



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

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

(11)



1-0028840

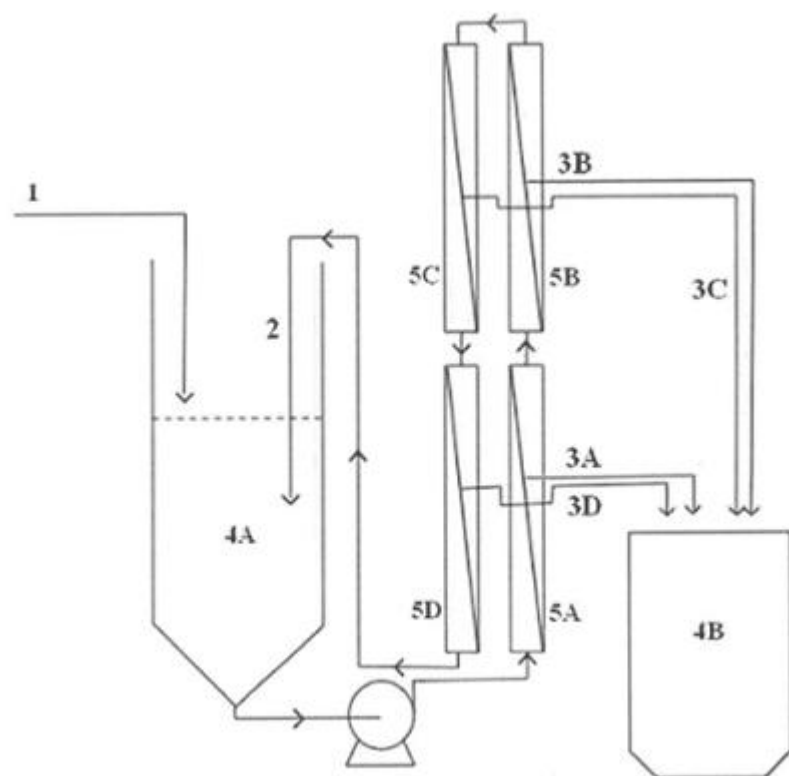
(51)⁷ B01D 61/14; A23L 1/222

(13) B

-
- (21) 1-2014-03937 (22) 19/04/2013
(86) PCT/BR2013/000130 19/04/2013 (87) WO2013/159167 31/10/2013
(30) BR102012009761-3 26/04/2012 BR
(45) 25/07/2021 400 (43) 25/08/2015 329A
(73) 1. EMBRAPA - EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA (BR)
Edifício Sede - PqEB - W3 Norte Final - Asa Norte CEP: 70770-901 Brasília - DF,
Brazil
2. CENTRE DE COOPÉRATION INTERNATIONALE EN RECHERCHE
AGRONOMIQUE POUR LE DÉVELOPPEMENT (CIRAD) (FR)
42, rue Scheffer, F-75016 Paris, France
3. CENTRE INTERNATIONAL D'ÉTUDES SUPÉRIEURES EN SCIENCES
AGRONOMIQUES (MONTPELLIER SUPAGRO) (FR)
2, place Pierre Viala, F-34060 Montpellier, France
4. TORRES COMÉRCIO E PROCESSAMENTO DE PRODUTOS NATURAIS
LTDA ME. (BR)
Fazenda Córrego do Cipó, s/nº, Zona Rural, CEP: 62670-000, São Gonçalo do
Amarante, CE, Brazil
(72) PINTO DE ABREU, Fernando Antônio (BR); DORNIER, Manuel (FR); PALLET,
Dominique (FR); REYNES, Max (FR); VAILLANT, Fabrice (CR); TORRES
FURLANI, Fernando Cezar (BR).
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)
-

(54) QUY TRÌNH LÀM ĐẶC VÀ TINH CHẾ DỊCH CHIẾT THU ĐƯỢC TỪ PHẾ
LIỆU CỦA QUẢ ĐIỀU VÀ SẢN PHẨM CÓ HÀM LƯỢNG CAROTENOIT CAO
CỦA XƠ QUẢ ĐIỀU THU ĐƯỢC

