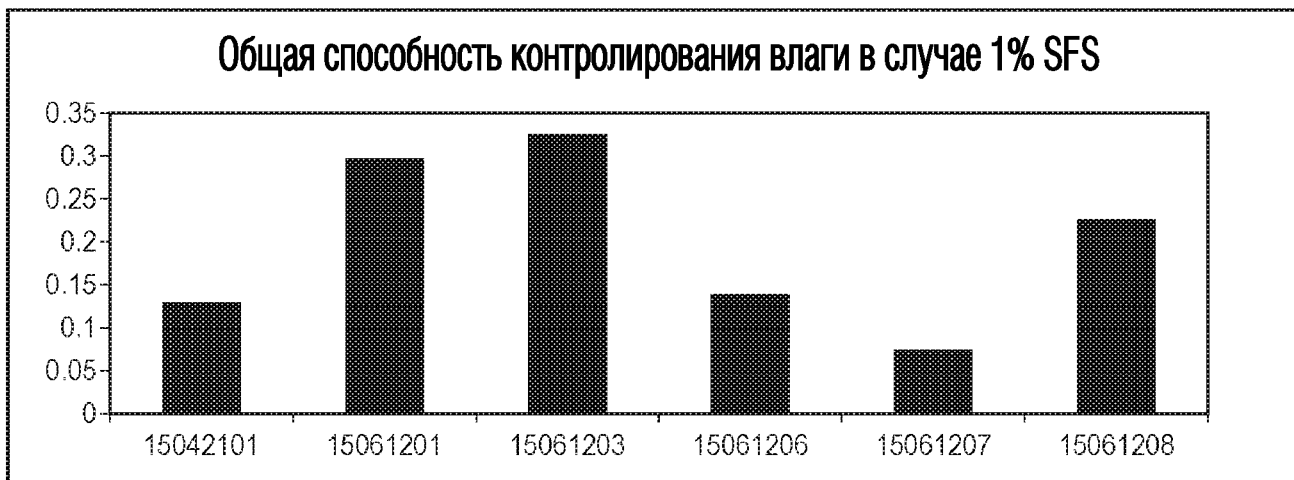
ФИГ. 79В



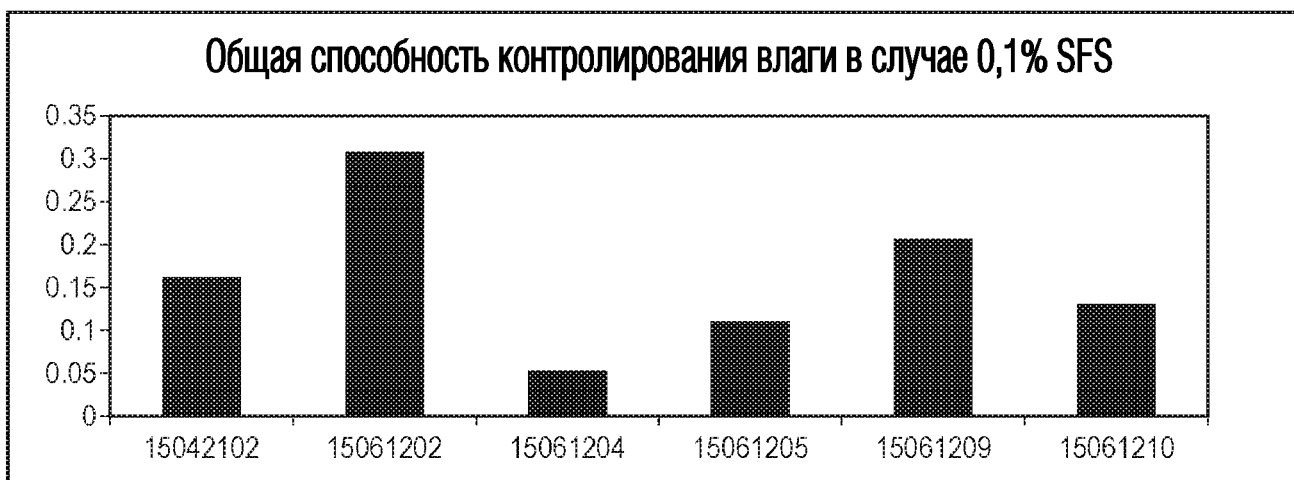
**ФИГ. 80А**



**ФИГ. 80В**



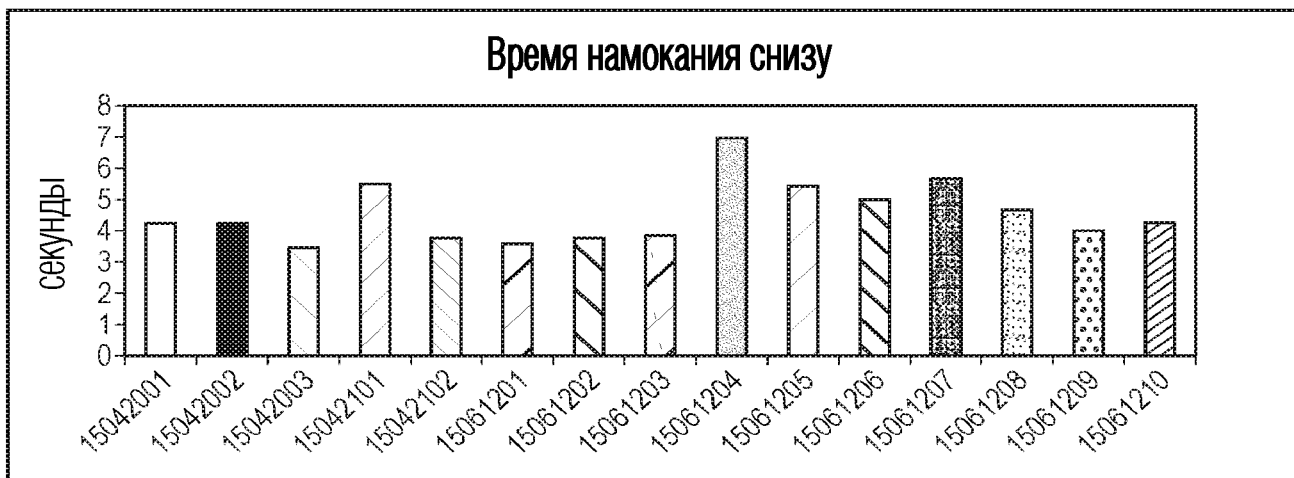
ФИГ. 81А



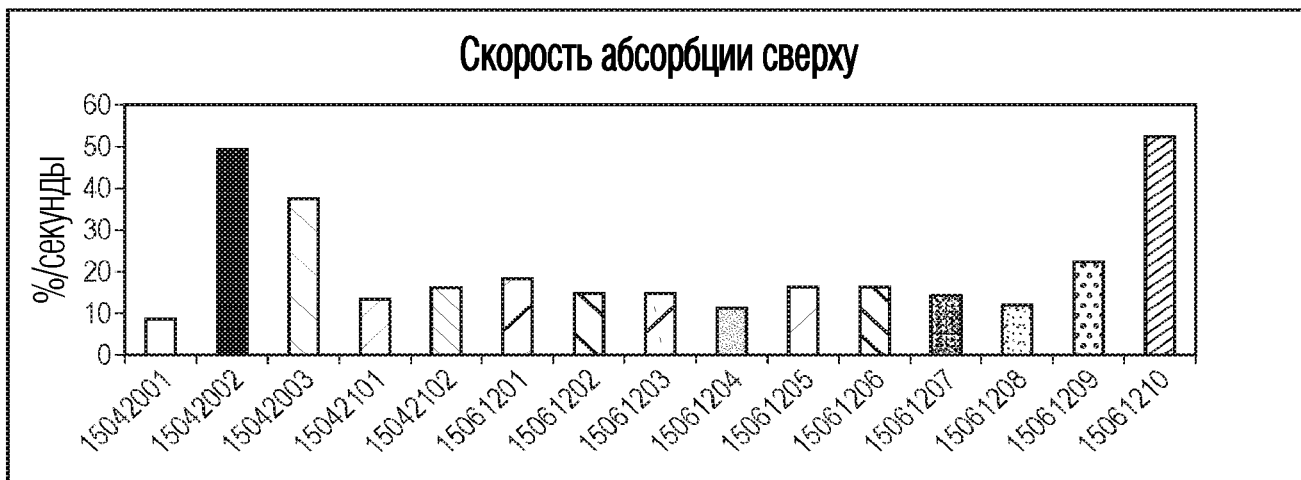
ФИГ. 81В



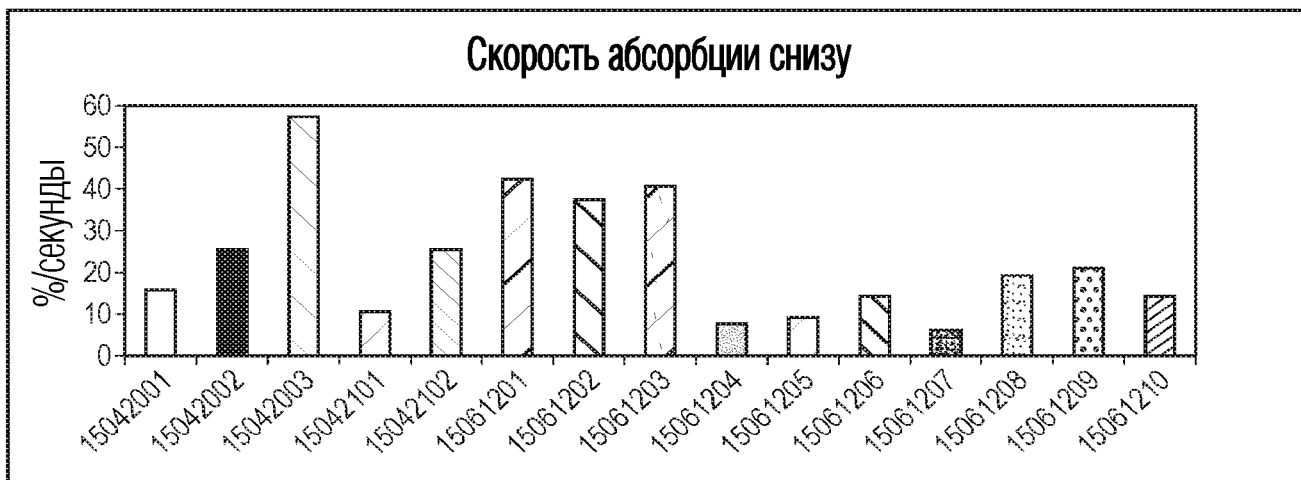
ФИГ. 82А



ФИГ. 82В



ФИГ. 83А



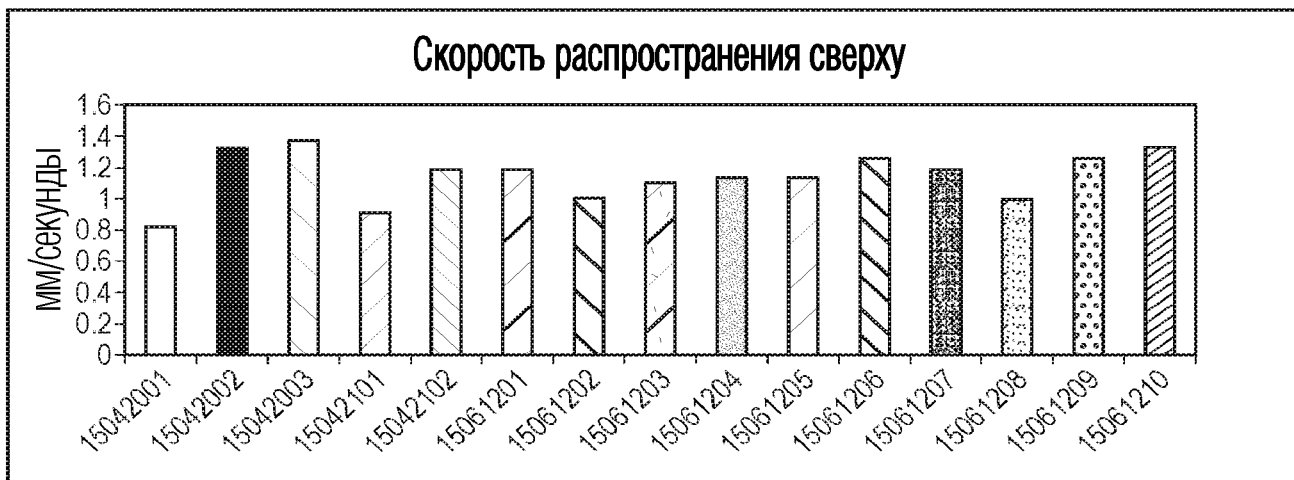
ФИГ. 83В



**ФИГ. 84А**



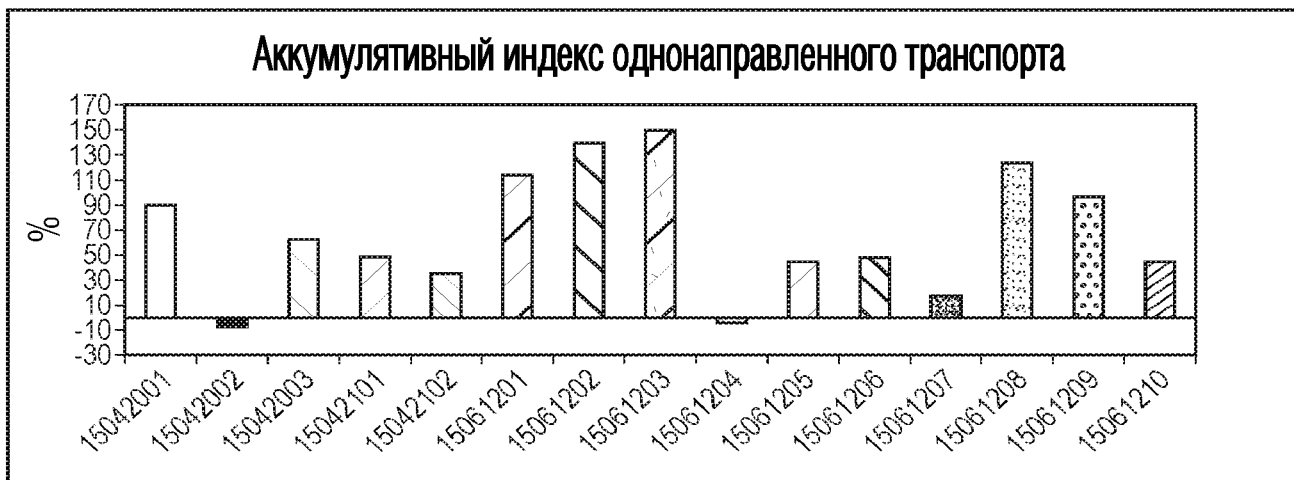
**ФИГ. 84В**



ФИГ. 85А



ФИГ. 85В



ФИГ. 86А

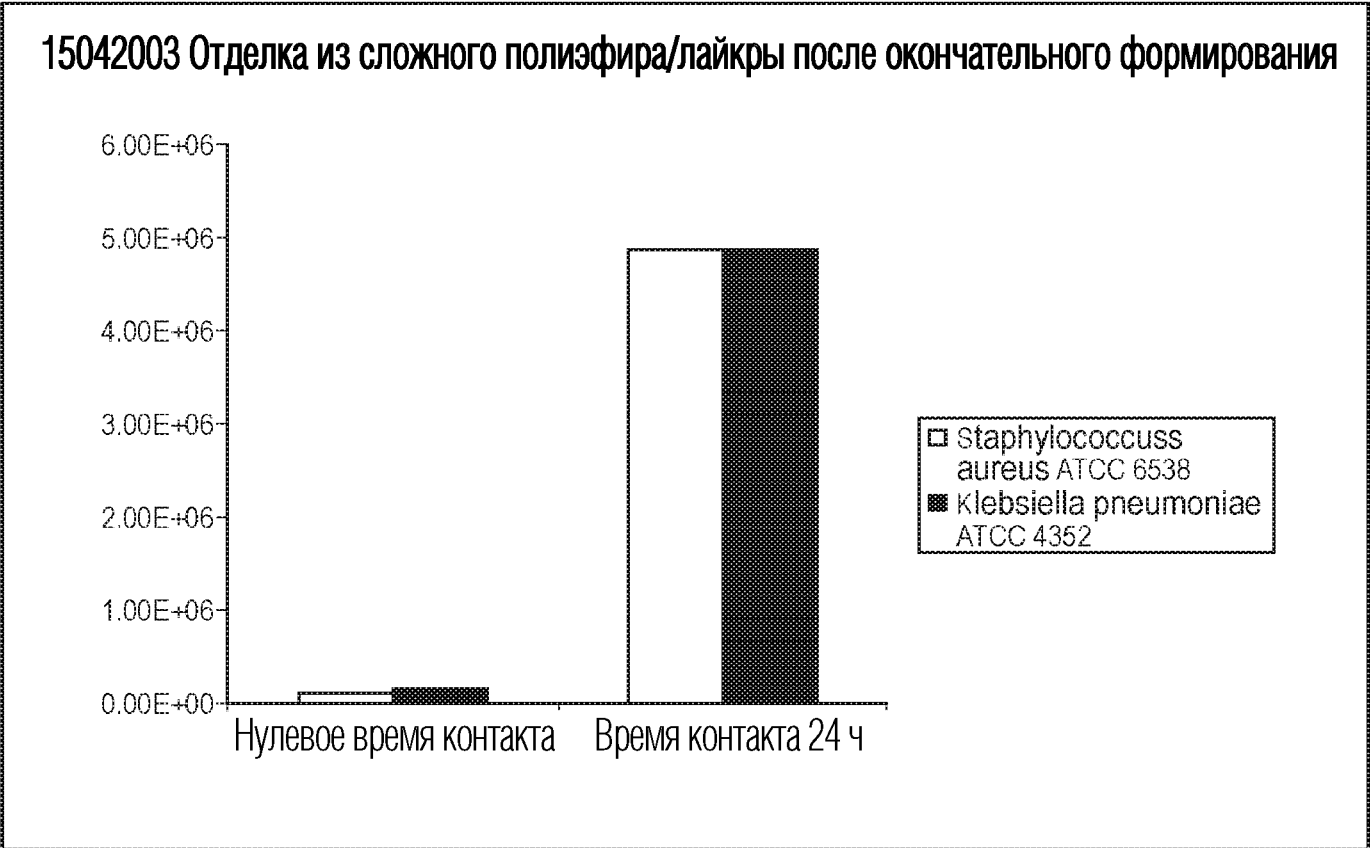


ФИГ. 86В





ФИГ. 87



ФИГ. 88



ФИГ. 89



ФИГ. 90

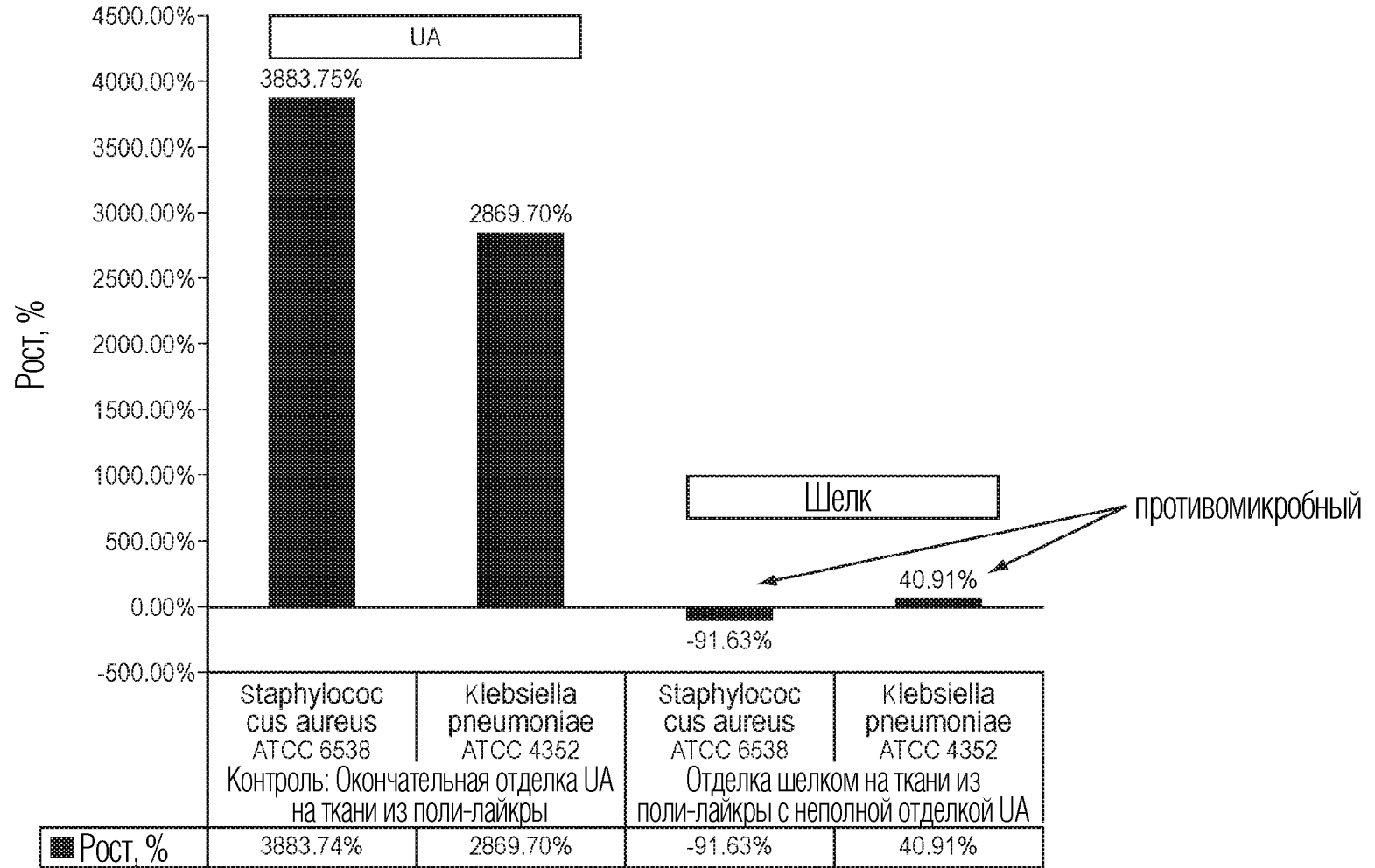
98/278



ФИГ. 91

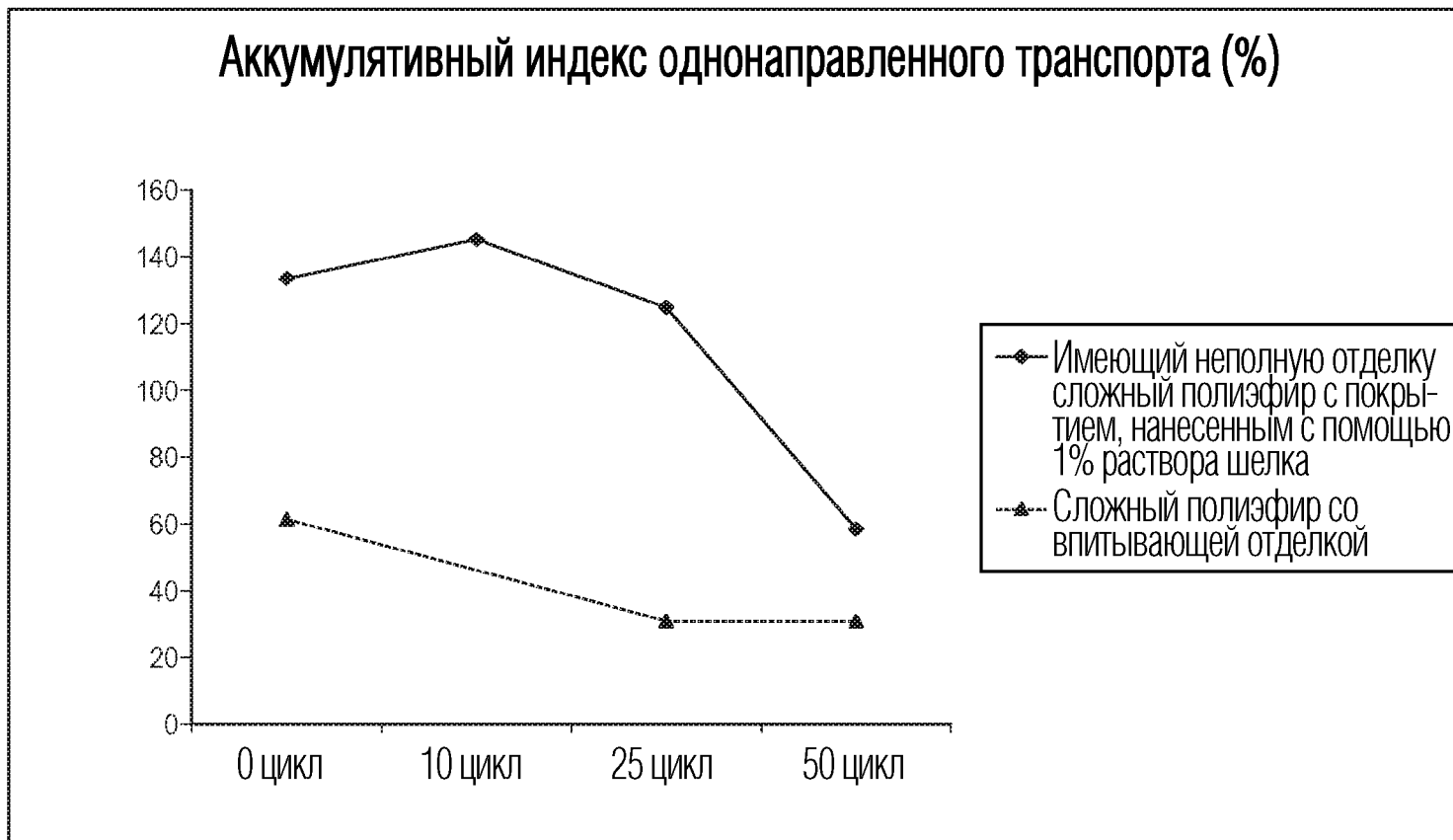
# Рост бактерий (%) через 24 часа

ААТСС 100-2012

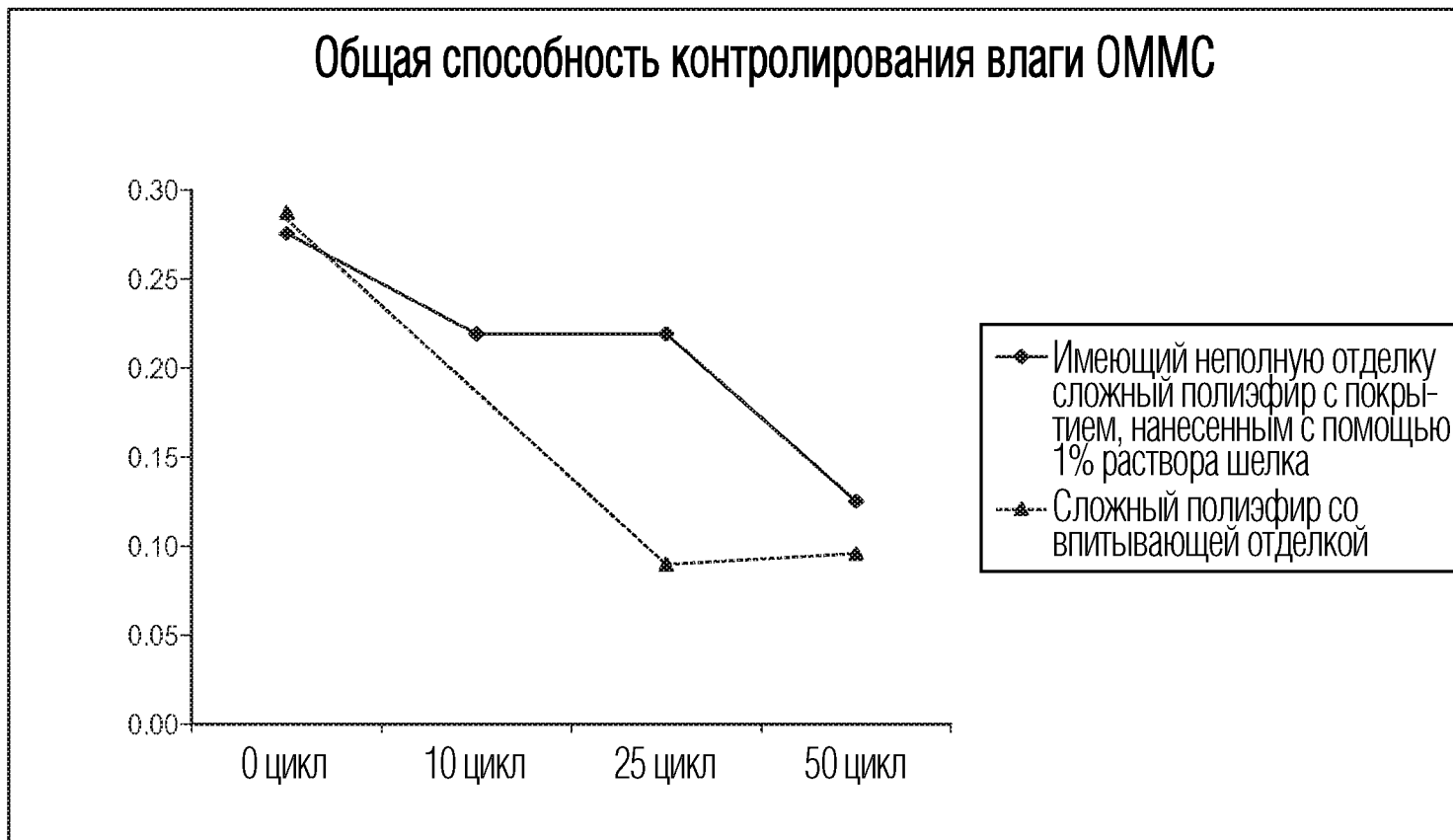


100/278

ФИГ. 92

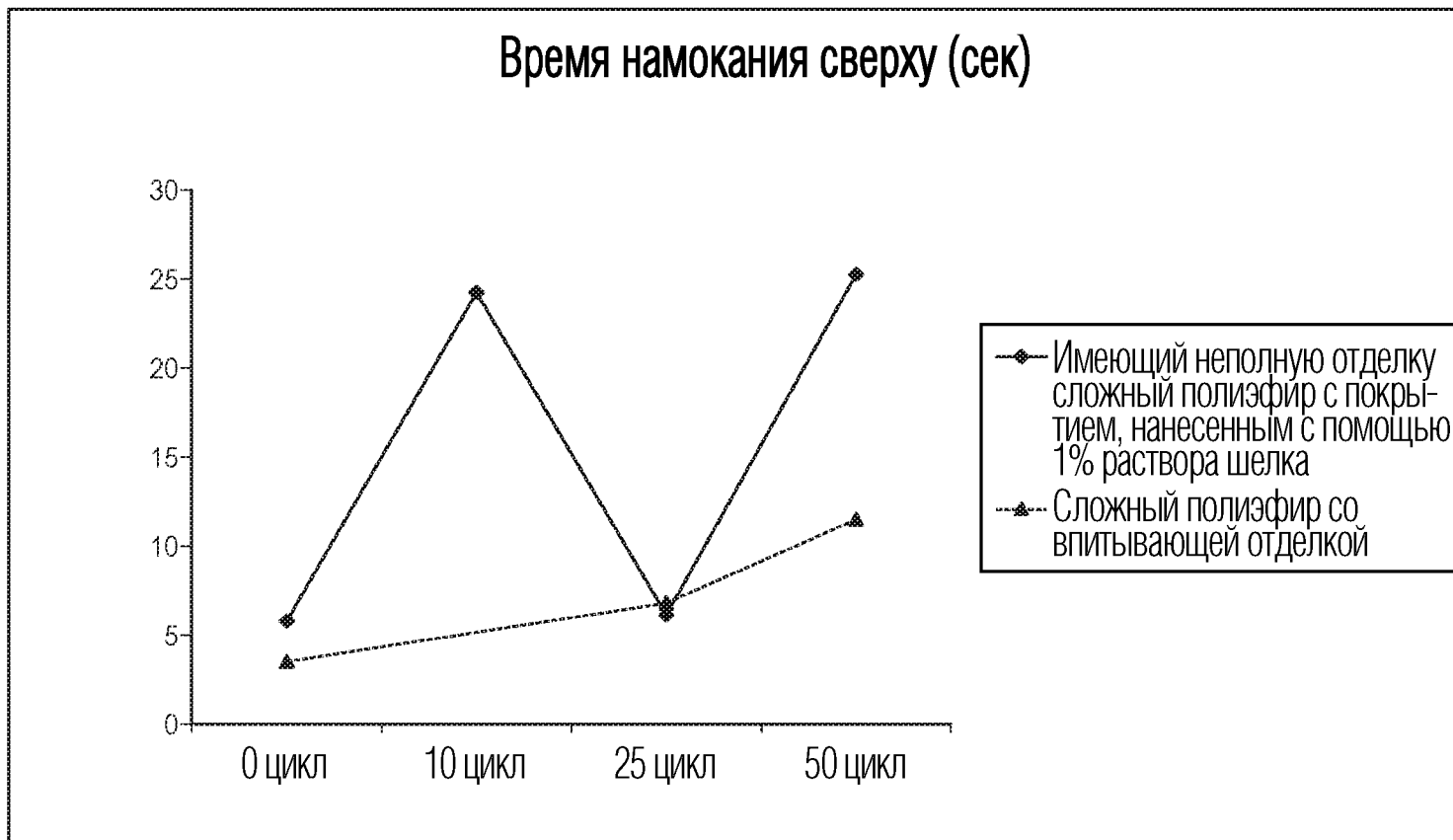


ФИГ. 93

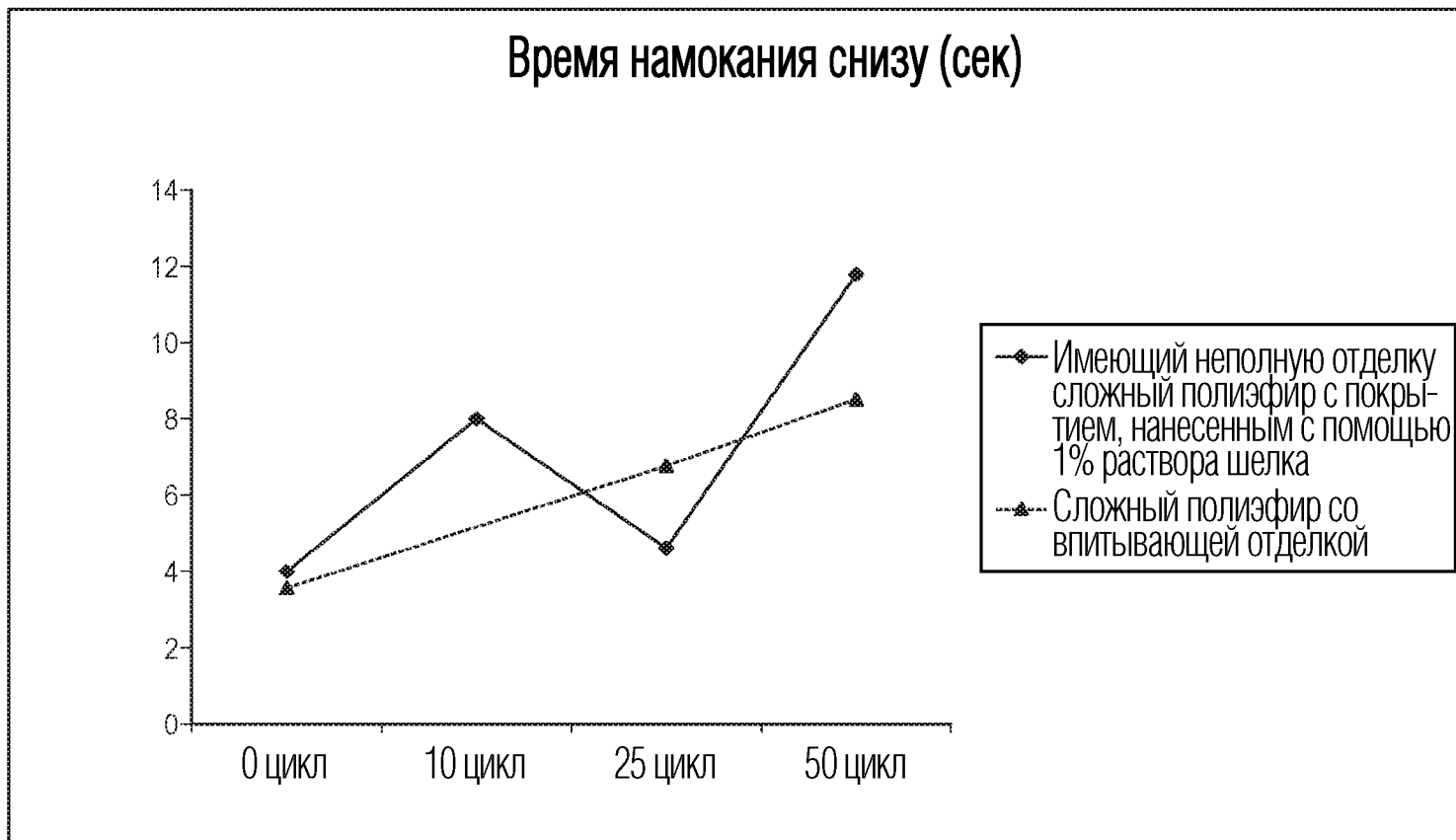


ФИГ. 94

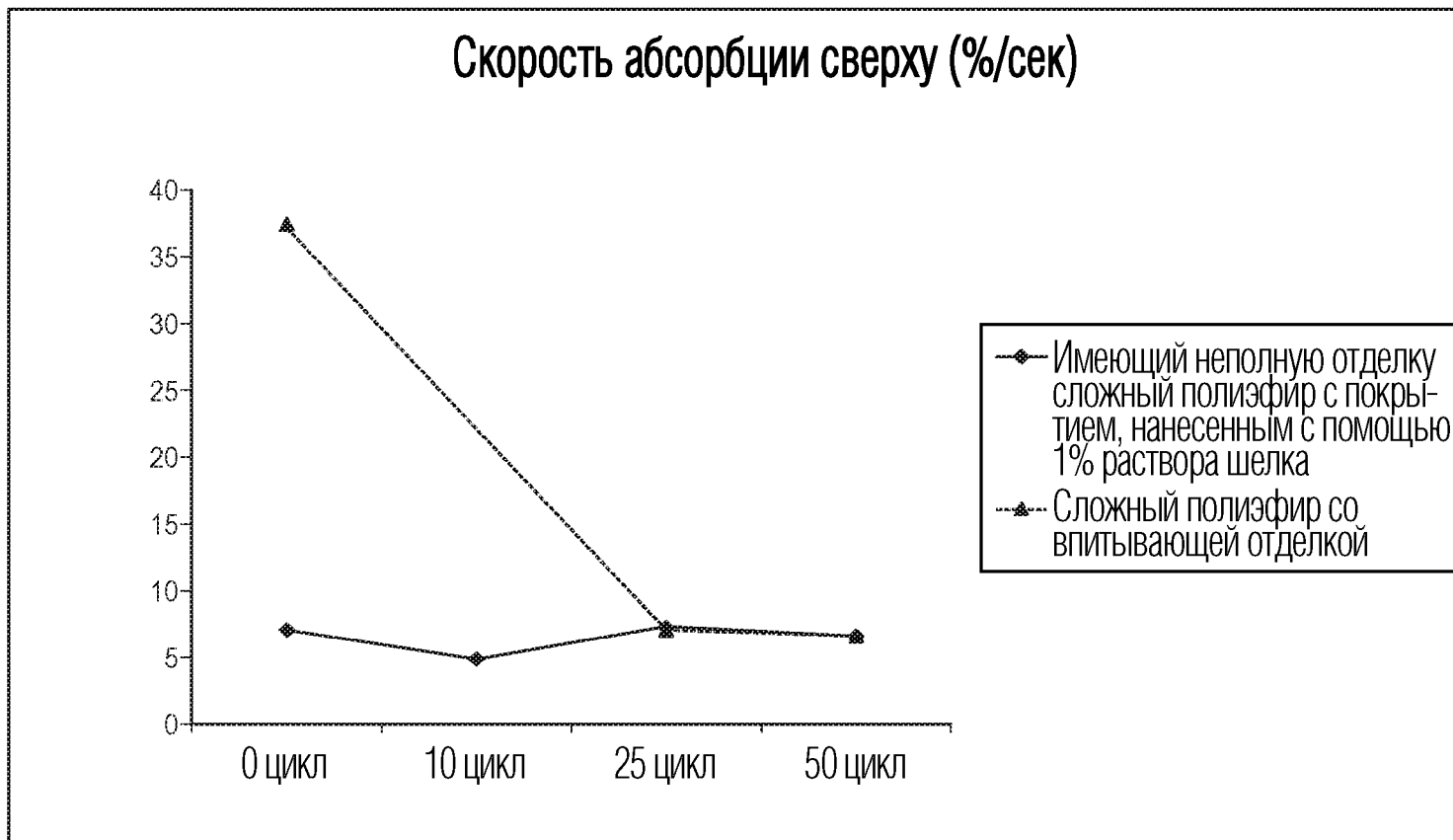




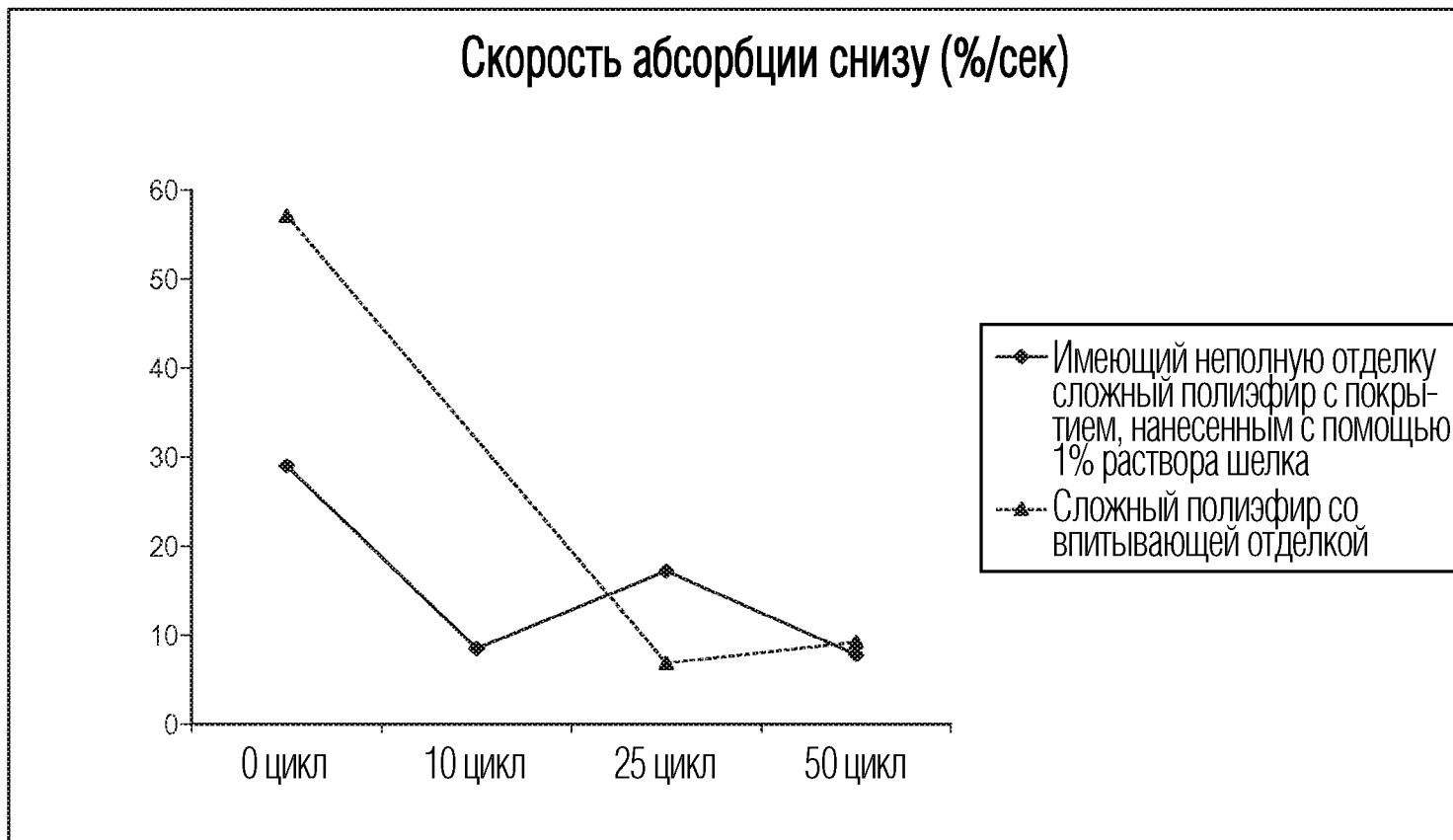
ФИГ. 95



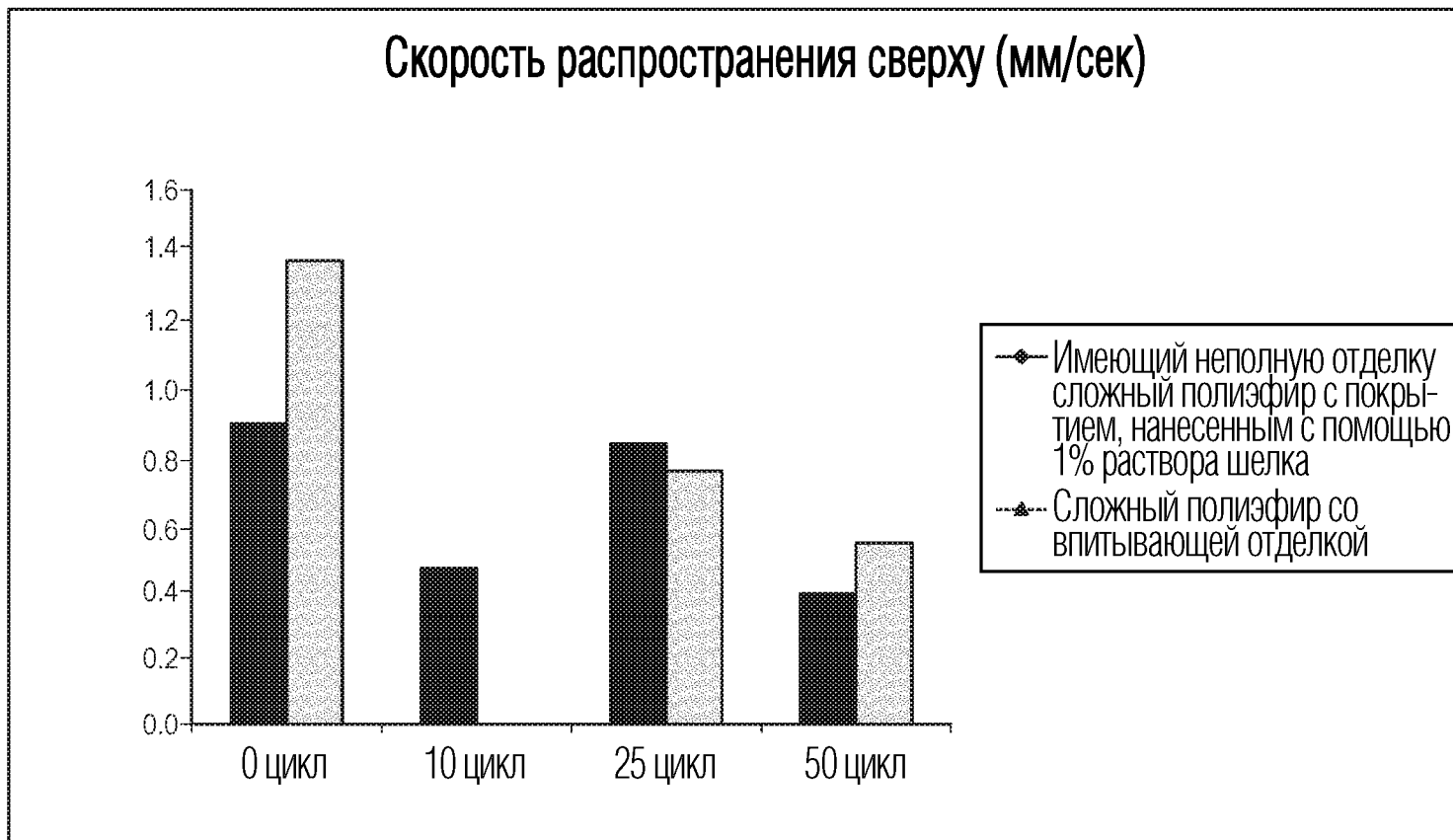
ФИГ. 96



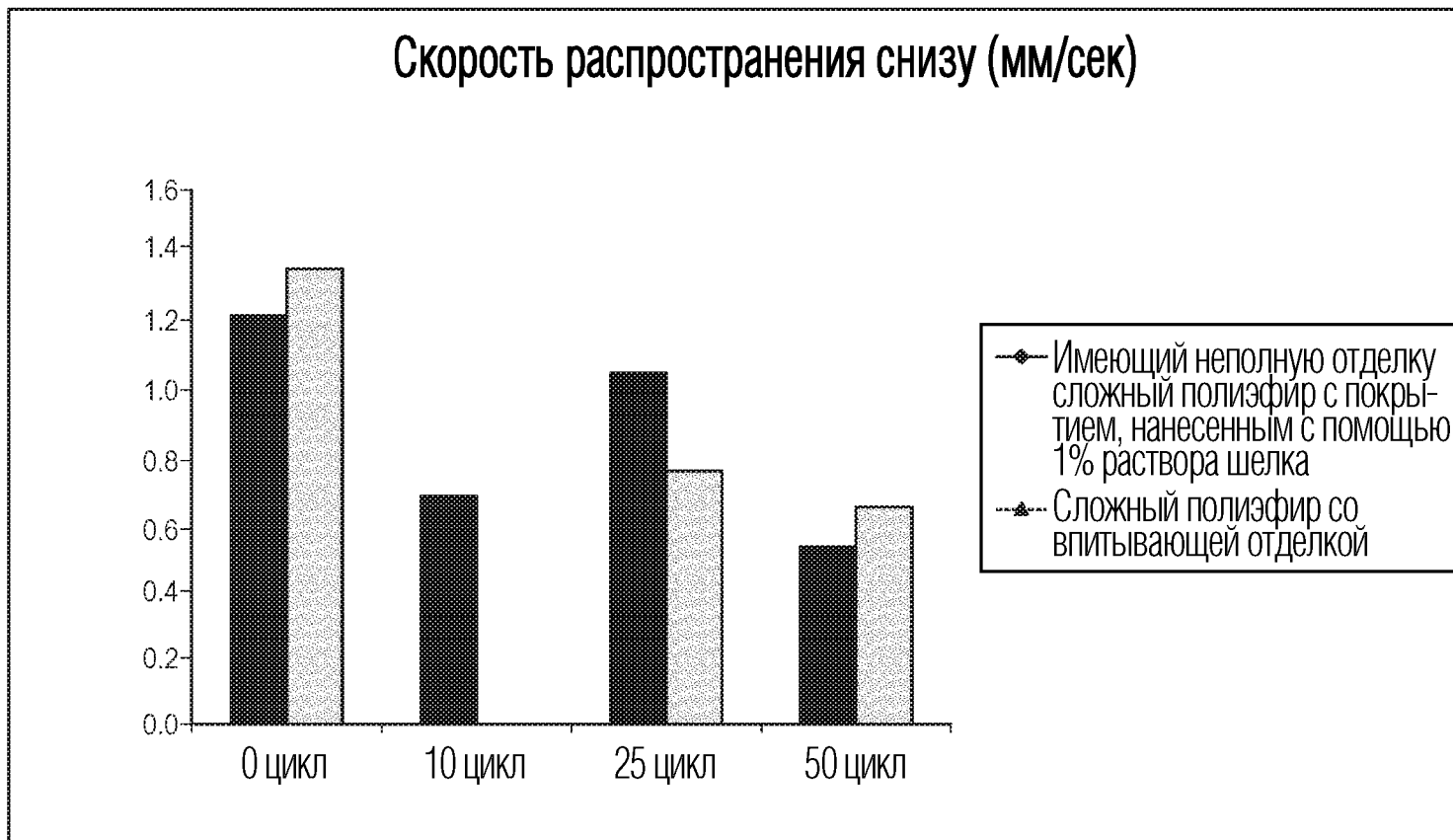
ФИГ. 97



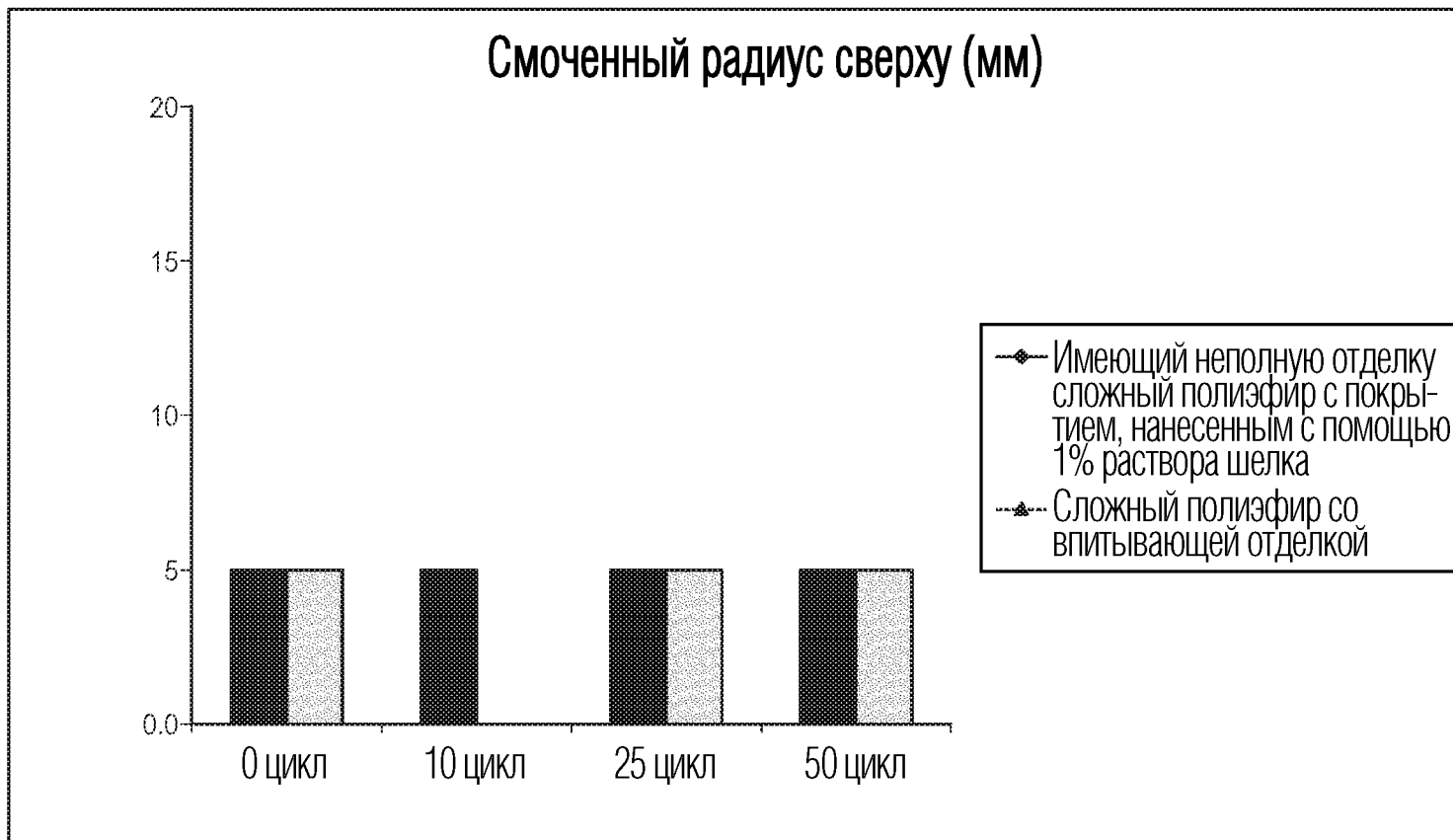
ФИГ. 98



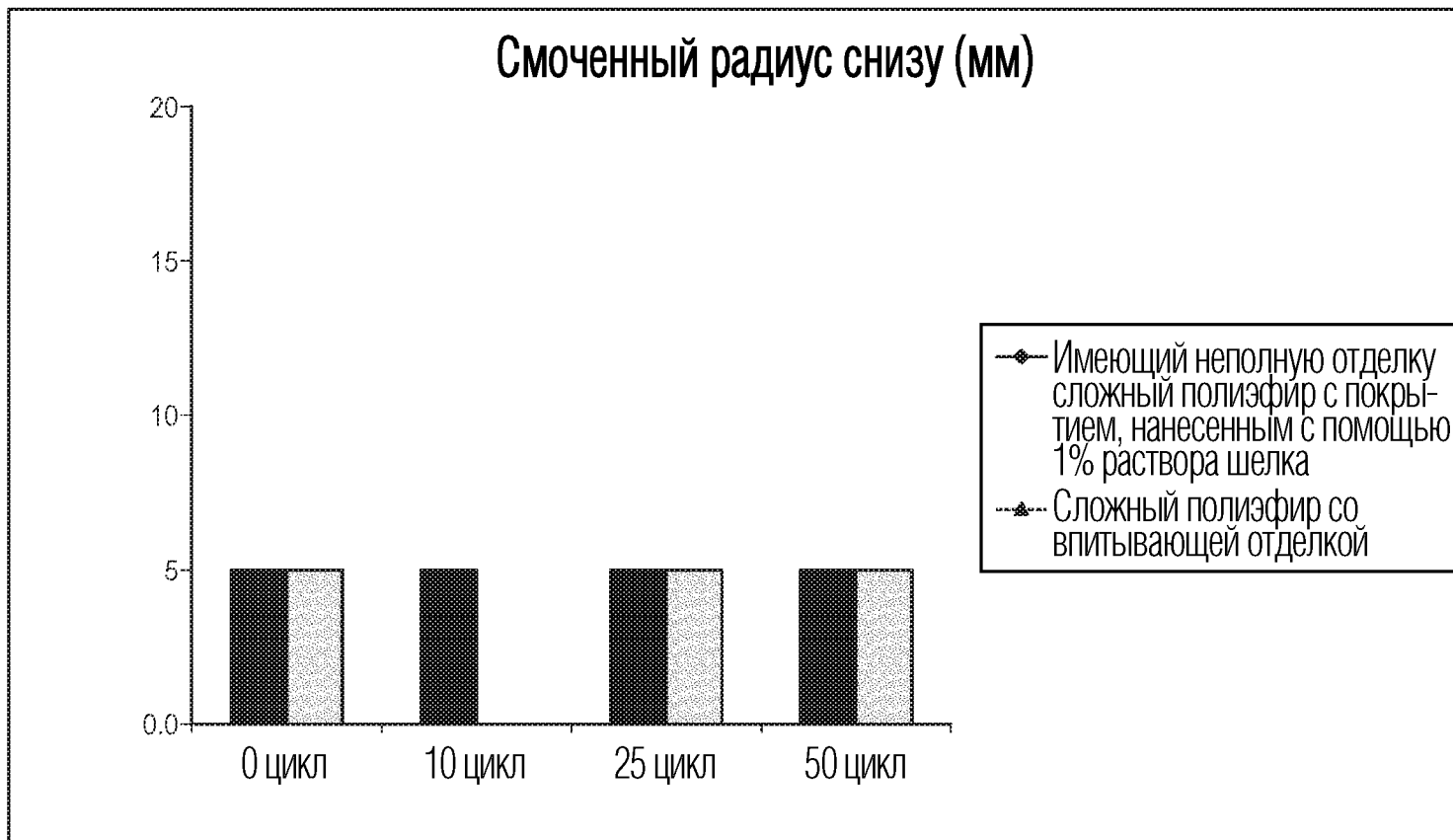
ФИГ. 99



ФИГ. 100

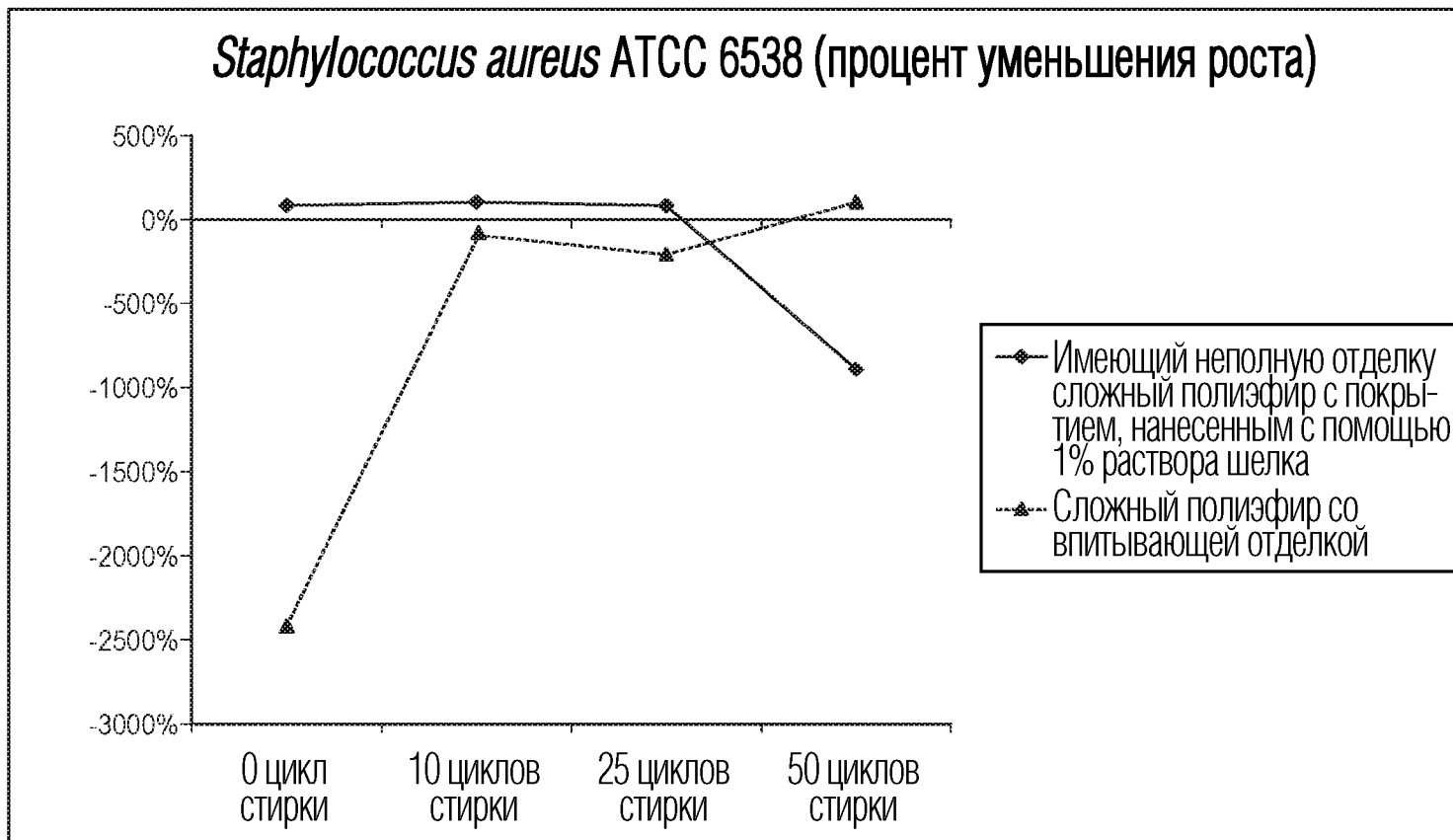


ФИГ. 101