(57) Sáng chế bộc lộ quy trình làm đặc và tinh chế carotenoit từ phế liệu xơ thu được việc từ sản xuất nước ép toàn phần quả điều dưới điều kiện có kiểm soát và không sử dụng dung môi hữu cơ bất kỳ. Quy trình này bao gồm việc ngâm sơ bộ xơ quả điều bằng cách sử dụng các enzym làm vỡ cấu trúc tế bào, mà hoạt động trên mô xơ kết hợp với các thao tác ép có kiểm soát trong chu kỳ chiết trong nước tiếp theo. Việc làm đặc dịch chiết thô thu được bằng cách ngâm/ép xảy ra ở nhiệt độ trong phòng bằng cách sử dụng màng vi lọc tiếp tuyến dòng. Sau đó, sản phẩm đặc này được xử lý bằng cách sử dụng các kỹ thuật lọc thẩm tách để tinh chế nó, nhờ đó, tách loại được phần lớn các thành phần không mong muốn và tăng cường sự phân hủy nhờ vi sinh vật và sinh hóa của chúng. Thể đặc cuối có ứng dụng tiềm năng là làm chất màu thực phẩm cho người và thức ăn gia súc, có thể có ứng dụng trong lĩnh vực nước ép quả uống liền và nước giải khát do độ tan đáng kể của nó trong nước.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực chế biến công nghiệp để chiết và tinh chế các phân tử được quan tâm trên thị trường. Sáng chế mô tả việc sản xuất dịch chiết chứa carotenoit và các chất khác được quan tâm từ phế liệu của quy trình xử lý cuống điều thông qua các công nghệ bao gồm việc ép, tùy ý với việc ngâm tẩm với enzym và lọc (vi lọc hoặc siêu lọc), cũng như lọc thẩm tách (diafiltration). Quy trình này được đề xuất thông qua một kỹ thuật phát triển mà cho phép sản xuất ra dịch chiết màu vàng, một sản phẩm có thể thu được từ phế liệu công nghiệp khi sản xuất nước ép quả điều trên quy mô lớn. Theo cách này, dịch chiết chứa carotenoit của quả điều được làm đặc và tinh chế sẽ chứa một lượng lớn sản phẩm phụ cần thiết cho toàn bộ lĩnh vực thực phẩm để đáp ứng nhu cầu về màu tự nhiên trên toàn thế giới. Nói chung, màu vàng đã được sử dụng ở Braxin là màu có nguồn gốc tổng hợp và màu vàng tự nhiên có sắc màu cam, khác với màu thu được từ bằng công nghệ theo sáng chế, mà là màu vàng sáng, nhờ có thành phần xanthophyl của nó, nên màu sắc chủ đạo là màu vàng sáng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các quy trình công nghiệp để chiết và tinh chế các phân tử được quan tâm trên thị trường, như là chất màu, chất chống oxy hóa hoặc các phân tử có các đặc tính đặc hiệu để sử dụng trong chế độ ăn và dinh dưỡng của con người, đã là đích ngắm của nhiều công trình khoa học và học thuật cũng như nhiều đơn đăng ký sáng chế trên thế giới.

Tư liệu patent PI 0002359-0 bộc lộ quy trình bao gồm việc làm bay hơi cao và chưng cất trong chân không để chiết và làm đặc các vitamin và tiền vitamin tan trong lipid, bao gồm carotenoit, bắt nguồn từ nguyên liệu là sản phẩm phụ được lấy từ ngành công nghiệp sản phẩm thực vật và động vật. Tài liệu này mô tả quy trình để làm đặc các chất không saponin hóa được, chứa vitamin và tiền vitamin tan trong lipid, yếu tố sinh trưởng và hormon thực vật và động vật, được gọi là "sản phẩm có giá trị", thu được từ

sản phẩm thực vật hoặc động vật, hoặc từ phế liệu của ngành công nghiệp sản phẩm này, mà không cần đến dung môi. Quy trình này bao gồm việc chiết và làm đặc sản phẩm bằng cách làm bay hơi/chưng cất và việc sản xuất axit béo và axit hữu cơ có chất lượng cao khác, bằng cách thủy phân phế liệu thu được bằng cách chưng cất/làm bay hơi.

Tư liệu patent PI 0507797-4 mô tả quy trình và thiết bị để lọc thẩm tách nước hoa quả đã được làm đặc. Sản phẩm cần lọc sẽ được đưa vào quy trình lọc. Dòng thứ nhất chứa dịch rửa (nước) và dòng thứ hai chứa chính bản thân sản phẩm thẩm (sử dụng dòng chảy ngược thông qua bộ phận lọc) được bổ sung, nhờ đó dòng sản phẩm được pha loãng bằng dòng thứ nhất và thứ hai trước khi đi vào hệ màng.

Tư liệu patent số WO 2004094350 cũng mô tả phương pháp để chiết carotenoid từ nguyên liệu thực vật bằng cách chiết dịch lỏng siêu tới hạn. Trong tài liệu này, việc chiết dịch siêu tới hạn được xử lý trong hai bước. Bước chiết dịch thứ nhất bao gồm việc sản xuất β -caroten; bước chiết dịch thứ hai có thể gồm việc làm đặc β -caroten theo cách có kiểm soát và ngoài ra, nó còn bao gồm các lượng đáng kể lutein.