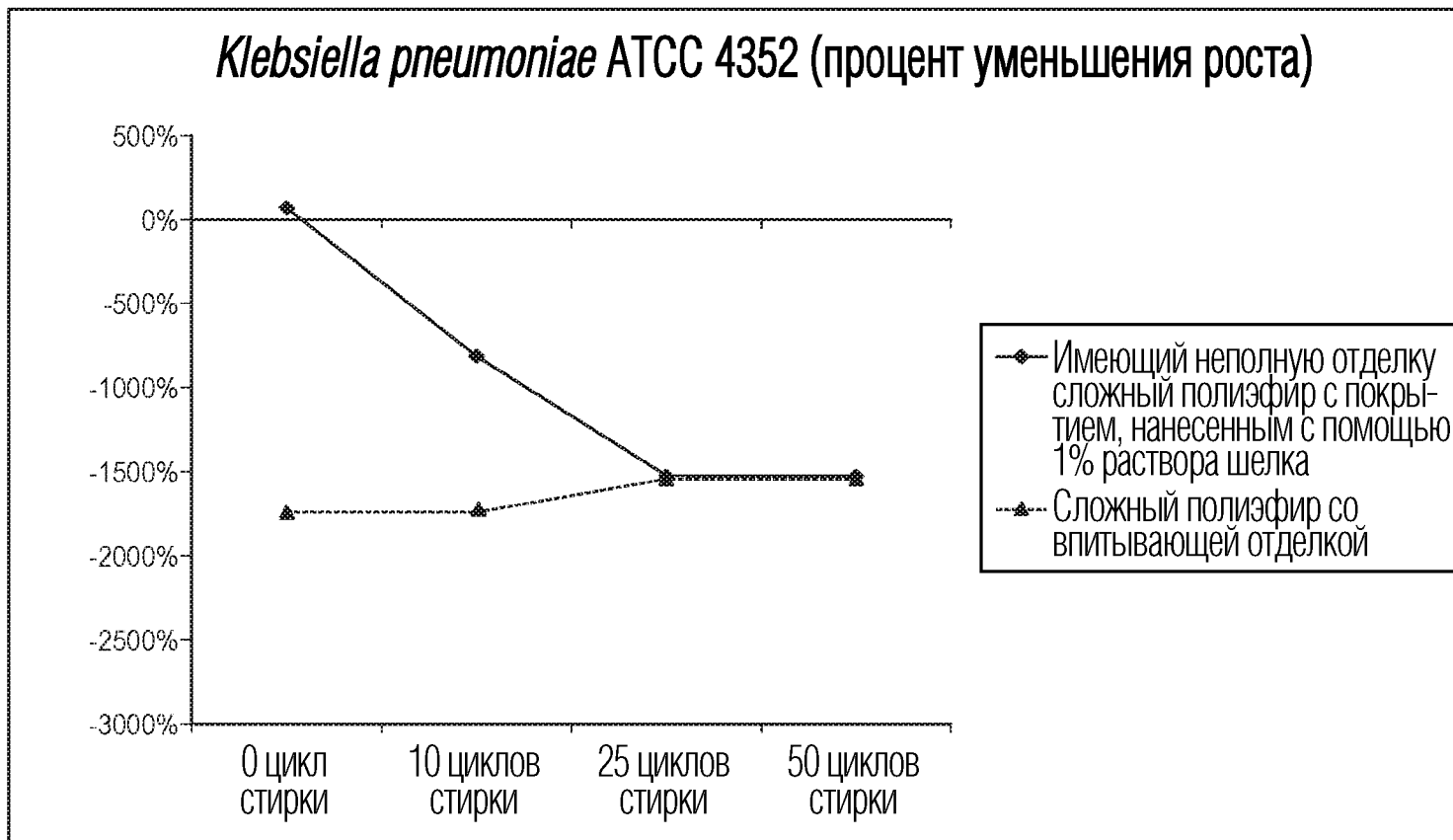


ФИГ. 102

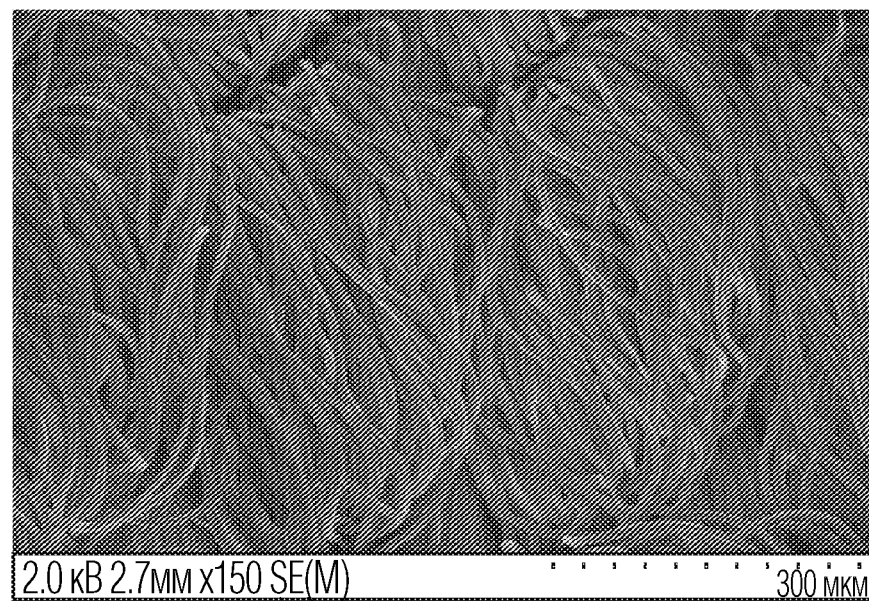




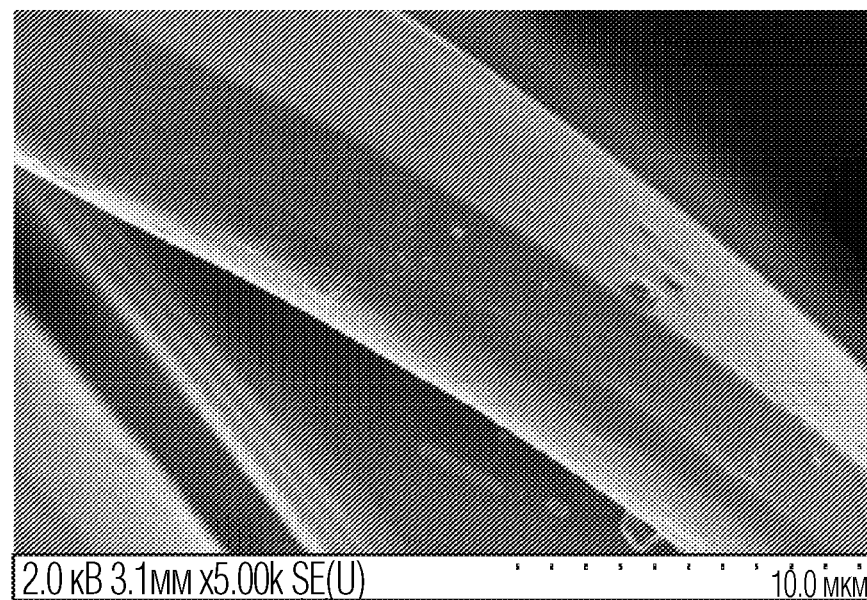
ФИГ. 103



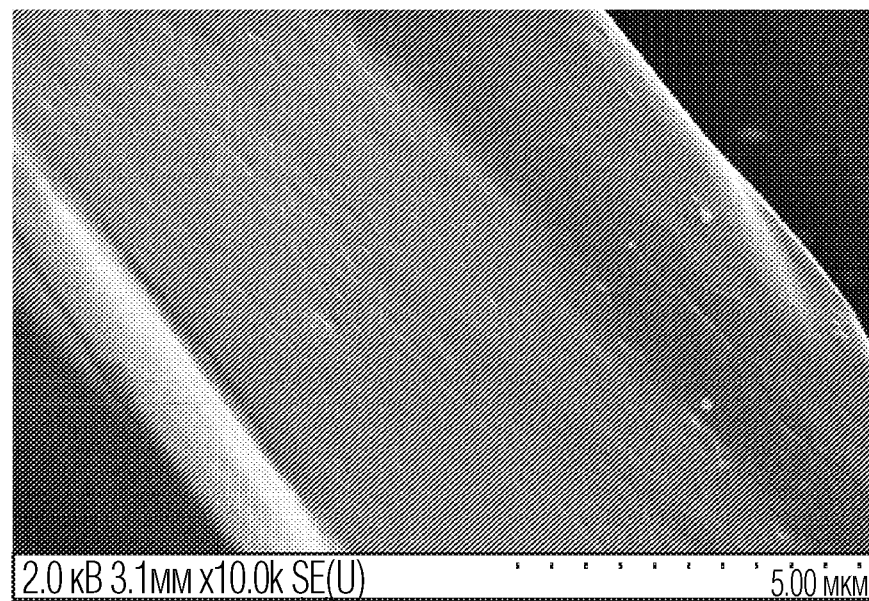
ФИГ. 104



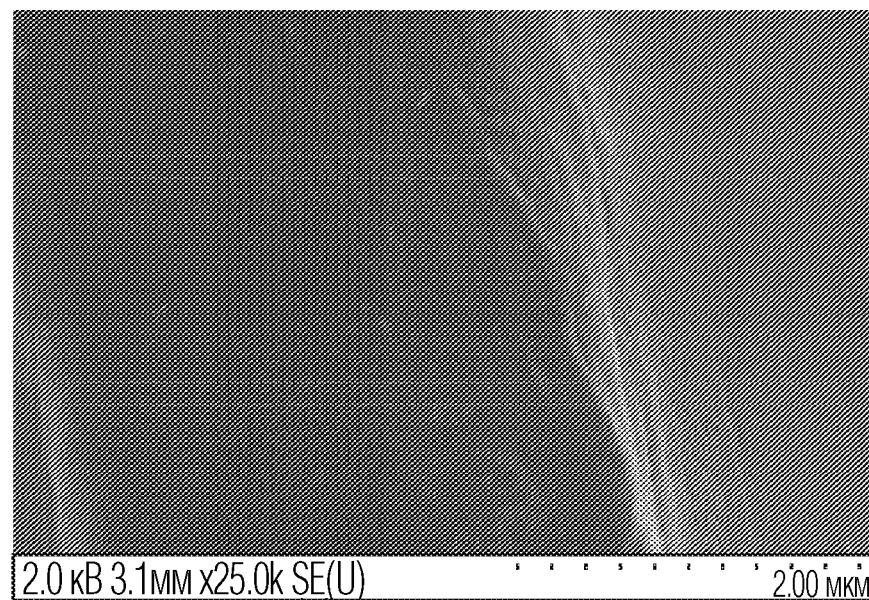
ФИГ. 105



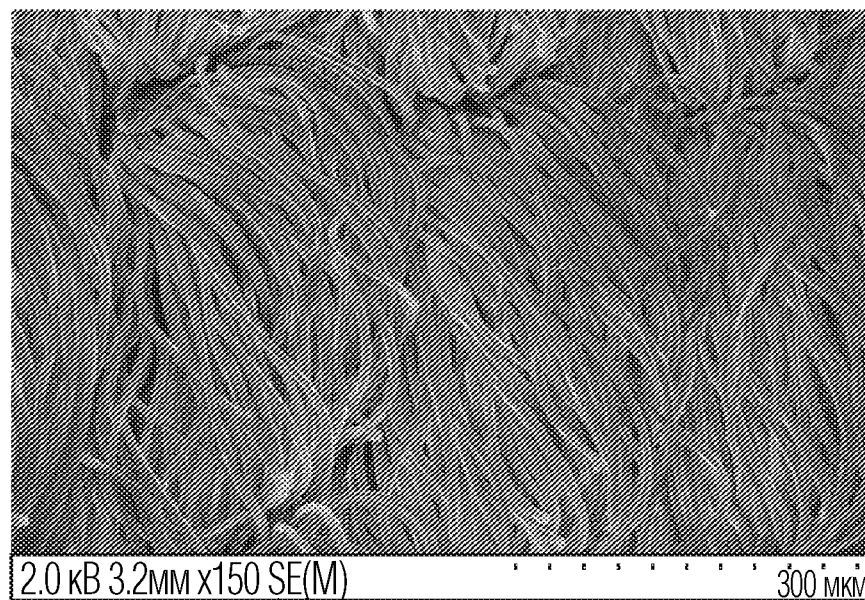
ФИГ. 106



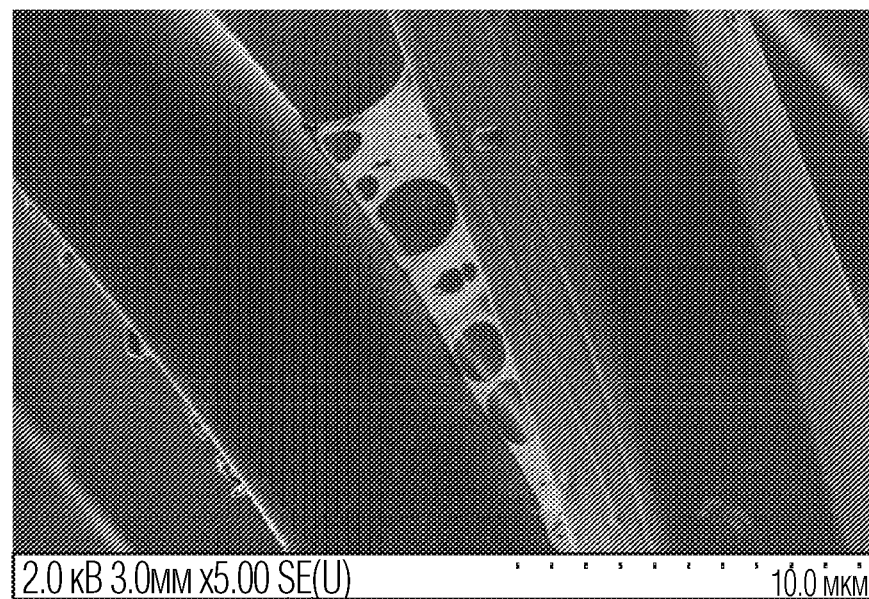
ФИГ. 107



ФИГ. 108

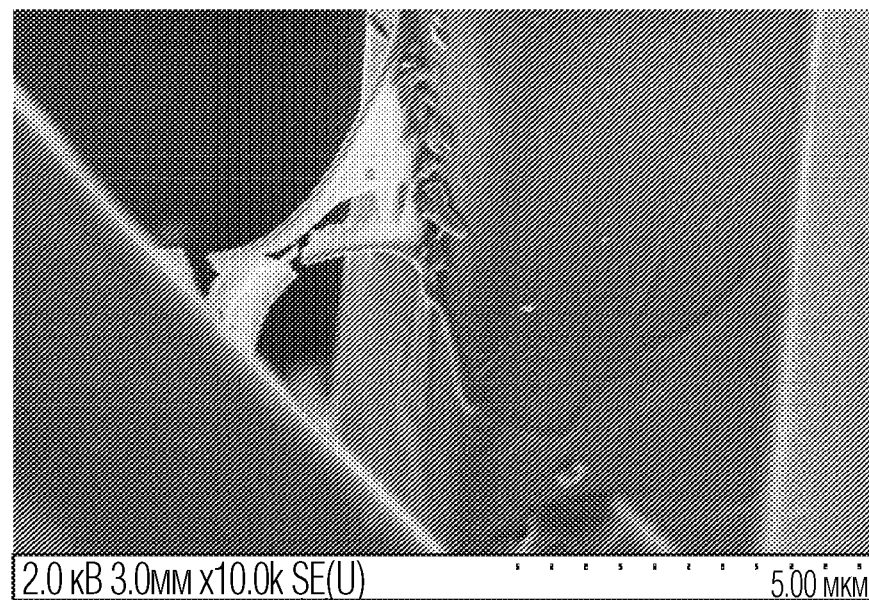


ФИГ. 109

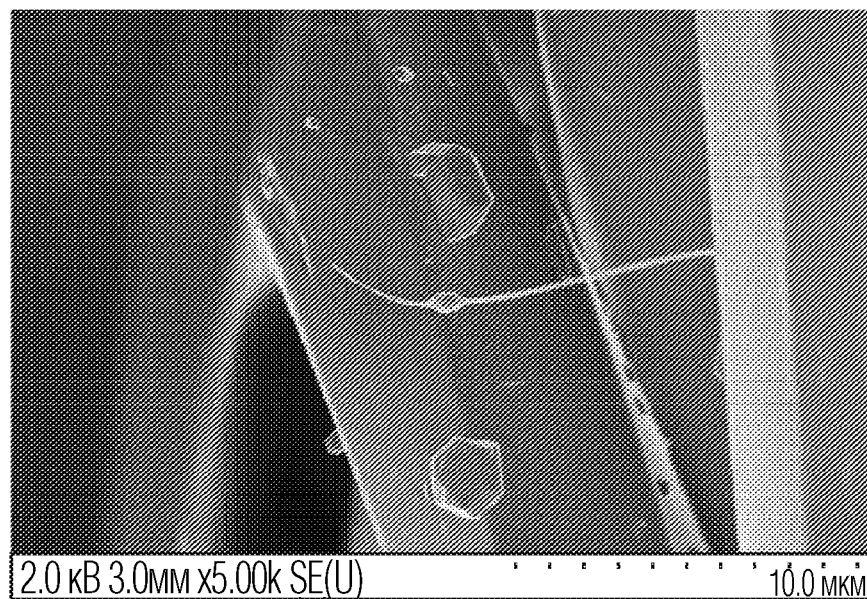


ФИГ. 110

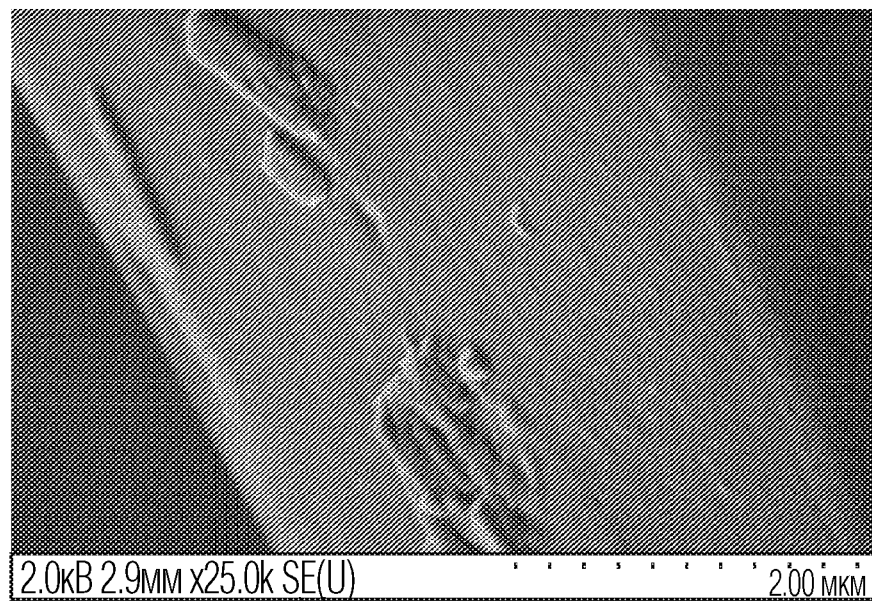




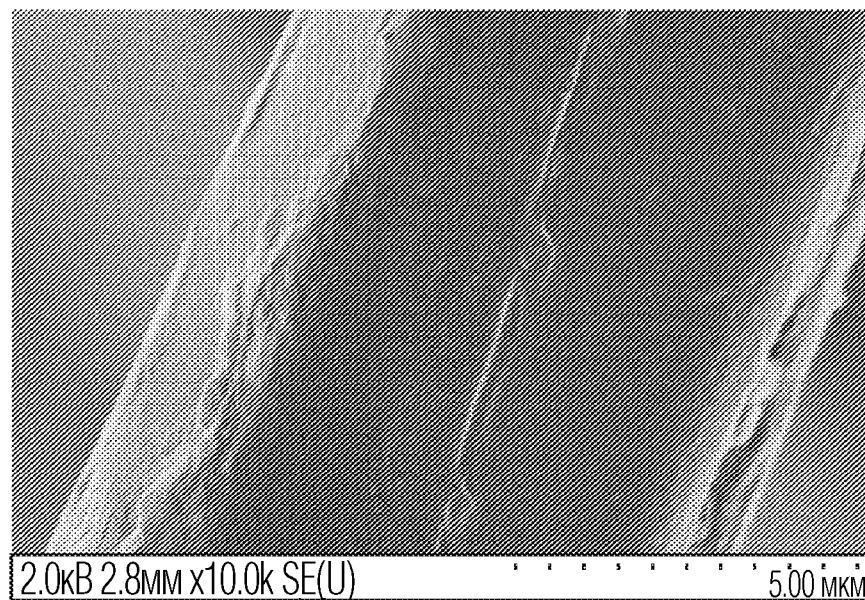
ФИГ. 111



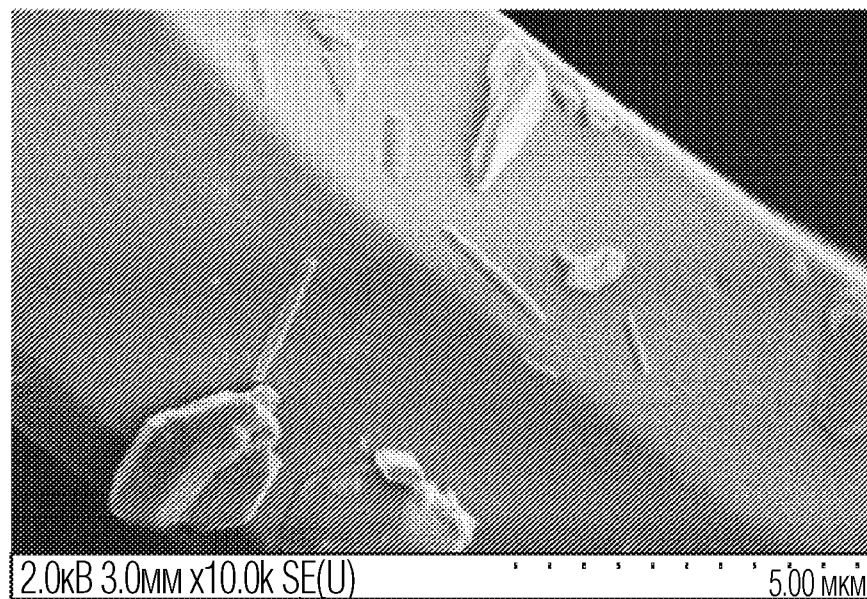
ФИГ. 112



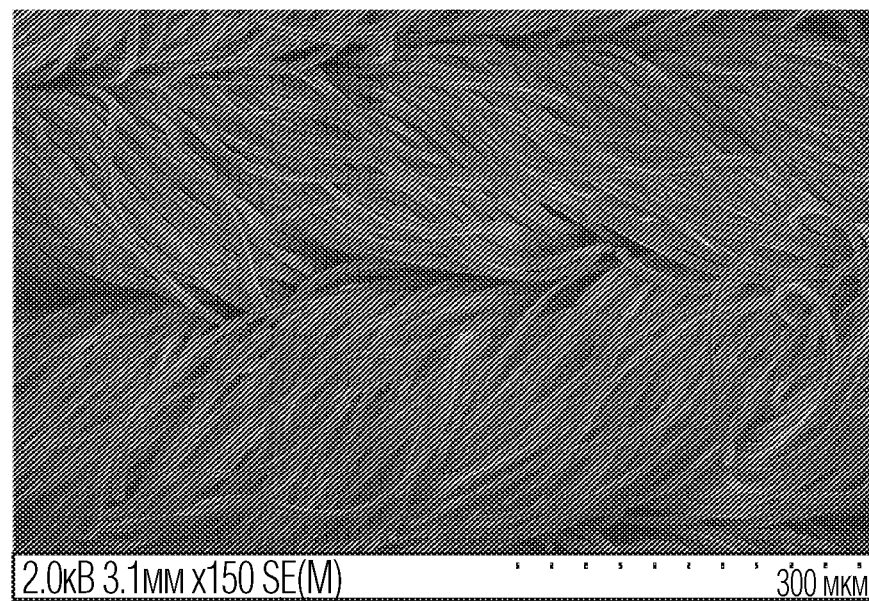
ФИГ. 113



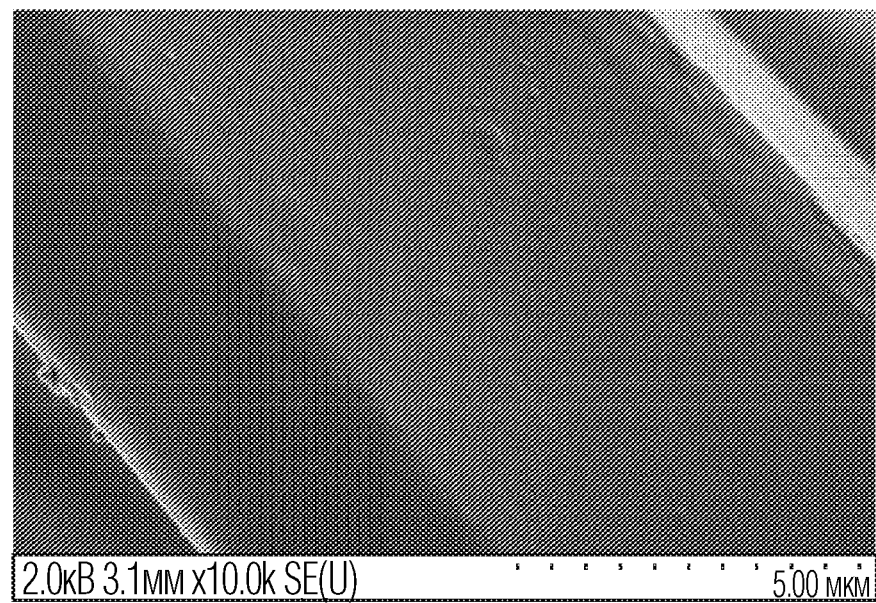
ФИГ. 114



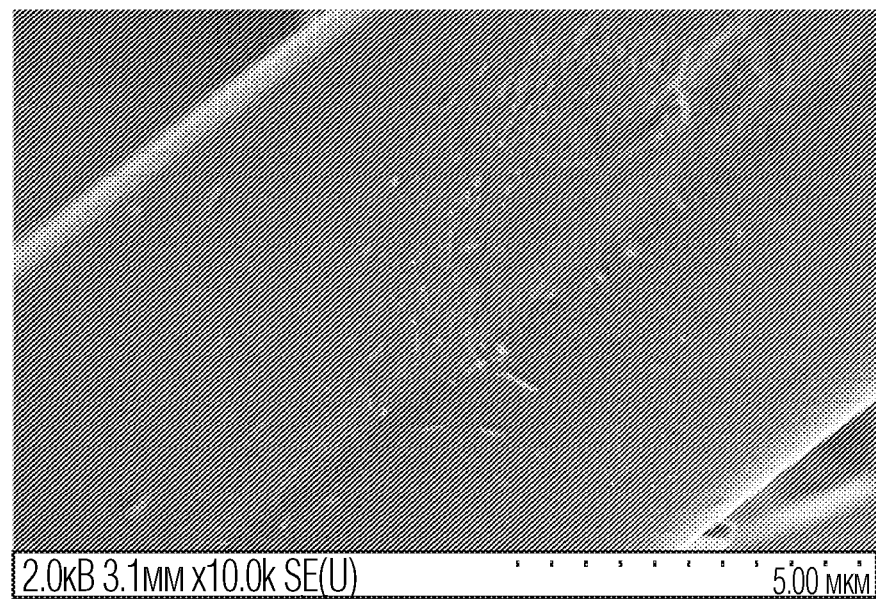
ФИГ. 115



ФИГ. 116

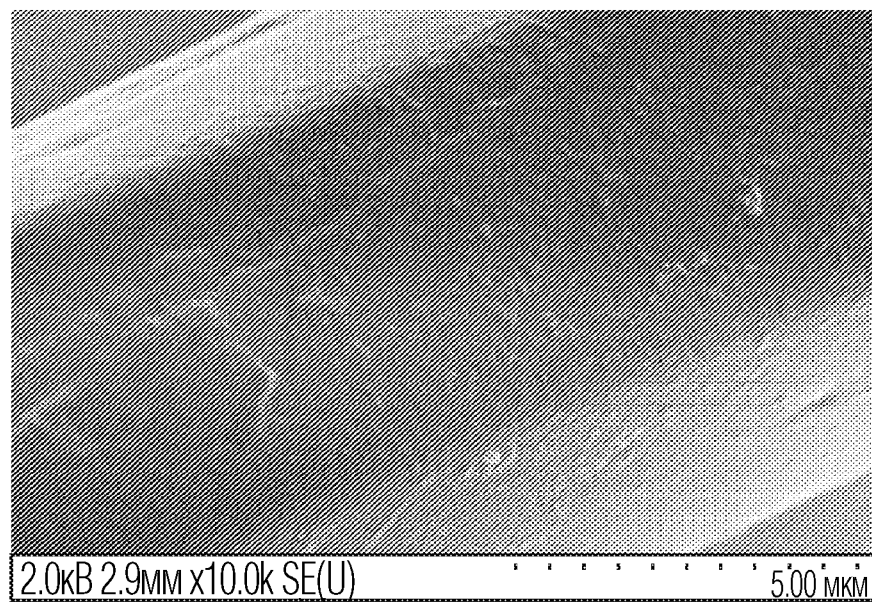


ФИГ. 117

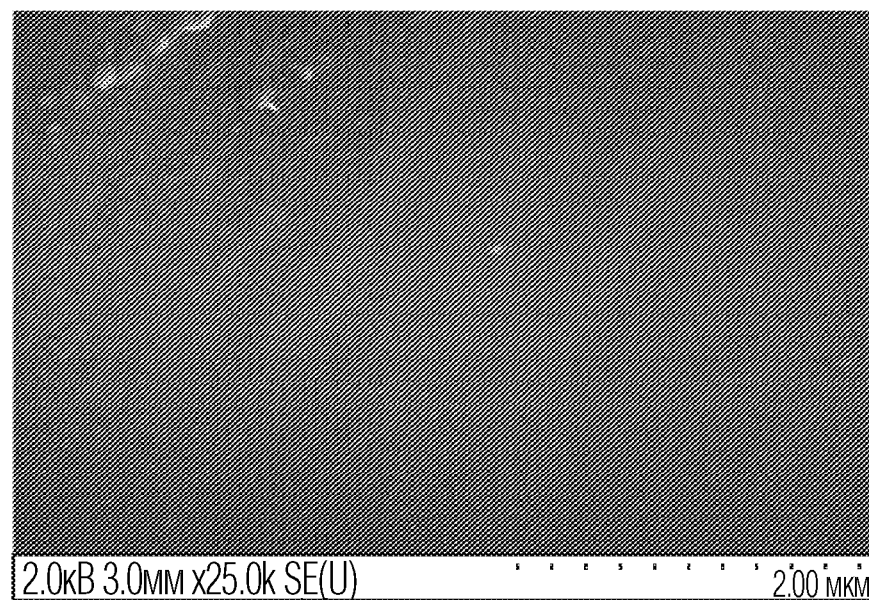


ФИГ. 118

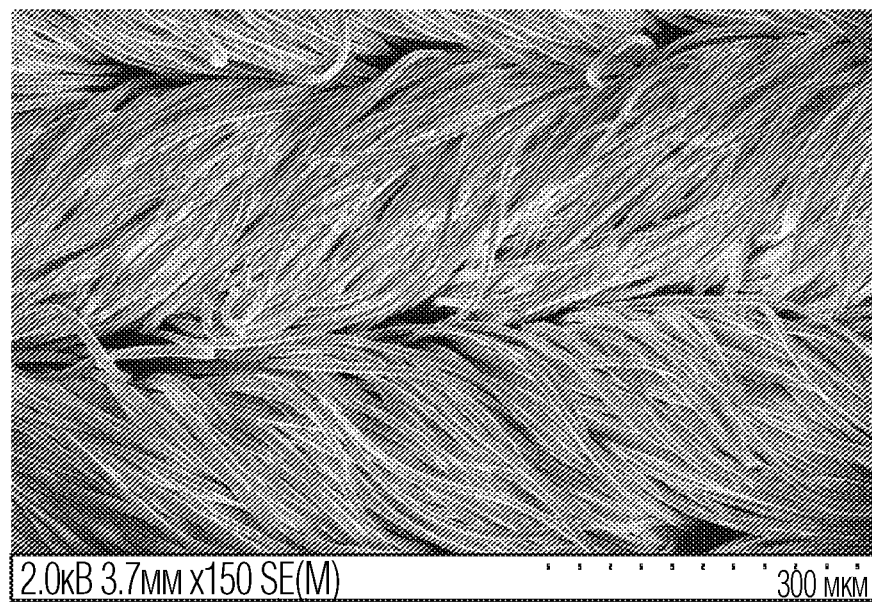




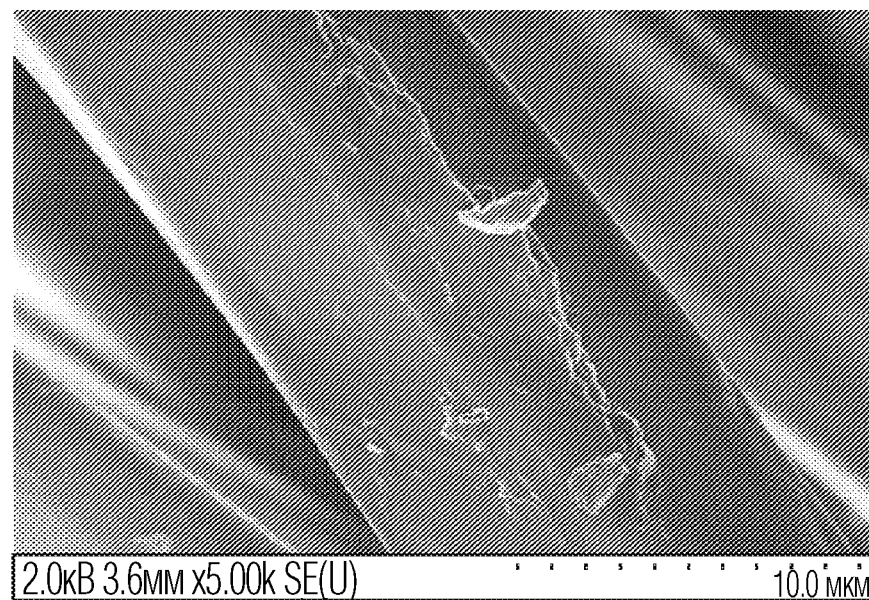
ФИГ. 119



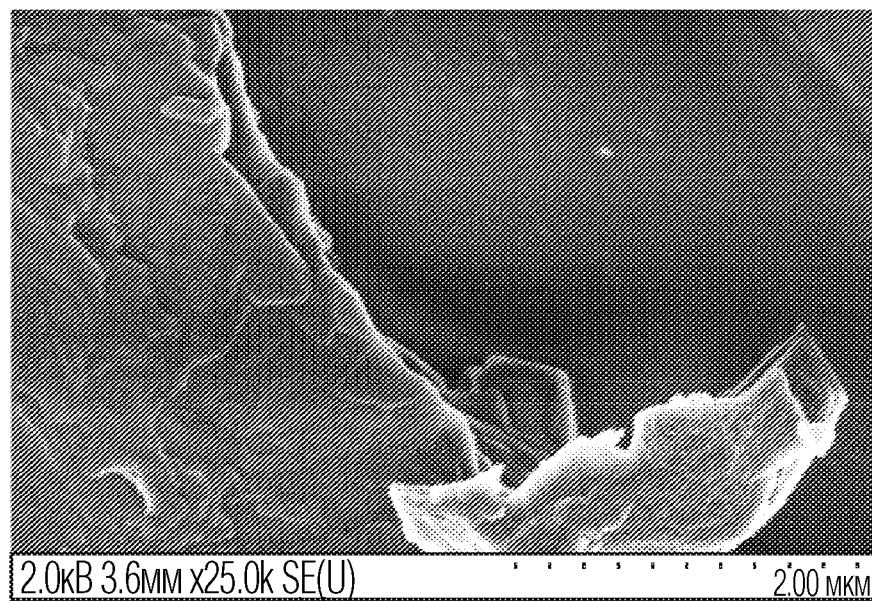
ФИГ. 120



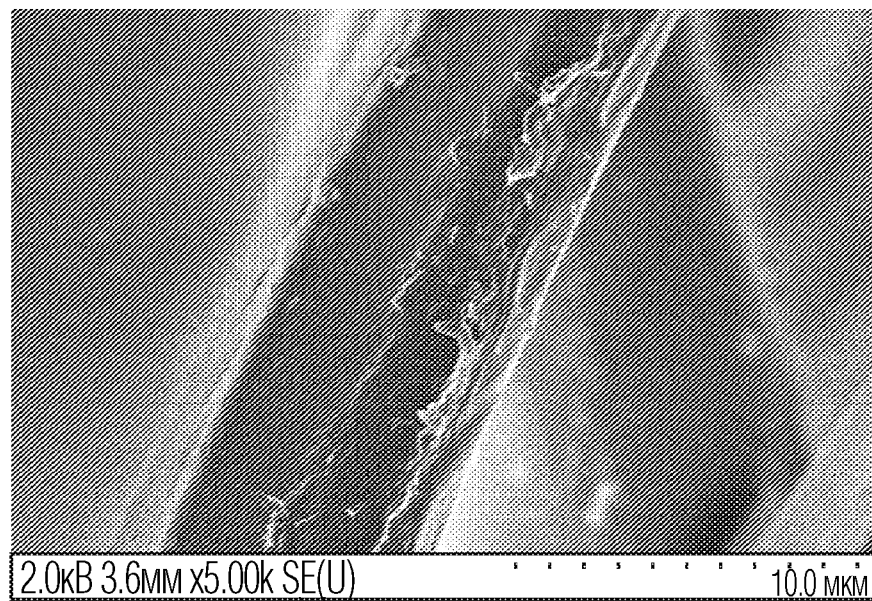
ФИГ. 121



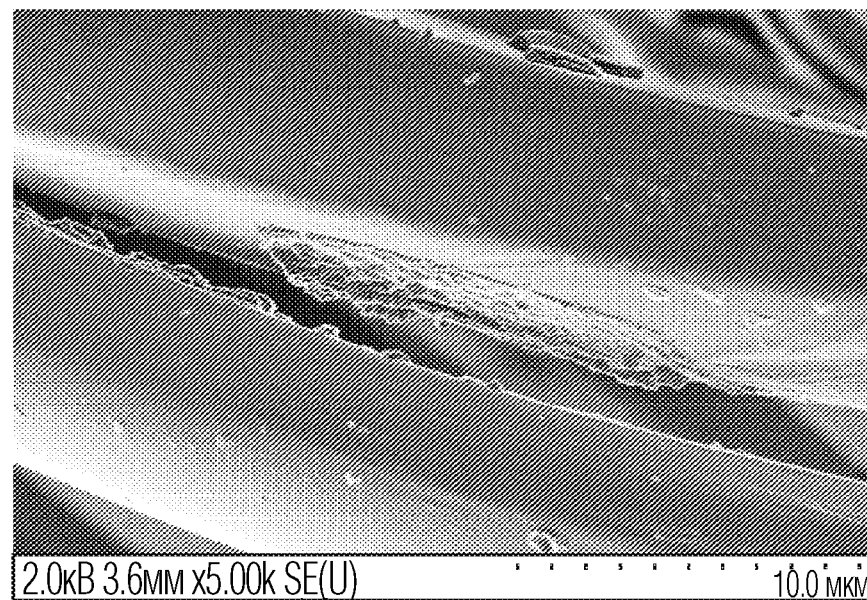
ФИГ. 122



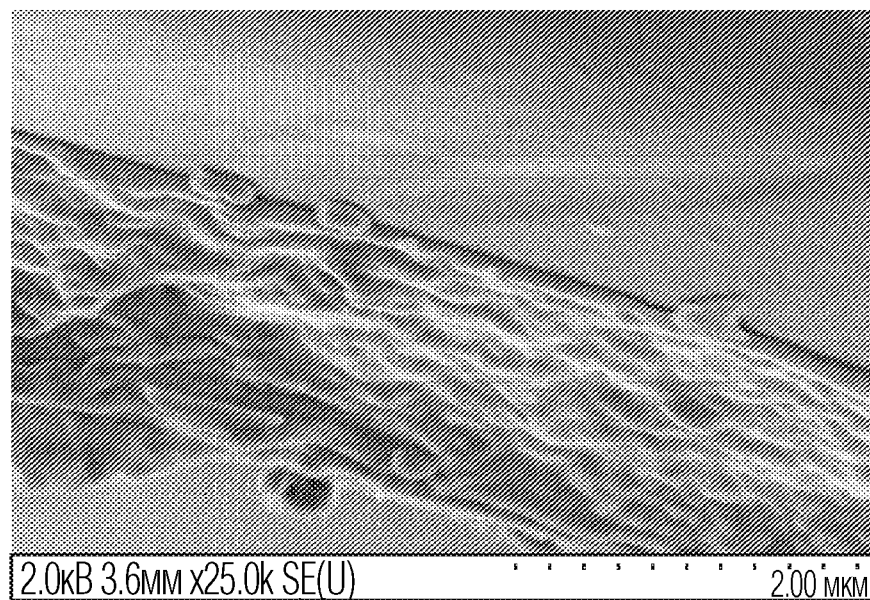
ФИГ. 123



ФИГ. 124

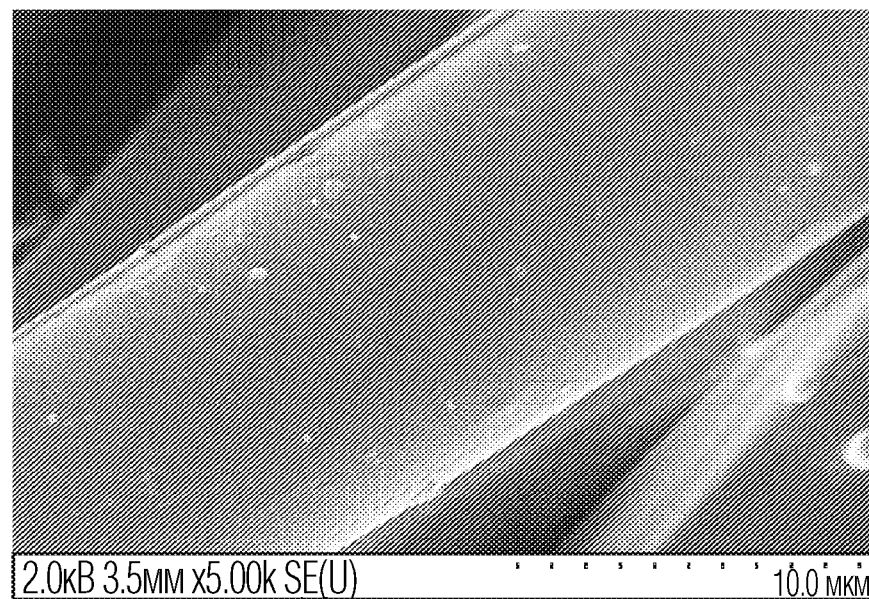