Quy trình này (theo WO 2004094350) có các khác biệt đáng kể đối với quy trình nêu trong đơn sáng chế, mà không bao gồm bước gia nhiệt hoặc làm đông lạnh bất kỳ, và sử dụng một lượng phế liệu xơ công nghiệp được lấy từ quá trình ép cuống của quả điều, tuy nhiên, quy trình này không bao gồm việc nghiền và/hoặc làm bất hoạt enzym. Quy trình này mô tả một chuỗi các thao tác và quy trình đơn giản mà, cùng với nhau, để làm đặc và tinh chế dịch chiết được làm giàu carotenoid trong điều kiện nhẹ mà làm tối đa hóa hiệu suất và độ tinh khiết của sản phẩm cuối. Nói cách khác, đơn sáng chế đang được xem xét đề cập đến việc sản xuất dịch chiết carotenoid tinh chế từ cà rốt và rau củ khác được nghiền và được xử lý bằng nhiệt để khử màu. Trong trường hợp này, một loạt các thao tác và quy trình được yêu cầu bảo hộ, đặc biệt là các thao tác và quy trình để sản xuất khối được làm giàu carotenoid, chủ yếu là beta-caroten, bằng cách ban đầu là làm gia nhiệt để làm bất hoạt enzym (khử màu), tiếp theo là nghiền liên tục trong các rây khác nhau để thu được khối hạt mịn, sau đó xử lý bằng cách hóa lỏng bằng enzym và bằng cách giải phóng carotenoid ra môi trường nước. Trong pha tiếp theo, khối này được đưa lên màng để làm đặc sơ bộ và nhờ đó, lọc bằng một hoặc hai thể tích nước

để loại bỏ các chất tan trong nước. Tại thời điểm cuối của bước lọc thẩm tách, khối thu được được làm đông lạnh và rã đông ngay lập tức để đạt được nồng độ carotenoit cuối cùng và khối cuối cùng xử lý bằng tiệt trùng nhanh theo phương pháp Paxtor để thu được độ ổn định vi sinh vật và sinh hóa.

Nhờ đó, không giống như sáng chế, các tài liệu viện dẫn mô tả hệ nghiên cứu nguyên liệu thực vật, việc xử lý tích cực nguyên liệu đến hàm lượng được quan tâm, và cần lưu ý rằng, carotenoit rất nhạy đối với nhiệt độ cao hơn 65°C, ngay cả ở độ pH thấp như được nêu trong phần mô tả về nó. Ngoài ra, không giống như chính các tài liệu này, đơn sáng chế không bao gồm việc gia nhiệt đến mức cao hơn nhiệt độ này và nói chung, không bao gồm bước nào trong quy trình này, vì quy trình này làm thoái hóa các phân tử carotenoit một cách đáng kể và làm giảm chất lượng sản phẩm. Hơn nữa, trong quy trình theo sáng chế, không cần thiết phải làm đặc bằng phương pháp đông lạnh mà, quy trình theo sáng chế bao gồm bước lọc trên các màng vi xốp, sẽ làm giảm thể tích đến 30 lần, và nhờ đó, sẽ hiệu quả hơn.

Tương tự, tư liệu patent PI 0605425-0 mô tả quy trình chiết và tinh chế các hoạt chất có khả năng bắt màu ra khỏi chất nền rắn bằng cách sử dụng việc chiết siêu tới hạn bằng CO₂ để tạo ra chất màu từ bixin của màu vàng đỏ. Quy trình này sử dụng bước chiết và tinh chế bằng các cột hấp phụ và rửa giải được lắp với thiết bị chiết và thiết bị phân đoạn được lắp ráp theo chuỗi để có thể sử dụng hàng loạt hoặc theo mẻ. Quy trình này sử dụng dung dịch nước làm dung môi, mà ở giai đoạn cuối của quy trình này thì nước sẽ bay hơi ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 700°C để không làm thoái hóa bixin.

Việc thu hồi hỗn hợp carotenoit từ vi tảo (*Dunaliella salina*) được mô tả trong tư liệu patent số WO 98/28082. Công bố đơn này mô tả quy trình mà trong đó các tế bào thu gom bị phá vỡ và hỗn dịch thạch được tuần hoàn trong áp suất cao bằng cách bơm mạnh. Các tế bào có thể bị loại nước bằng các kỹ thuật phân tách hấp phụ bong bóng, bao gồm mạch phao nổi, có một vùng làm mỏng và một vùng làm đặc. Nếu nồng độ carotenoit cao hơn là cần thiết, thể đặc thạch có thể được lọc trong đơn vị vi lọc tiếp tuyến-dòng, không chứa các chất kết tụ và không làm mất carotenoit trong dịch thẩm.

Tư liệu patent PI 0006126-3 thể hiện quy trình chiết carotenoit và các chất chống

oxy hóa khác từ các mô thực vật được ép và được ủ từ trước. Các phân tử được quan tâm được thu hồi bằng cách kết tủa và xử lý nhiệt, chủ yếu là gia nhiệt tiếp theo là làm lạnh nhanh; theo cách này, dịch chiết chứa carotenoit được thu hồi ở dạng chất kết tủa.