ФИГ. 125

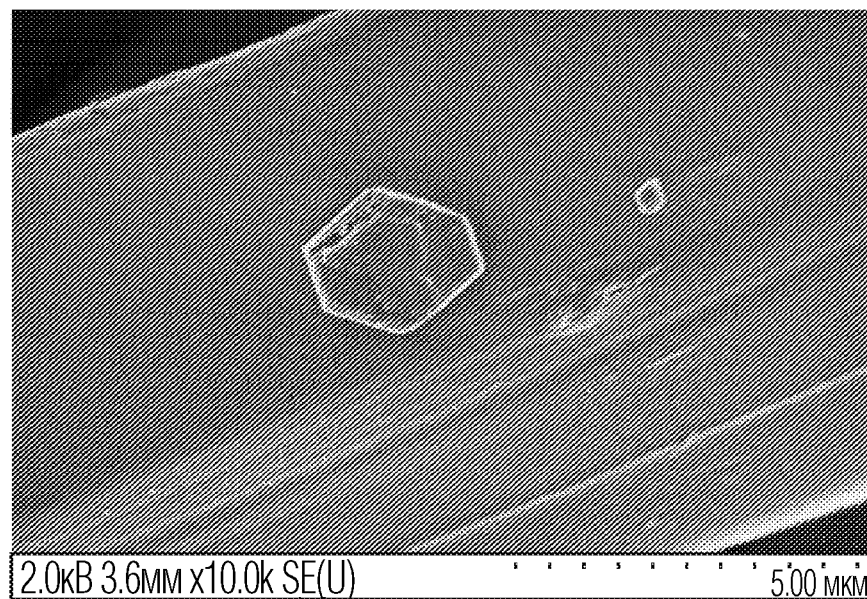


ФИГ. 126

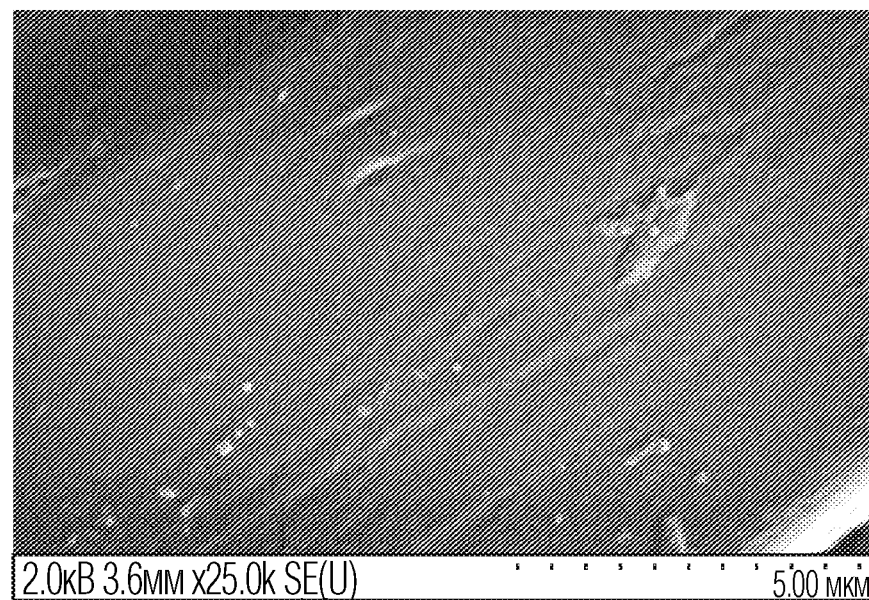




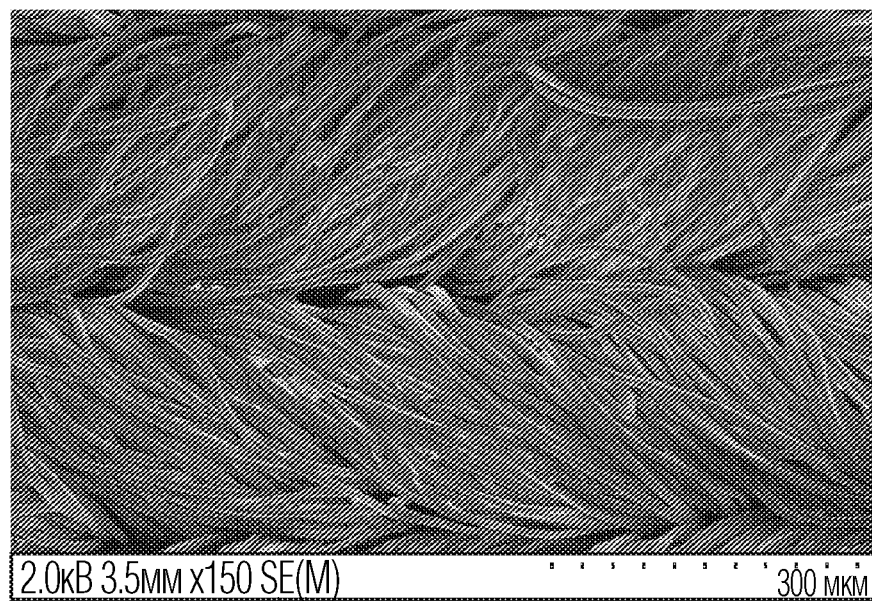
ФИГ. 127



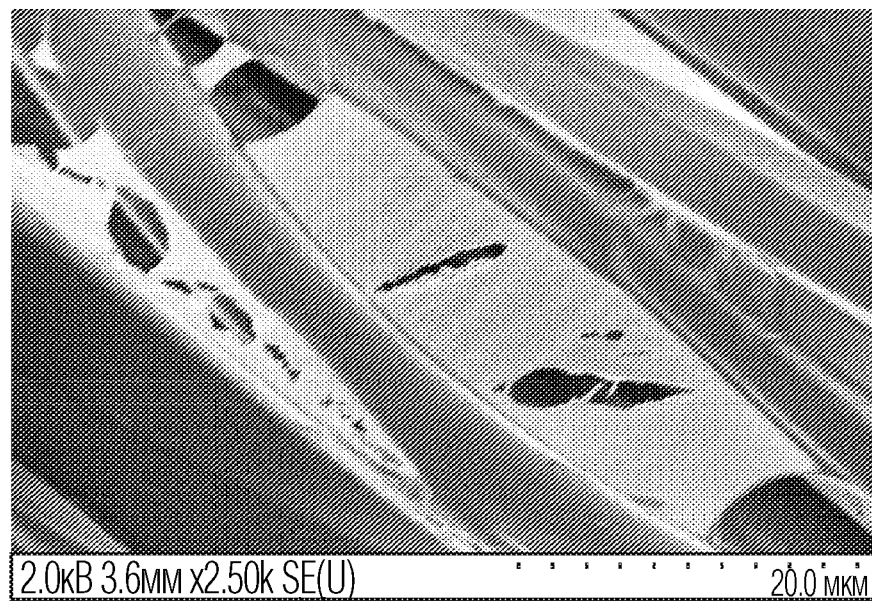
ФИГ. 128



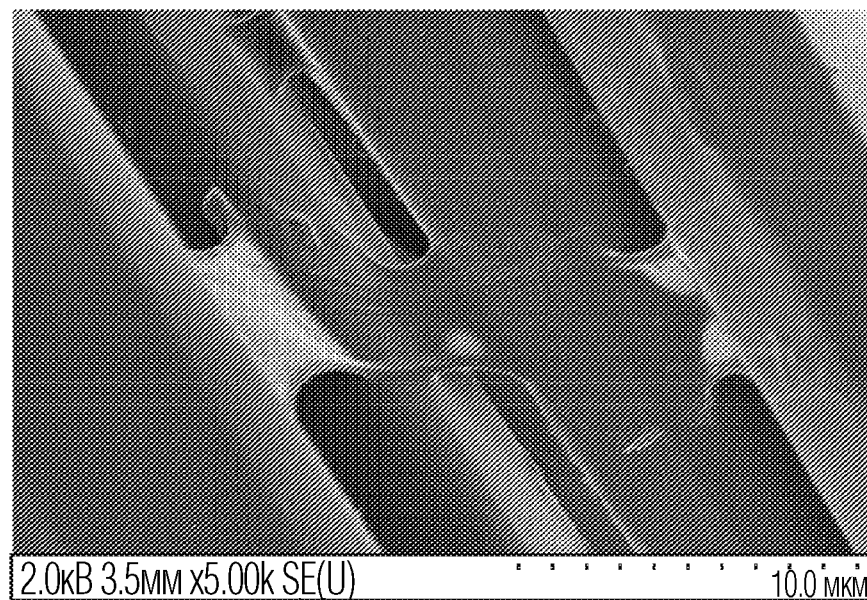
ФИГ. 129



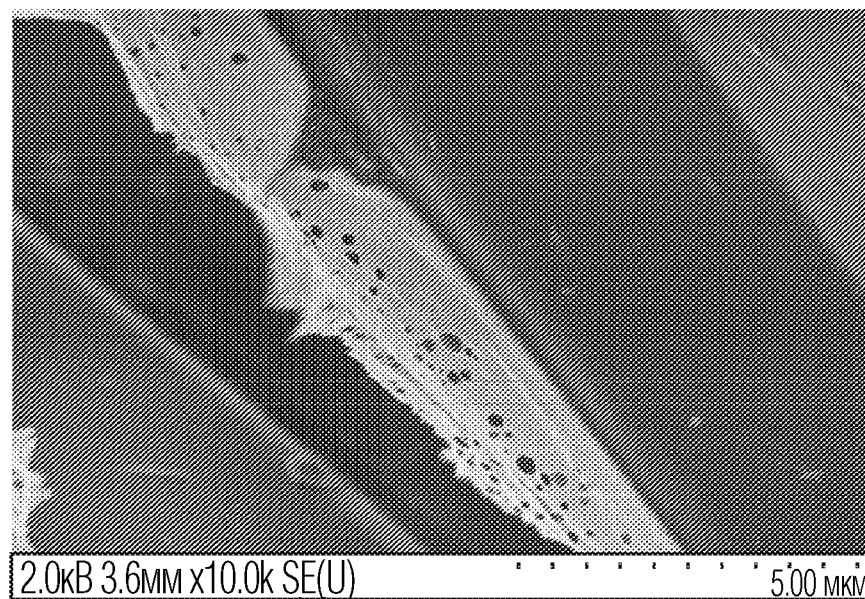
ФИГ. 130



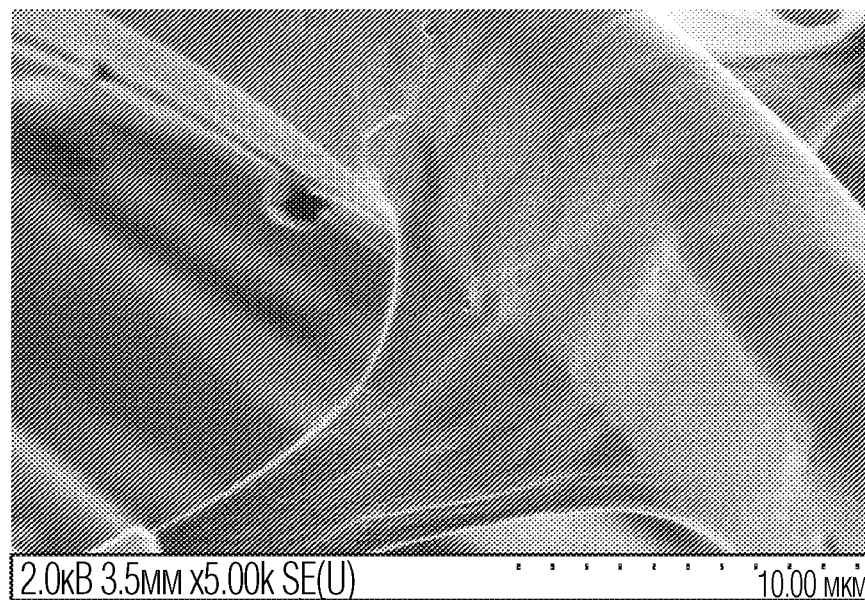
ФИГ. 131



ФИГ. 132

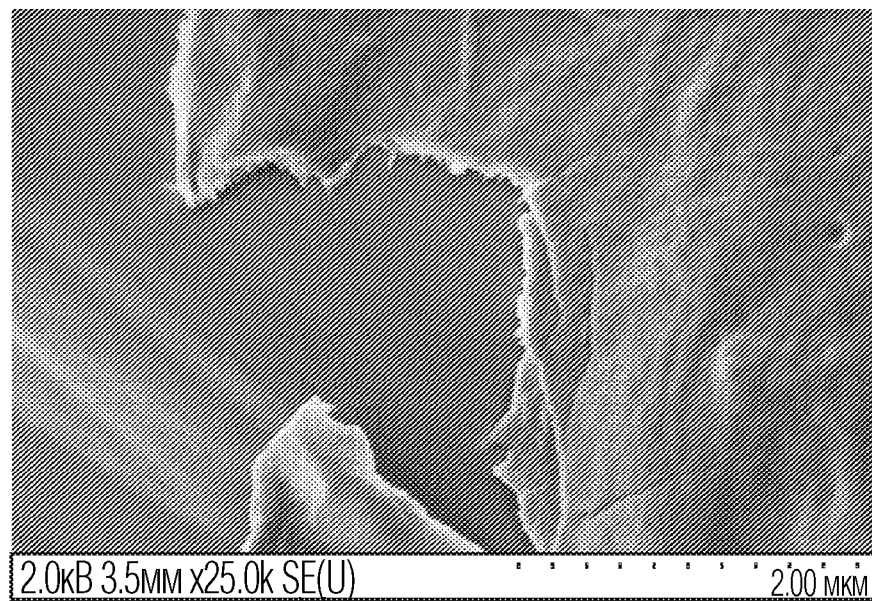


ФИГ. 133

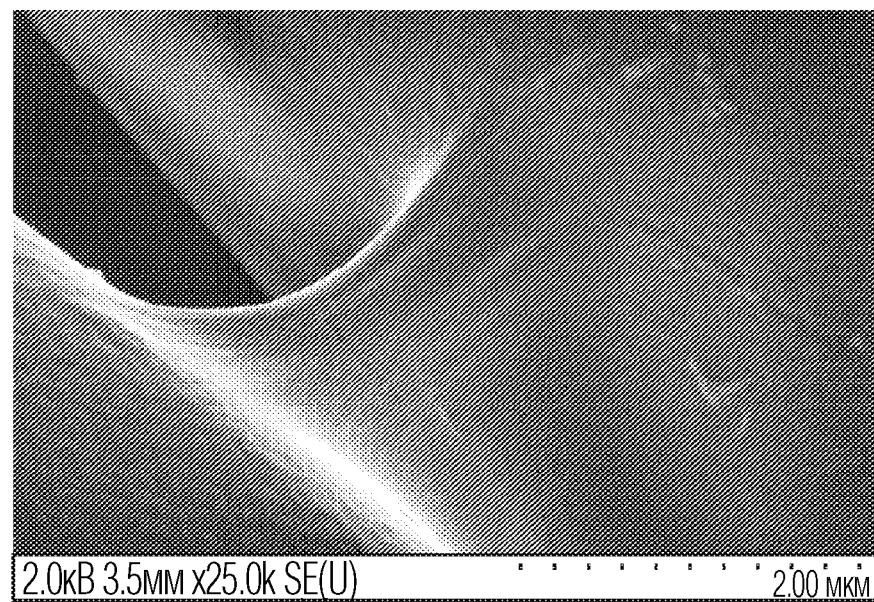


ФИГ. 134

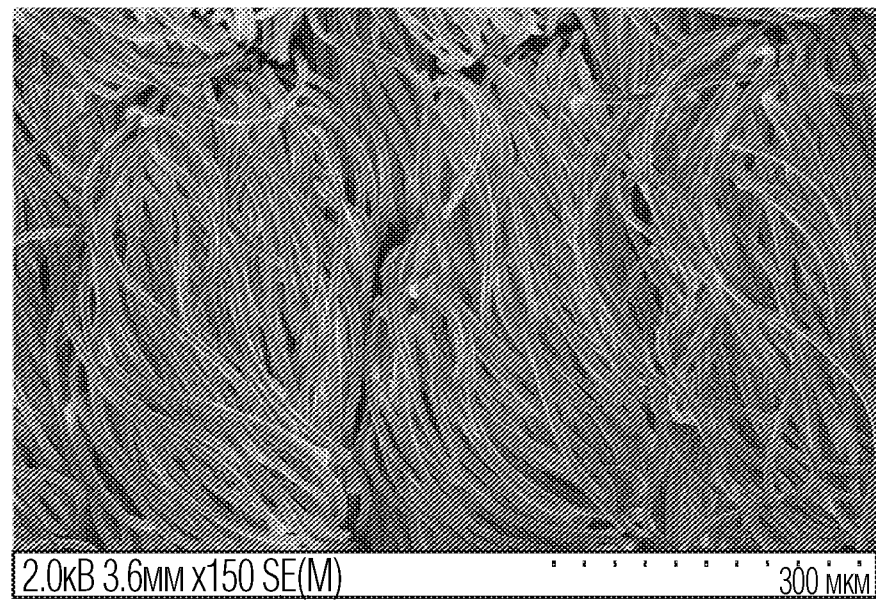




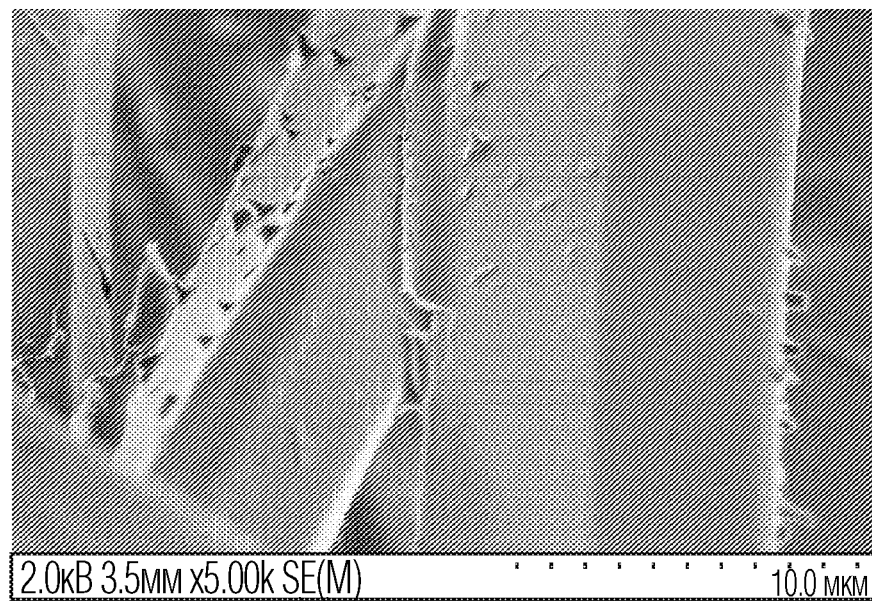
ФИГ. 135



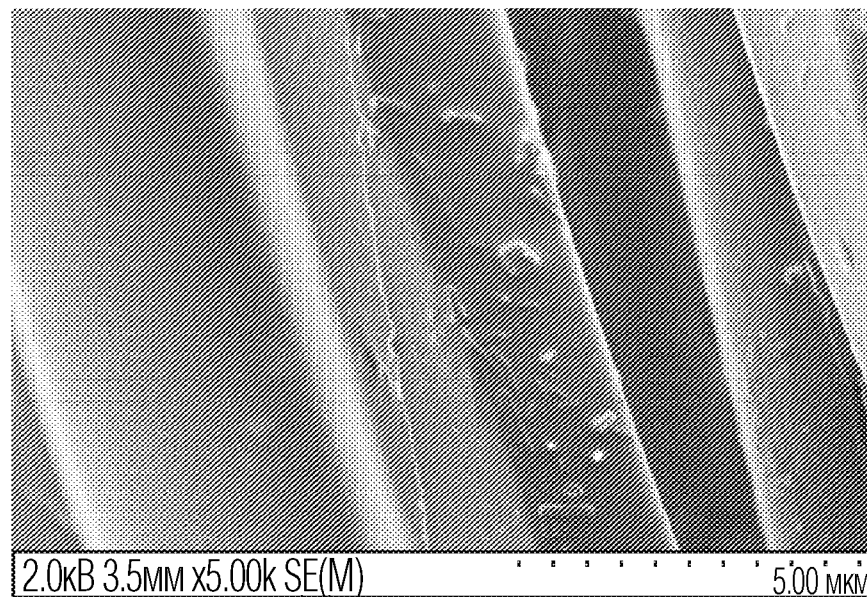
ФИГ. 136



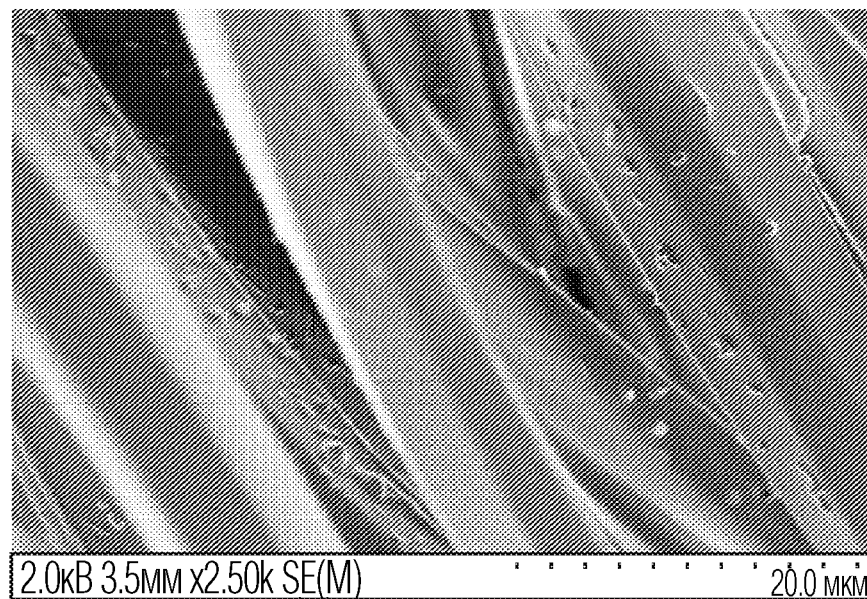
ФИГ. 137



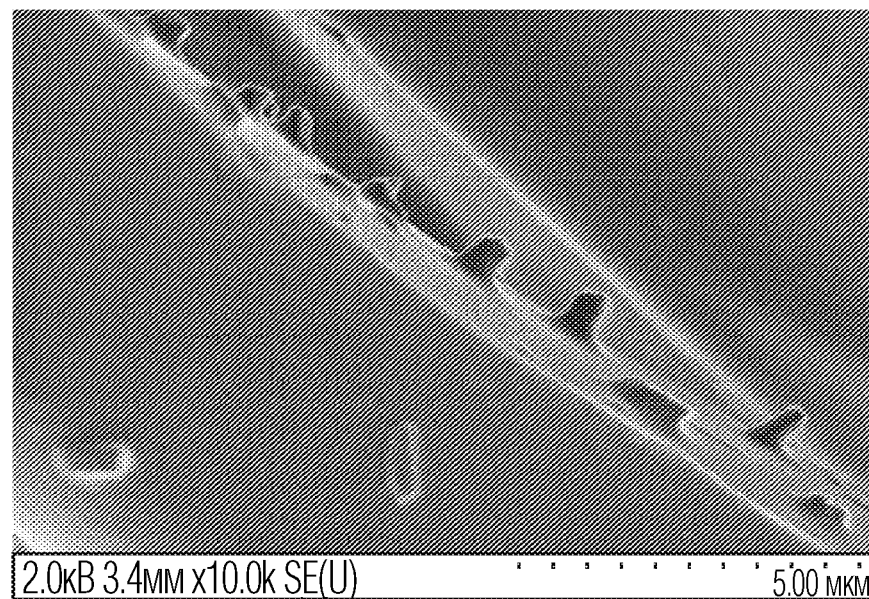
ФИГ. 138



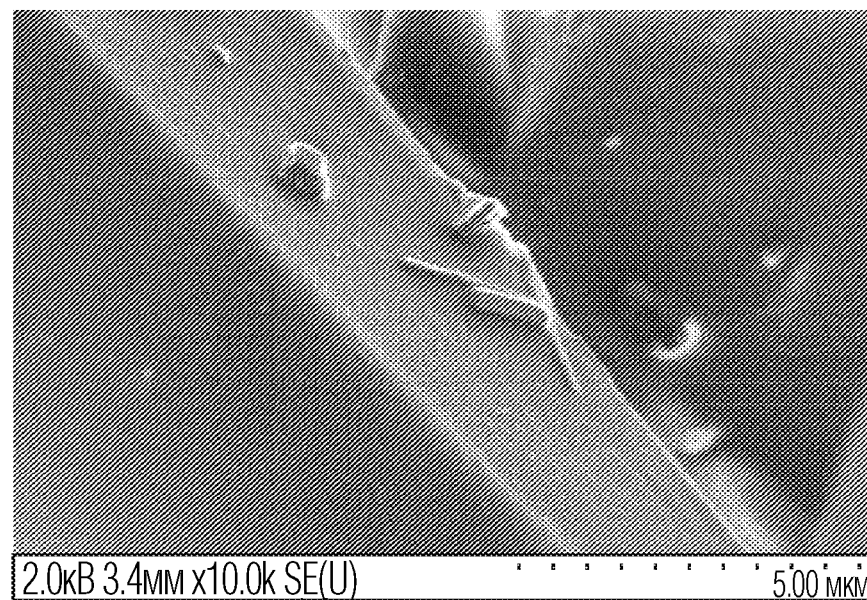
ФИГ. 139



ФИГ. 140

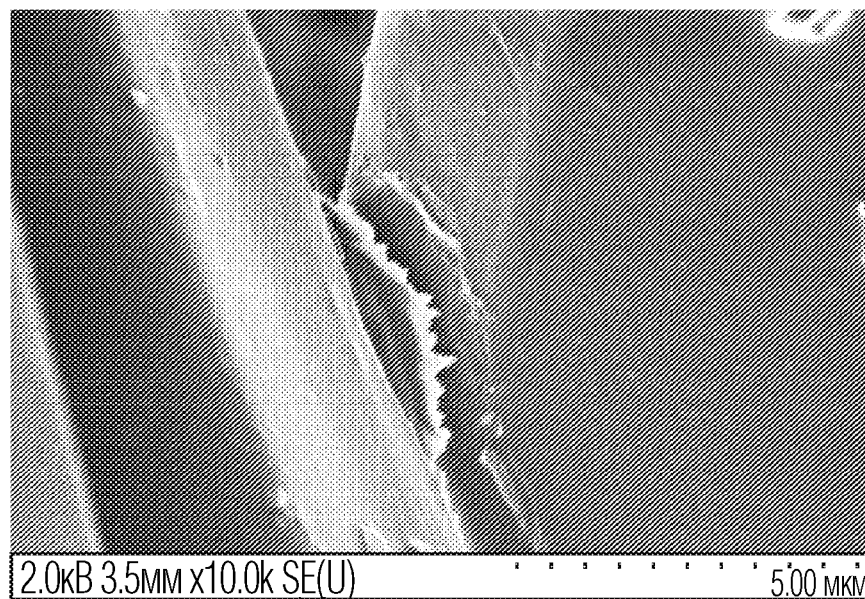


ФИГ. 141

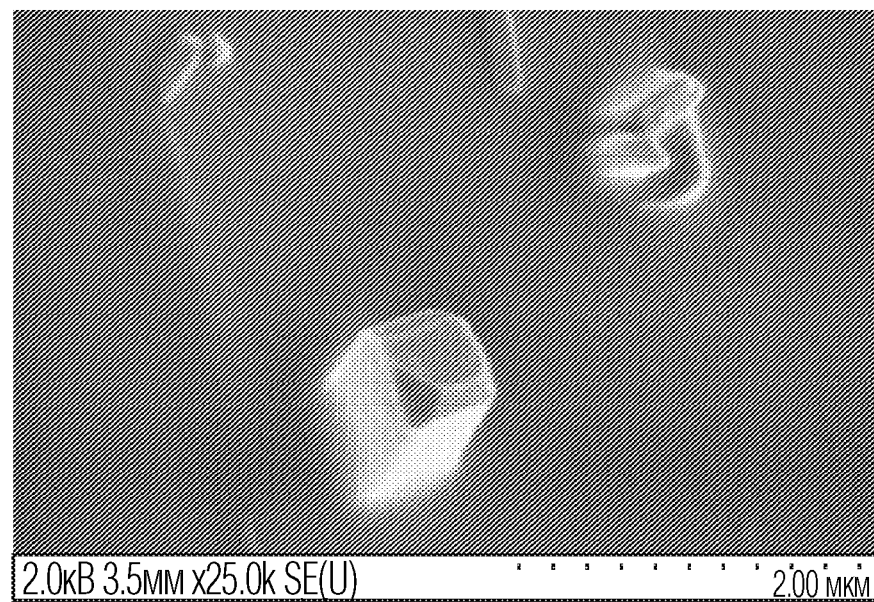


ФИГ. 142

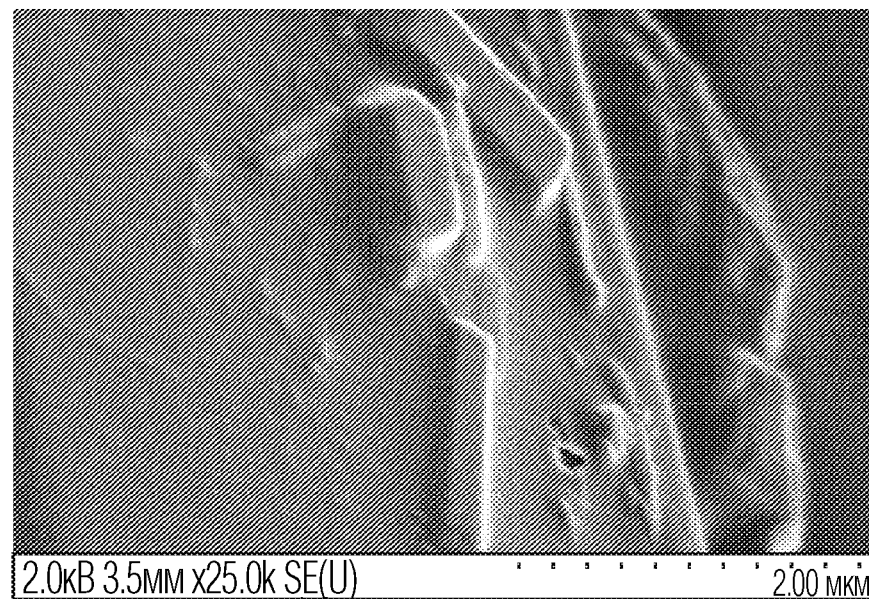




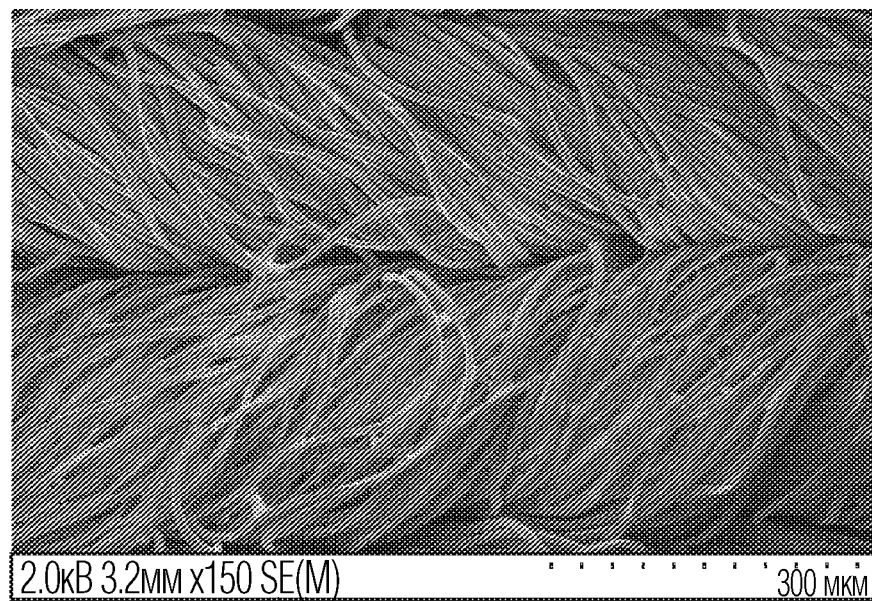
ФИГ. 143



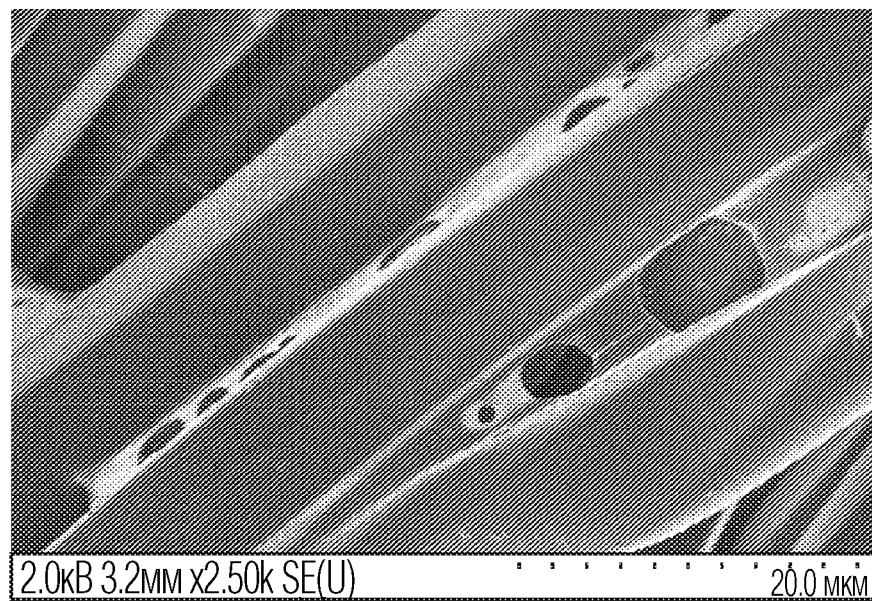
ФИГ. 144



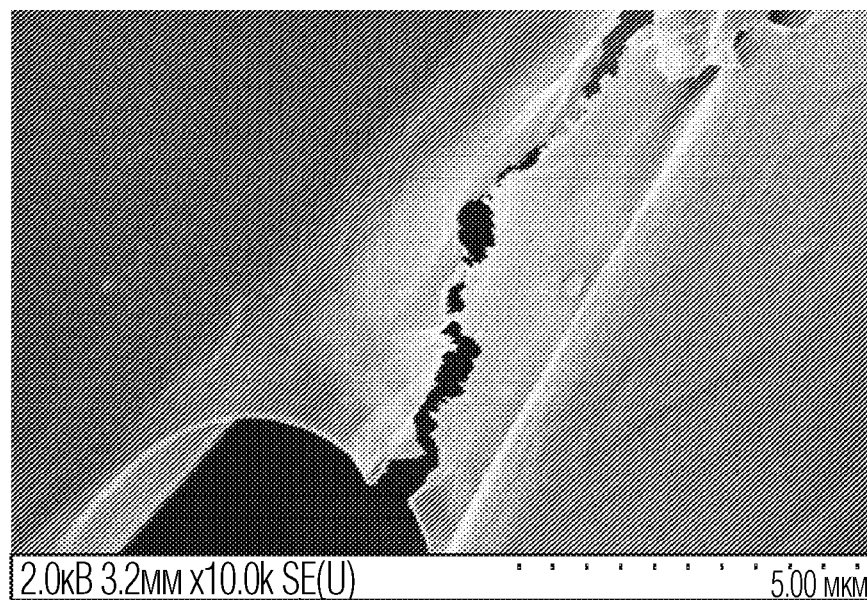
ФИГ. 145



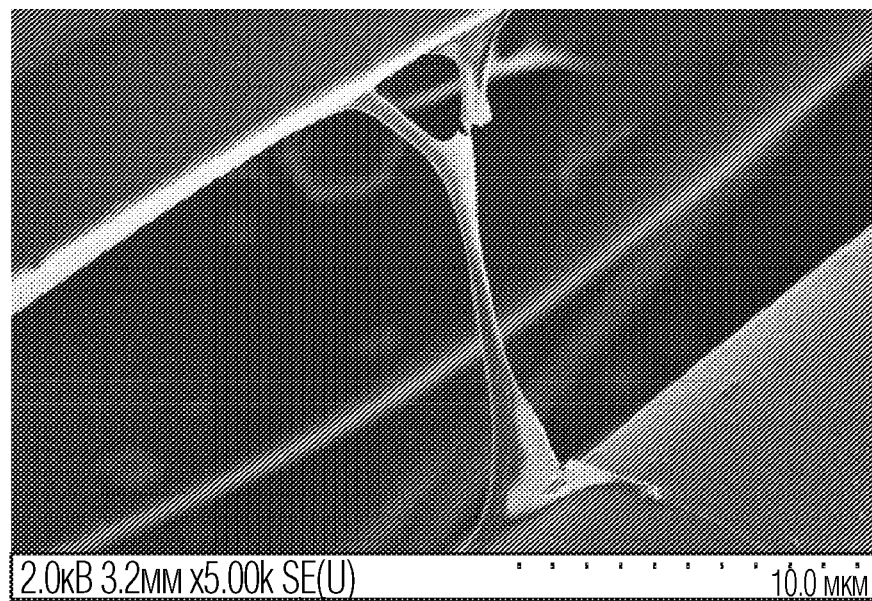
ФИГ. 146



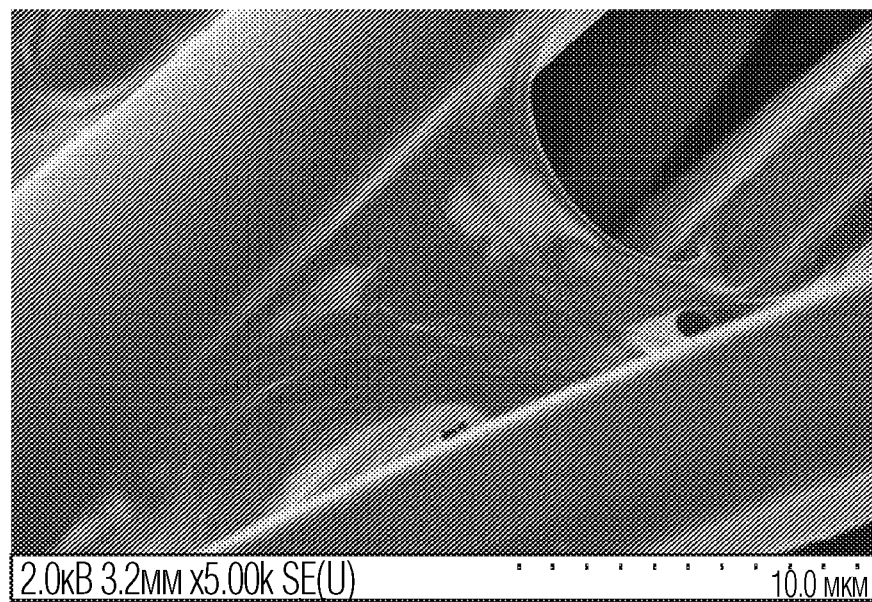
ФИГ. 147



ФИГ. 148

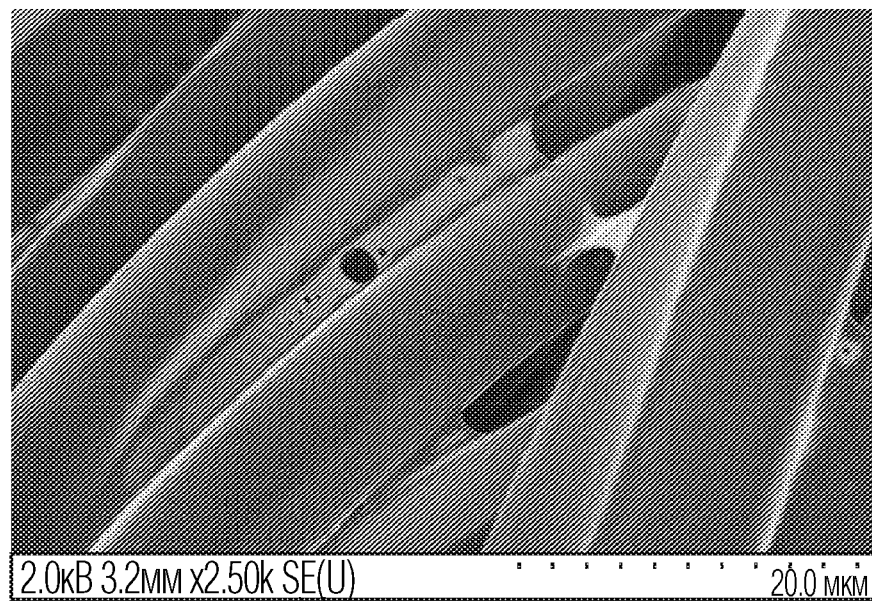


ФИГ. 149



ФИГ. 150

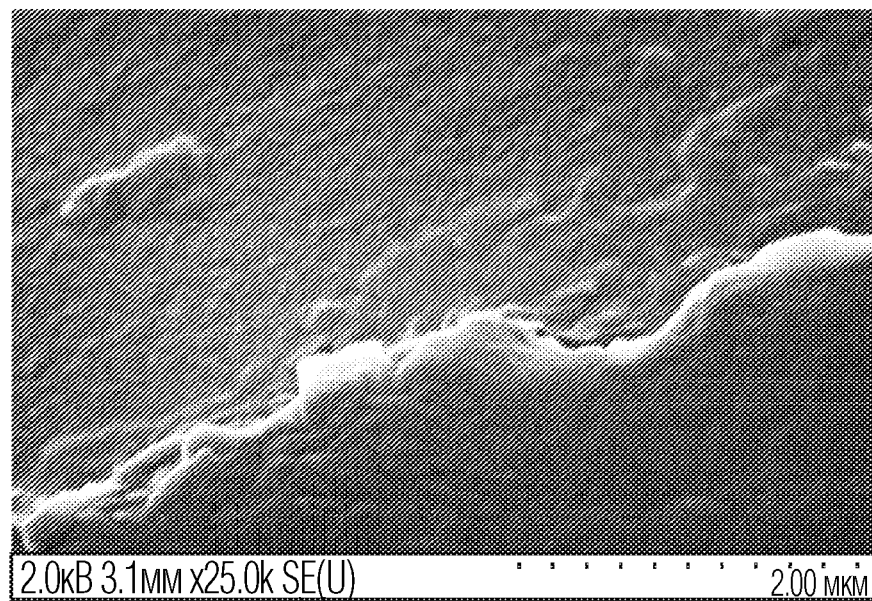




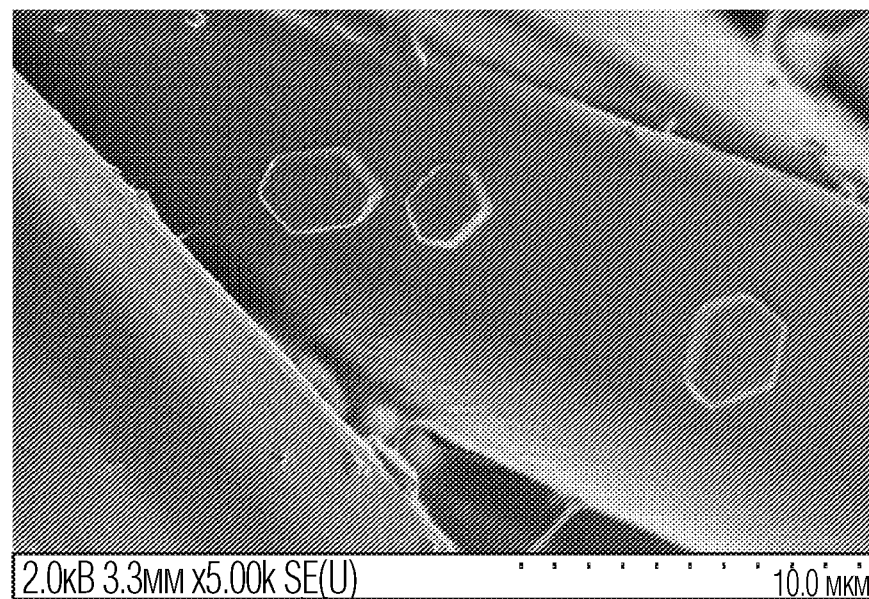
ФИГ. 151



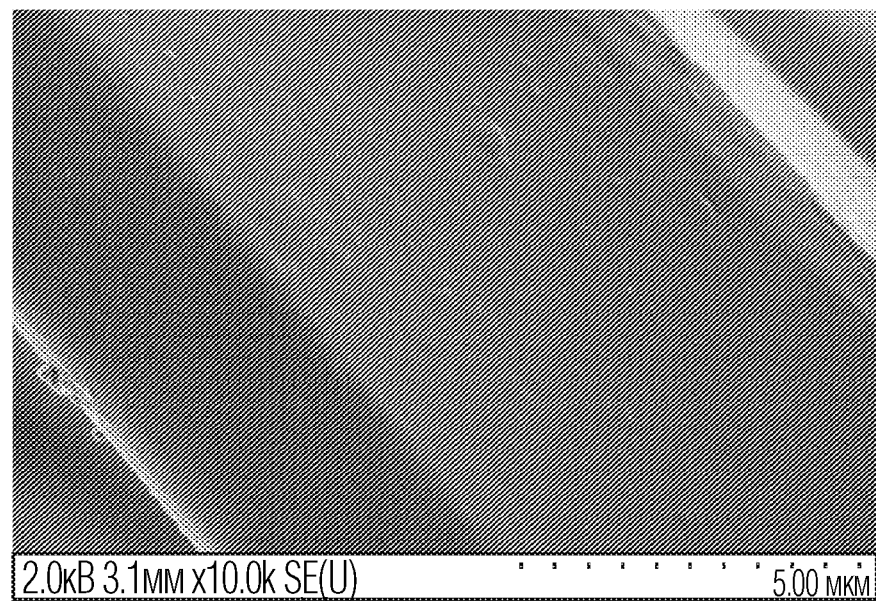
ФИГ. 152



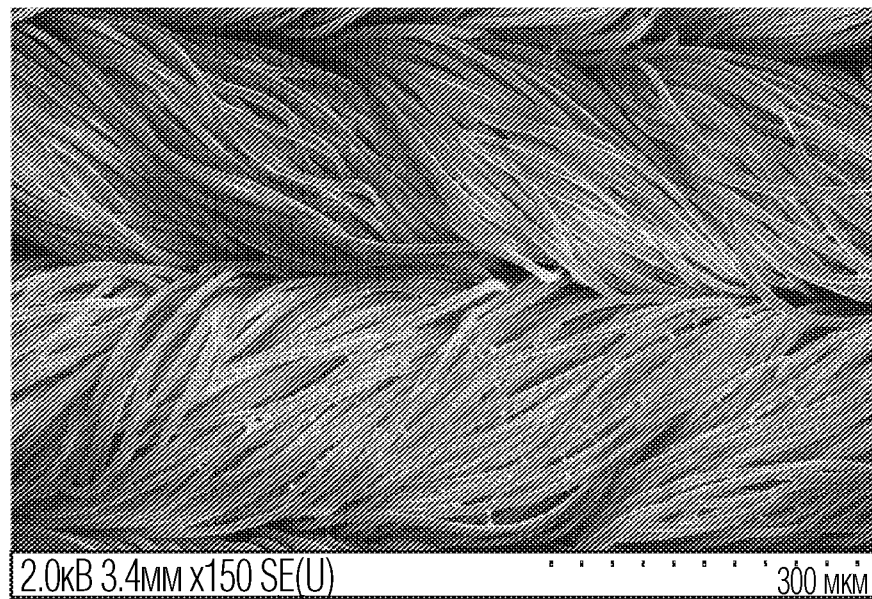
ФИГ. 153



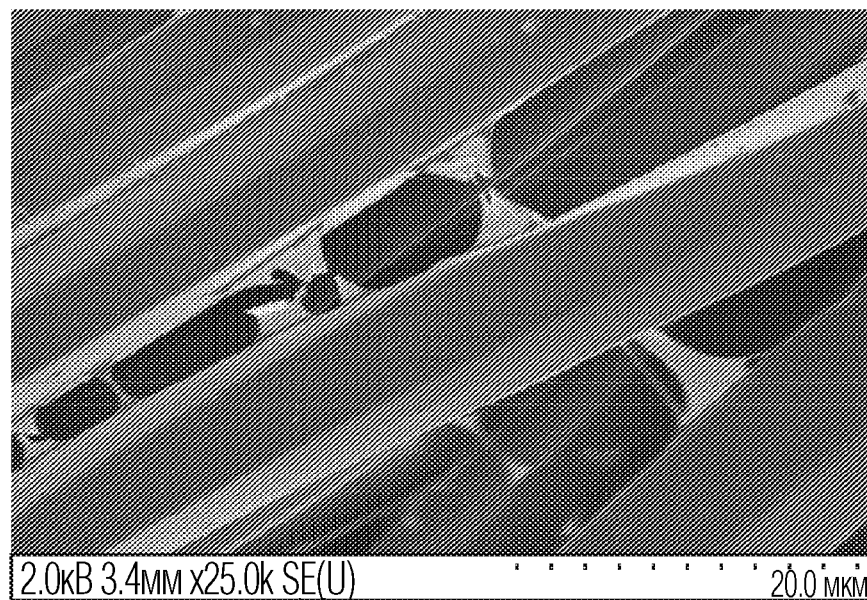
ФИГ. 154



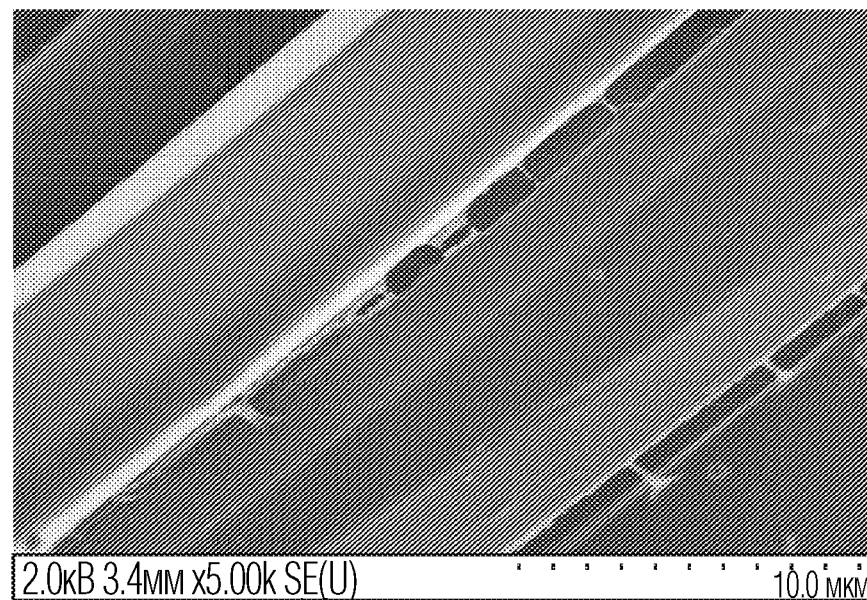
ФИГ. 155



ФИГ. 156

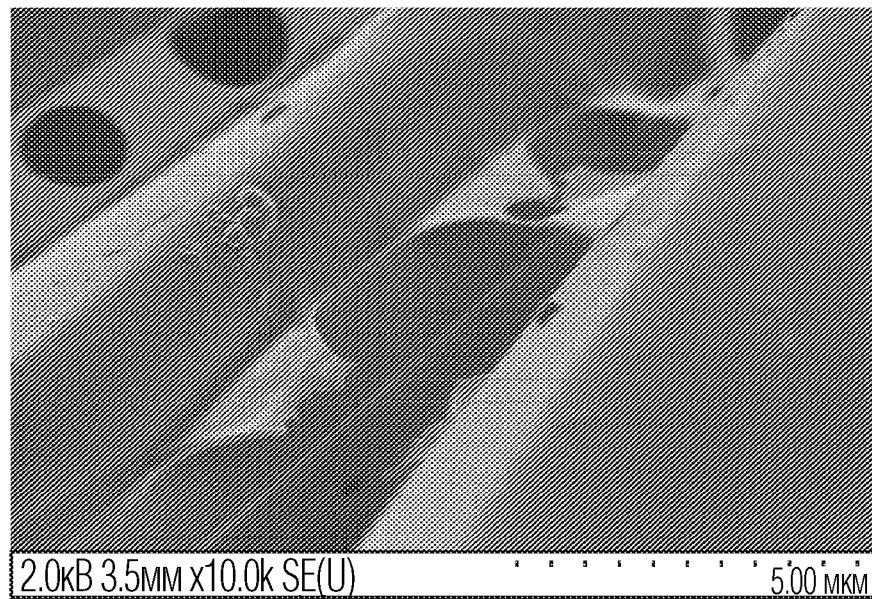


ФИГ. 157

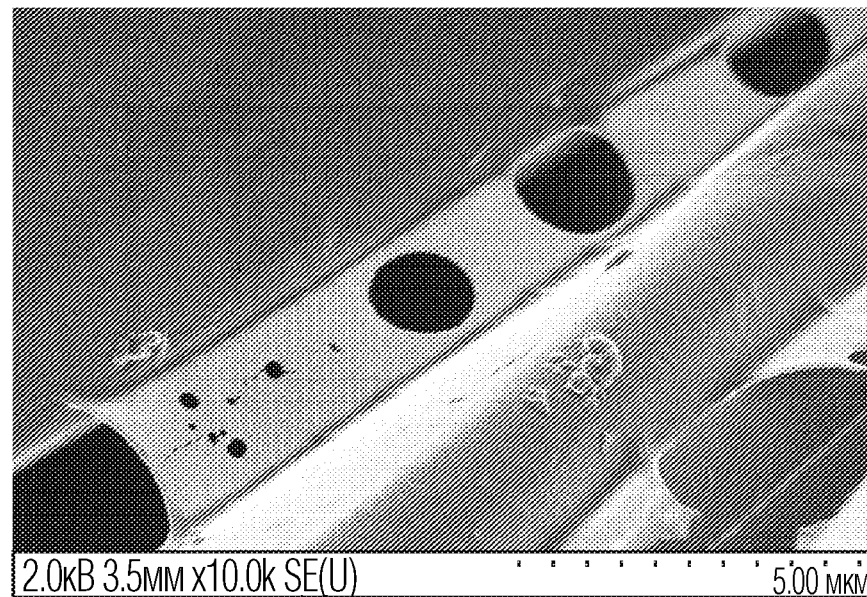


ФИГ. 158

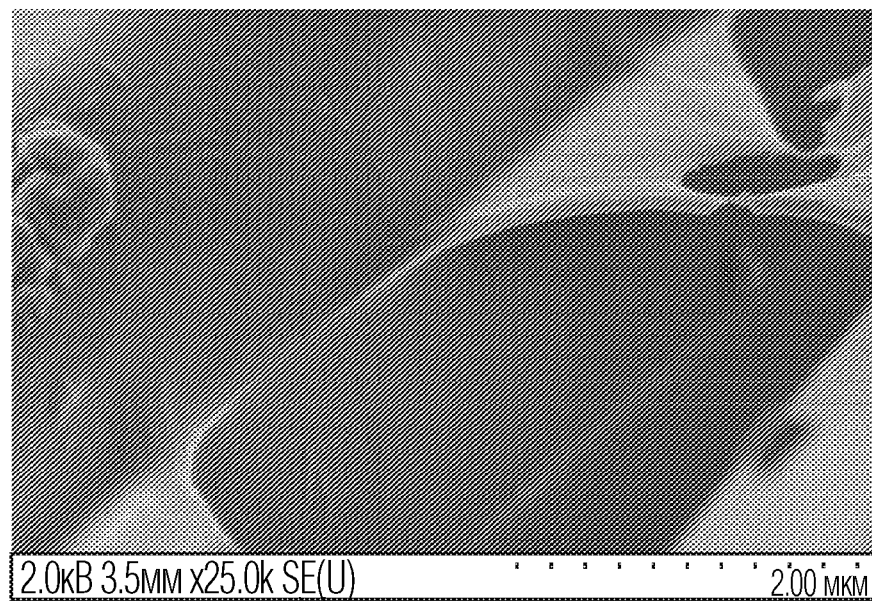




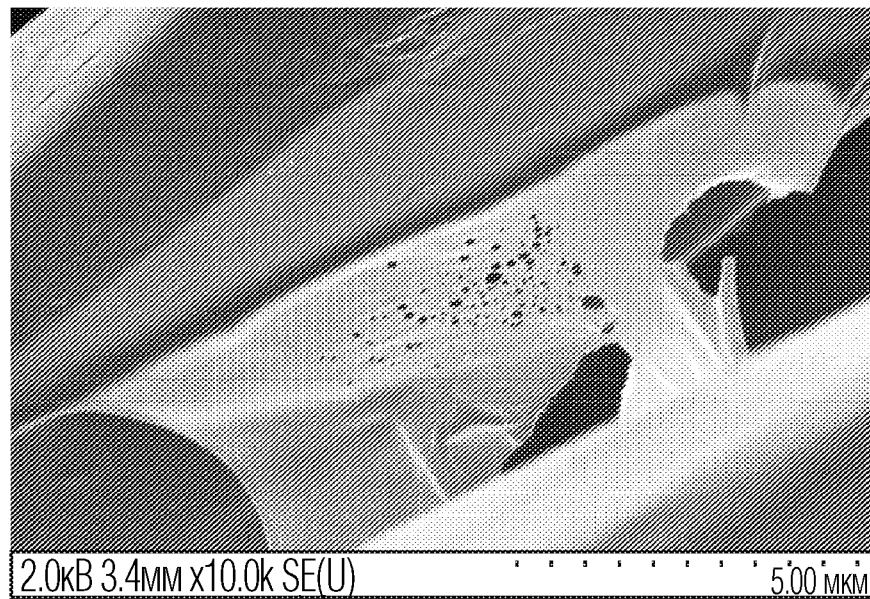
ФИГ. 159



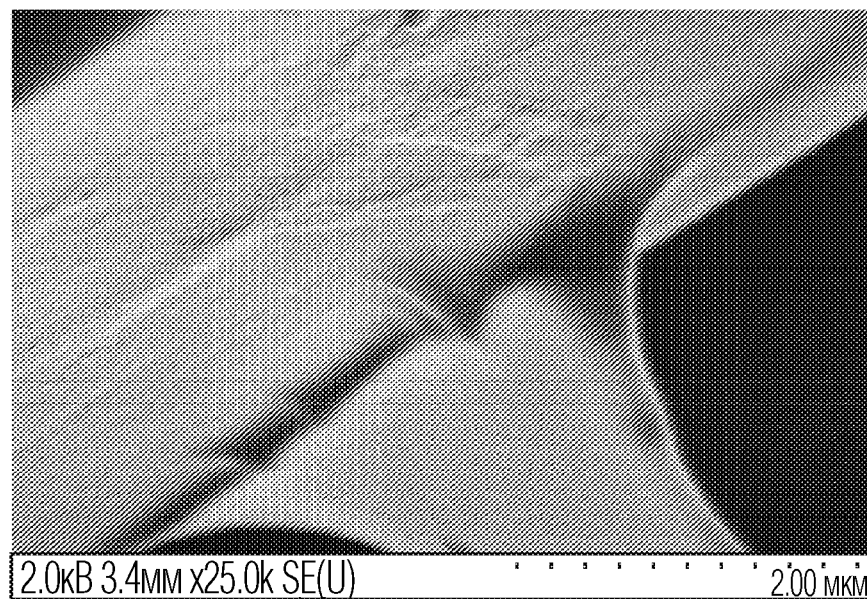
ФИГ. 160



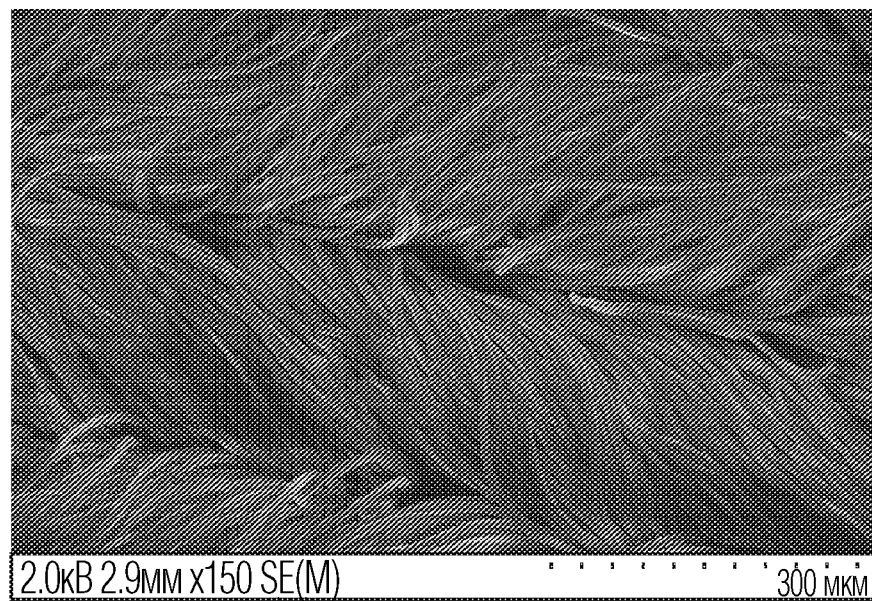
ФИГ. 161



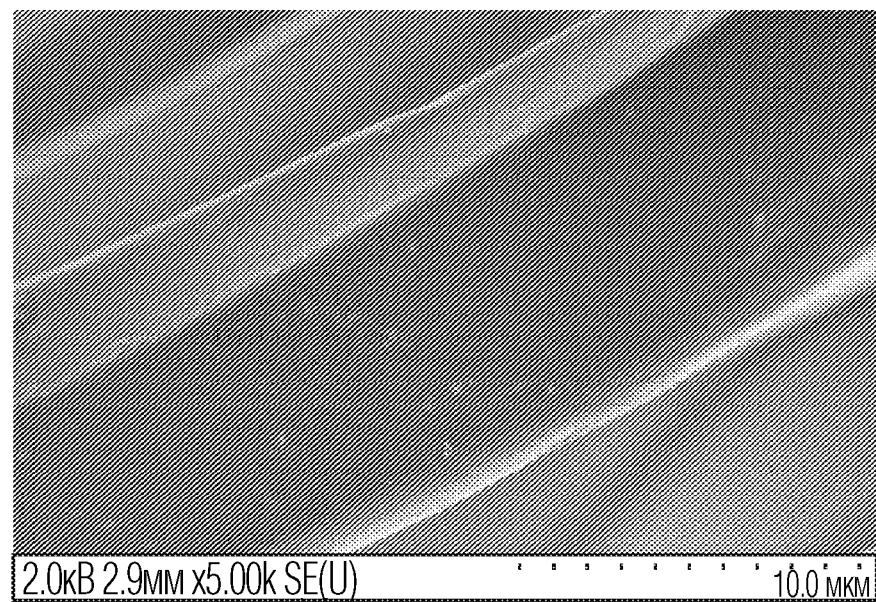
ФИГ. 162



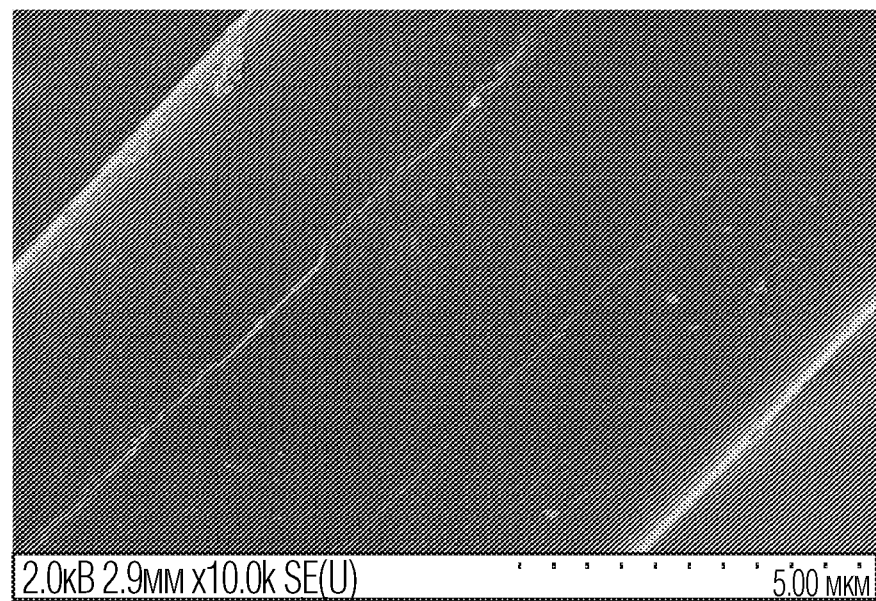
ФИГ. 163



ФИГ. 164

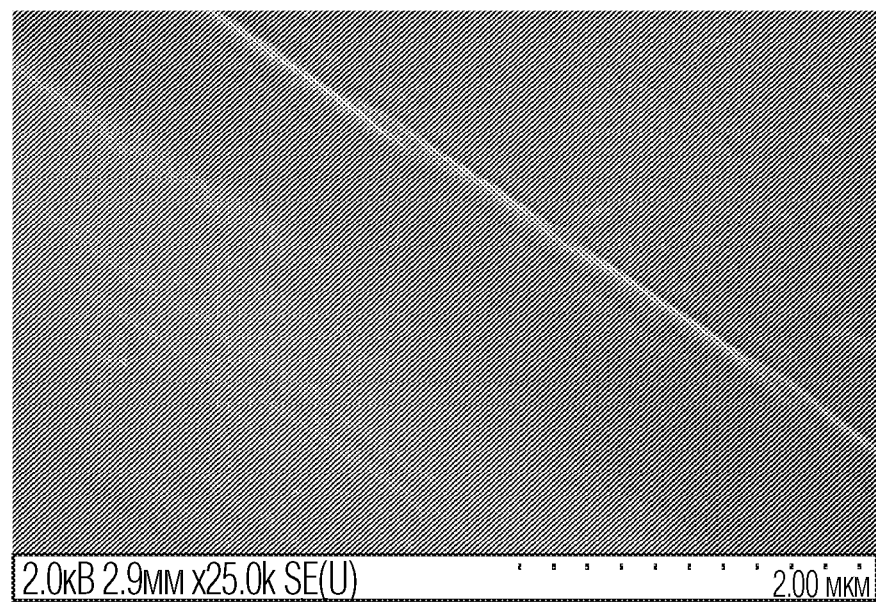


ФИГ. 165

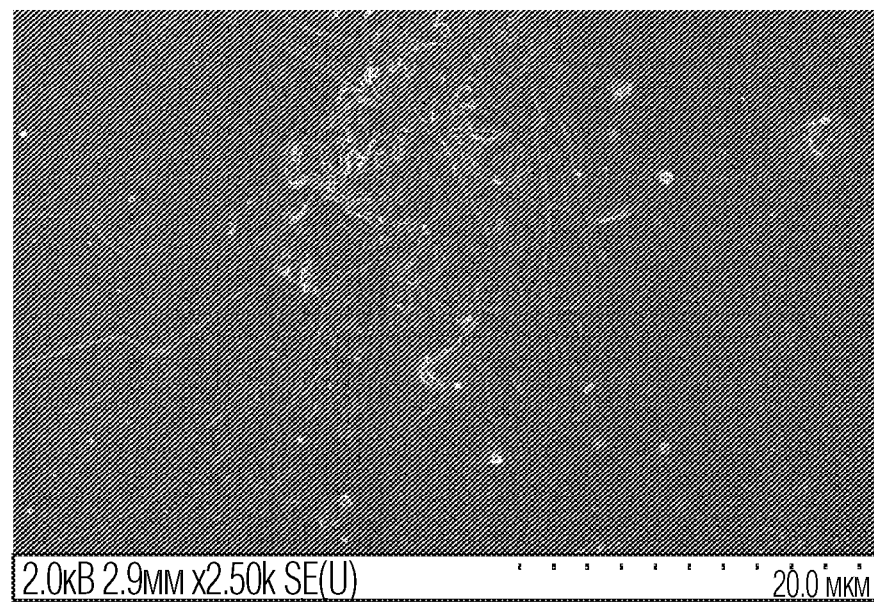


ФИГ. 166





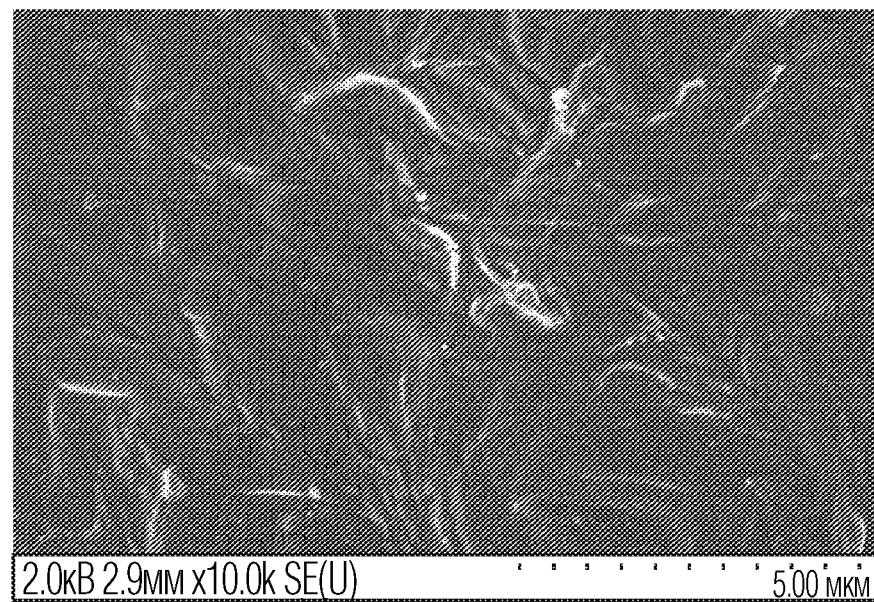
ФИГ. 167



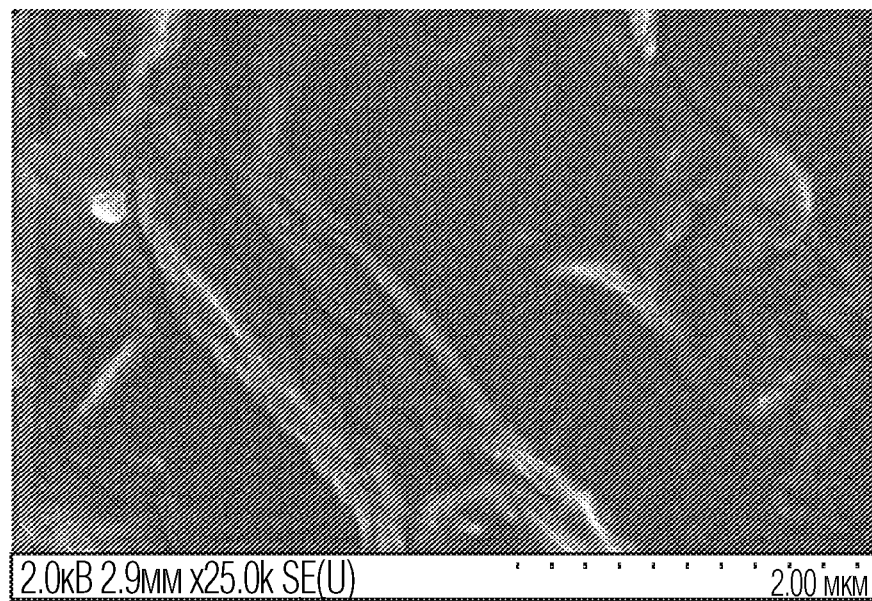
ФИГ. 168



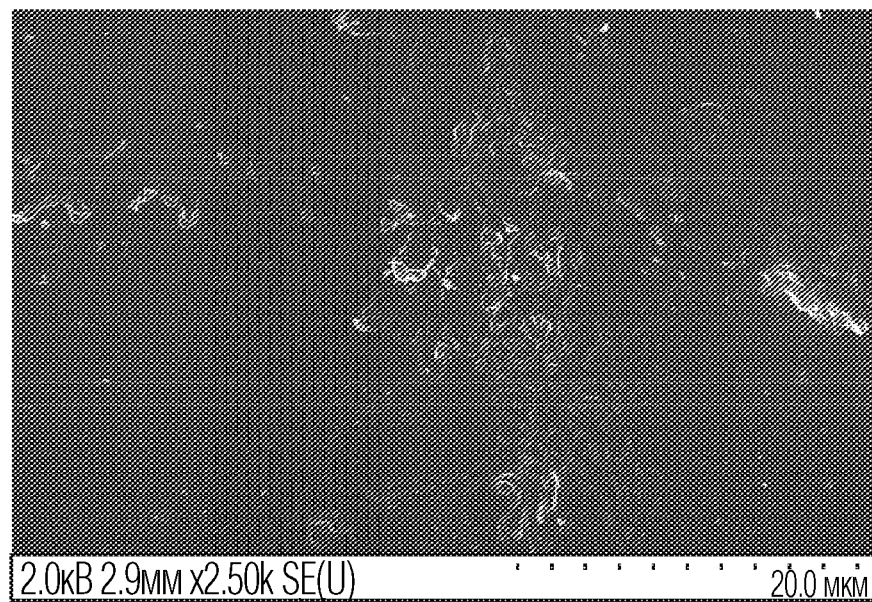
ФИГ. 169



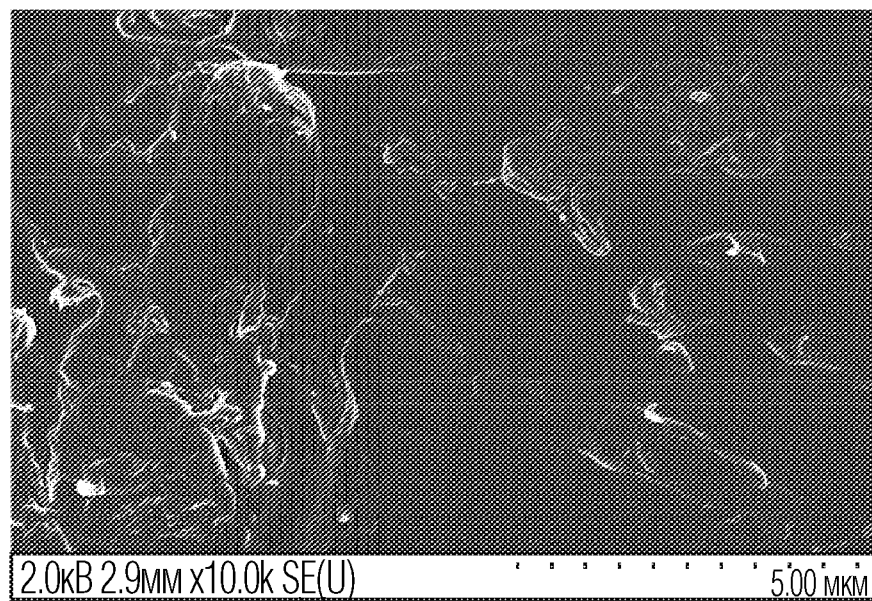
ФИГ. 170



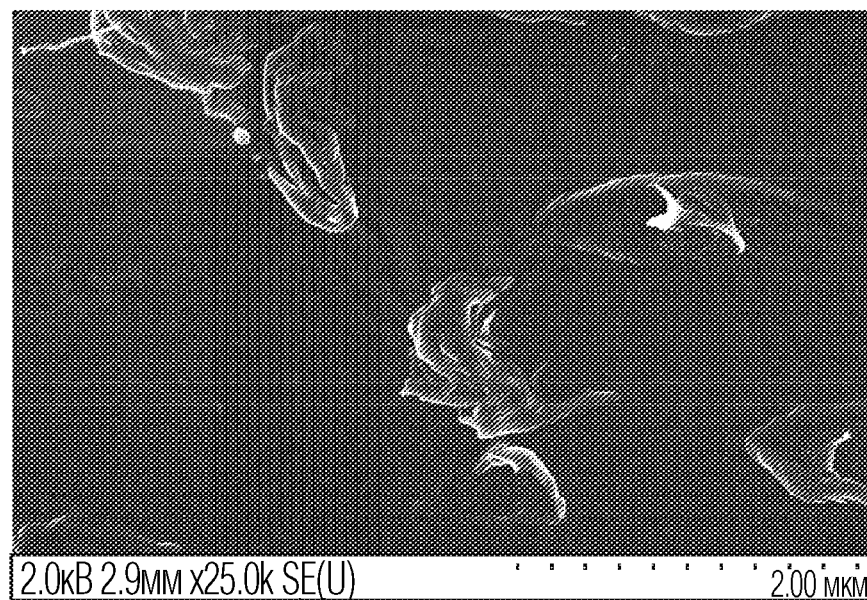
ФИГ. 171



ФИГ. 172

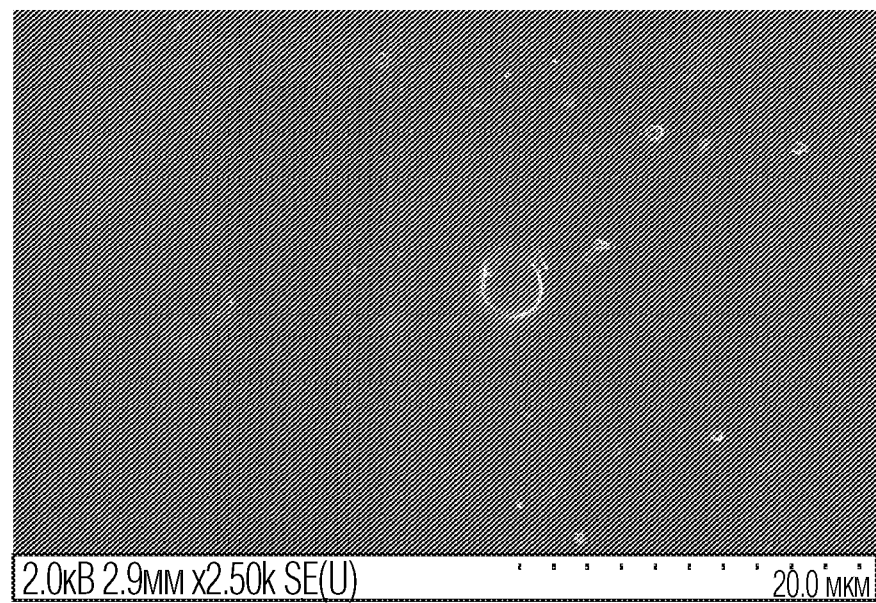


ФИГ. 173

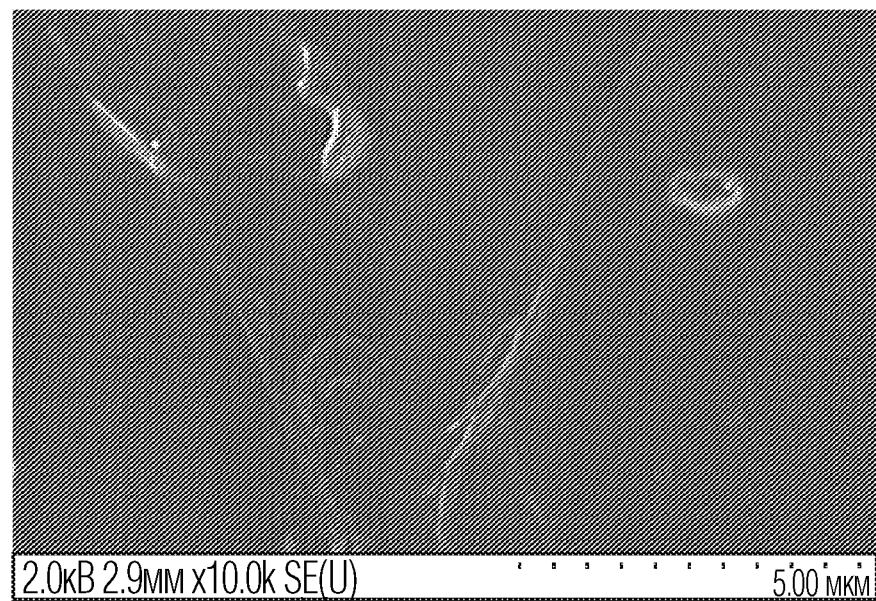