Tư liệu patent PI 0416795-3 thể hiện quy trình tích hợp để chiết và tinh chế tocopherol, carotenoit và sterol từ dầu thực vật bằng quy trình este hóa cồn. Bản mô tả của patent này thông báo một lợi điểm của việc sử dụng quy trình này là sản xuất ra sản phẩm được làm giàu và tinh chế, không chứa yếu tố gây phân hủy đáng kể của các thành phần được quan tâm, như các đường mà bị loại bỏ do việc thẩm tách.

Ngoài các tài liệu nêu trên, tư liệu patent PI 0103885-0 thể hiện việc sản xuất dịch chiết bã cây điều đậm màu, thu được theo quy trình bao gồm bước làm ẩm phế liệu bã cây điều thu được từ bước chiết nước ép, bước ép hỗn hợp thu được, phân tách dịch chiết ra khỏi chất rắn và làm đặc nó bằng các thao tác ly tâm và lọc.

Đơn sáng chế đề cập đến sự phát triển kỹ thuật được nêu trong tài liệu PI 0103885-0, mà vốn có cùng tác giả và người nộp đơn với đơn sáng chế này, bằng cách kết hợp kỹ thuật này với các bước cần thiết để thu được sản phẩm có chất lượng cao và bằng cách sử dụng công nghệ để cho phép tối ưu hóa liên tục việc xử lý này.

Nhờ đó, không giống như các tài liệu của tình trạng kỹ thuật, sáng chế này dự định sẽ hoàn chỉnh việc sản xuất dịch chiết thô thu được từ phế liệu quả điều bằng công nghệ xử lý mới bao gồm việc kết hợp bước ép, ngâm tẩm với enzym và các kỹ thuật lọc sử dụng màng trong các bước có trình tự đặc biệt, để sản xuất dịch chiết được làm đặc và tinh chế cuối cùng thích hợp để sử dụng trong công nghiệp mà từ đó, các chất khác nhau được quan tâm trên thị trường được phân tách ra, từ chất màu đến thực phẩm chức năng. Ngoài ra, các tài liệu kỹ thuật không đề cập đến giải pháp tương đương để xử lý dịch chiết thô từ phế liệu quả điều và các tài liệu này cũng không mô tả quy trình hiệp đồng, như quy trình đưa nêu trong sáng chế, mà trong đó dịch chiết quả hoặc phế liệu sẽ phải xử lý sơ bộ tích hợp, như ép và ngâm tẩm với enzym để tối ưu hóa việc sản xuất hợp chất được quan tâm khi kết thúc quy trình kèm theo quy trình lọc và lọc thẩm tách cuối cùng, mà tạo ra sản phẩm có độ tinh khiết cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế mô tả quy trình làm đặc và tinh chế dịch chiết carotenoit thu được từ xơ cuống quả điều để sử dụng làm màu vàng tự nhiên bằng cách sử dụng màng vi lọc thẩm tách. Quy trình này xảy ra trong điều kiện có kiểm soát mà không sử dụng dung môi hữu cơ bất kỳ, bao gồm, tùy ý là, việc ngâm tẩm sơ bộ xơ quả điều bằng cách sử dụng enzym phá vỡ cấu trúc tế bào (pectinaza, amylaza, xenluloza và hemixenluloza), tác động lên mô xơ kết hợp với các thao tác ép có kiểm soát trong các chu kỳ chiết bằng nước liên tục. Nồng độ của dịch chiết không được xử lý thu được bằng cách ngâm/ép xảy ra ở nhiệt độ trong phòng bằng cách sử dụng màng gồm vi lọc và/hoặc siêu lọc dòng chảy tiếp tuyến. Sau đó, sản phẩm đặc được xử lý bằng các kỹ thuật màng lọc thẩm tách, nhờ đó, tách loại được phần lớn các thành phần không mong muốn và các thành phần có tác dụng làm hỏng. Thê đặc cuối có ứng dụng tiềm năng làm chất màu trong thực phẩm dùng cho người và thức ăn gia súc, có thể ứng dụng được trong các lĩnh vực nước ép quả uống liền và nước giải khát do độ tan đáng kể trong nước của nó. Dựa vào đặc tính của một số carotenoit có trong dịch chiết đặc và tinh chế cuối, người ta dự tính rằng nguyên liệu này có ứng dụng tiềm năng trong lĩnh vực thực phẩm chức năng như là tiền chất vitamin A và chất chống oxy hóa trong công nghiệp thực phẩm, dược phẩm và mỹ phẩm.