ФИГ. 174

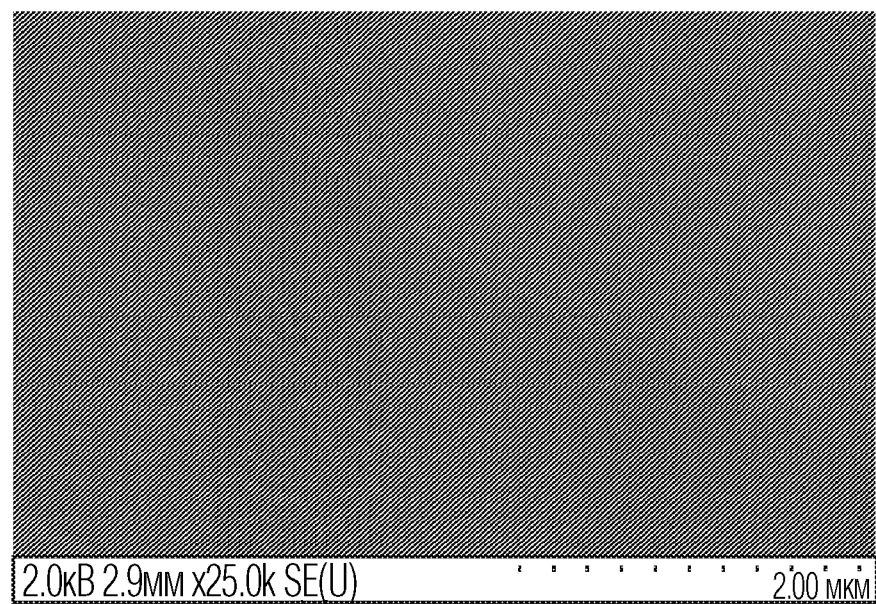




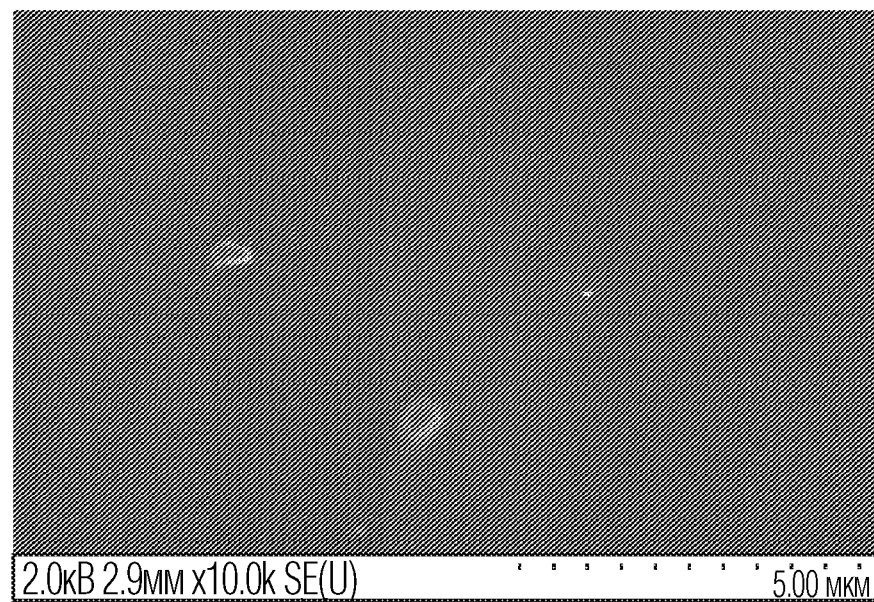
ФИГ. 175



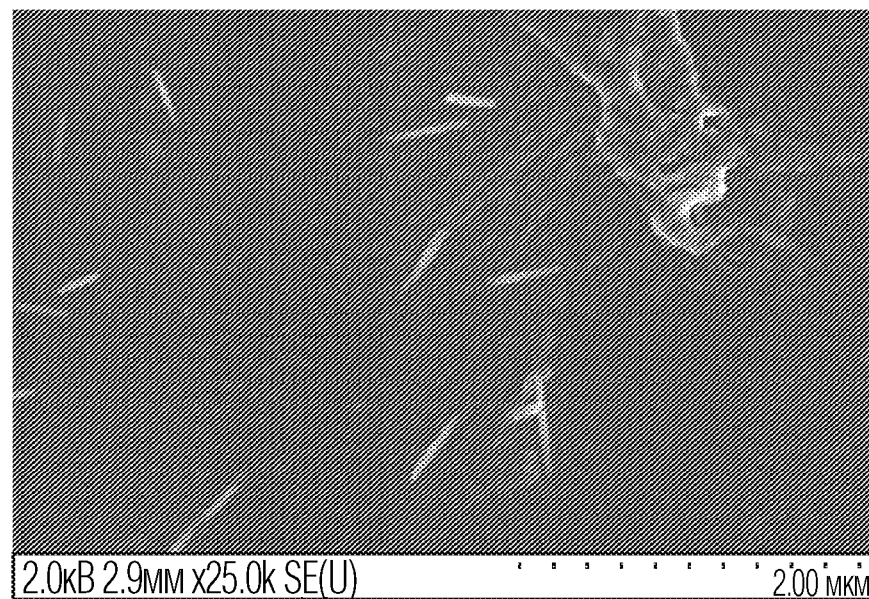
ФИГ. 176



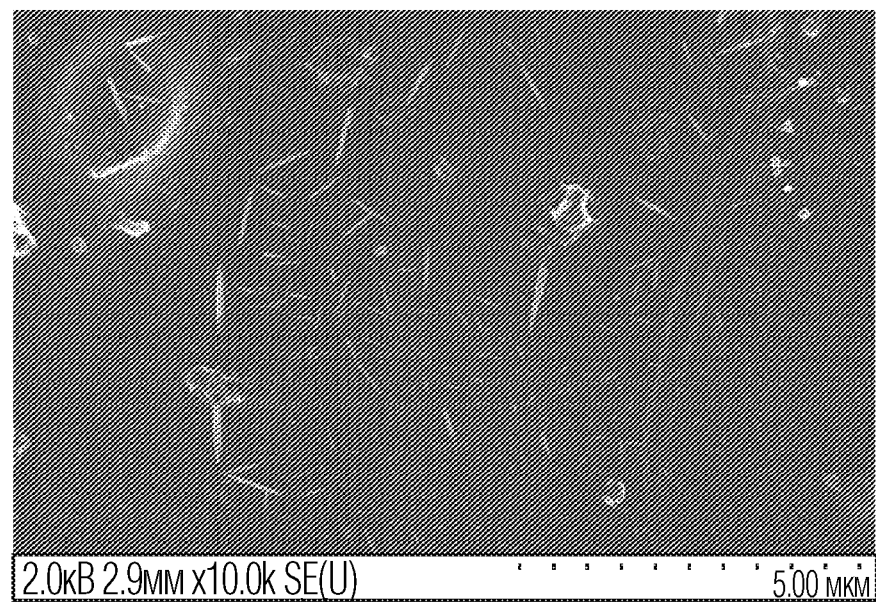
ФИГ. 177



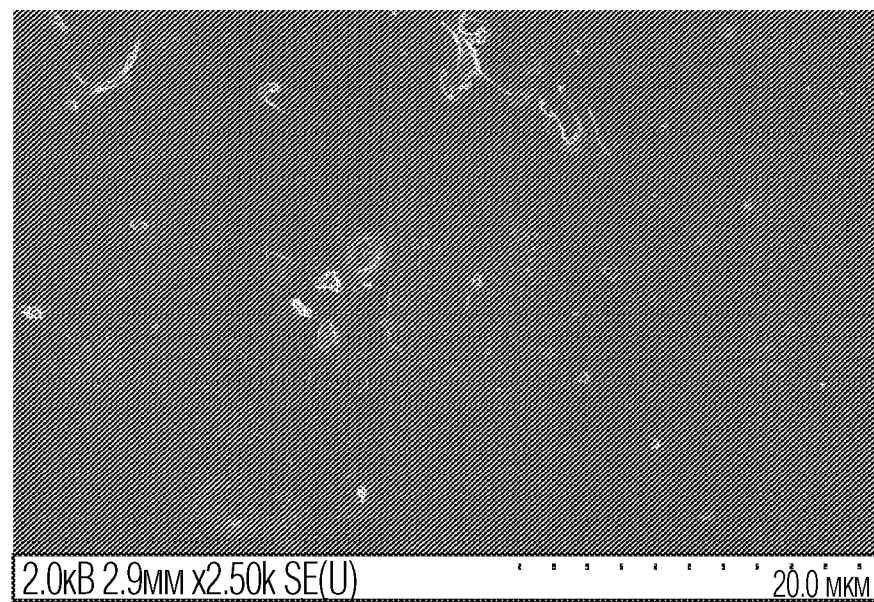
ФИГ. 178



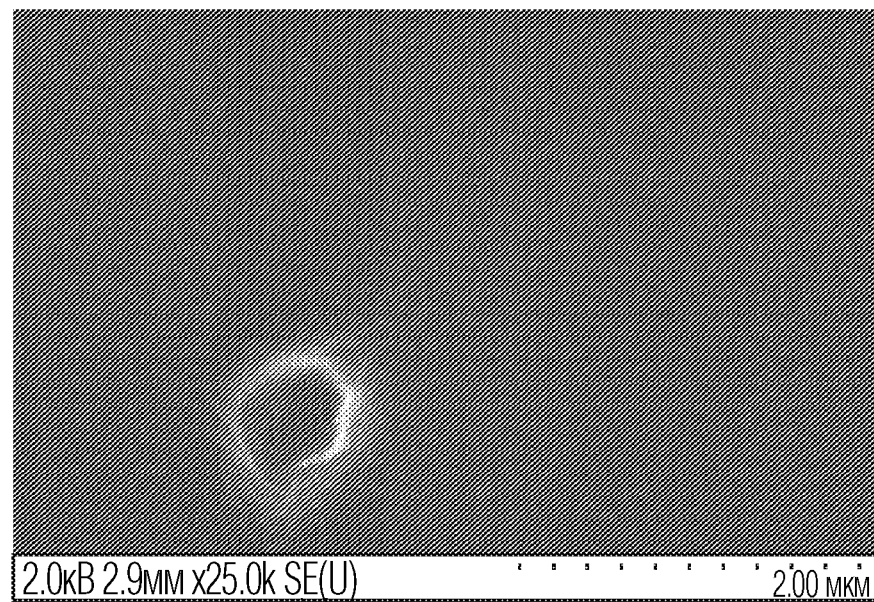
ФИГ. 179



ФИГ. 180

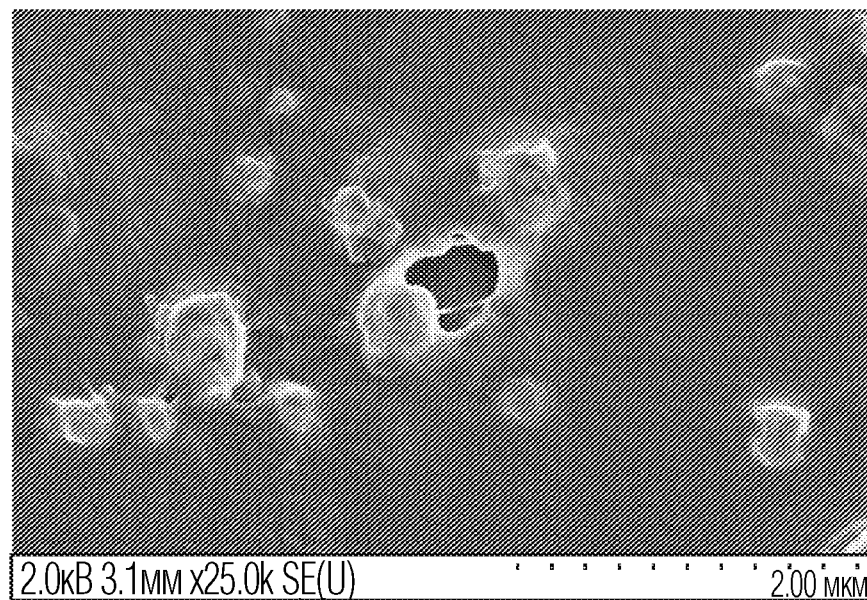


ФИГ. 181

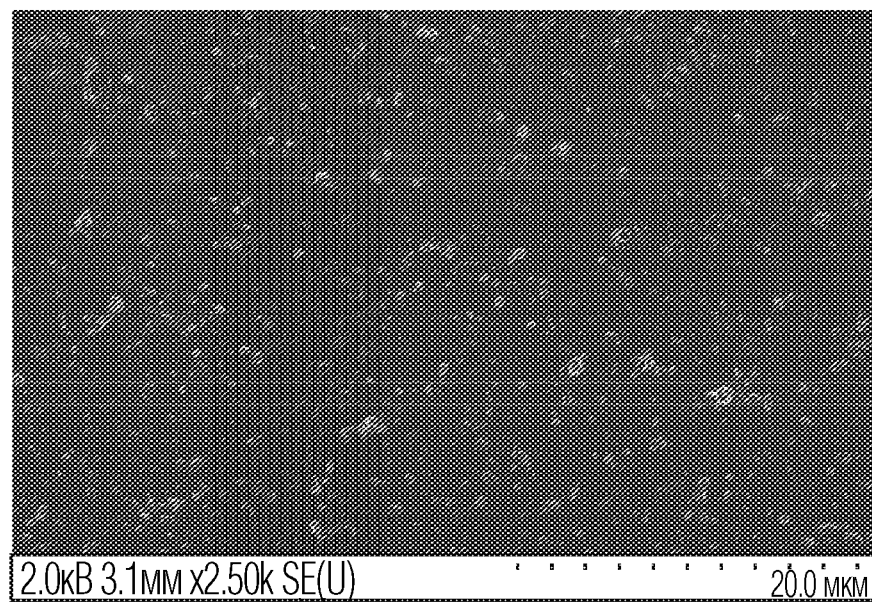


ФИГ. 182

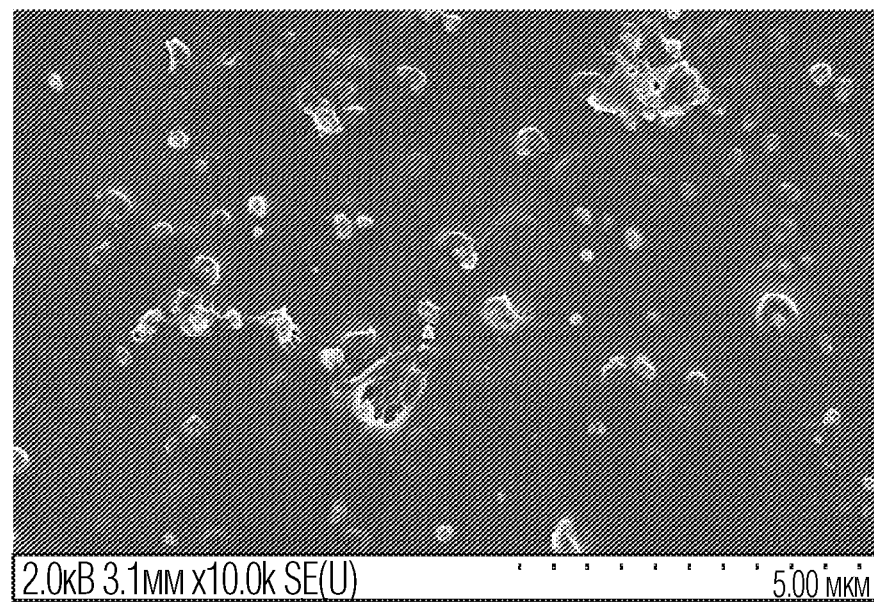




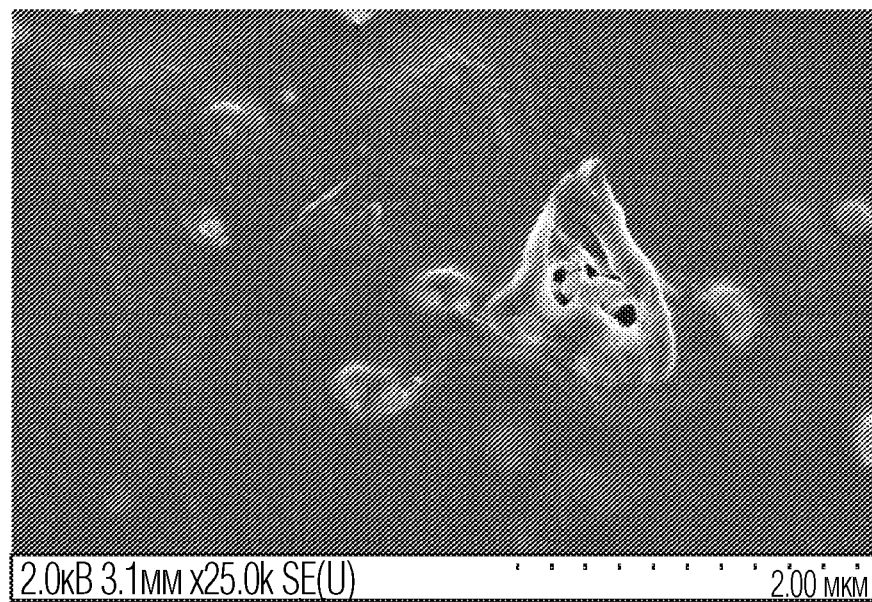
ФИГ. 183



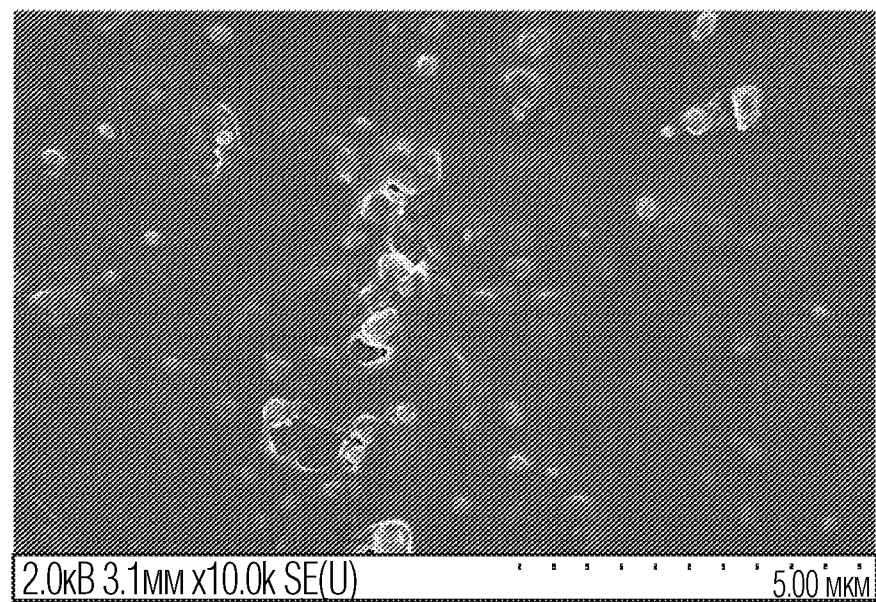
ФИГ. 184



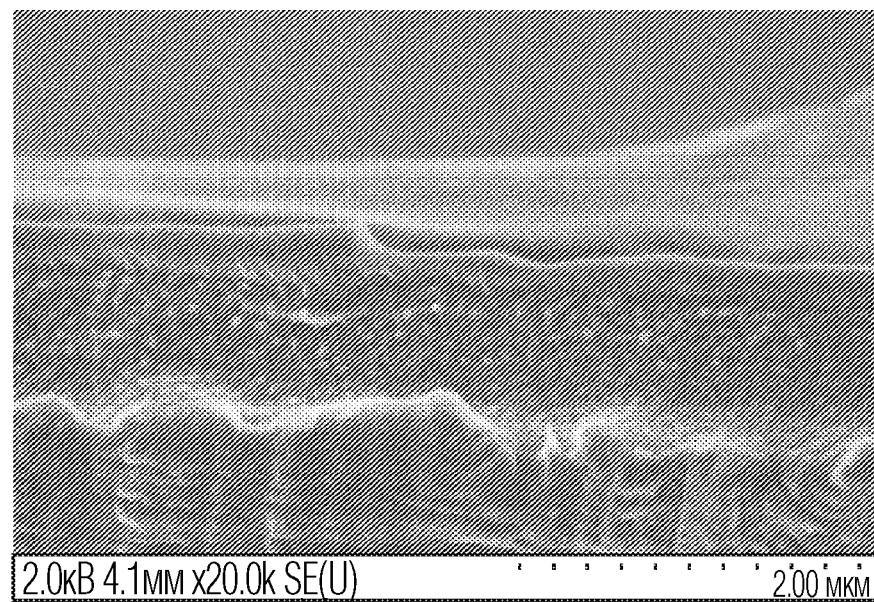
ФИГ. 185



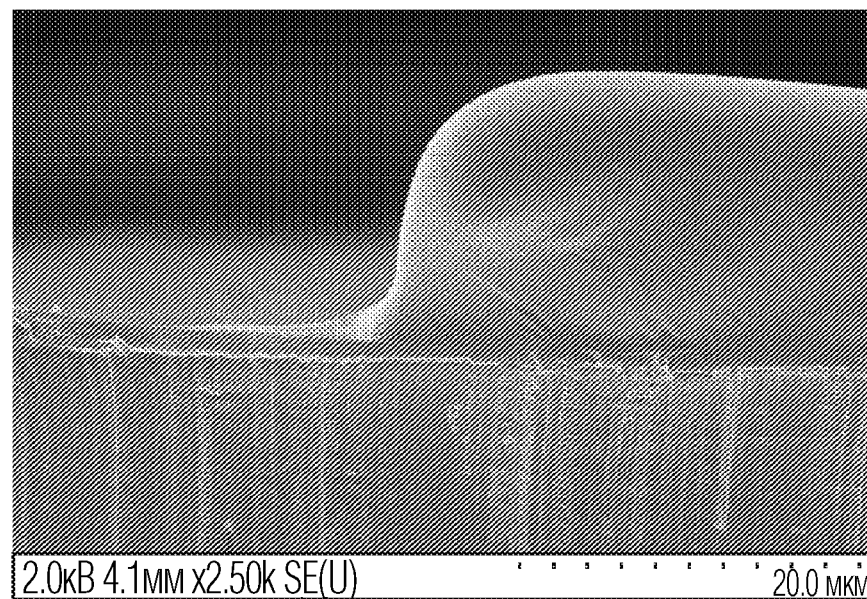
ФИГ. 186



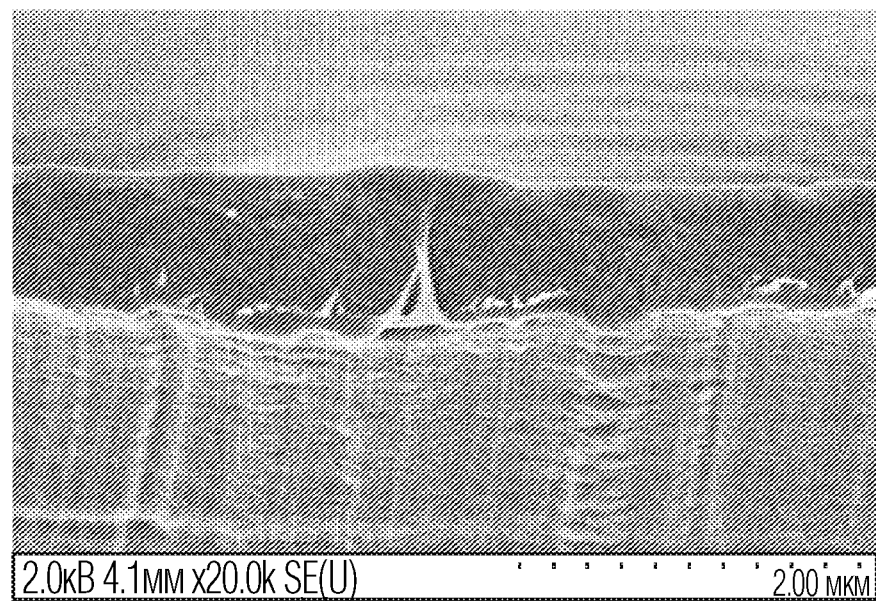
ФИГ. 187



ФИГ. 188

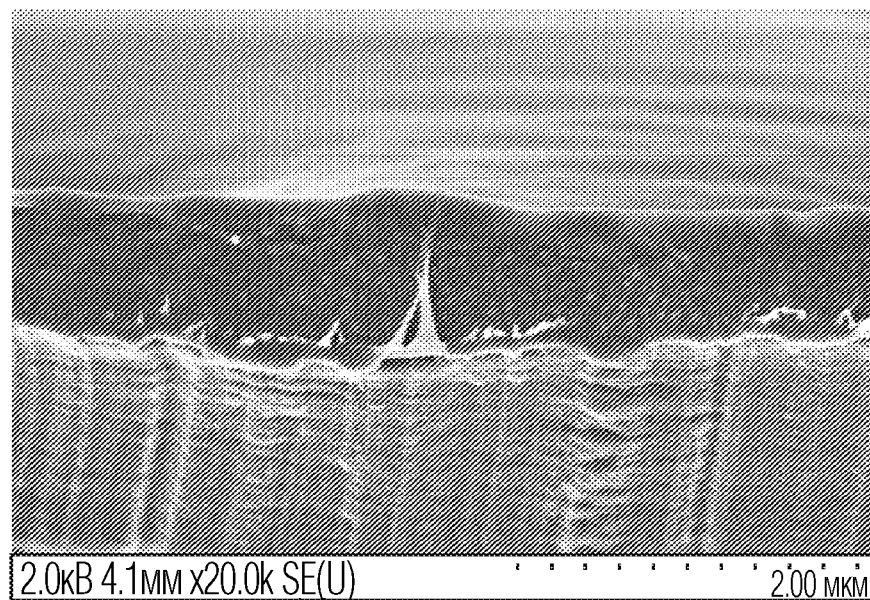


ФИГ. 189

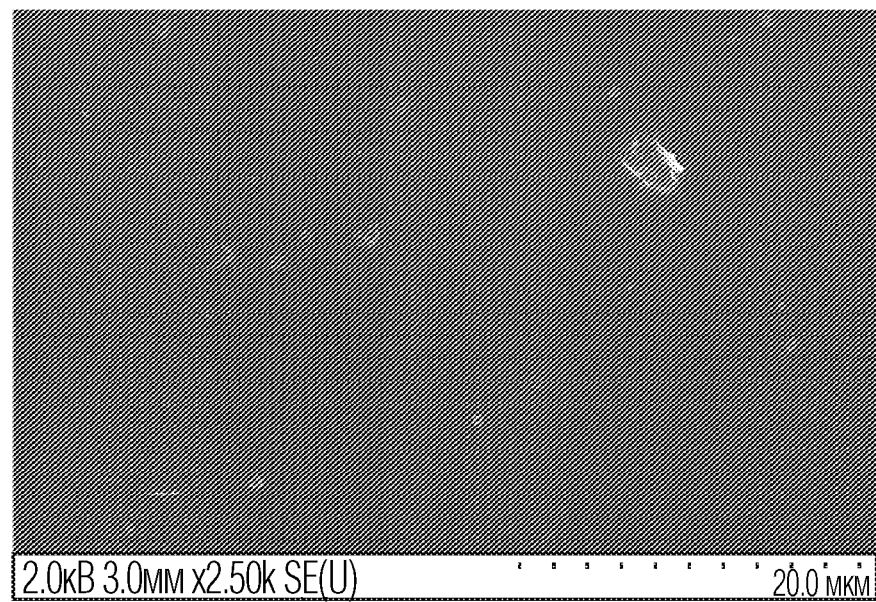


ФИГ. 190

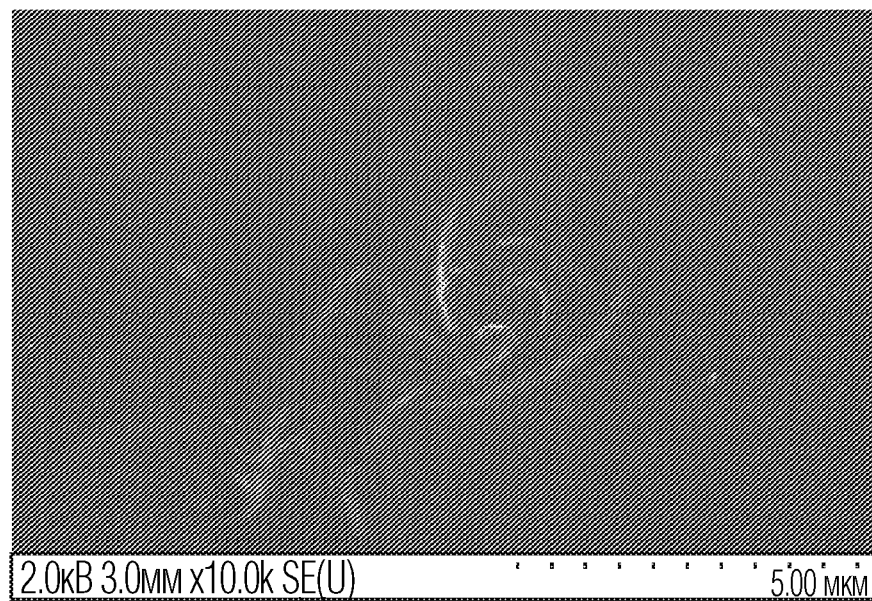




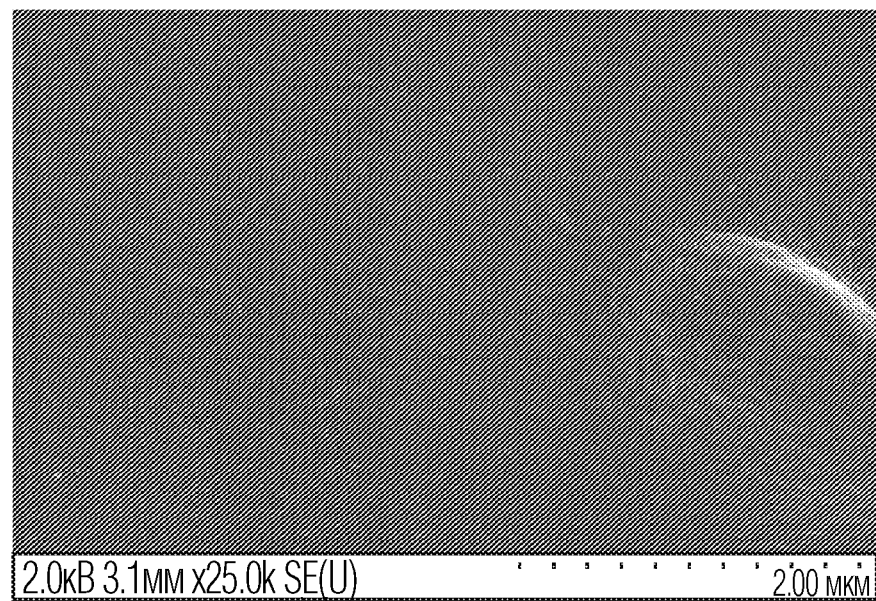
ФИГ. 191



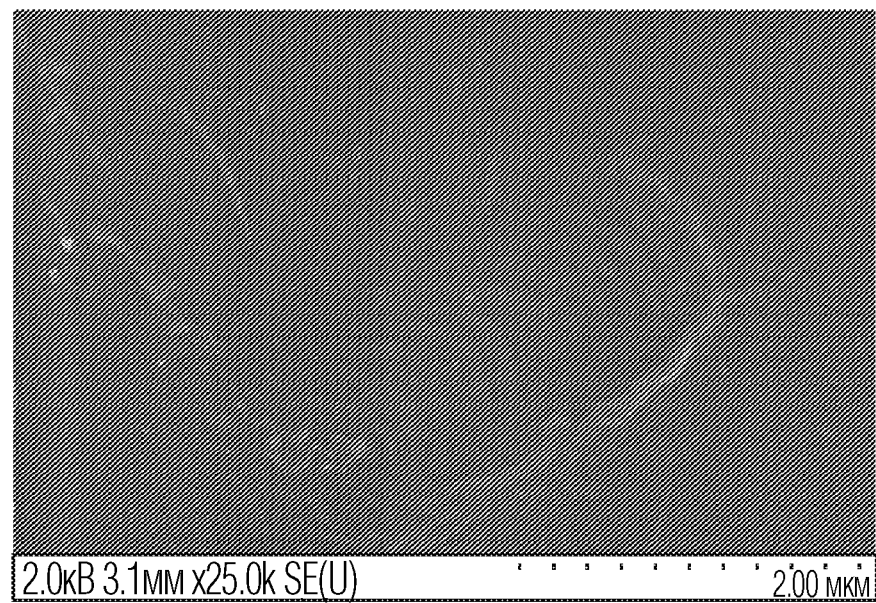
ФИГ. 192



ФИГ. 193



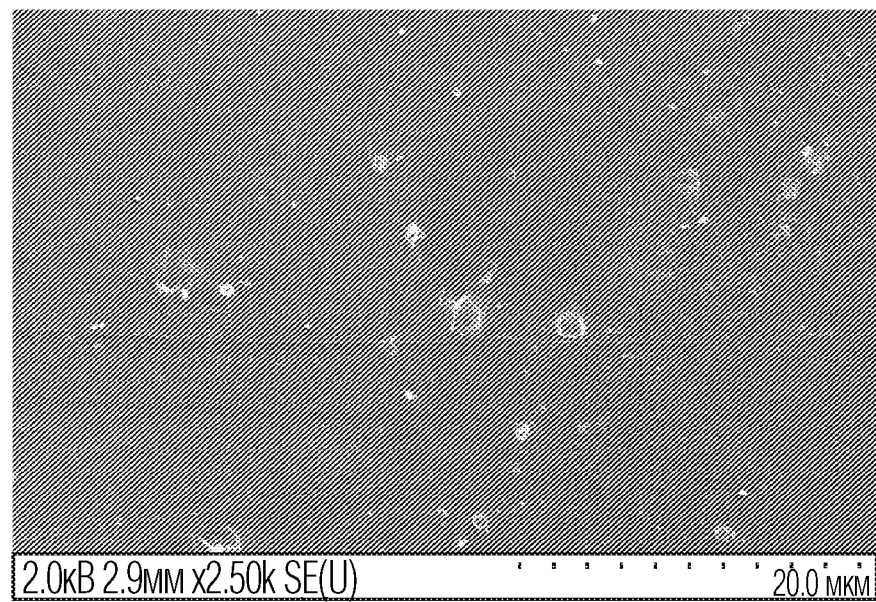
ФИГ. 194



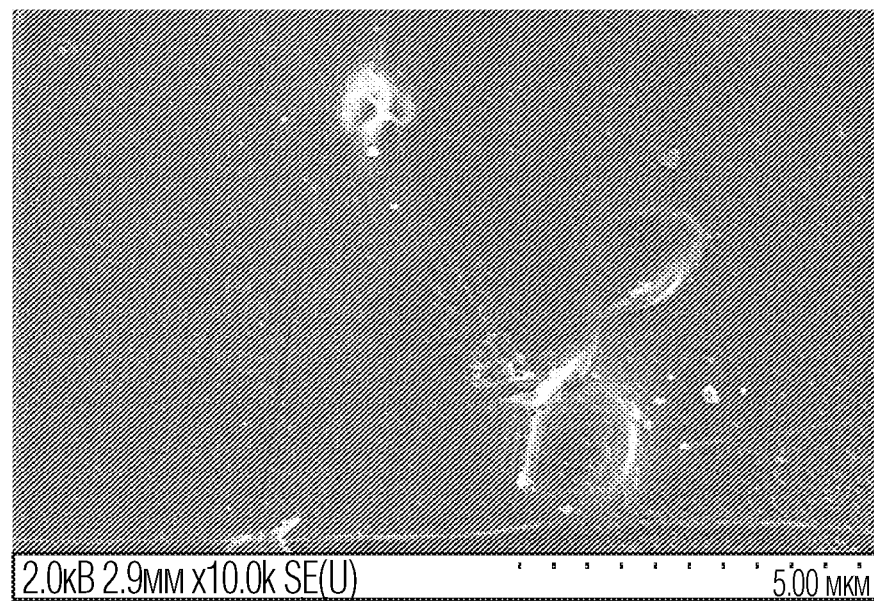
ФИГ. 195



ФИГ. 196

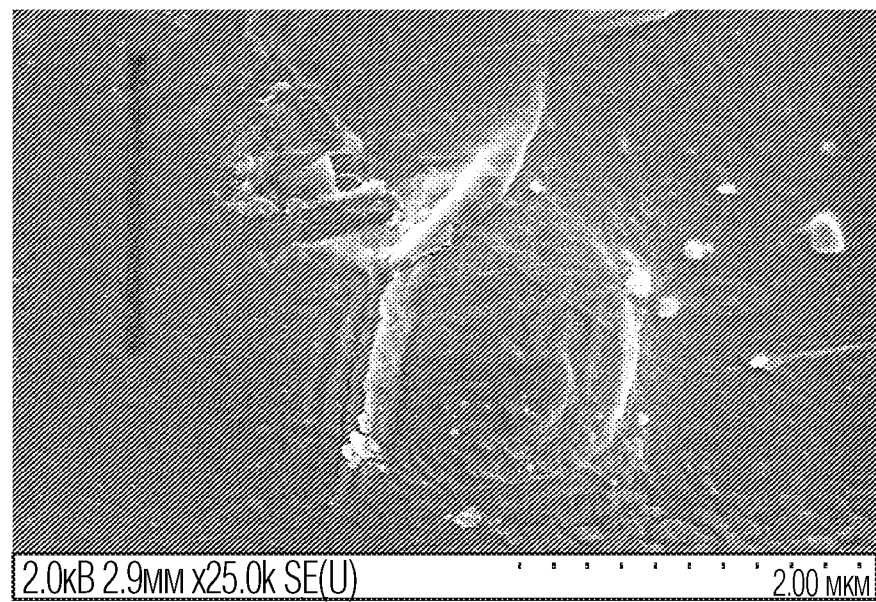


ФИГ. 197

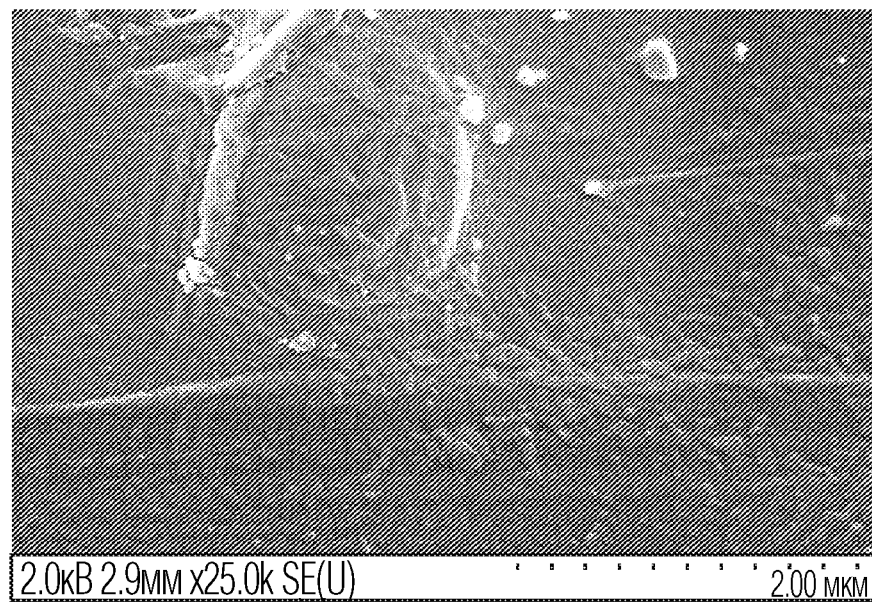


ФИГ. 198