Mô tả văn tắt hình vẽ

Fig. 1 là sơ đồ minh họa các bước tổng quát của quy trình theo một lưu đồ. Các ký hiệu số ở hình vẽ tương ứng là:

- E0: phế liệu xơ thu được từ việc xử lý cuống quả điều;
- A: việc ép;
- M1: bổ sung các enzym để ngâm dịch chiết cần ép (tùy ý);
- E1: dịch chiết thô trong nước trung gian;
- B: sàng;
- E2: dịch chiết thô trong nước;
- C: lọc trên màng xốp vi lọc và/hoặc siêu lọc và lọc thẩm tách; và
- E3: dịch chiết làm đặc và tinh chế cuối cùng.

Fig. 2 là sơ đồ minh họa các bước tổng quát của quy trình này theo một lưu đồ

nhấn mạnh đến bước ép đã được tối ưu hóa. Các ký hiệu số được trình bày trên hình vẽ tương ứng là:

- M0: khối xơ điều để sản xuất nước ép;
- A0: ép để sản xuất nước ép;
- S0: tạo ra nước ép toàn phần;
- E0: phế liệu xơ thu được từ quá trình xử lý cưỡng điều;
- M: Ngâm tằm với enzym (tùy ý);
- M1: bổ sung các enzym để ngâm dịch chiết cần ép (tùy ý);
- A: bước ép để tạo ra dịch chiết E0;
- A1; A2; A3; A4; A5 và A6: chu kỳ ép dịch chiết E0;
- F1; F2; F3; F4; F5 và F6: phế liệu xơ của mỗi chu kỳ ép;
- S1; S2; S3; S4; S5 và S6: dịch chiết trong nước của mỗi chu kỳ ép;
- E1: dịch chiết thô trong nước trung gian;
- B: sàng;
- E2: dịch chiết thô trong nước;
- C: lọc trên màng xốp vi lọc và/hoặc siêu lọc và lọc thẩm tách; và
- E3: dịch chiết làm đặc và tinh chế cuối cùng.

Fig. 3 là sơ đồ thể hiện máy ép kiểu vít. Các ký hiệu số được trình bày trên hình vẽ tương ứng là:

- E0: phế liệu xơ thu được từ quá trình xử lý cưỡng điều;
- R: phế liệu xơ xả ra của mỗi chu kỳ ép;
- E1: dịch chiết thô trong nước trung gian;
- V: kiểm soát tốc độ quay tròn; và
- F: kiểm soát lực áp dụng.

Fig. 4 là sơ đồ thể hiện đơn vị thử nghiệm của thao tác lọc thẩm tách qua màng. Các ký hiệu số được trình bày trên hình vẽ tương ứng là:

- 1: nước;
- 2: giữ lại;
- 4A: bình nạp;
- 5A; 5B; 5C và 5D: các đơn vị hệ thống màng;
- 3A; 3B; 3C và 3D: dịch thẩm xả ra; và

4B: bể thu hồi dịch thấm.

Fig. 5 là sơ đồ thể hiện đơn vị thử nghiệm của thao tác lọc thẩm tách qua màng mô tả chi tiết các thiết bị được bao gồm trong đó. Các ký hiệu số được trình bày trên hình vẽ tương ứng là:

3A; 3B; 3C và 3D: dịch thấm xả ra;

4A: bình nạp;

5A; 5B; 5C và 5D: các đơn vị hệ thống màng;

6A: dịch nạp vào của thiết bị trao đổi nhiệt;

6B: dịch xả ra của thiết bị trao đổi nhiệt;

7A; 7B và 7C: đồng hồ đo áp lực;

8: nhiệt kế;

9A: van xả;

9B: van kiểm soát áp lực xuyên màng;

10: thiết bị trao đổi nhiệt; và

11: bơm.

Fig. 6 là lưu đồ của dịch thấm ($L/giờ/m^2$) là một hàm theo hệ số giảm thể tích đối với các áp lực xuyên màng khác nhau (T_{mp}).

Fig.7: lưu đồ của việc thấm ($L/giờ/m^2$) là một hàm của hệ số làm đặc trong hai tình huống khác nhau – có và không có bổ sung pectinaza– trong bước làm đặc hoàn toàn (lọc bằng màng xốp vi lọc và/hoặc siêu lọc và thẩm phân).

Fig. 8 bao gồm bốn đồ thị, trong đó lần lượt (8-I) thể hiện hệ số giảm thể tích (VRF), (8-II) hoặc thể tích thẩm phân giảm (RD), (8-III) cường độ lưu lượng dịch thấm (PF) và (8-IV) hàm lượng chất rắn tan (SSC), là một hàm theo thời gian trong quy trình làm đặc dịch chiết E2 trong hai tình huống khác nhau – có và không bổ sung pectinaza.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế khác với tình trạng kỹ thuật ở chỗ, sáng chế đề xuất quy trình kết hợp làm đặc và tinh chế bằng cách lọc thẩm tách với các kỹ thuật tinh chế dịch chiết thông thường từ dịch chiết thô của xơ điều.

Quy trình theo sáng chế cho phép sản xuất chất lỏng màu vàng nhót và màu sáng trên quy mô thương mại cho các mục đích khác nhau, như chất màu tự nhiên và chất chống oxy hóa trong công nghiệp thực phẩm, mỹ phẩm và dược phẩm.

Đối tượng của sáng chế bao gồm một tổ hợp các thao tác để nhằm thu được thể đặc chứa caroten và xanthophyl, nhấn mạnh đến auroxanthin ở dạng *cis* và *trans*, β -cryptoxanthin, mutatoxanthin và zeaxanthin. Tiếp theo các thành phần nêu trên là β -caroten và lutein theo thứ tự quan trọng, vì chúng có thành phần được làm giàu với một số carotenoit khác.

Quy trình được đề xuất bao gồm các bước sau, tương ứng với thông tin nêu trên fig. 1:

- A) Thu dịch chiết thô chứa carotenoit trong nước, E1, từ phế liệu xơ thu được từ quá trình xử lý cuống điều, E0, bằng cách ép. Trong bước này, tùy ý xử lý bằng enzym và việc xử lý này có thể xảy ra bằng cách bổ sung các enzym làm vỡ cấu trúc tế bào (pectinaza, amylaza, xenluloza và hemixenluloza) (M1);
- B) Sàng dịch chiết thô trung gian thu được (E1) ở mức chuẩn hóa ban đầu để tránh vấn đề làm tăng quá mức độ nhót trong pha cuối của quá trình xử lý màng, nhờ đó thu được dịch chiết thô E2;
- C) Làm đặc dịch chiết thô thu được, E2, bằng các kỹ thuật vi lọc trên màng xốp, để có hệ số làm đặc nằm trong khoảng từ 2 và 30 lần; và tiếp theo là loại bỏ dịch chiết khô tan được (các đường, chất khoáng và vitamin tan trong nước) được chứa trong dịch chiết đặc thông qua quy trình lọc thẩm tách trên lọc màng xốp vi lọc hoặc siêu lọc, nhờ đó làm tăng độ tinh khiết của carotenoit có mặt và tăng cường độ ổn định vi sinh vật và sinh hóa. Sản phẩm thu được của (C) là dịch chiết đặc cuối cùng E3.

Xét thấy độ pH của dịch chiết thô (E2) đã nằm trong khoảng từ 3,5 và 5,0, nên không có nhu cầu chỉnh sửa giá trị này nhằm đạt đến độ ổn định đáng kể của carotenoit có trong dịch chiết đặc và tinh chế cuối cùng.

Bước thứ nhất của quy trình (A) để sản xuất dịch chiết thô dựa vào việc tối ưu hóa quy trình được đề xuất trong tư liệu patent Braxin PI 0103885-0. Nhờ đó, công nghệ phát triển được nêu bao gồm việc sử dụng dịch chiết này cho thao tác/quy trình

làm đặc và tinh chế nhằm thu được sản phẩm có nồng độ carotenoit cao.

Trước khi bắt đầu quy trình này, quả điều được thu hồi và đưa đến bộ phận thu nhận của đơn vị chế biến, mà ở đó, nhân hạt được lấy ra ngay lập tức, và cuống tách ra được lựa chọn và rửa sạch các chất bẩn và các thành phần không mong muốn để chế biến nước ép.

Sau đó, cuống được ép trực tiếp trong thiết bị ép đùn hoặc thiết bị ép vít, điển hình của việc chế biến nước ép quả điều và gia vị cajuína trong các đơn vị chế biến ở vùng Đông Bắc Braxin. Trong bước này, khoảng 80% nước ép toàn phần và 20% phế liệu xơ được tạo ra, như được mô tả trong PI 0103885-0. Nhờ đó, xơ (E0) được làm ẩm để ép theo tỷ lệ từ một đến hai phần xơ cho mỗi phần nước.

Sau đó, quy trình theo sáng chế bắt đầu bằng bước (A) gồm một loạt các thao tác ép trên E0 để thu được dịch chiết trung gian (E2). Trong bước này, các enzym bán trên thị trường có hoạt tính phân giải pectin, phân giải tinh bột và phân giải xenlulo có thể được bổ sung hoặc không để làm tăng hiệu suất ép, nếu cần. Các enzym bổ sung có thể chiếm đến 0,5% lượng xơ, thường là 0,2%.

Sau khi thu được dịch chiết thô E2, dịch chiết này được đưa vào bước (B), mà ở đó dịch chiết được sàng với cỡ sàng nằm trong khoảng từ 0,1 và 1,0 mm, nhằm tiêu chuẩn hóa ban đầu để tránh vấn đề làm tăng độ nhớt quá mức trong pha cuối của quy trình xử lý màng.