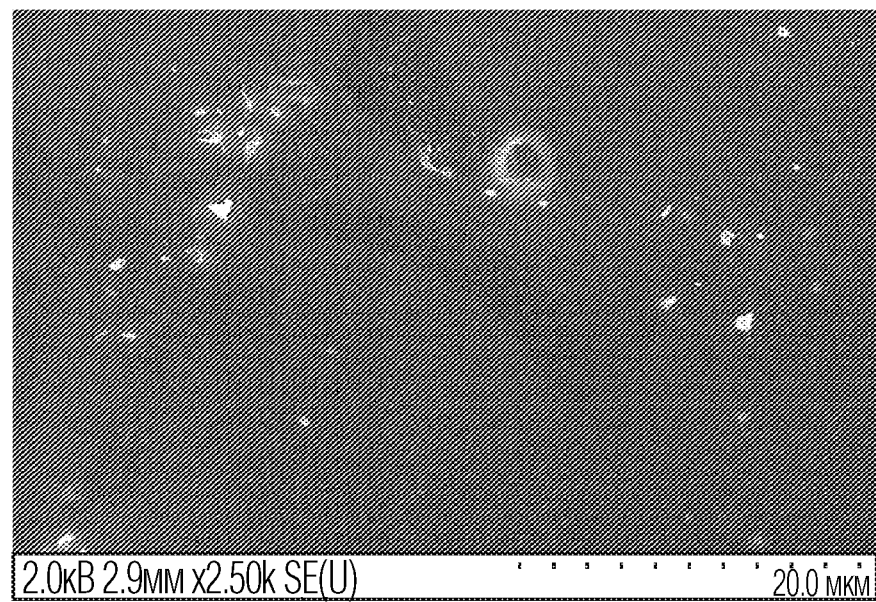




ФИГ. 199



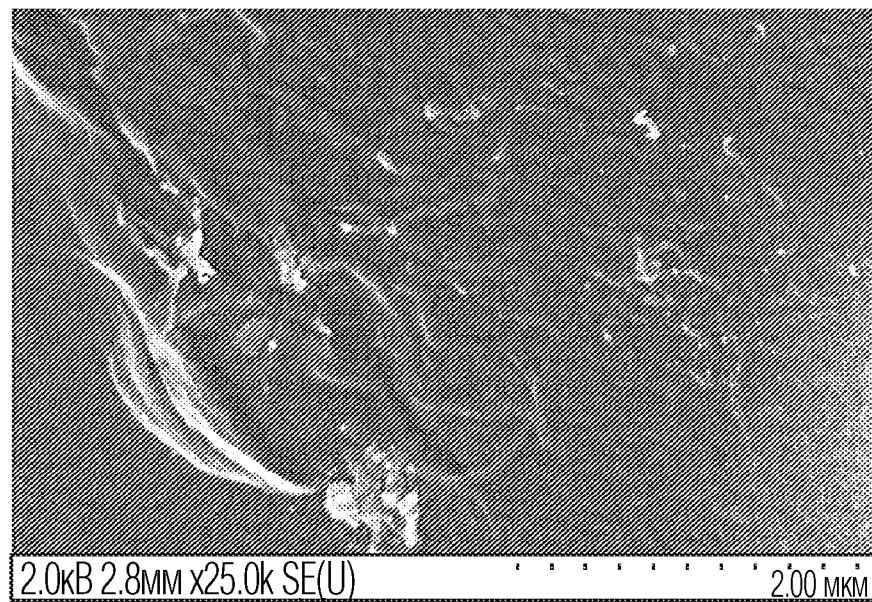
ФИГ. 200



ФИГ. 201



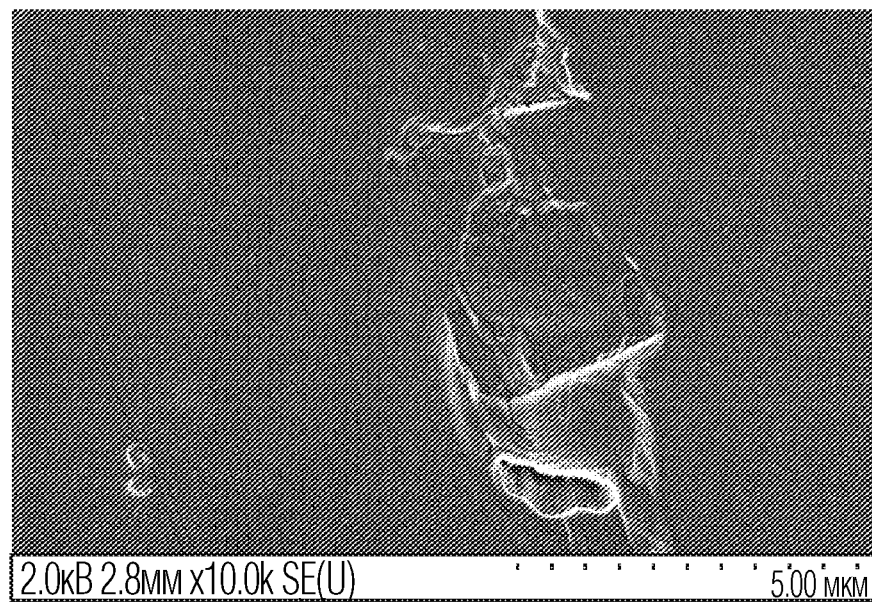
ФИГ. 202



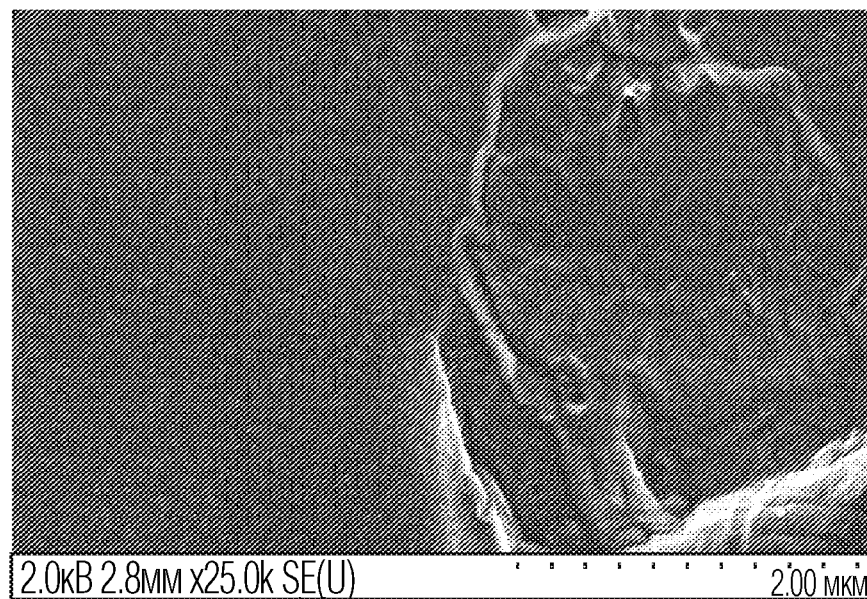
ФИГ. 203



ФИГ. 204

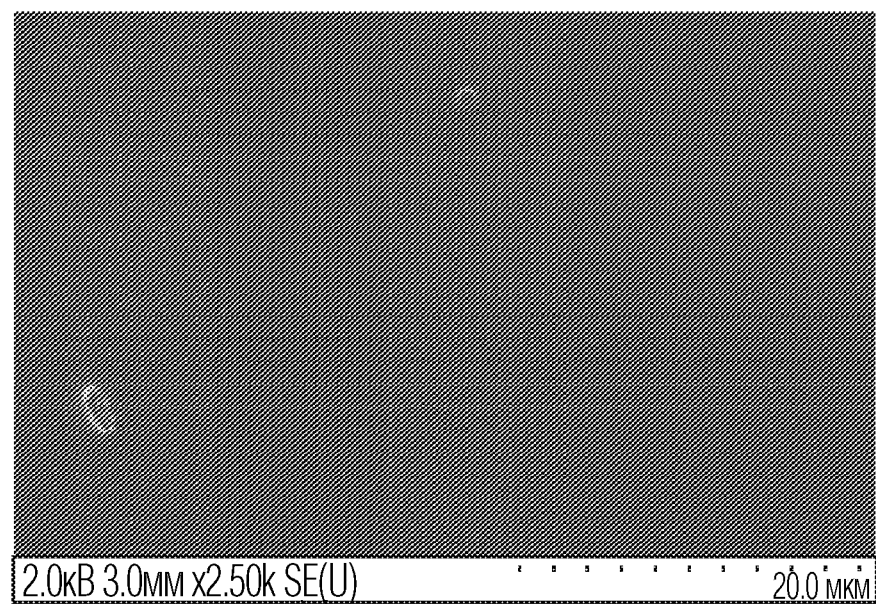


ФИГ. 205

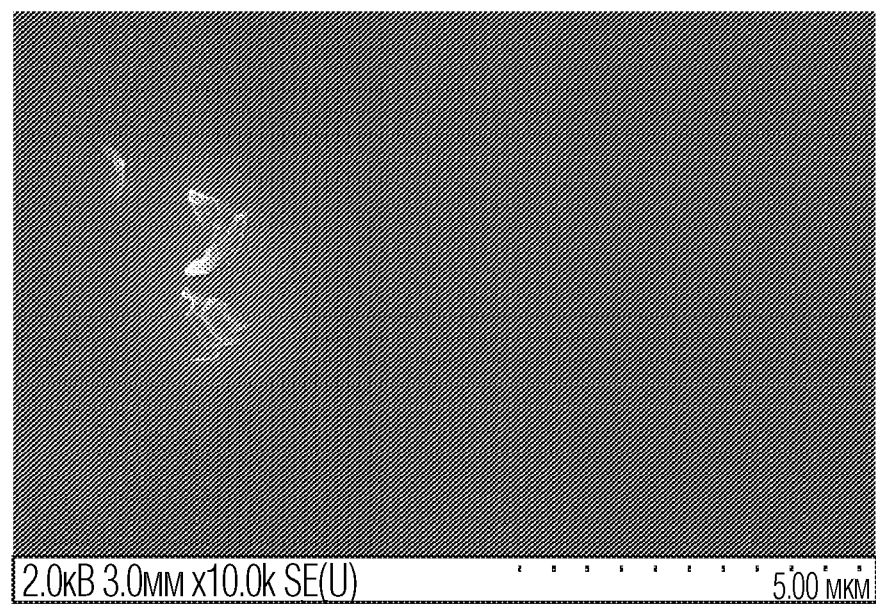


ФИГ. 206

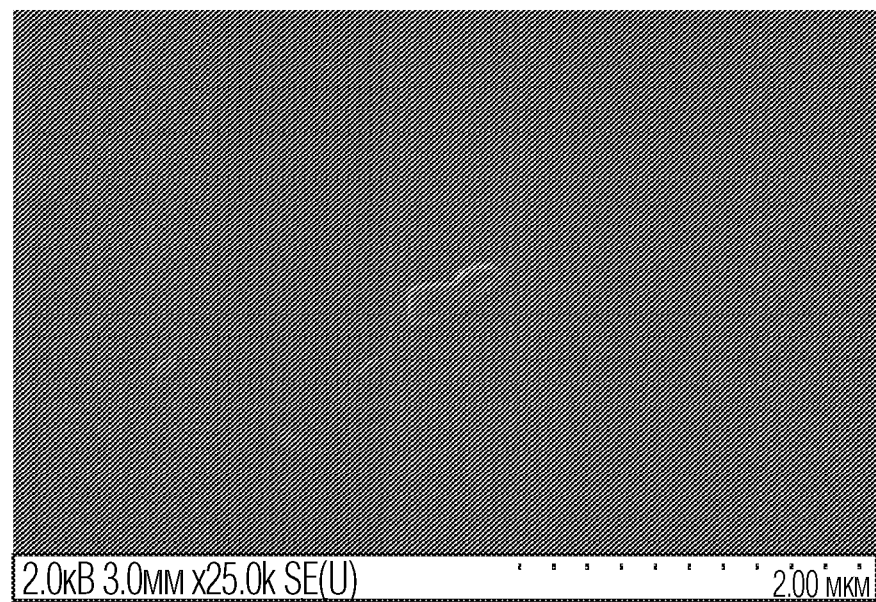




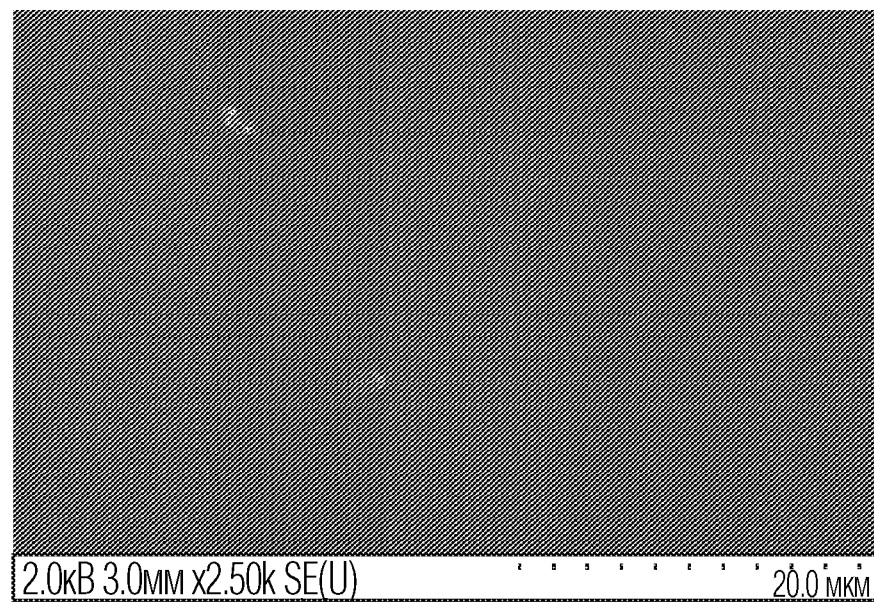
ФИГ. 207



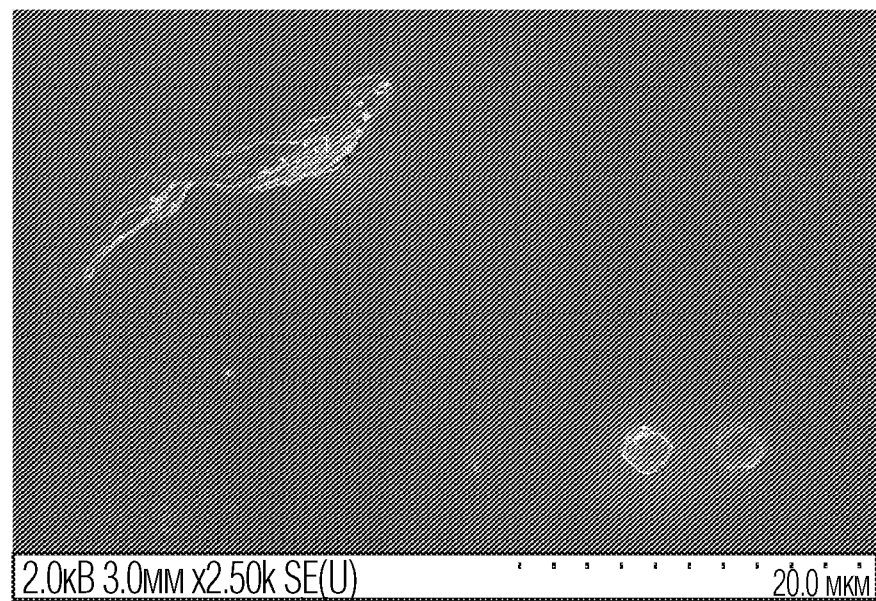
ФИГ. 208



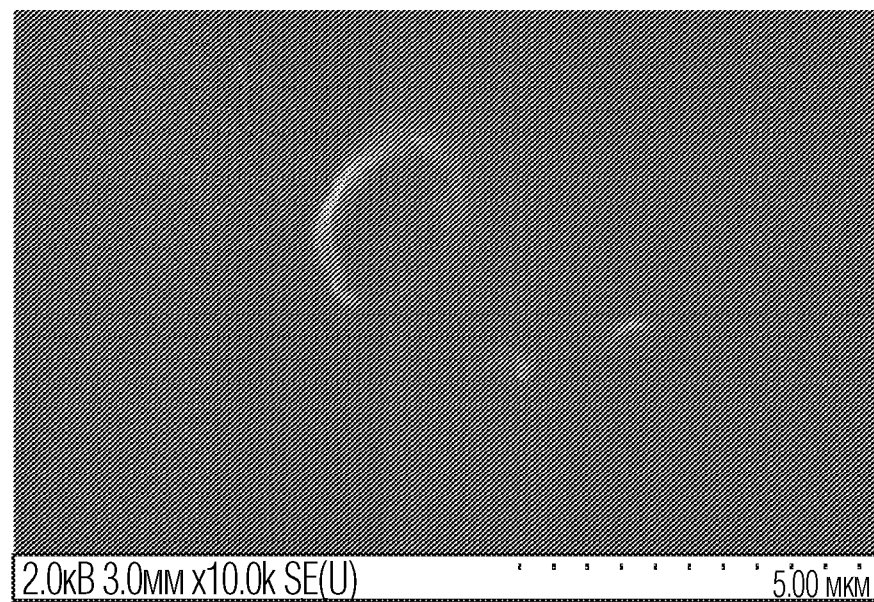
ФИГ. 209



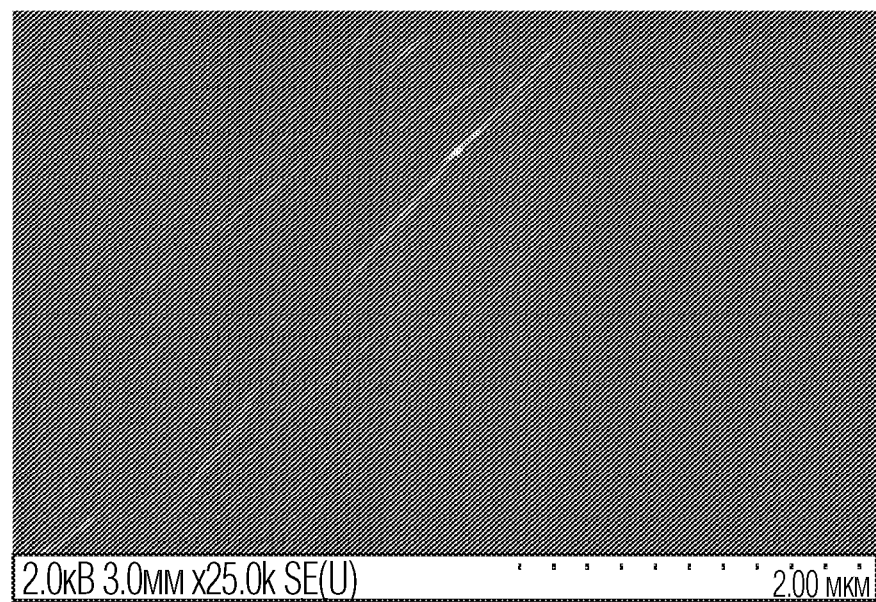
ФИГ. 210



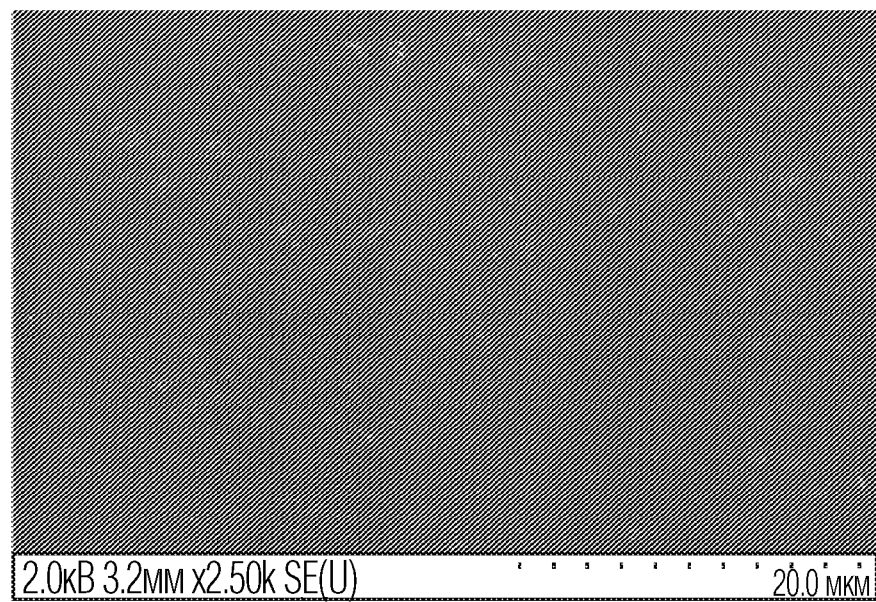
ФИГ. 211



ФИГ. 212

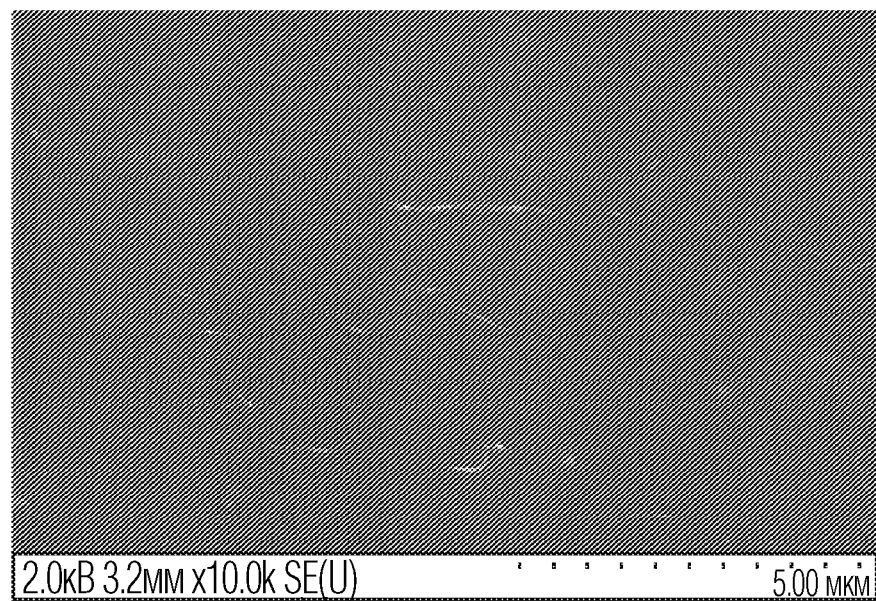


ФИГ. 213

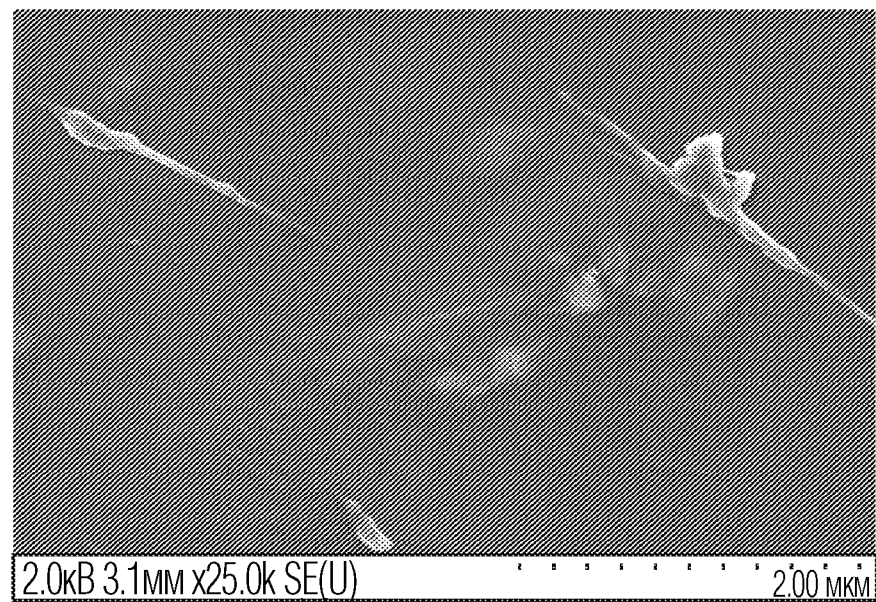


ФИГ. 214

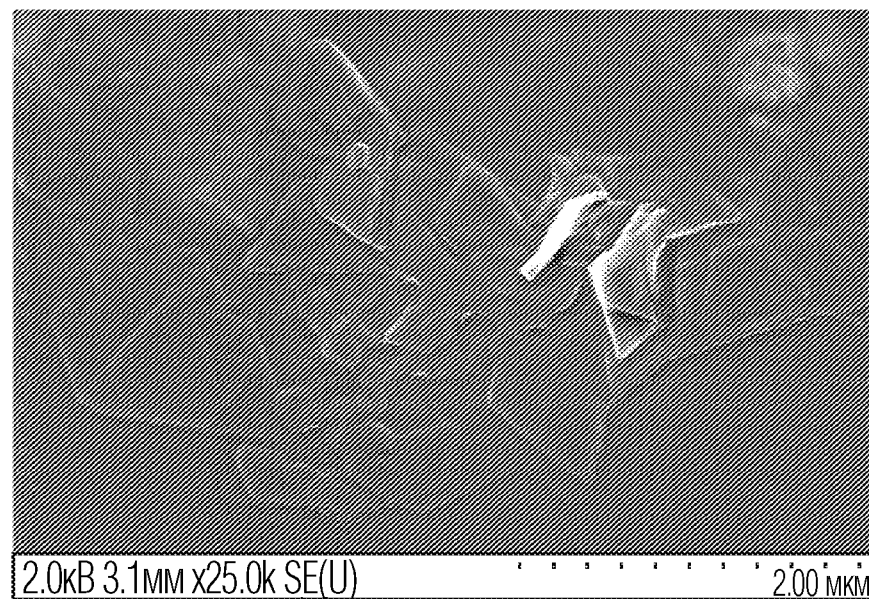




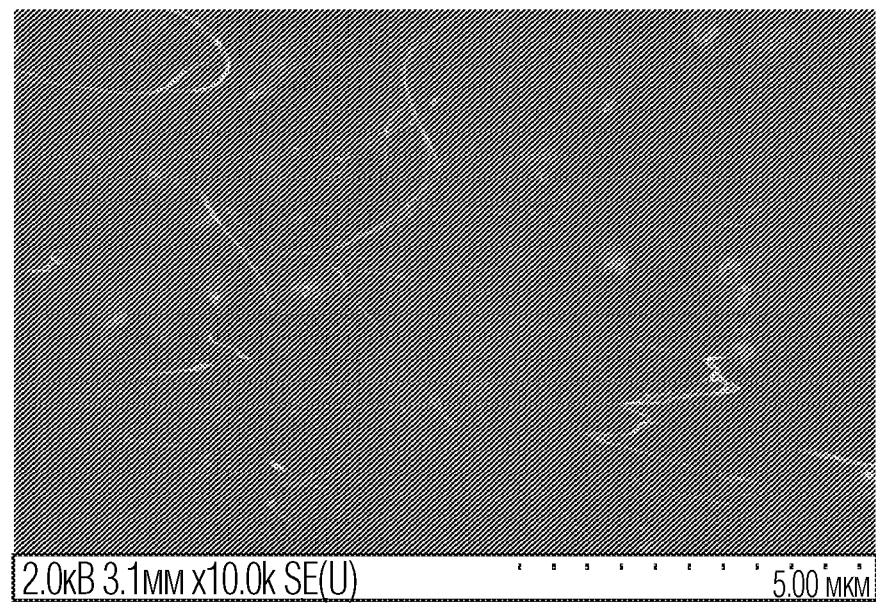
ФИГ. 215



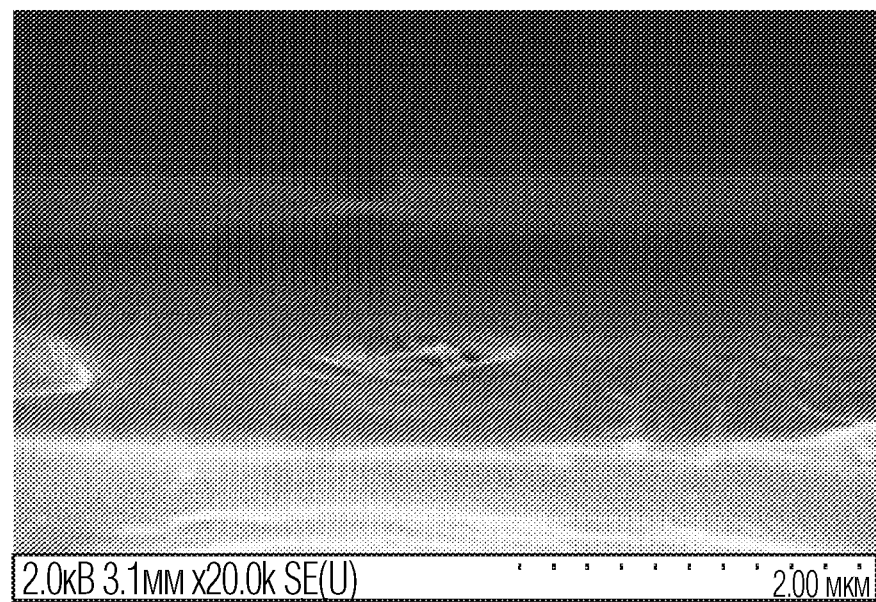
ФИГ. 216



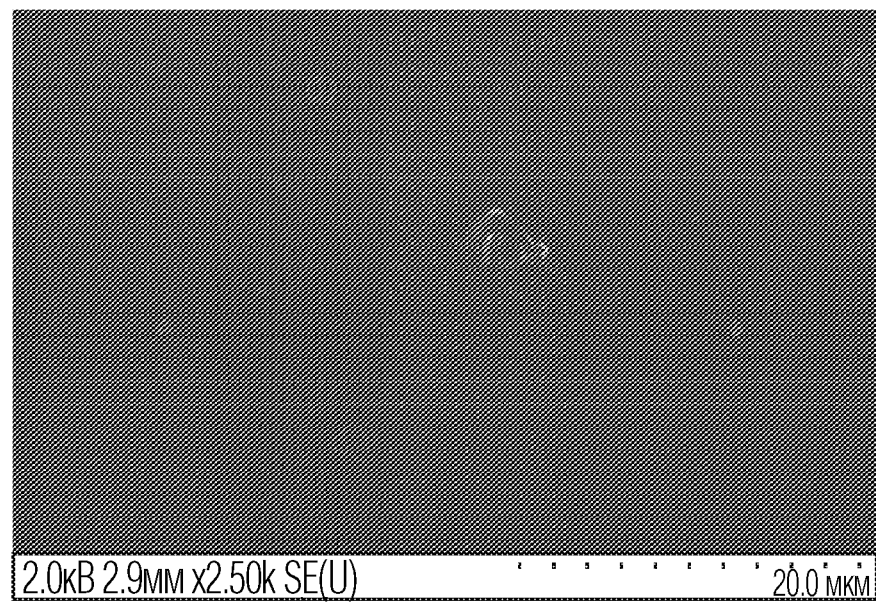
ФИГ. 217



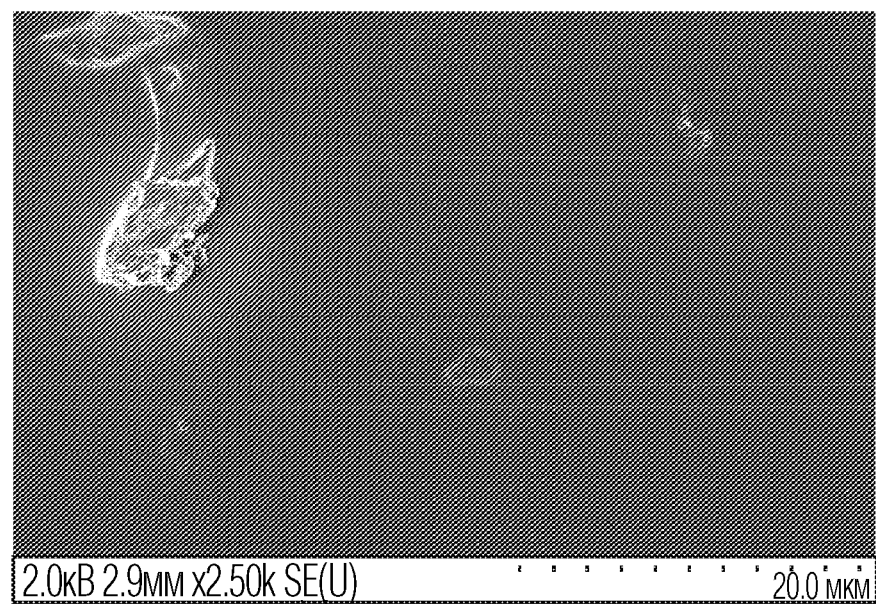
ФИГ. 218



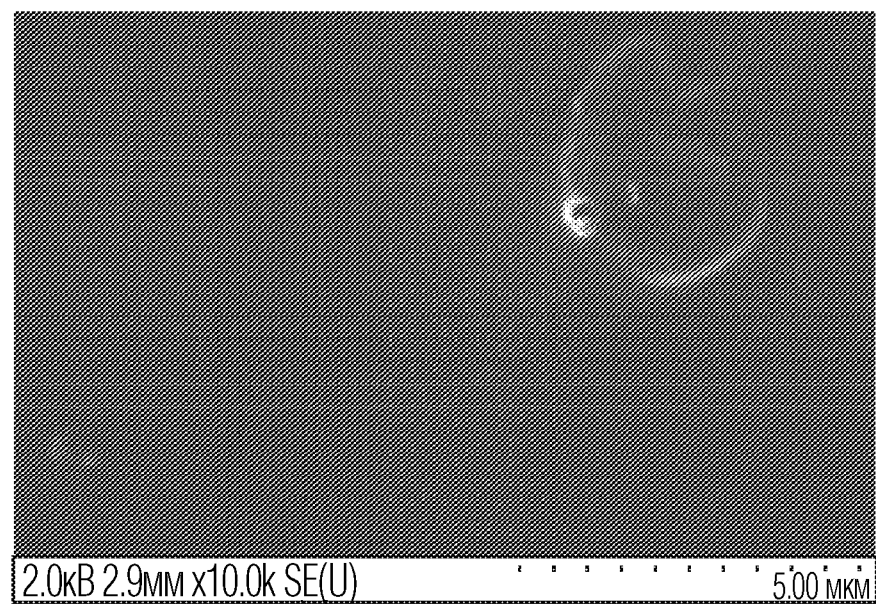
ФИГ. 219



ФИГ. 220

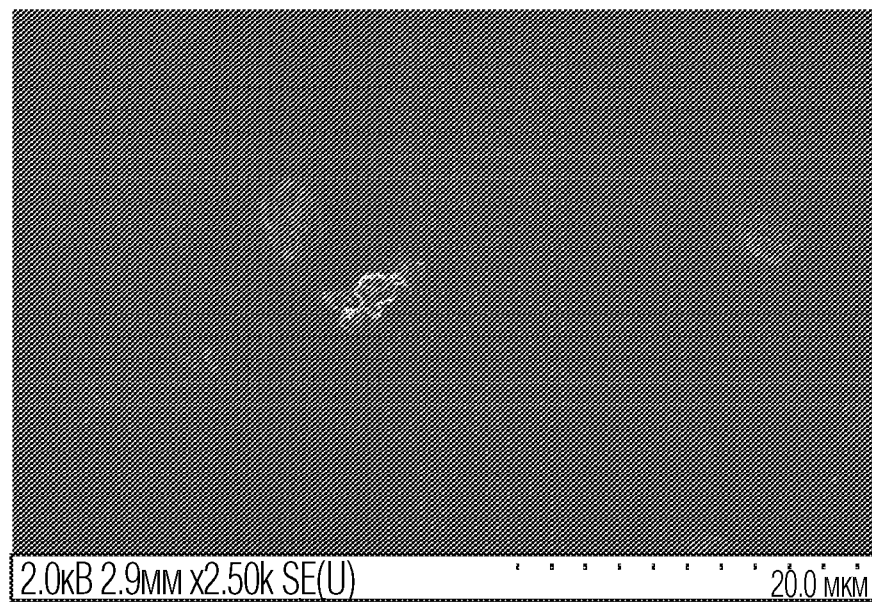


ФИГ. 221



ФИГ. 222

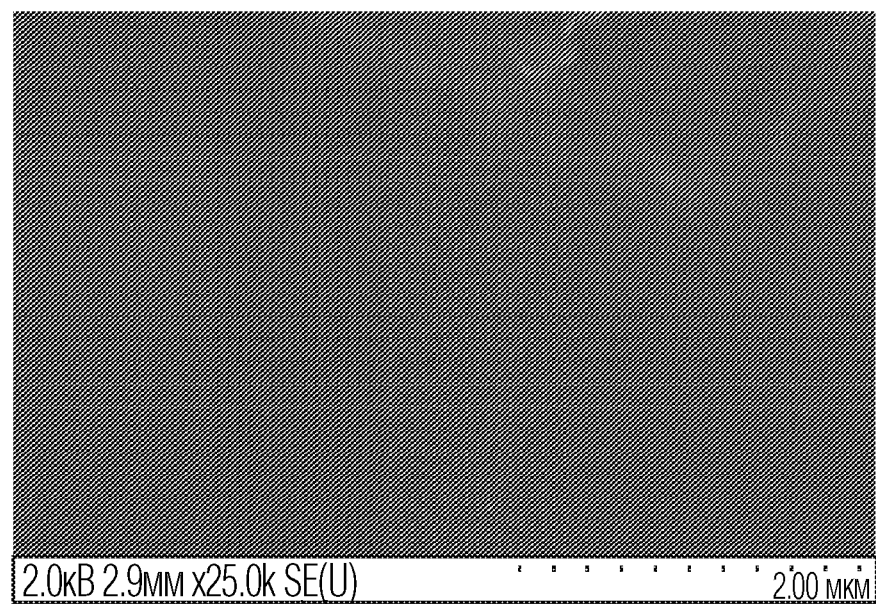




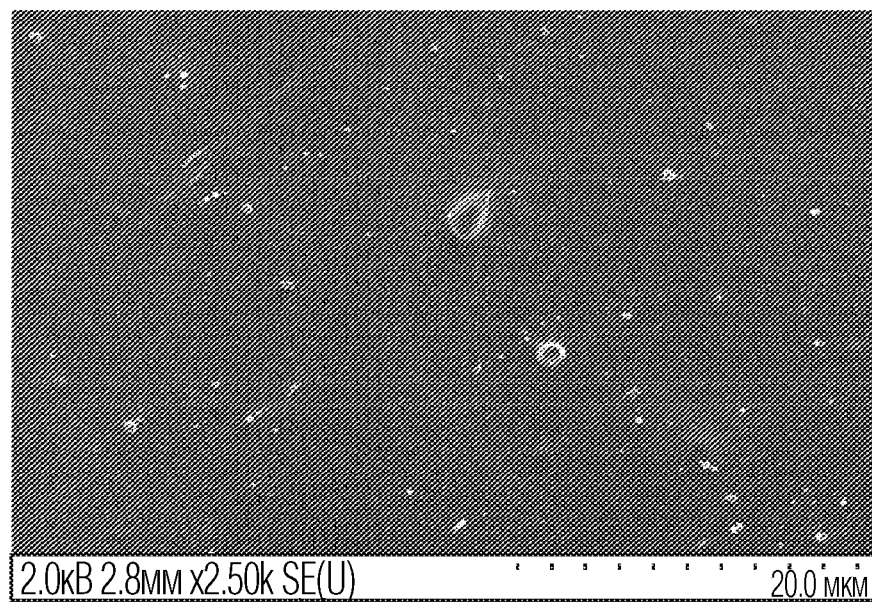
ФИГ. 223



ФИГ. 224