Sau đó, việc xử lý dịch chiết thô bằng màng vi lọc xốp được thực hiện trong (C) nhằm làm giảm sơ bộ lượng nước được bổ sung trong bước chiết nhờ sự hỗ trợ của enzym trong pha trước, nếu hiện tượng này xảy ra. Sau đó, bước (C) được xử lý thành pha riêng biệt: pha thứ nhất (C1) mà trong đó thể tích của bình nạp (1A) được giữ không đổi đến khi nồng độ của dịch chiết thô đạt đến hệ số giảm thể tích (VRF) nằm trong khoảng từ 2 đến 30 hoặc đến khi cạn hết thể tích dịch chiết thô được bổ sung, trong đó, thời điểm này sẽ bắt đầu pha làm đặc (C2) mà làm giảm tối đa thể tích của dịch chiết được làm đặc bên trong hệ tuần hoàn, ở đây được gọi là giữ lại, đến giới hạn tuần hoàn thấp nhất trong tập hợp các màng. Trong tình huống này, cần tránh thông khí cho khoang chứa, và cần giữ thể tích mà không cho phép thông khí nhờ bơm tuần hoàn.

Nhờ đó, việc làm đặc sơ bộ ở nhiệt độ mát được tăng cường, bằng cách sử dụng công nghệ lọc trên màng vi xốp nhôm oxit, hoặc nhôm đơn thuần, trong đó nguyên liệu khác có khả năng được sử dụng. Các màng này có khả năng giữ lại toàn bộ carotenoit và các phân tử kỵ nước khác và, do đặc tính này, chúng được sử dụng làm phương tiện để lưu giữ carotenoit được chứa trong dịch chiết.

Nhờ đó, trong bước (C) cuối cùng này, sau C1 và C2, mà trong đó pha làm đặc sơ bộ xảy ra và hệ số làm đặc được tăng lên đến khi việc tuần hoàn bên trong hệ thống đến giới hạn thấp nhất của bình nạp của đơn vị vi lọc, pha C3 được xử lý, cùng với việc tinh chế dịch chiết đặc thu được sau C1 và C2 bằng cách thực hiện quy trình lọc thẩm tách trên màng vi lọc.

Nhờ đó, cái được giữ lại khi kết thúc (C2) được đưa vào lọc thẩm tách (C3) trong đó thể tích nước tinh khiết (thể tích thẩm tách) được bổ sung đến khi đạt đến hàm lượng chất rắn tan được mong muốn ($^{\circ}\text{Brix}$).

Toàn bộ thao tác được thực hiện trong điều kiện nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C nhằm duy trì đặc tính chức năng của carotenoit mà sẽ thu được khi tinh chế dung dịch đặc bằng cách lọc thẩm tách khi kết thúc quy trình này.

Do sự có mặt của các đường có thể lên men ở nồng độ thấp, sản phẩm thu được có thể được bảo quản ở nhiệt độ lạnh để sử dụng sau.

Sản phẩm cuối cũng có thể được xử lý nhiệt để tạo ra độ bền tốt hơn, mặc dù việc sử dụng nhiệt được tránh trong toàn bộ quy trình, vì nó sẽ làm hỏng hàm lượng carotenoit, làm điều chỉnh đặc tính phân tử và cũng tác dụng như vậy đến hoạt tính tiền vitamin và chống oxy hóa. Nói cách khác, ngay cả khi nó được xử lý nhiệt, sản phẩm cuối vẫn có độ đậm màu để sử dụng trong lĩnh vực thực phẩm và dược phẩm.

Thể đặc carotenoit (E3) thu được có đặc tính là dịch chiết trong nước, ở dạng nhũ dịch màu vàng sáng với khả năng nhuộm màu nước ép thành sắc màu vàng và màu vàng-cam để sử dụng trong thực phẩm và nước giải khát. Theo cách này, sản phẩm có thể được sử dụng làm chất màu thực phẩm màu vàng tự nhiên; chất chống oxy hóa tự nhiên ở dạng viên nang (nutraceuticals); tiền vitamin A và vẫn có thể phân đoạn để phân

tách các nhóm carotenoit có chức năng đặc hiệu.

Về bước (C), quan trọng là xác định được đơn vị thử nghiệm để vi lọc tiếp tuyến, được nêu trên sơ đồ trong các Fig. 4 và 5, mà trong đó dung môi được sử dụng là nước.