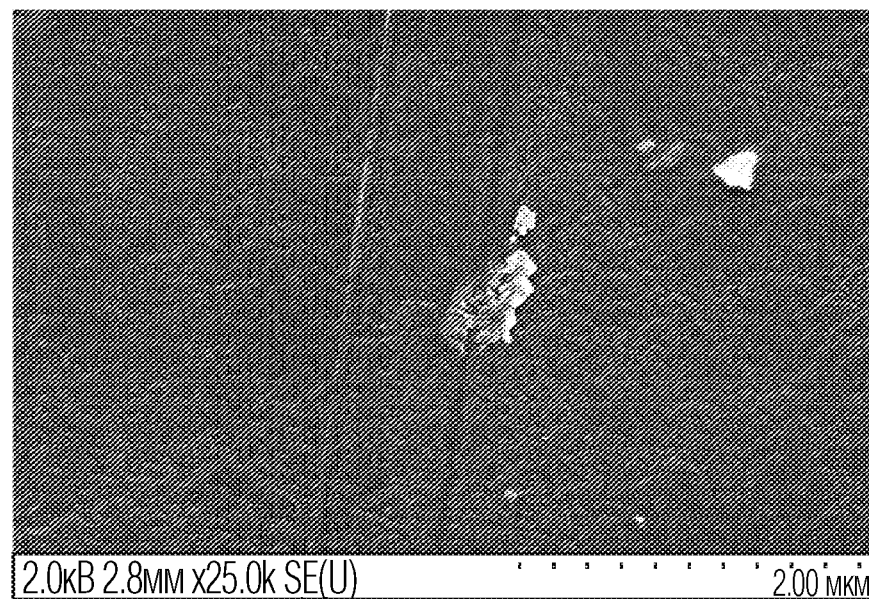
ФИГ. 225



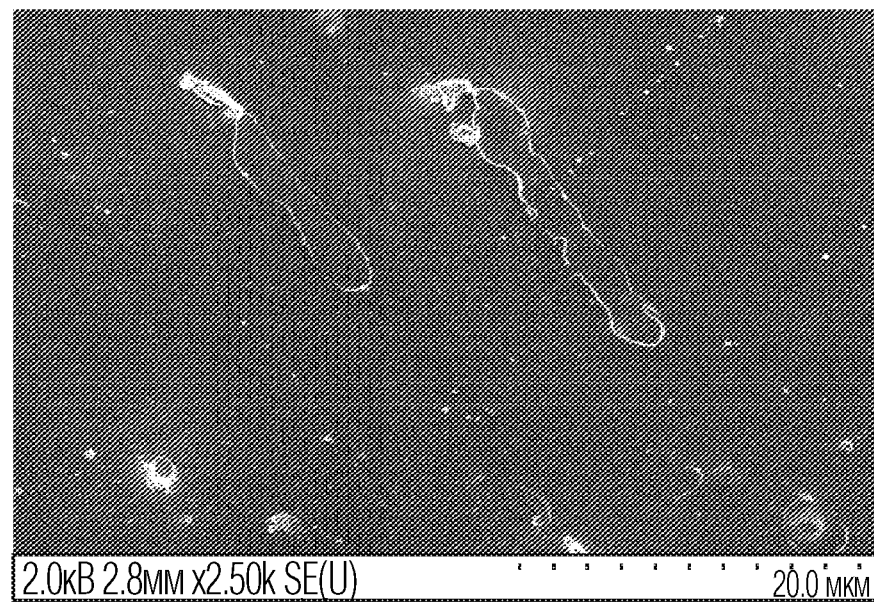
ФИГ. 226



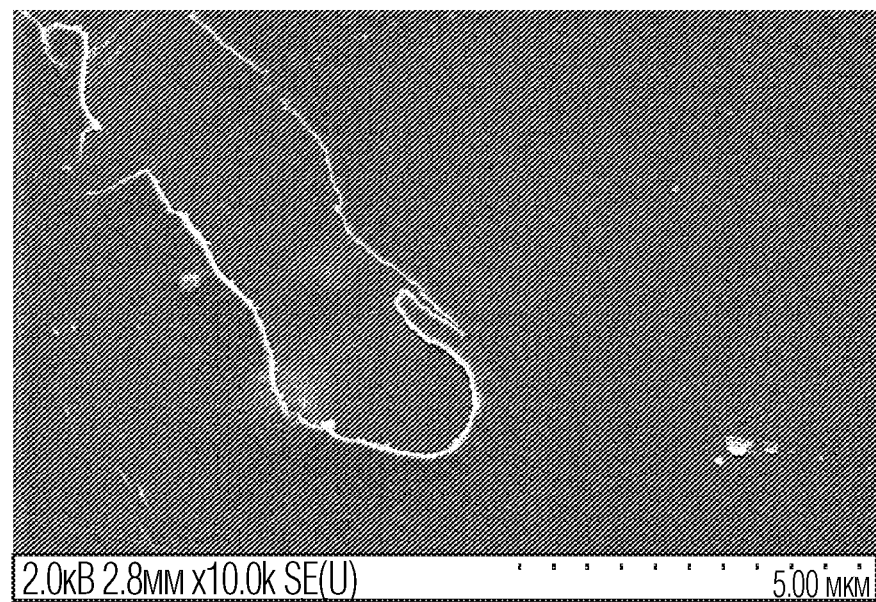
ФИГ. 227



ФИГ. 228

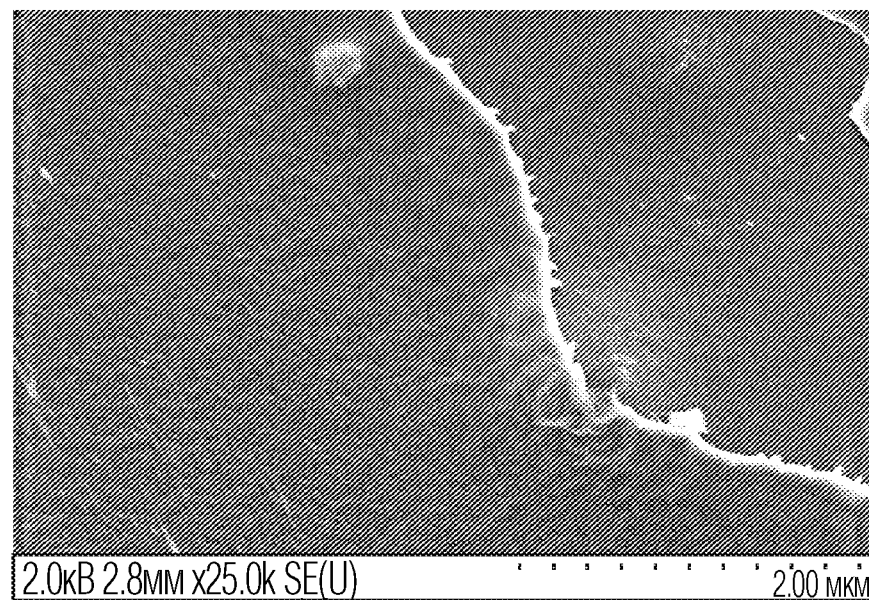


ФИГ. 229

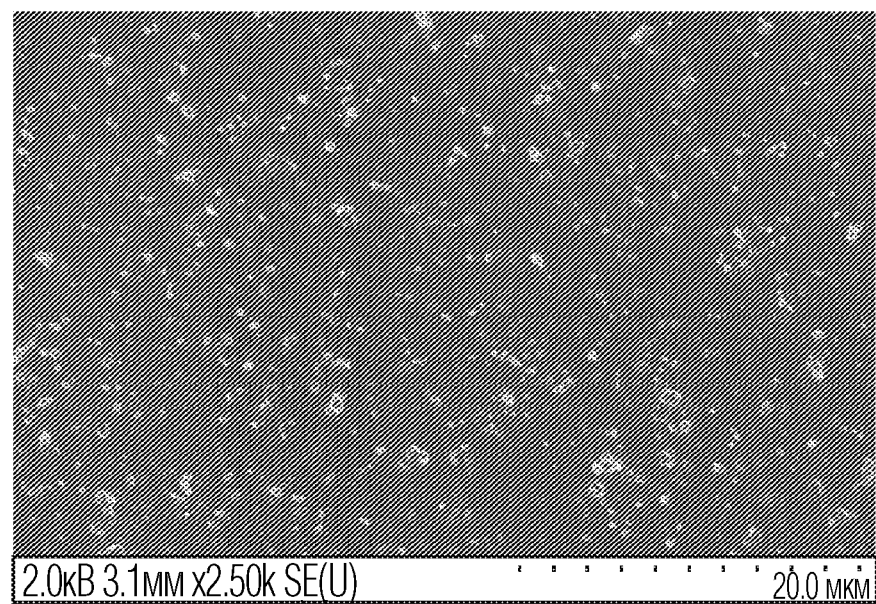


ФИГ. 230

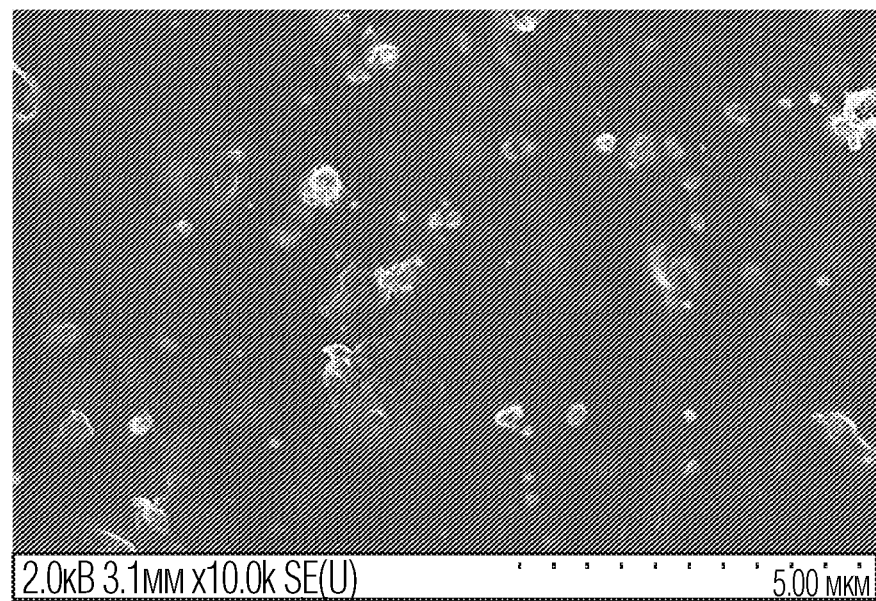




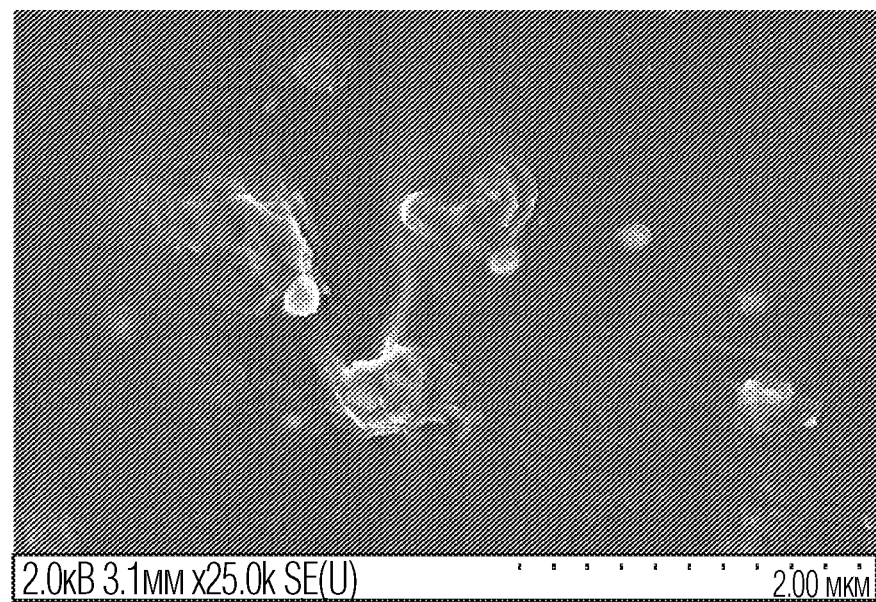
ФИГ. 231



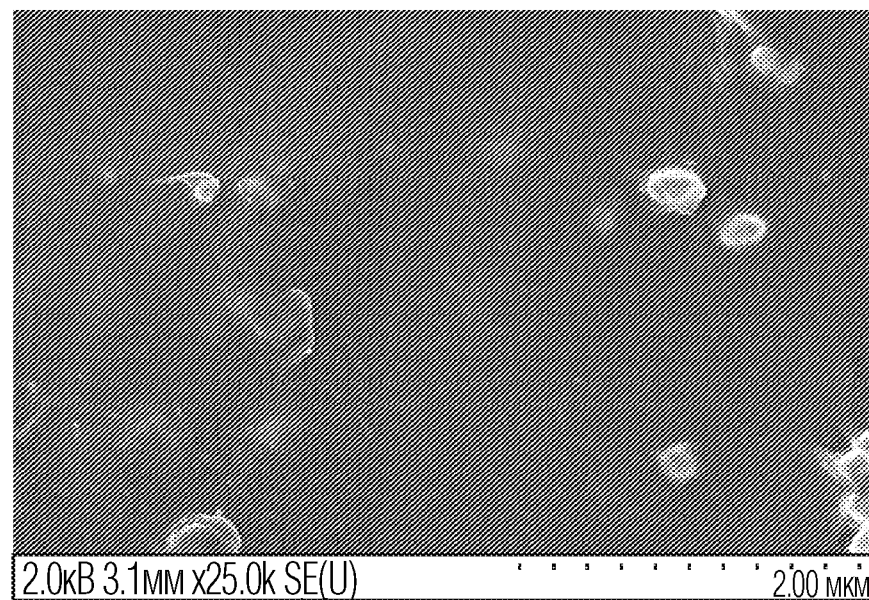
ФИГ. 232



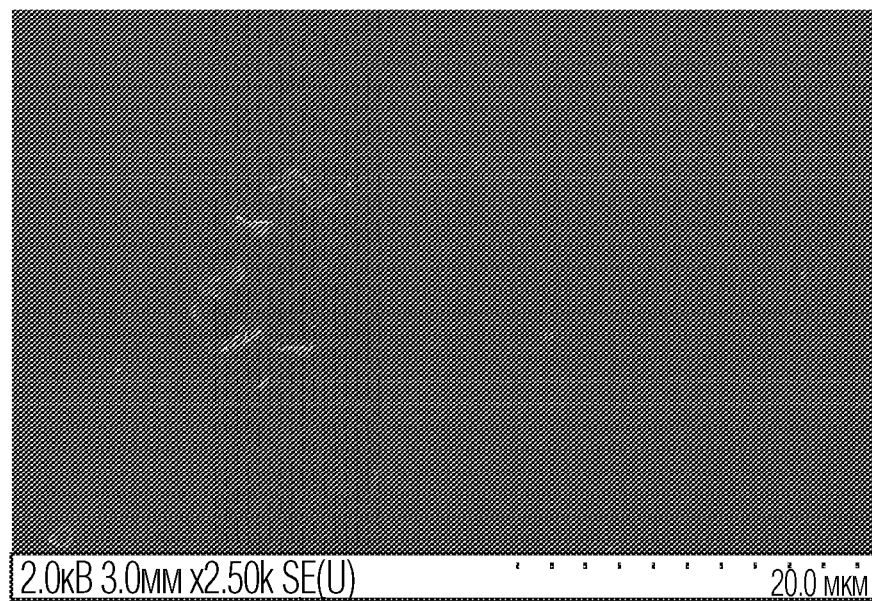
ФИГ. 233



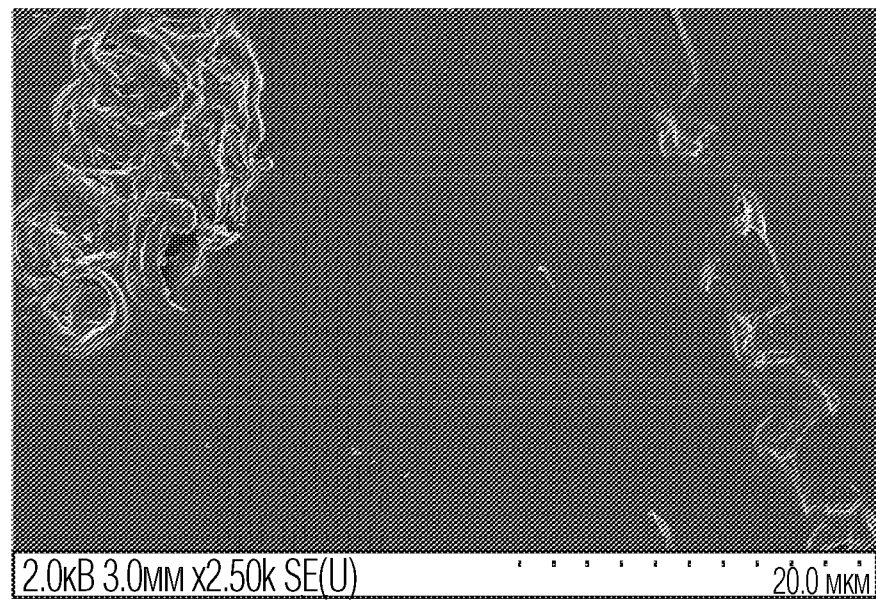
ФИГ. 234



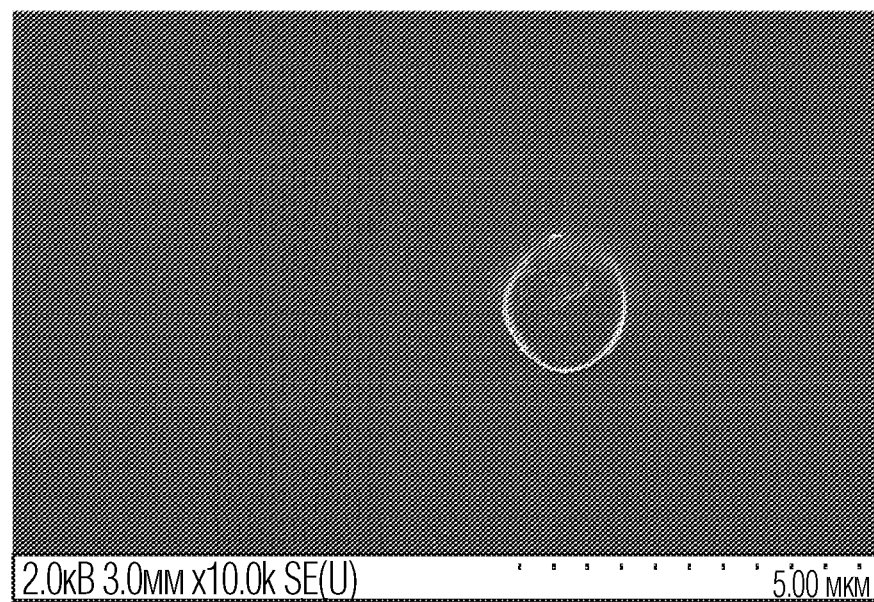
ФИГ. 235



ФИГ. 236

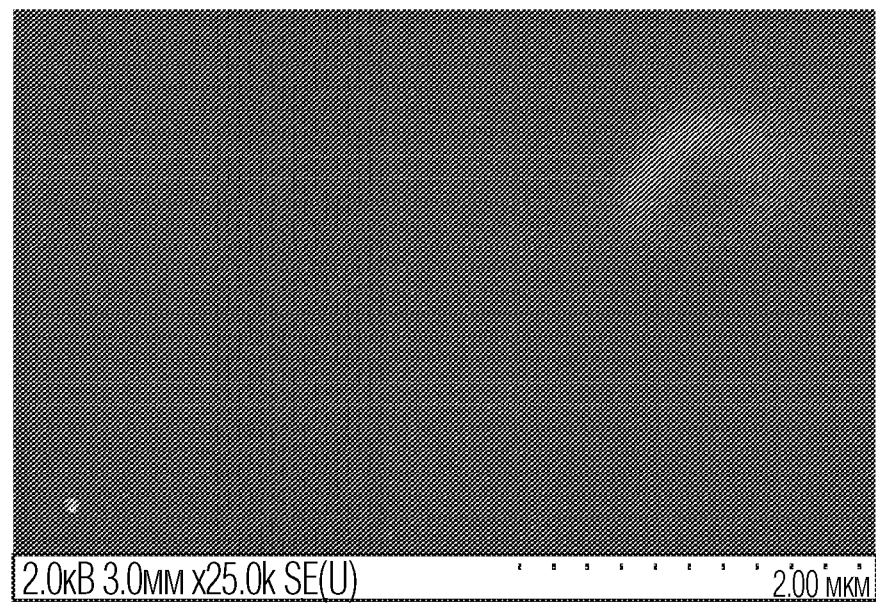


ФИГ. 237

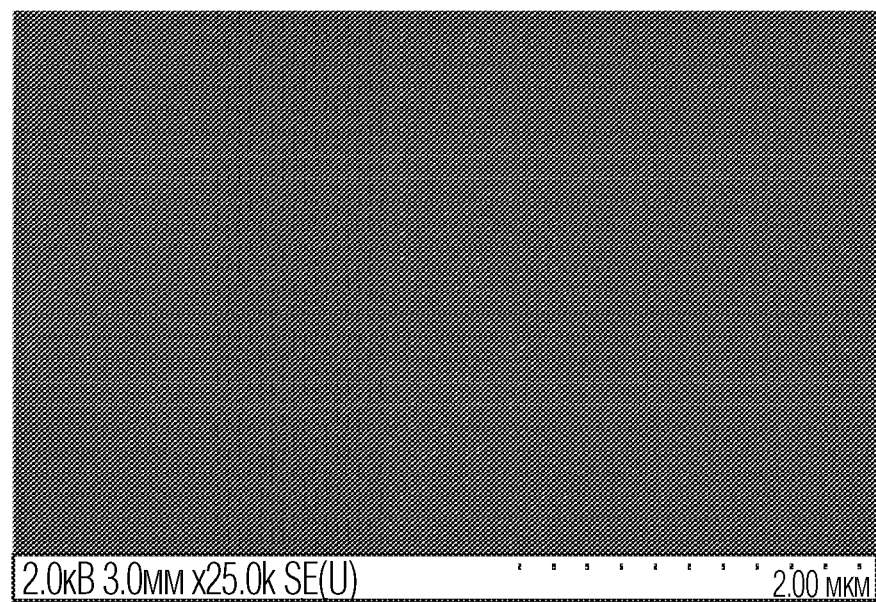


ФИГ. 238

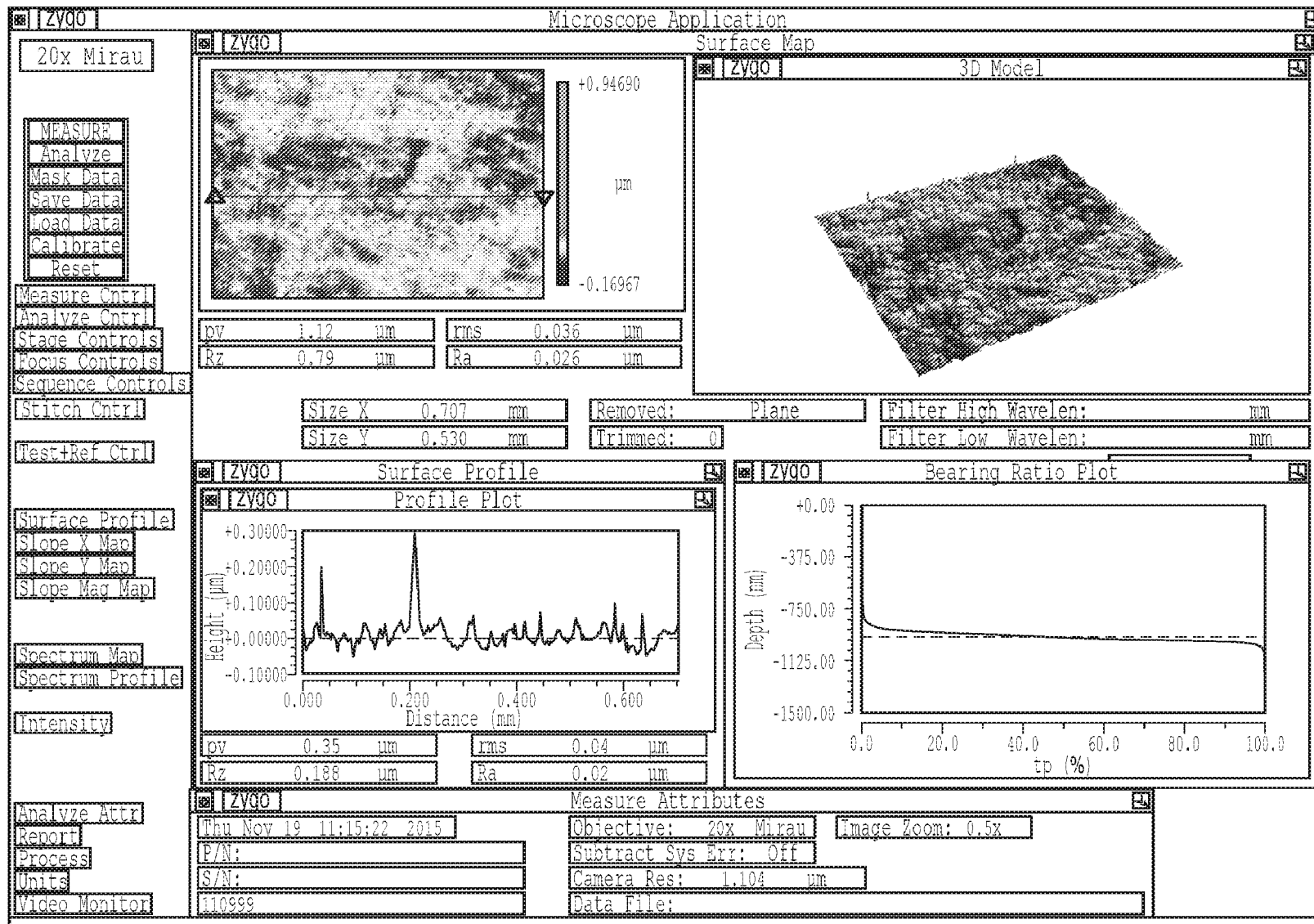




ФИГ. 239

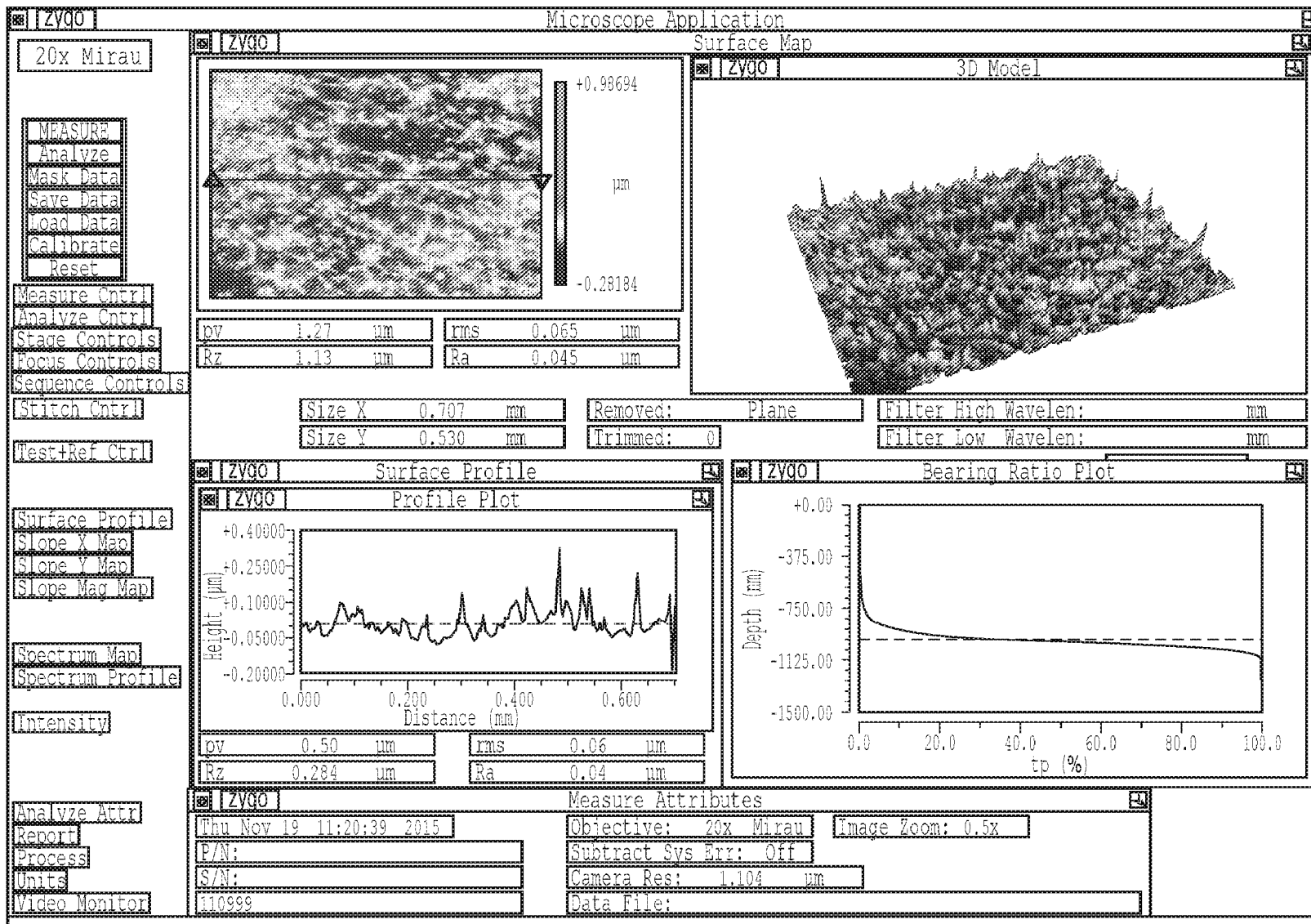


ФИГ. 240



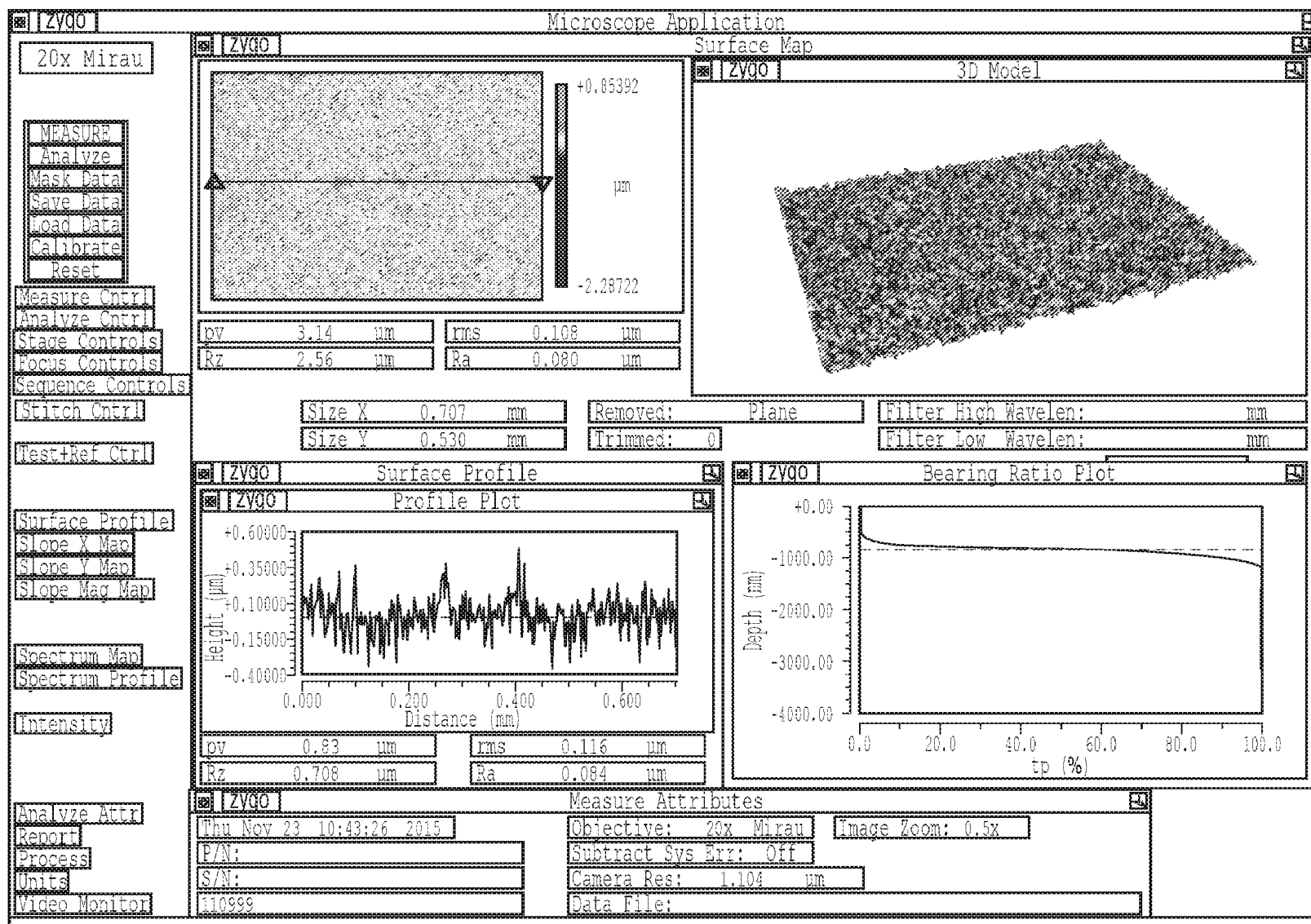
249/278

ФИГ. 241



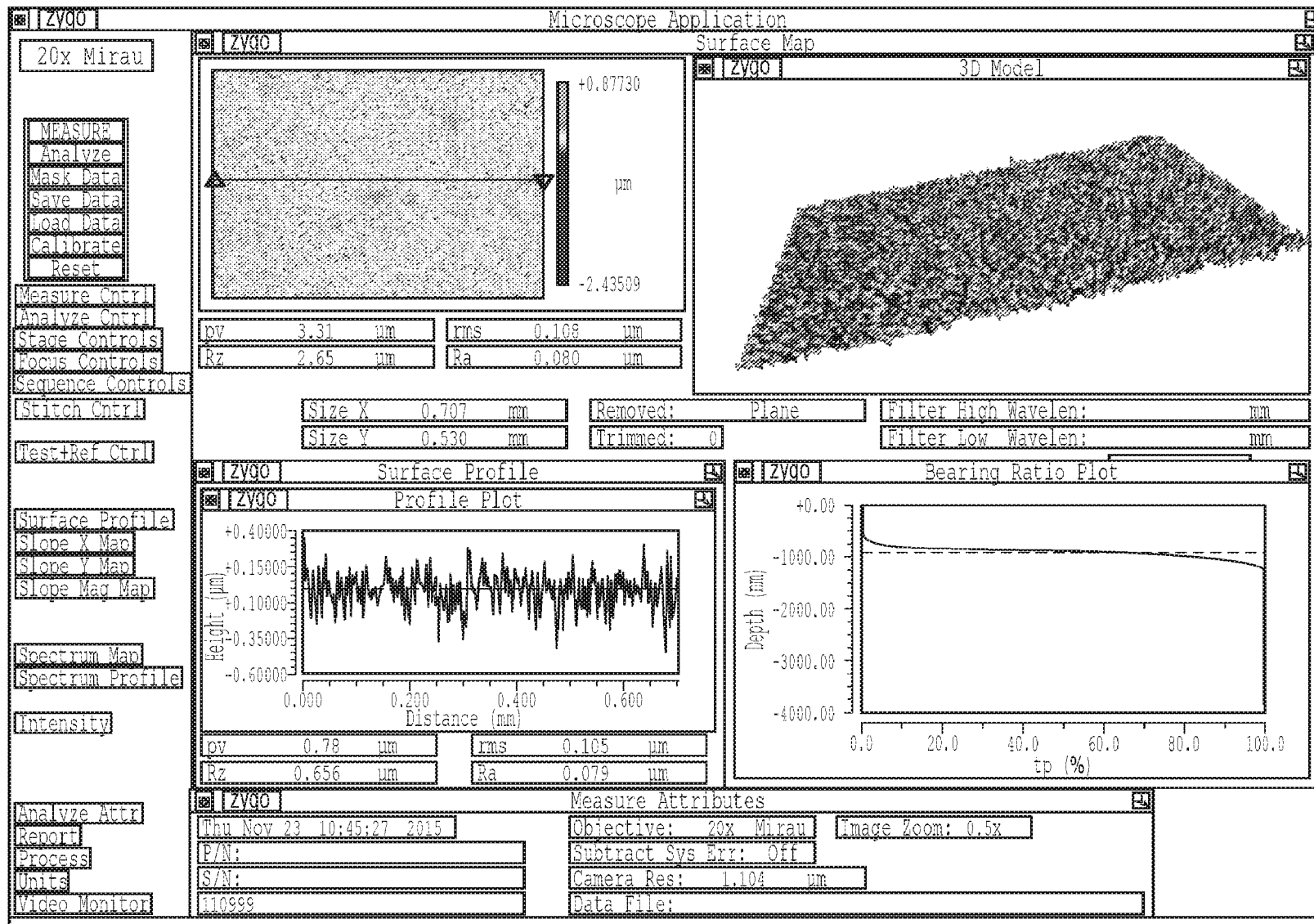
250/278

ФИГ. 242



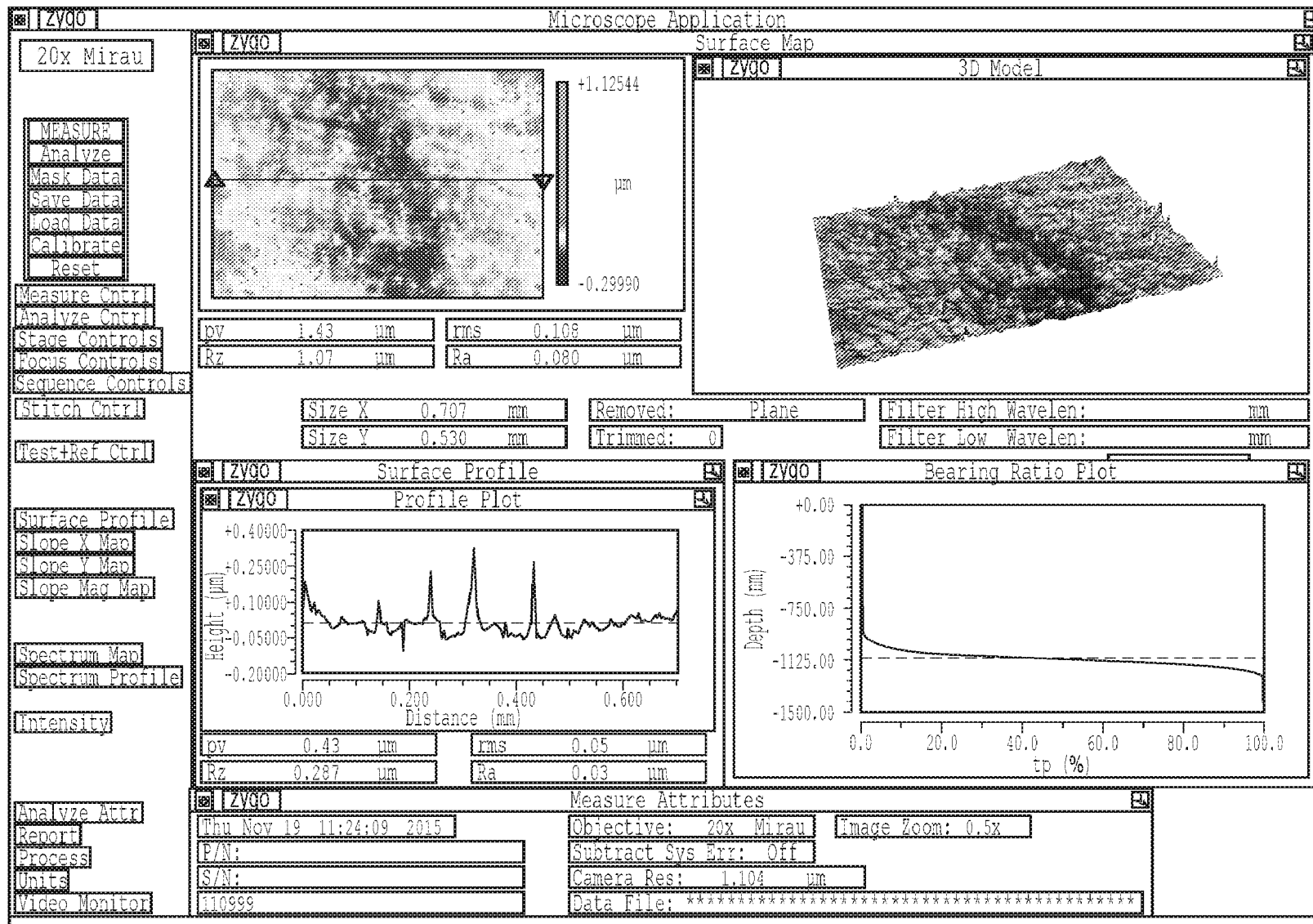
251/278

ФИГ. 243



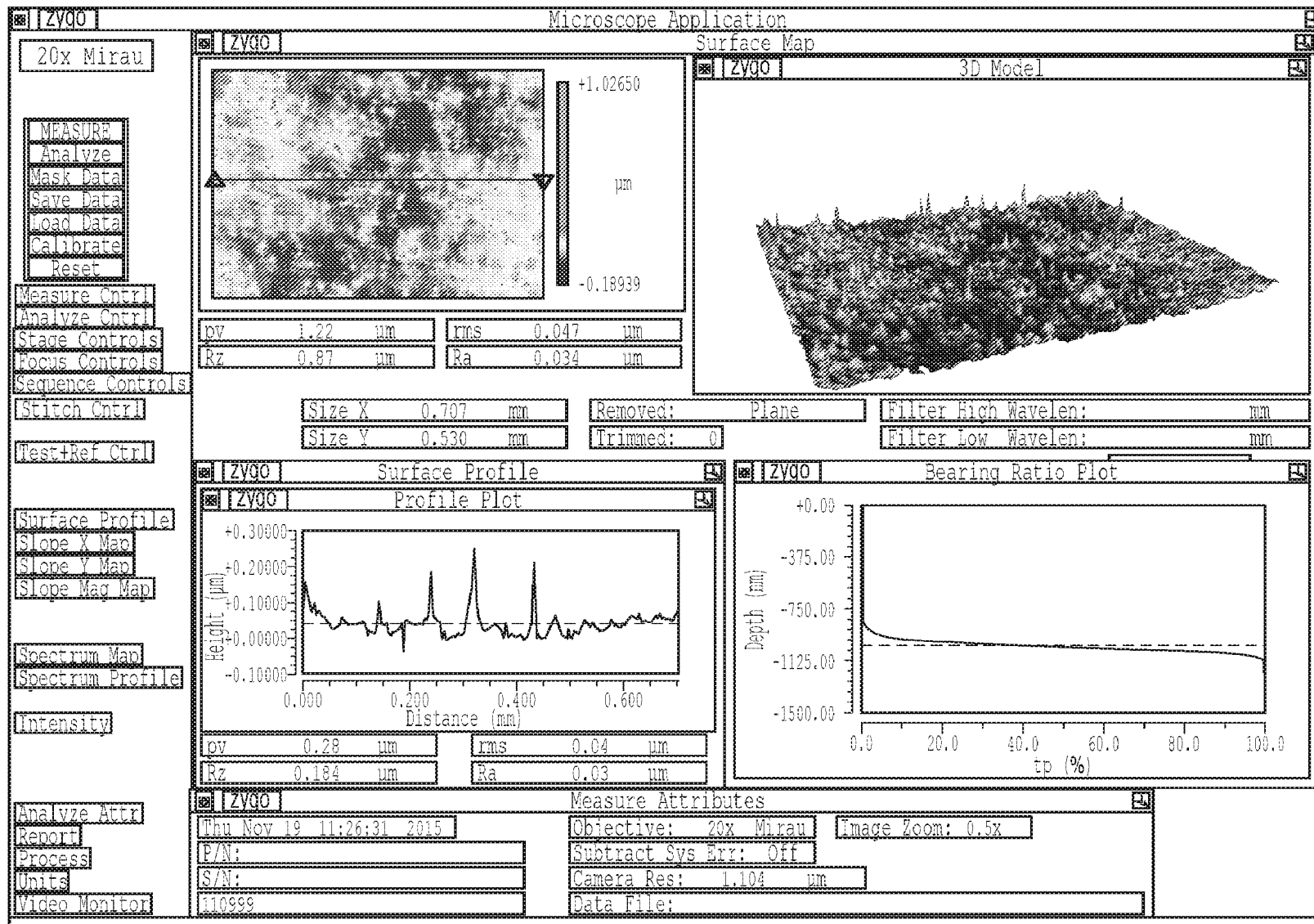
252/278

ФИГ. 244



253/278

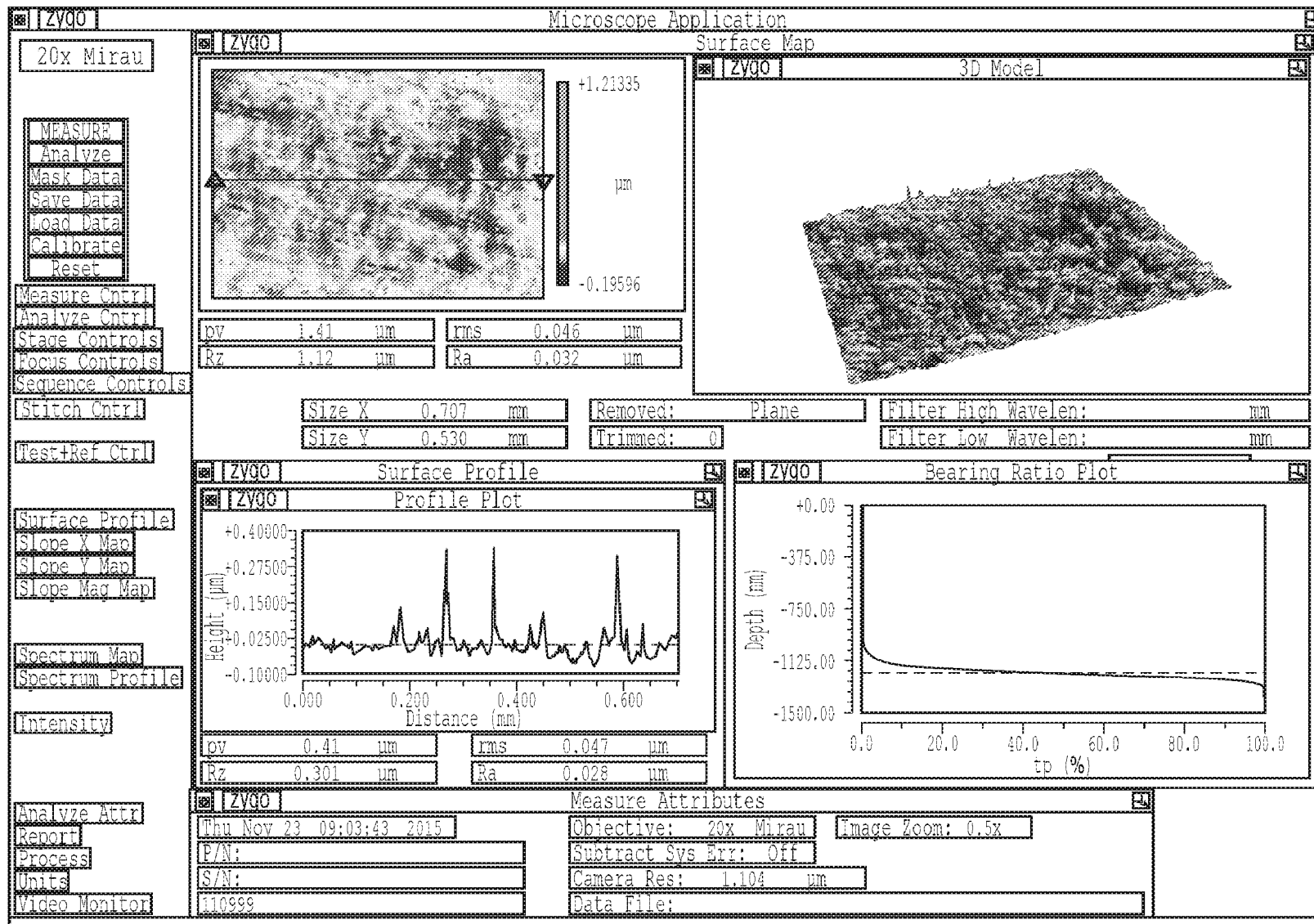
ФИГ. 245



254/278

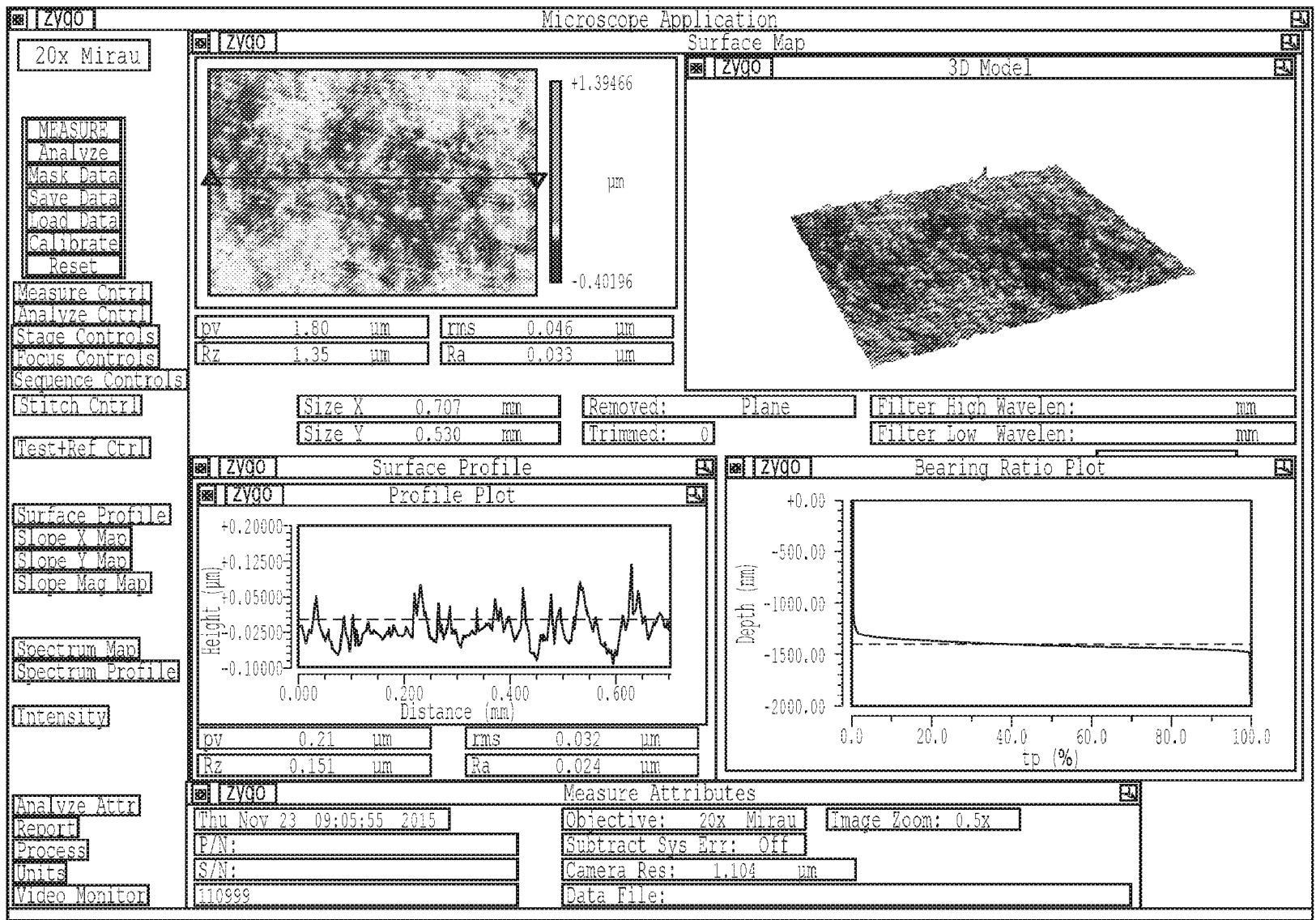
ФИГ. 246





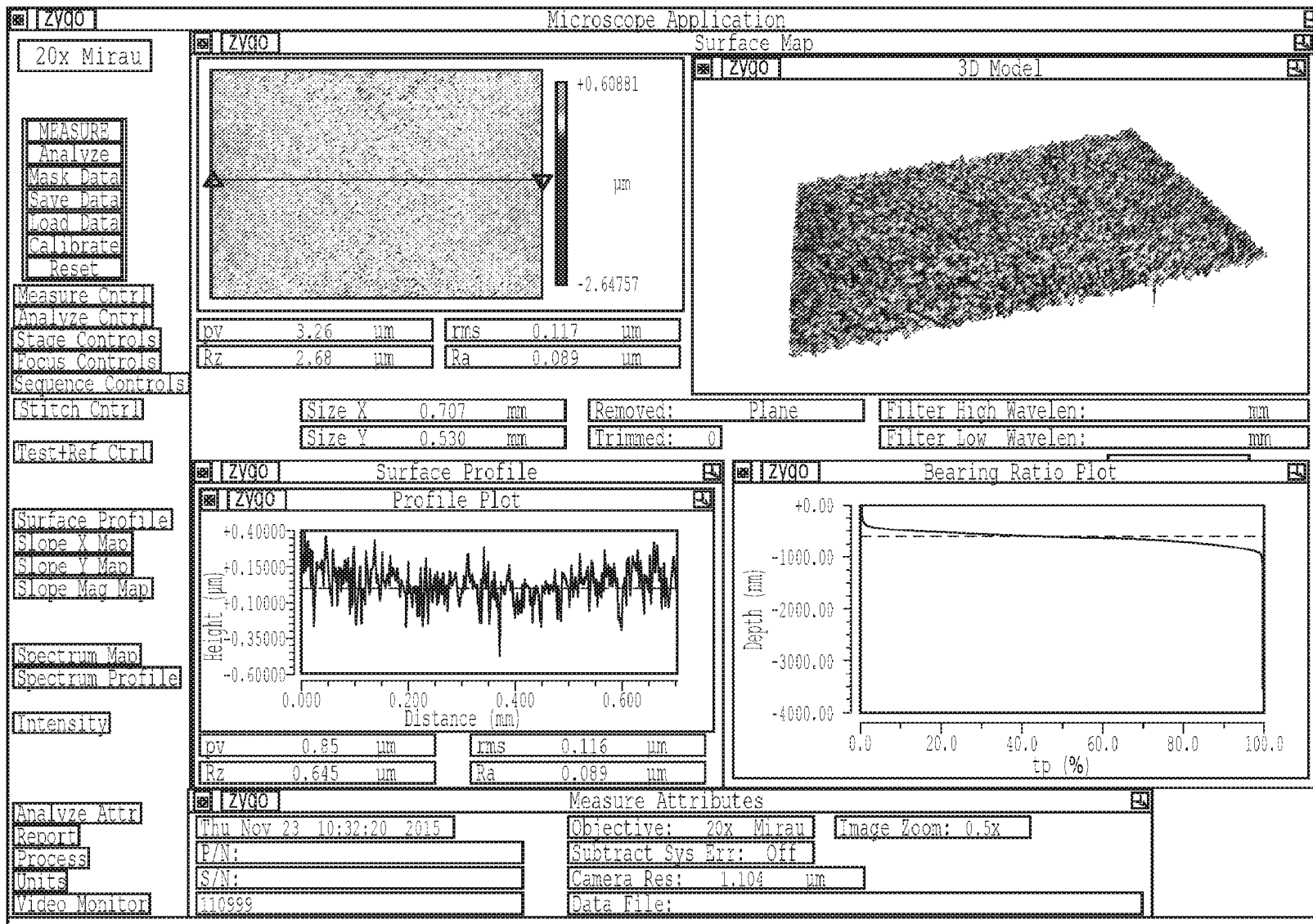
255/278

ФИГ. 247



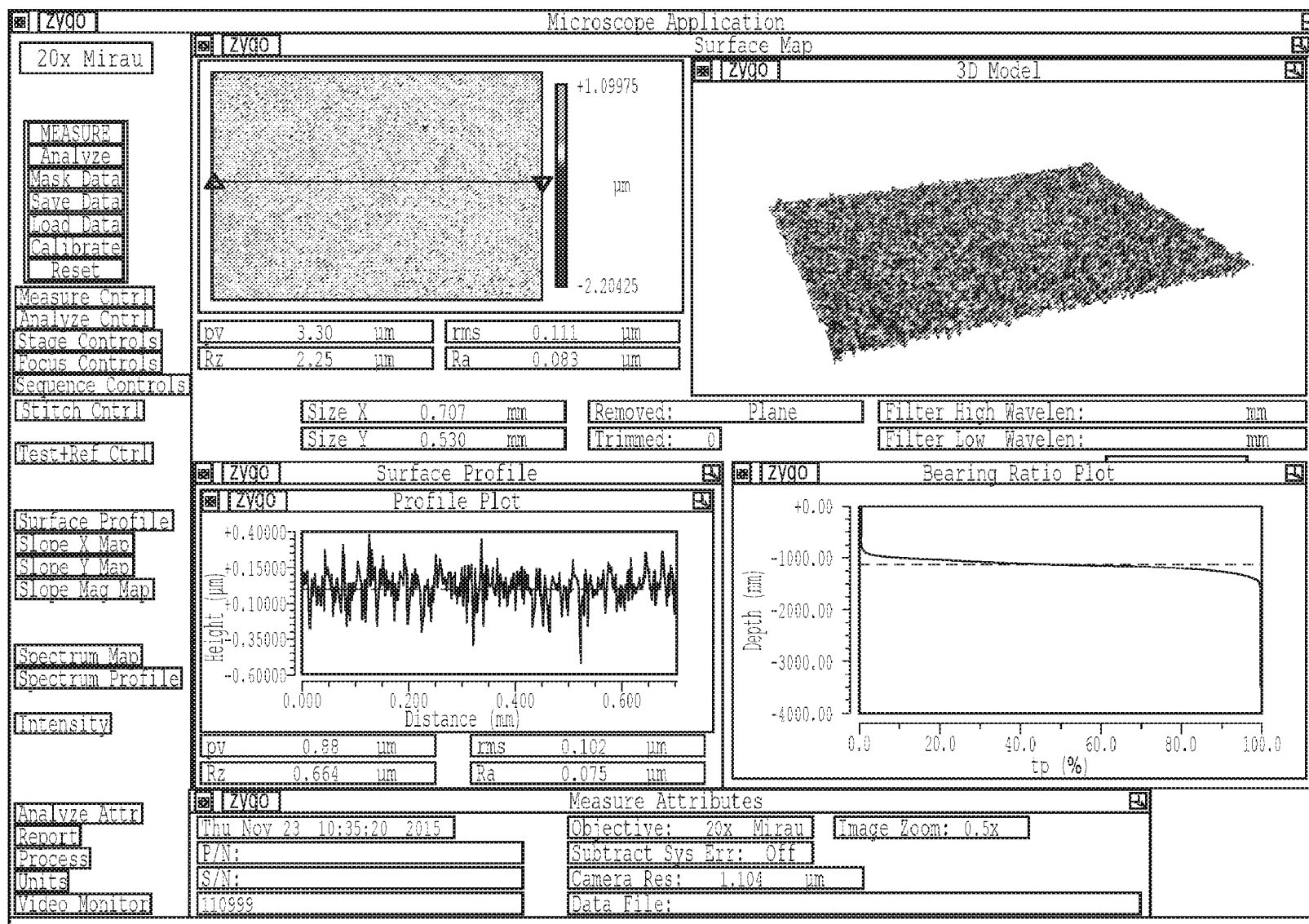
256/278

ФИГ. 248



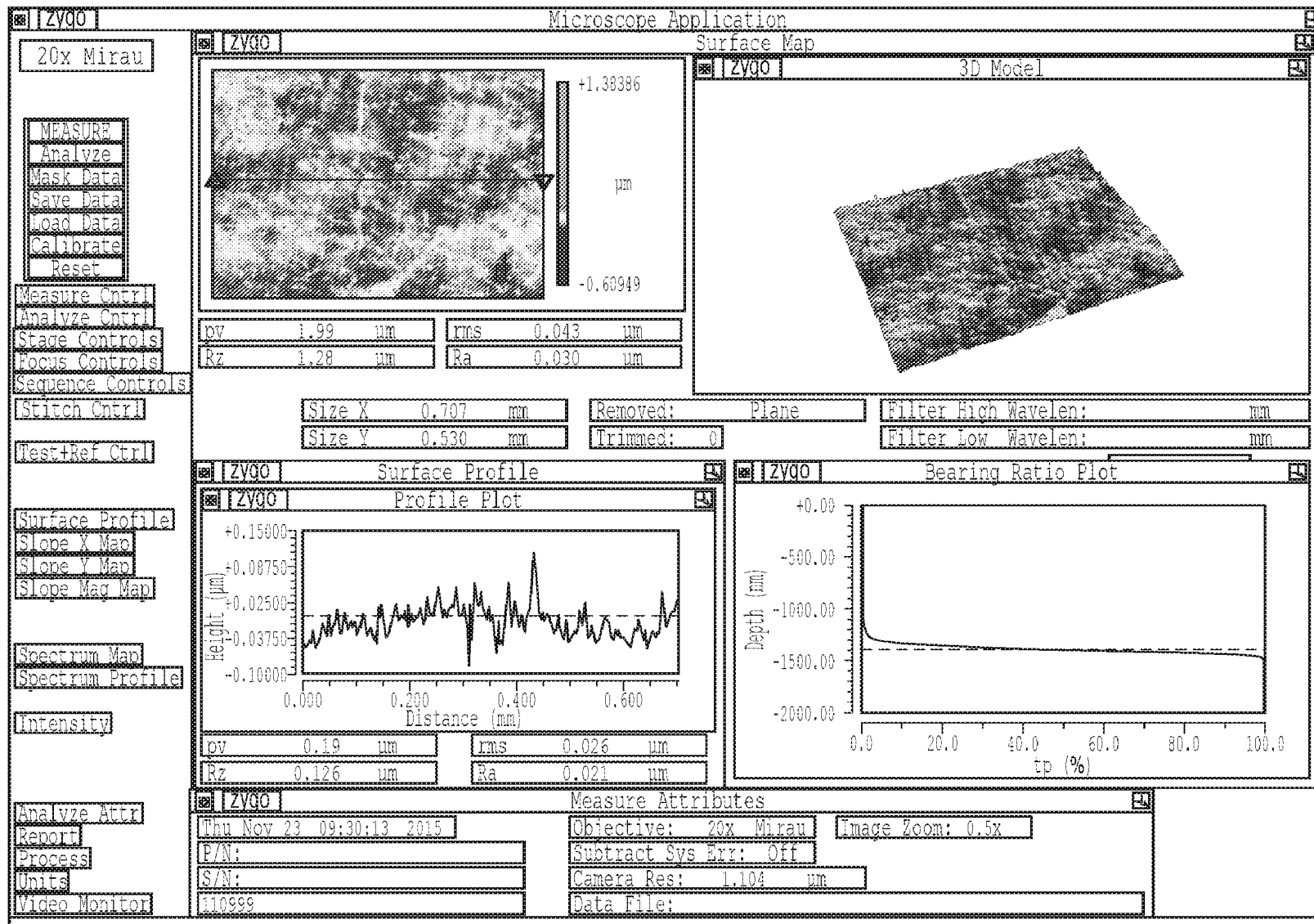
257/278

ФИГ. 249



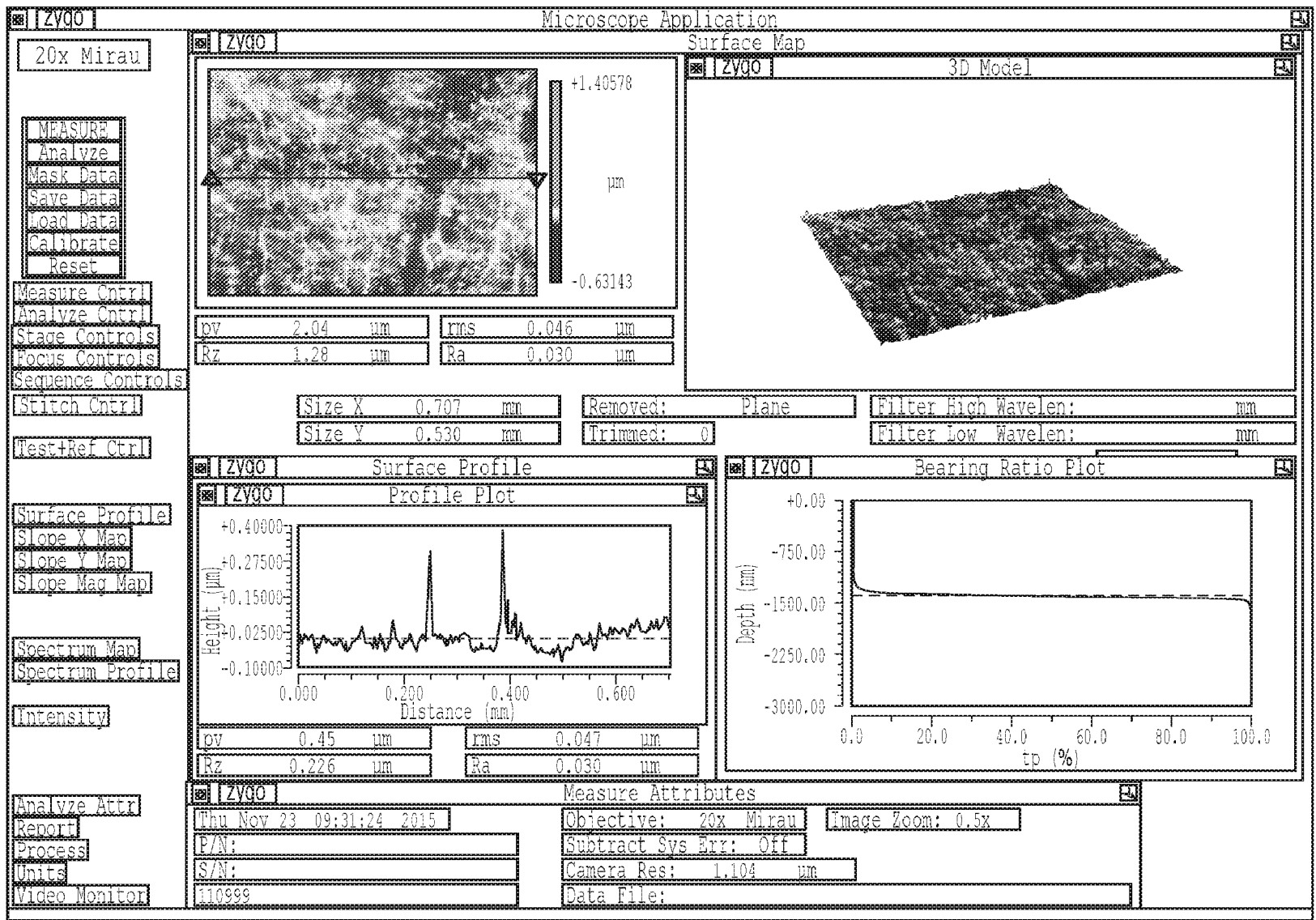
258/278

ФИГ. 250



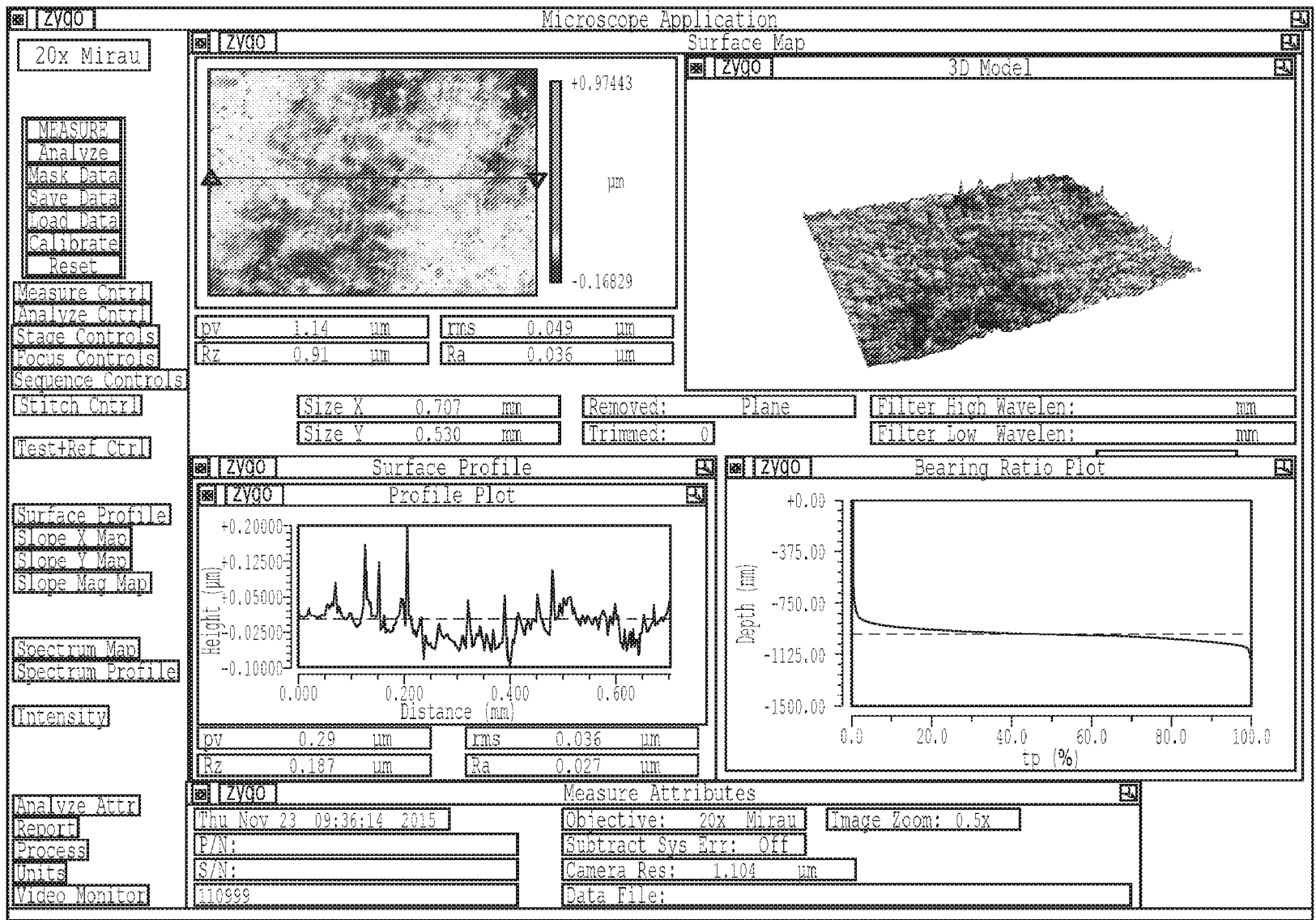
259/278

ФИГ. 251



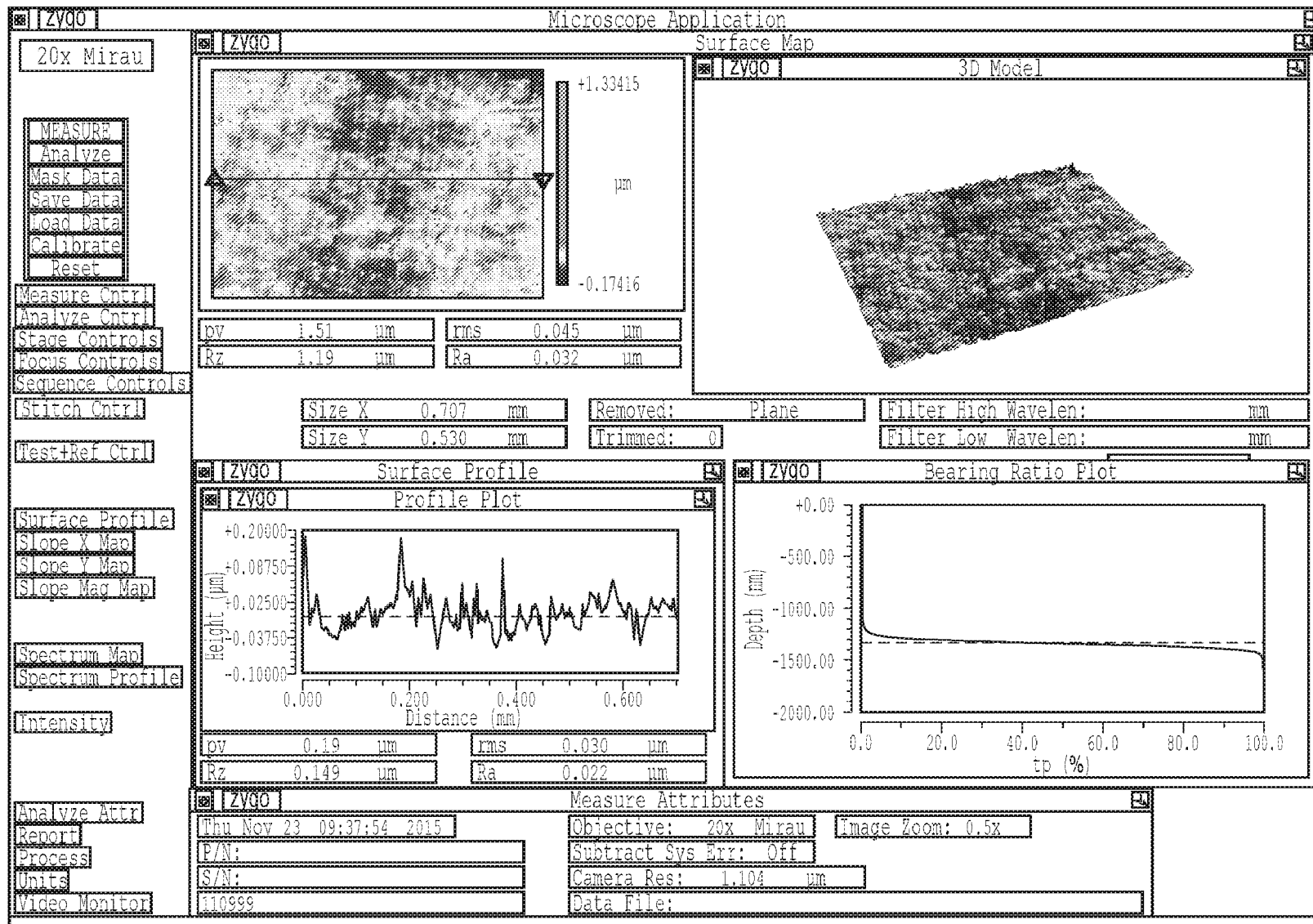
260/278

ФИГ. 252



261/278

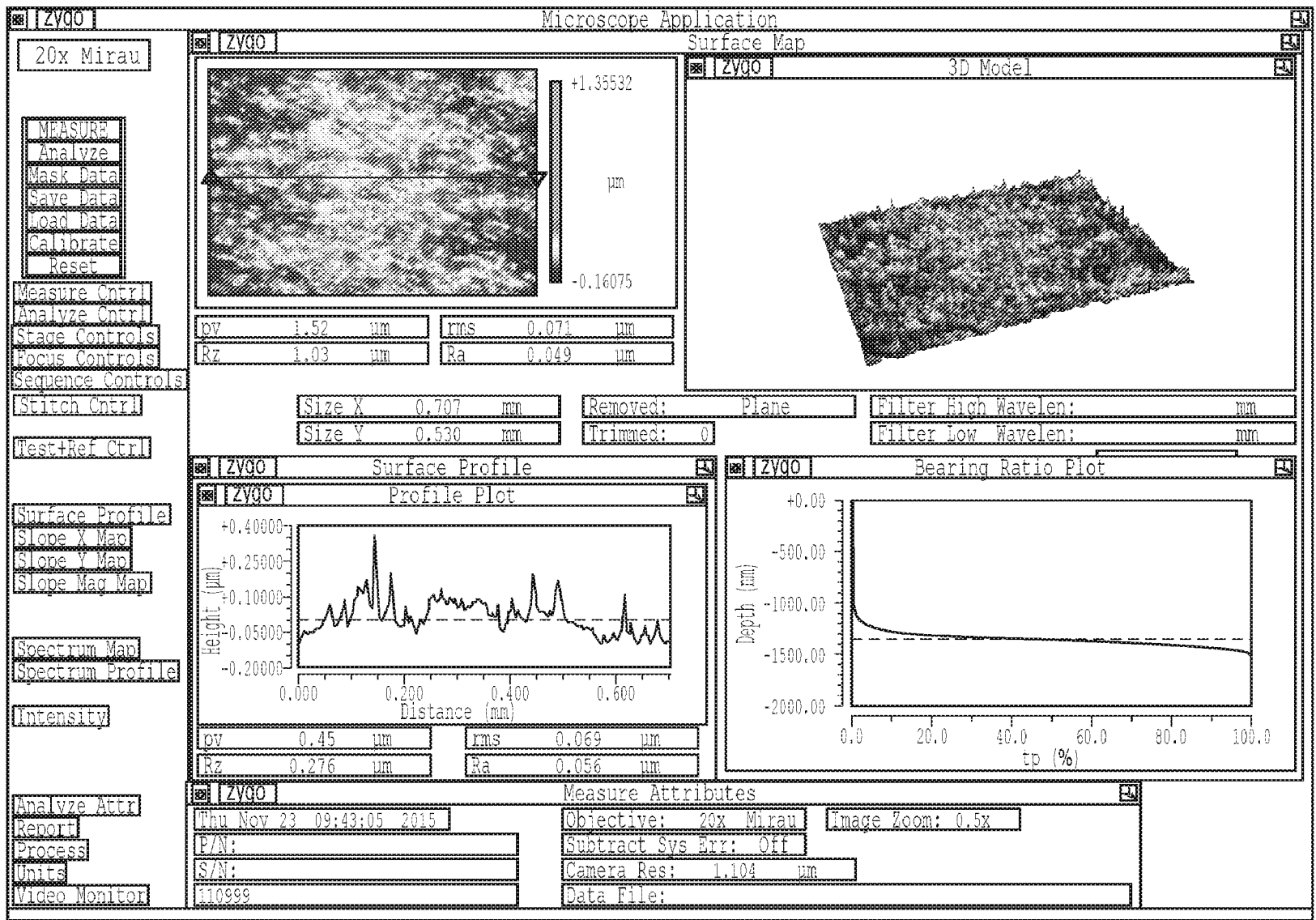
ФИГ. 253



262/278

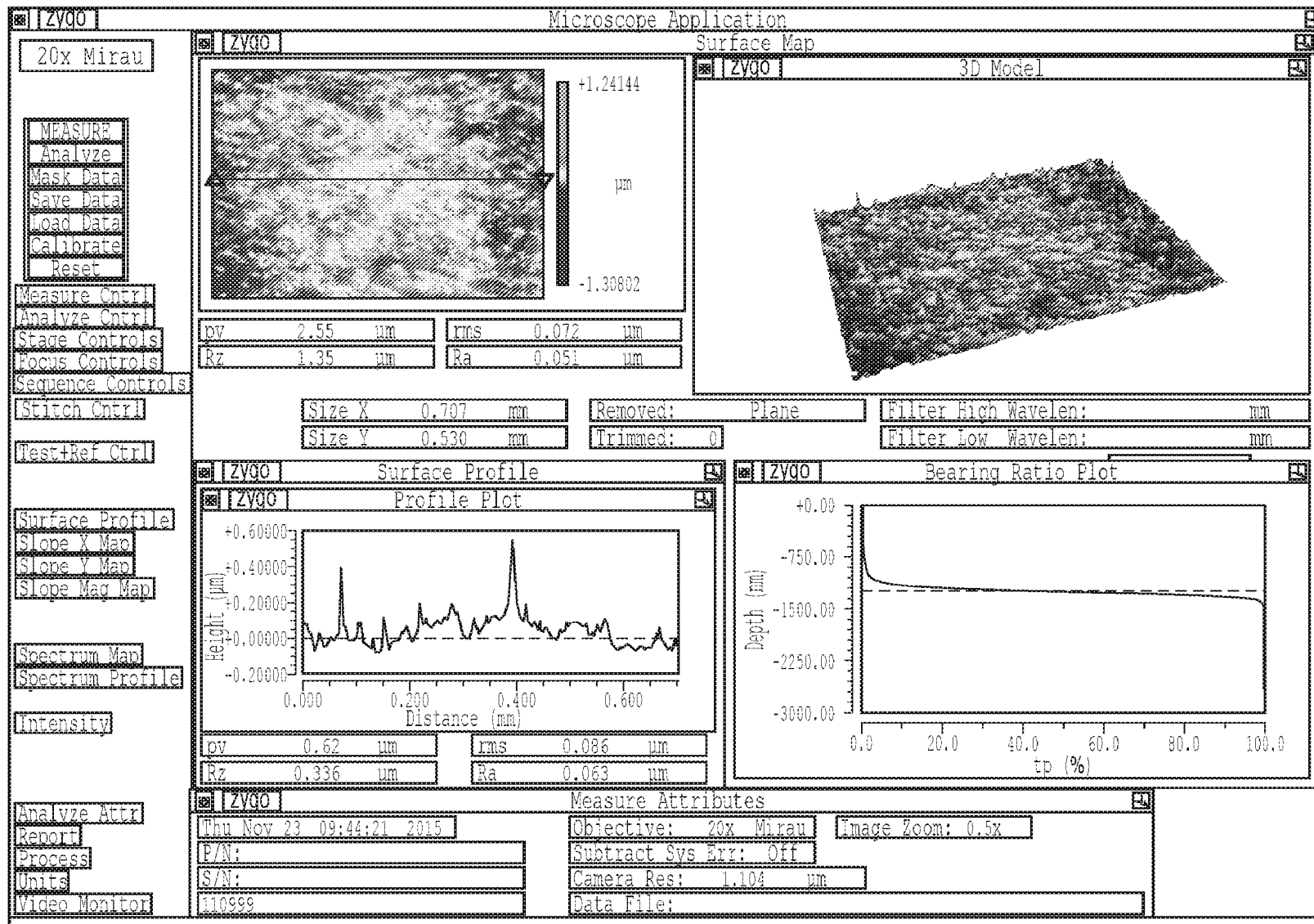
ФИГ. 254





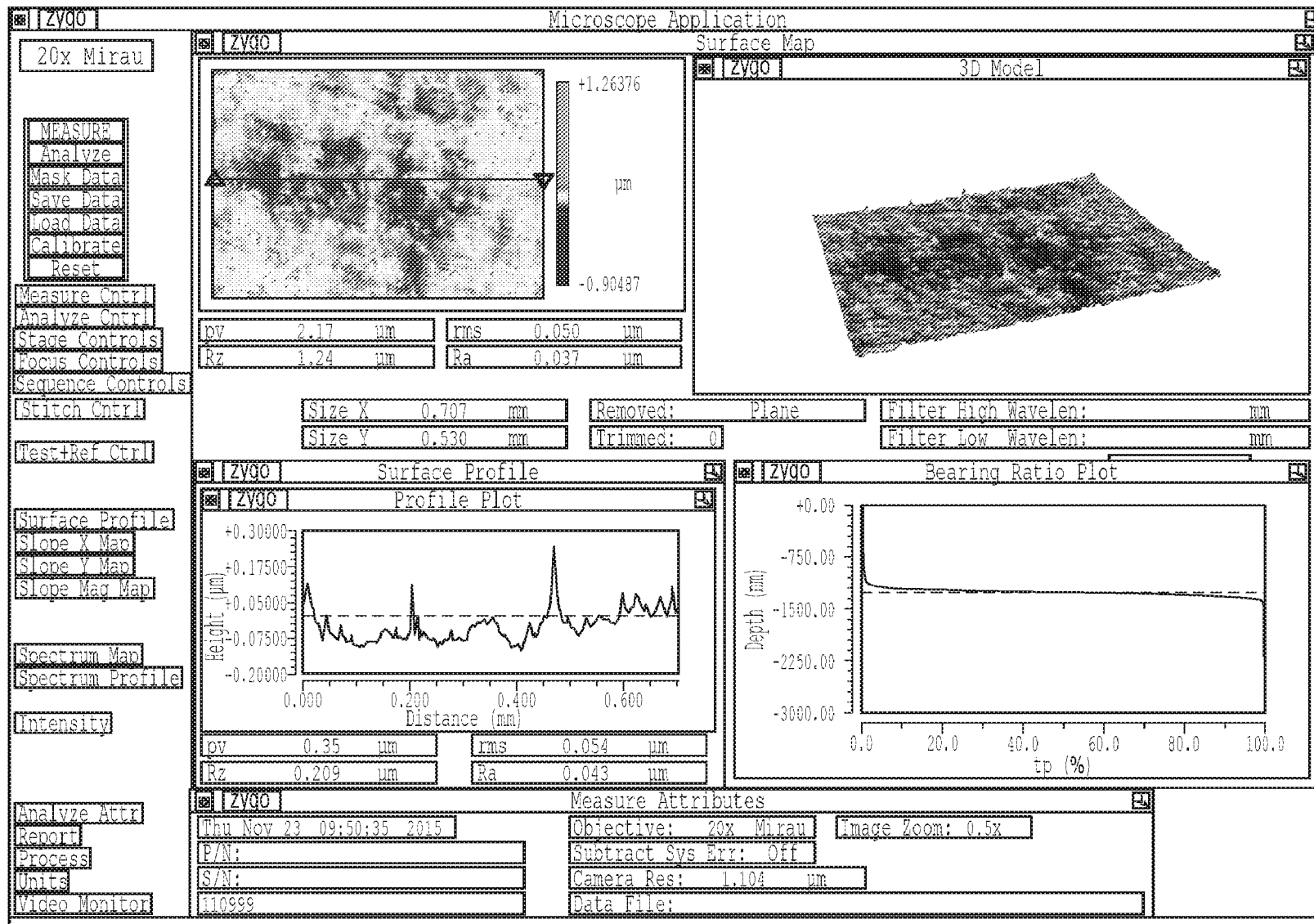
263/278

ФИГ. 255



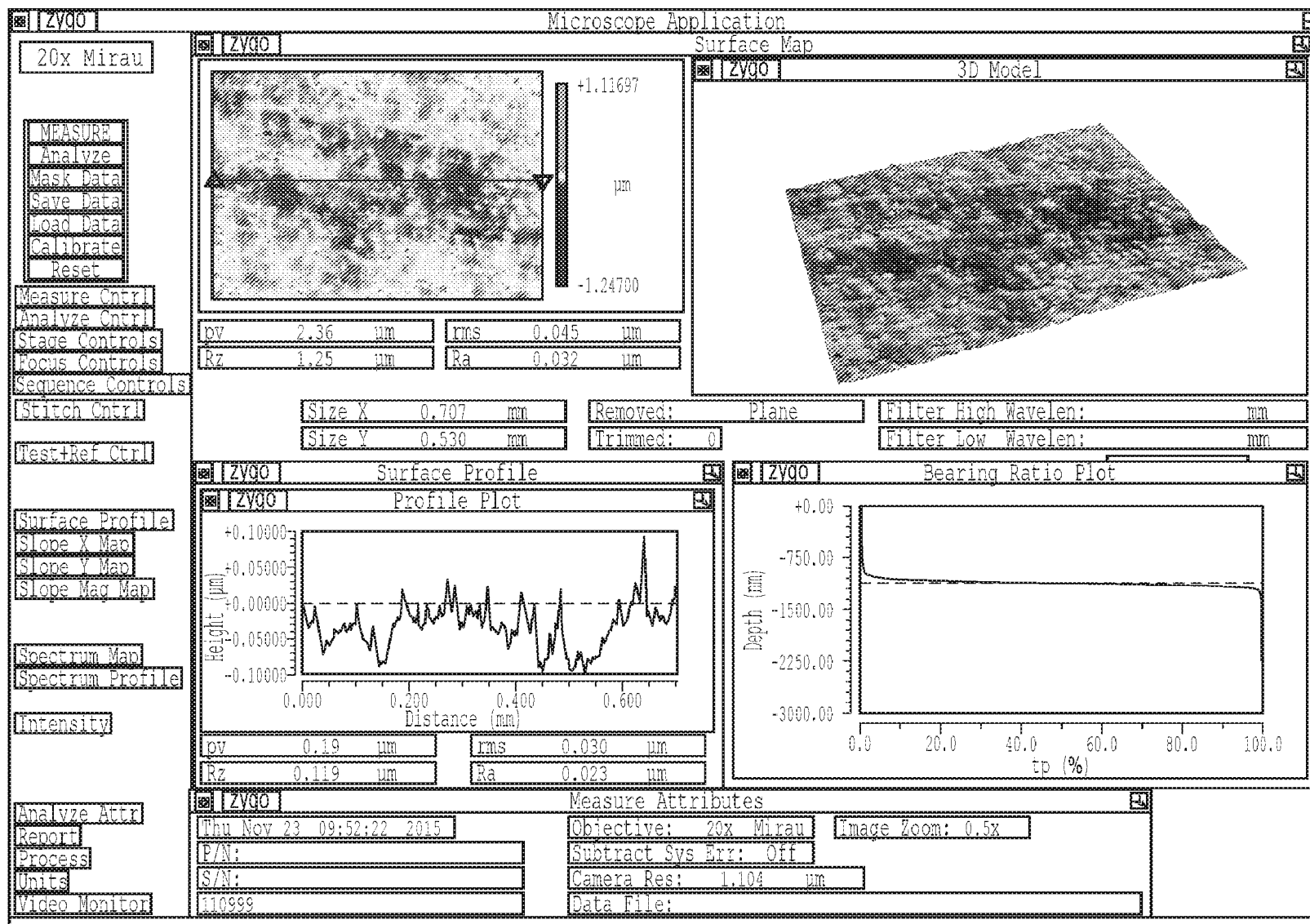
264/278

ФИГ. 256



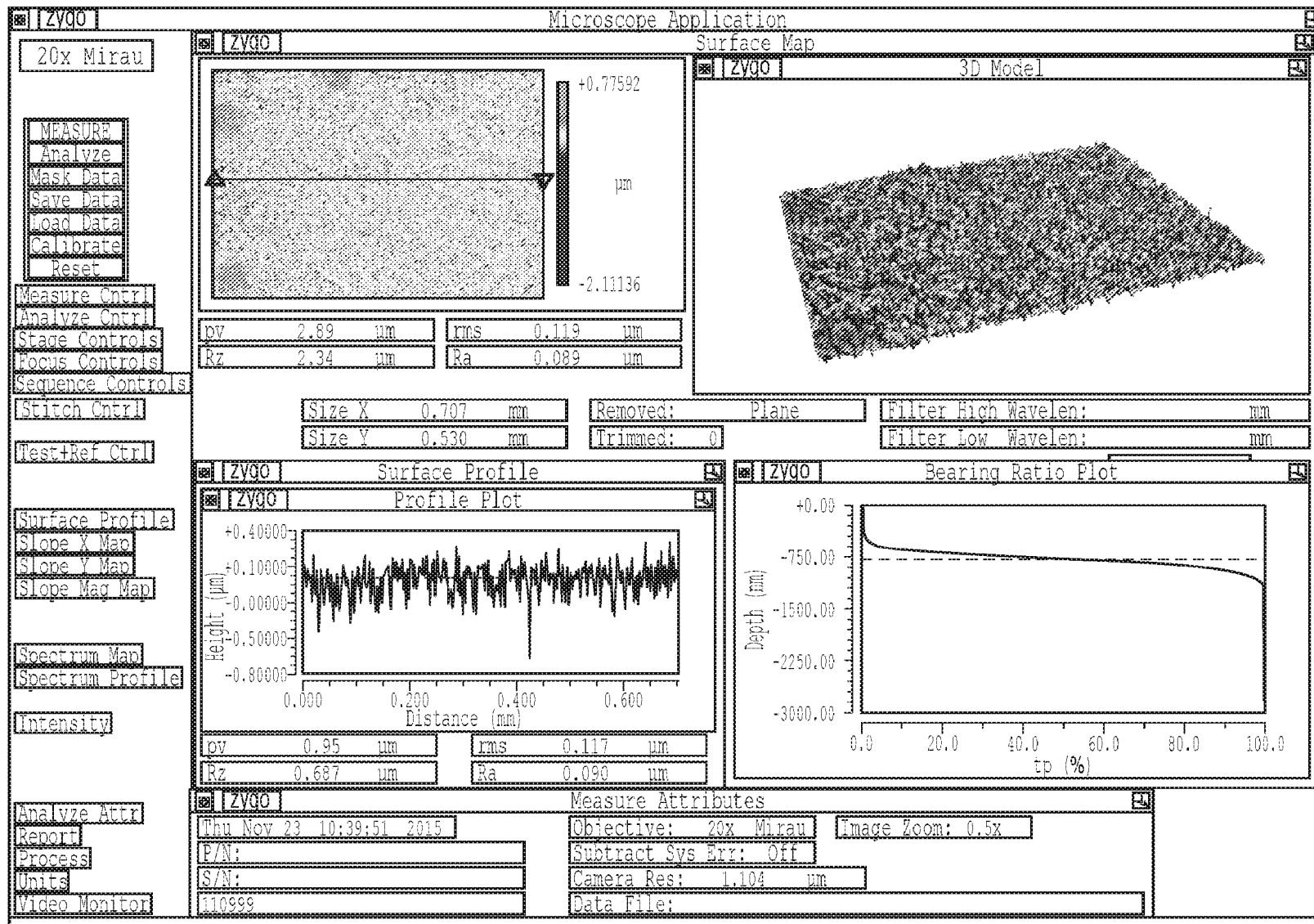
265/278

ФИГ. 257



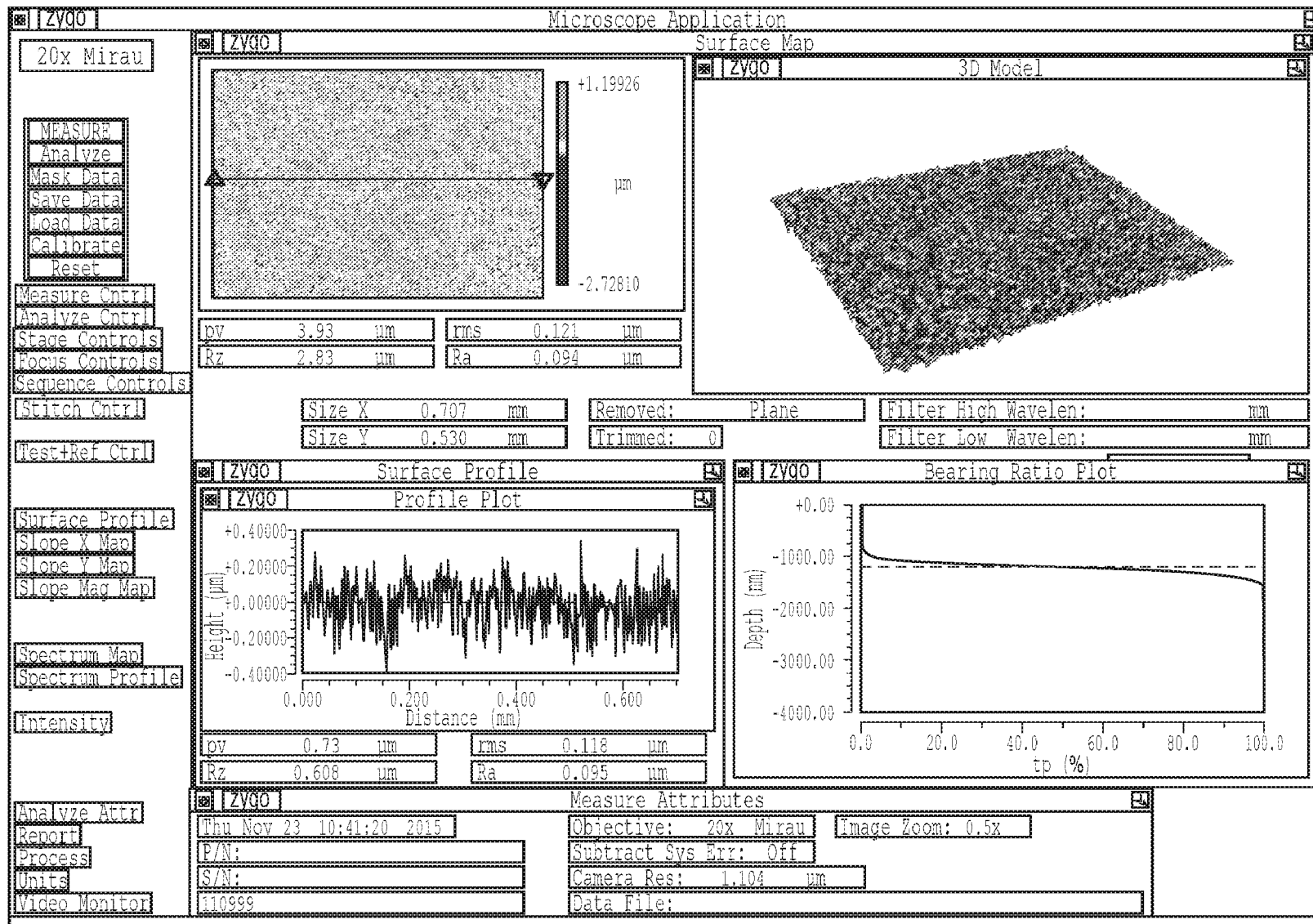
266/278

ФИГ. 258



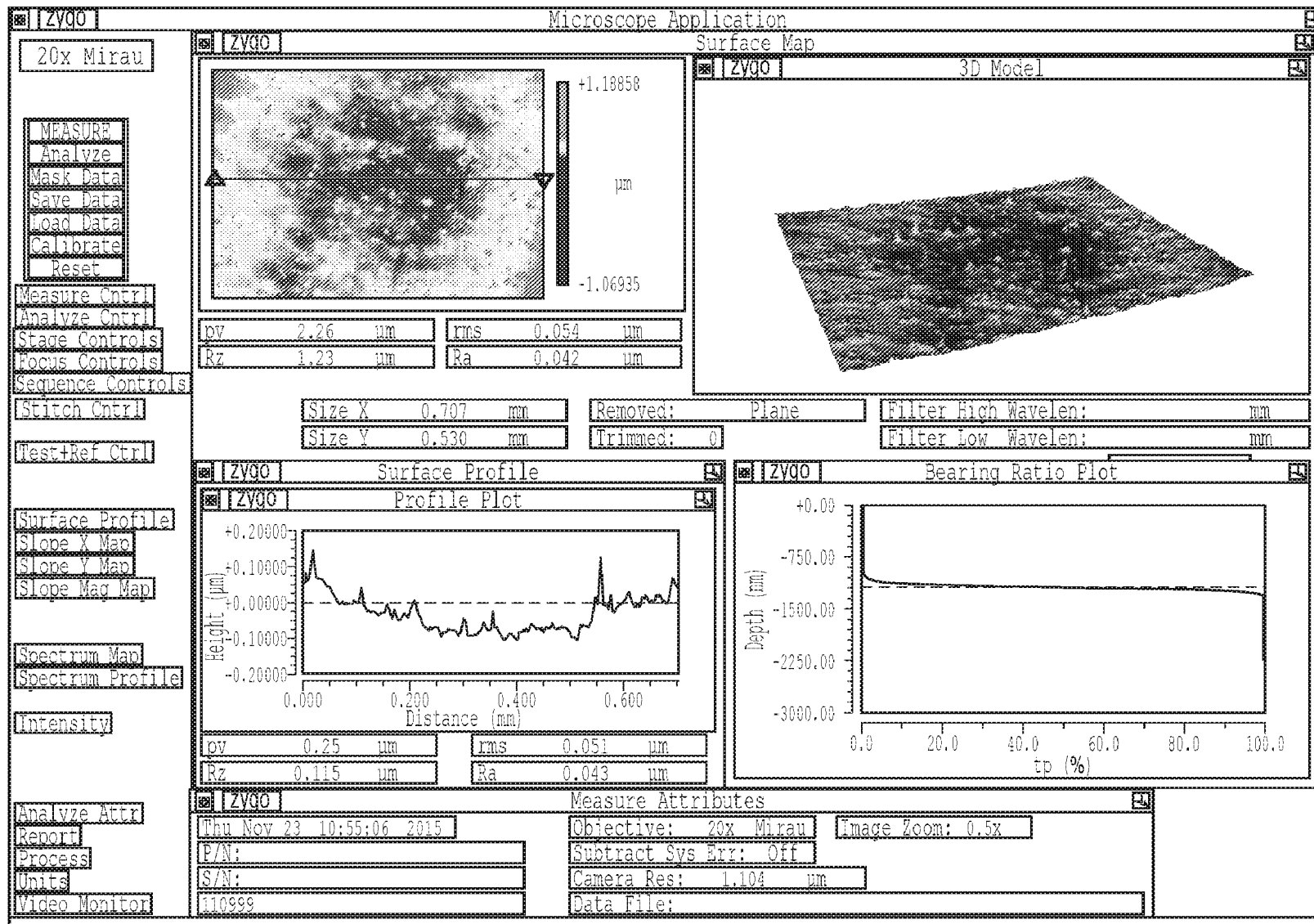
267/278

ФИГ. 259



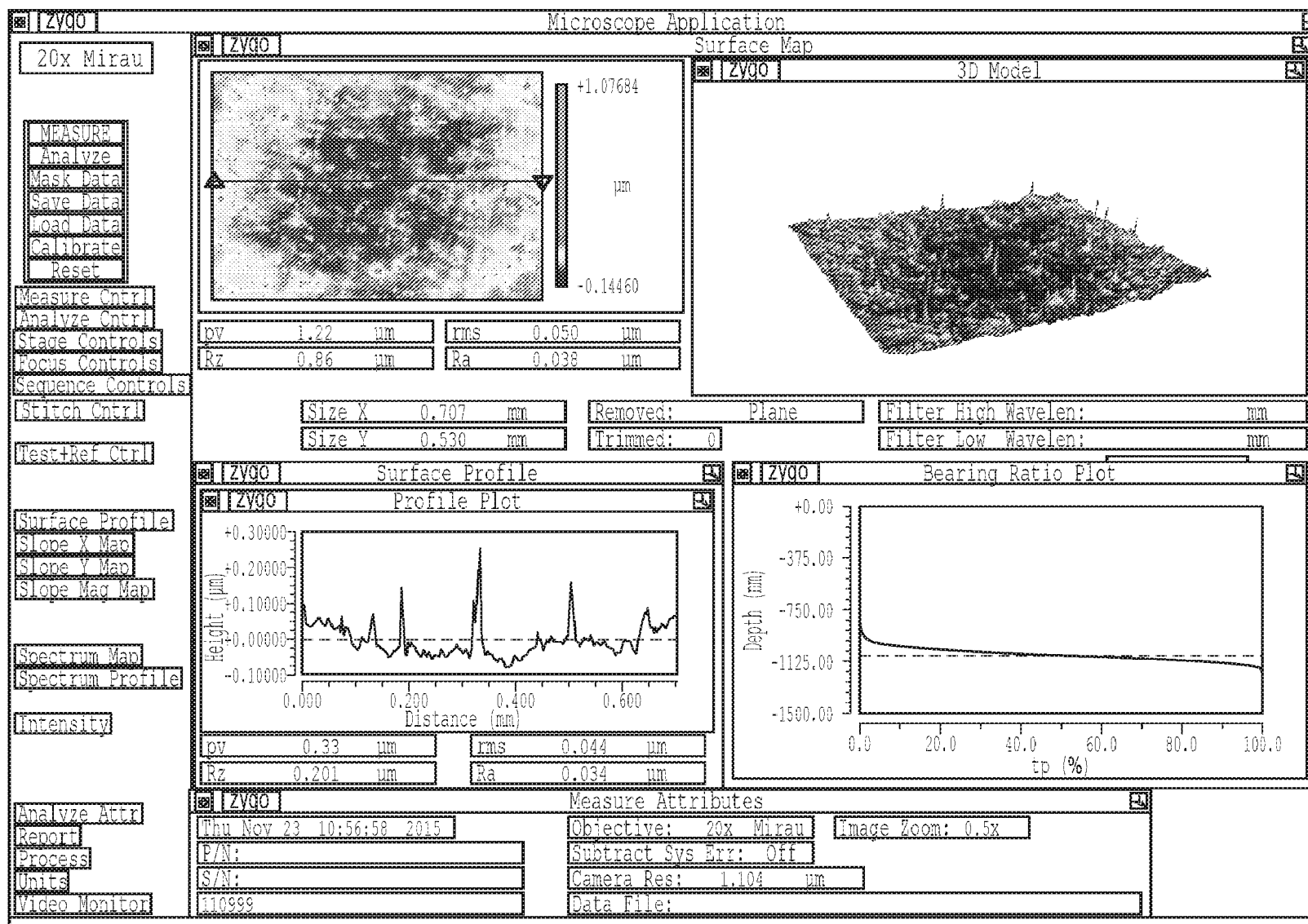
268/278

ФИГ. 260



269/278

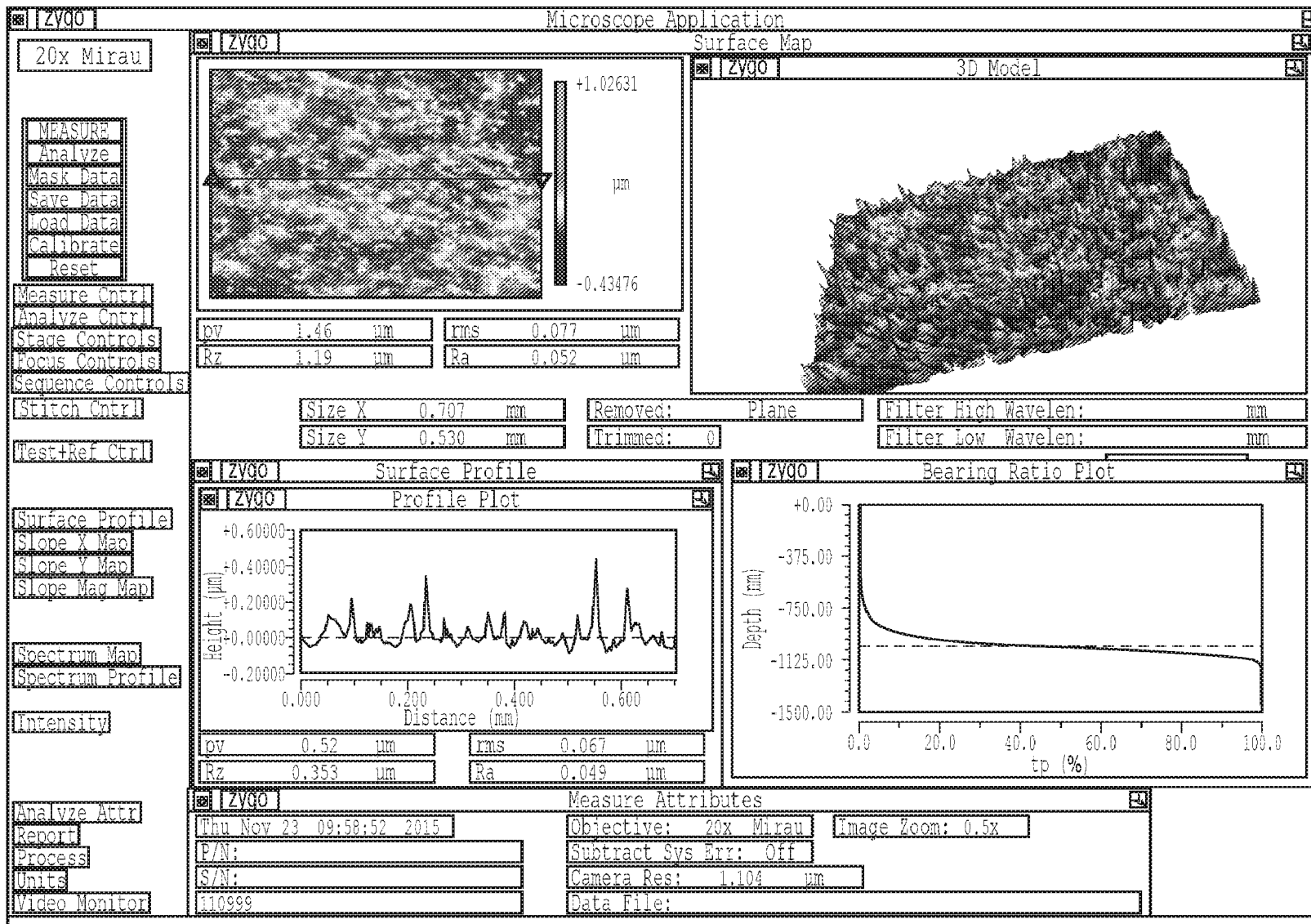
ФИГ. 261



2701278

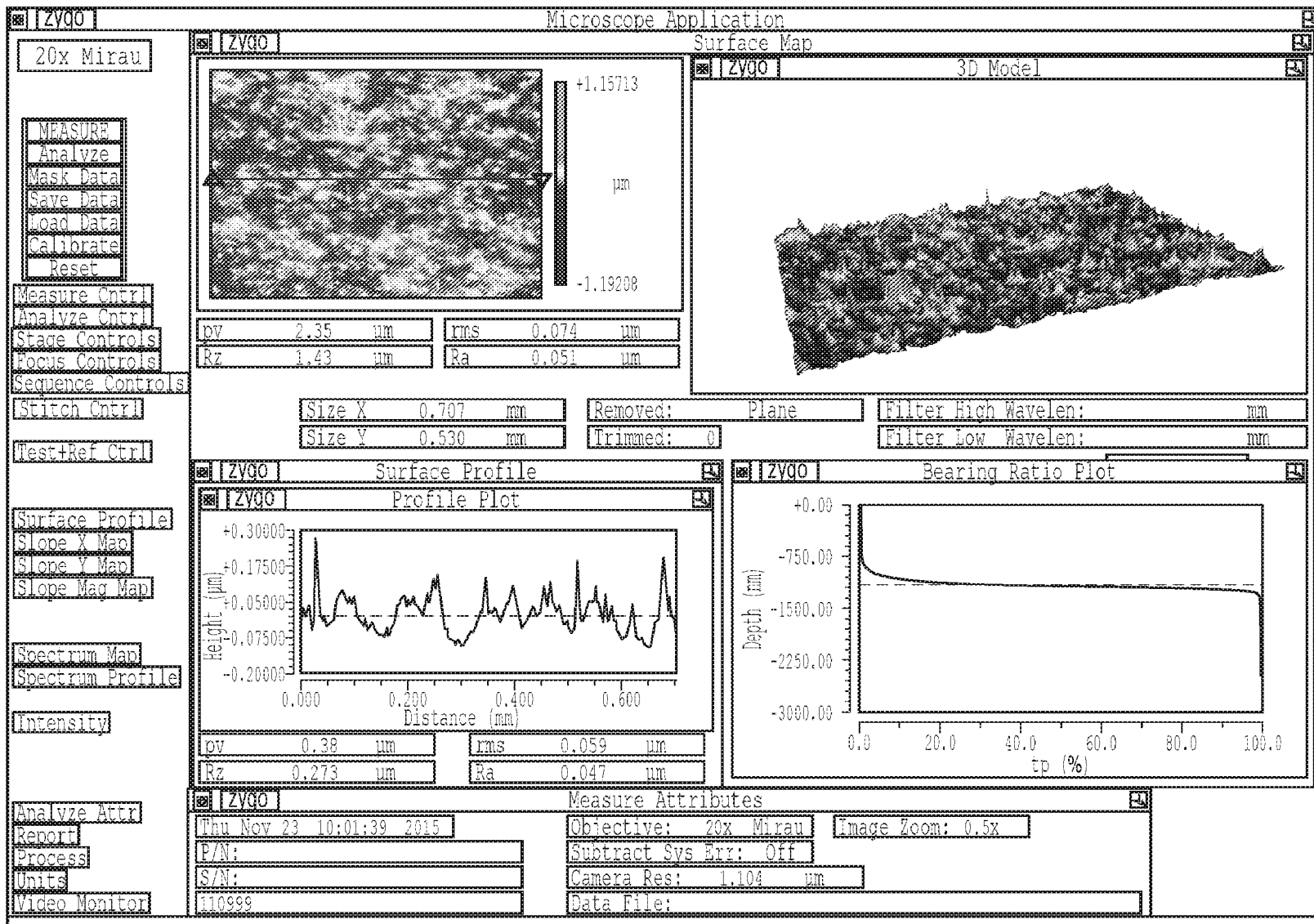
ФИГ. 262





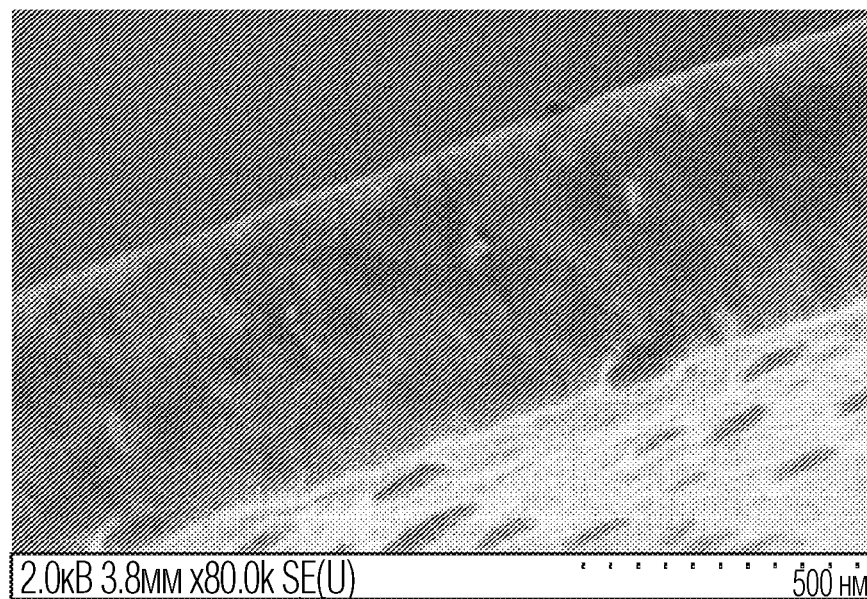
271/278

ФИГ. 263

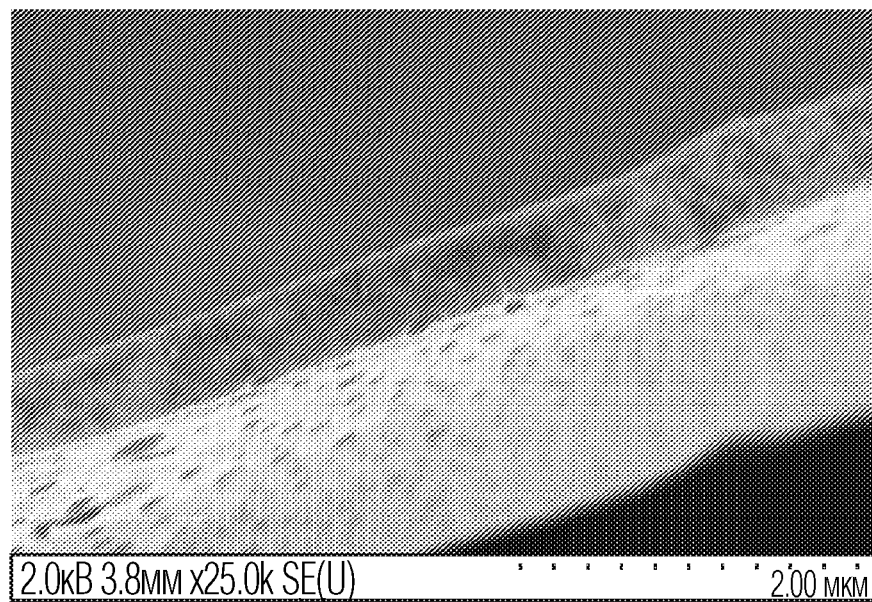


2721278

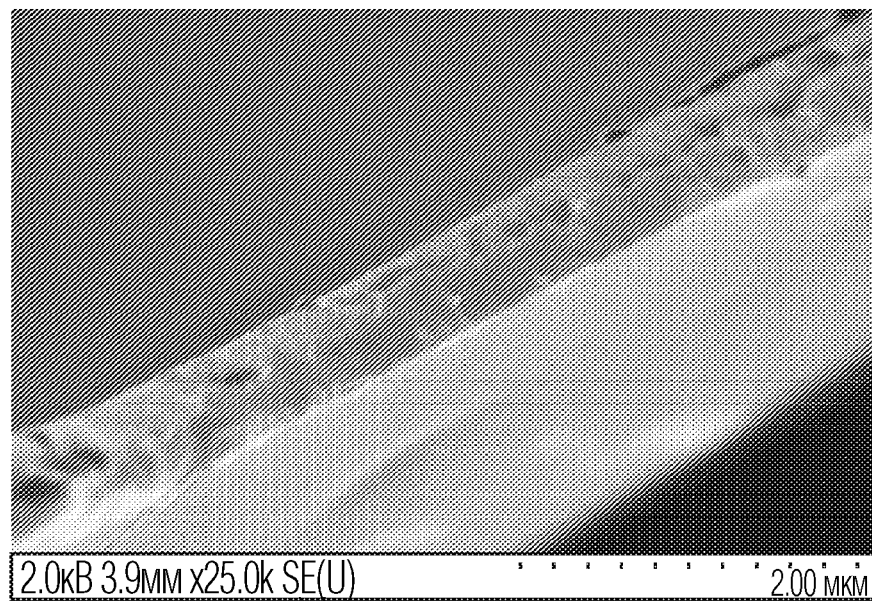
ФИГ. 264



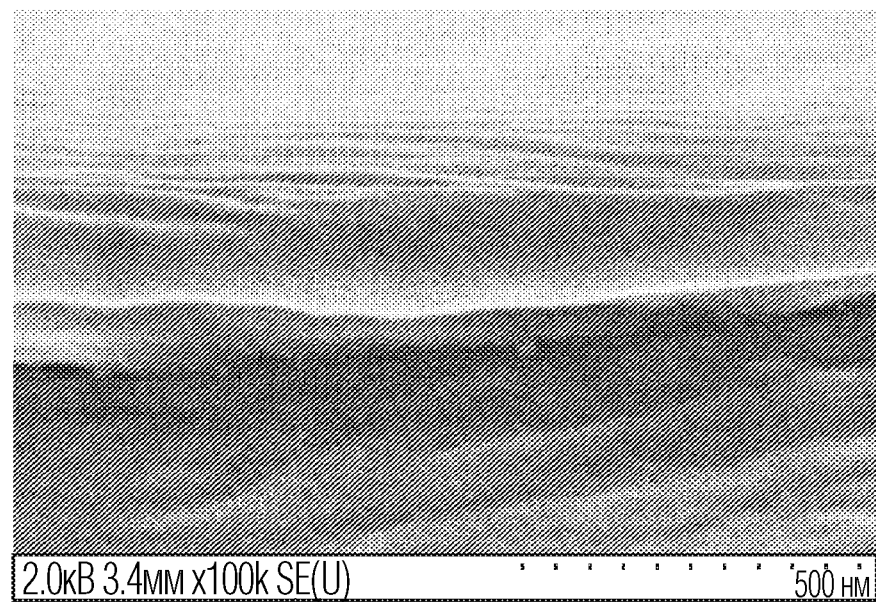
ФИГ. 265



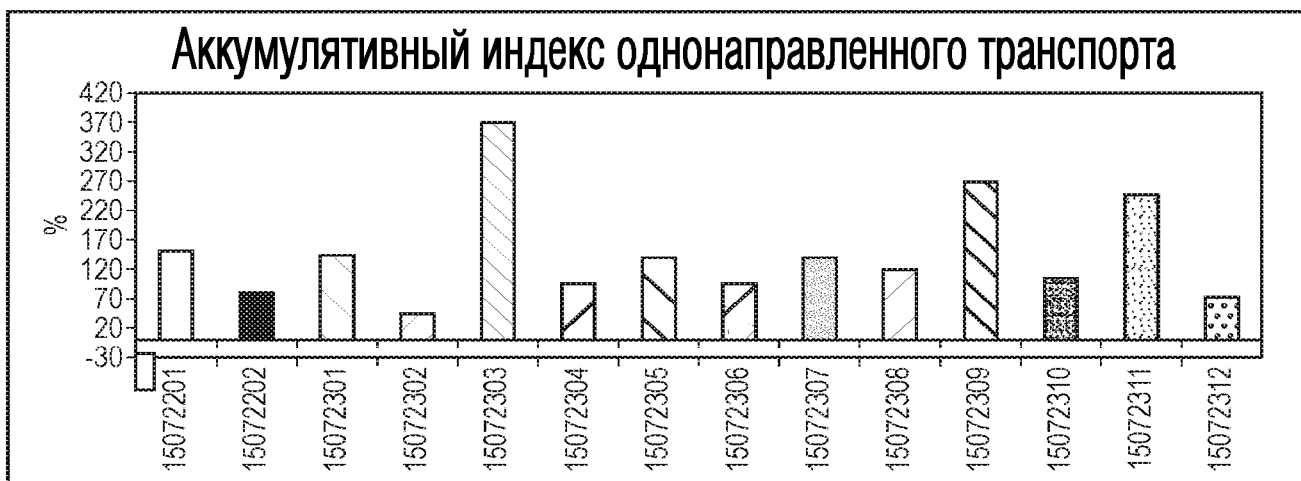
ФИГ. 266



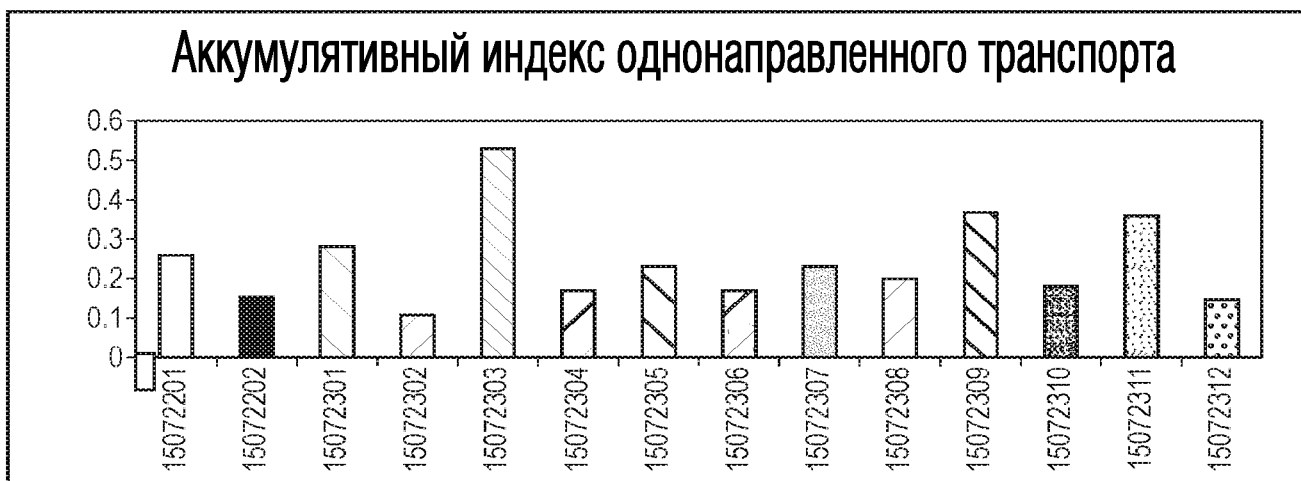
ФИГ. 267



ФИГ. 268



ФИГ. 269



ФИГ. 270