Đơn vị vi lọc có một tập hợp gồm bốn màng, tốt hơn nếu được làm bằng nhôm oxit (Membralox®), trong khi các kiểu màng khác có thể được sử dụng tùy ý, để không làm giới hạn phương án theo sáng chế ở kiểu màng này. Bình nạp (4A) có dung tích 3L đến 10L với bốn modul sắp xếp theo loạt, mỗi modul gồm màng gồm với diện tích lọc từ 0,0001 đến 0,0900 m², theo các phương án được ưu tiên ít nhất là 0,0055 m² và đường kính lỗ xốp từ 0,01 µm đến 0,5 µm, lý tưởng là 0,2 µm. Áp suất của bốn vùng vi lọc là: P1 = 275 kPa (2,75 bar); P2 = 225 kPa (2,25 bar); P3 = 175 kPa (1,75 bar) và P4 = 125 kPa (1,25 bar), trong đó, tất cả các áp suất này, cũng như áp suất hệ thống, có thể thay đổi từ 0,5 đến 10,0 bar (từ 50 đến 100 kPa). Dựa vào số liệu hiện có, các phương án theo sáng chế bao gồm việc tái chọn cỡ trên cơ sở cùng các thông số, mà sử dụng khái niệm cơ bản để xử lý các thể tích mong muốn của phế liệu cuống quả điều.

Bơm trục vít (Moineau) mà có công suất đạt đến ít nhất là 1,0 CV, cao hơn hoặc thấp hơn là một hàm theo lượng cần được xử lý, được nêu trong mục (11) của Fig. 5, cho phép áp suất lỏng và dòng tiếp tuyến của nó trong hệ thống. Tốc độ tiếp tuyến được cố định ở giá trị nằm trong khoảng từ 1 mét/giây đến 10 mét/giây và cái được giữ lại được tiếp tục tuần hoàn trong hệ thống lọc. Thể tích tối đa của hệ thống được tính là 1,3 L đối với bình nạp có dung tích 3 L, được phân bố trong các chi tiết cấu thành (bơm, ống, màng và khay).

Đơn vị vi lọc cho phép kiểm soát một loạt các thông số, trong số đó: áp suất xuyên màng, nhiệt độ chung của hệ thống, tốc độ tiếp tuyến và, như đã nêu, pha này bao gồm chính việc lọc thẩm tách theo một mô hình gồm ba pha, tương đương với C1, C2 và C3 đã được nêu từ trước: (1) làm đặc sơ bộ, ở thể tích hằng định (C1); (2) làm đặc tại các thể tích thay đổi (C2); và (3) lọc thẩm tách/tinh chế ở thể tích hằng định (C3).

Điều kiện xử lý chung để tinh chế carotenoit từ phế liệu xơ thu được từ quá trình xử lý cuống điều bao gồm việc kiểm tra các thông số xử lý khác nhau. Nhiệt độ được

kiểm tra bằng thiết bị trao đổi nhiệt (10), như được chỉ ra trên fig. 5, được lắp đặt trong mạch tuần hoàn của cái được giữ lại bằng cách sử dụng năng lượng trong lớp áo ngoài đến các ống không gi bằng nước nguội hoặc nước nóng để thu được độ ổn định nhiệt độ nằm trong khoảng cần thiết, mà từ 38 đến 42°C. Khi xử lý carotenoid, nhiệt độ này có thể mở rộng nằm trong khoảng từ 10 đến 85°C, phụ thuộc vào mục đích đặt ra cho sản phẩm mong muốn cuối cùng. Dựa vào con đường chuyển hóa để thoái biến carotenoid, có thể xuất hiện một mối quan tâm khác về các phân tử đặc hiệu mà làm thoái hóa sản phẩm mang hoạt tính nhuộm màu đậm hơn trạng thái tự nhiên của nó và, trong trường hợp khác, vẫn có nhu cầu duy trì tính nguyên vẹn của các phân tử. Nhờ đó, theo sản phẩm đích, nhiệt độ thấp hoặc cao hơn được sử dụng. Tốc độ tiếp tuyến được cố định bằng cách kiểm soát sự quay tròn của động cơ của bơm được sử dụng (11), cũng được nêu trên fig. 5, trong đó sự quay tròn có thể được kiểm soát nhờ việc sử dụng thiết bị biến tần để làm tăng hoặc làm giảm vận tốc là một hàm tự nhiên của nguyên liệu được xử lý (nhớt hơn hoặc kém nhớt hơn). và áp lực xuyên màng được kiểm soát bằng van kiểm soát áp suất đầu vào (9A) và đầu ra (9B) cuối cùng của hệ thống thử nghiệm, được nêu trên fig. 5. Phụ thuộc vào sức kháng cơ học của màng được sử dụng, có thể sử dụng tốc độ dòng chảy chất lưu cao hơn hay thấp hơn, nhờ đó làm tăng sức chảy và, dẫn đến quy trình tự làm sạch của bề mặt lọc, làm tăng lưu lượng dòng thấm trung bình. Trong trường hợp này, áp suất xuyên màng trung bình từ 100 đến 500 kPa trong hệ thống, tốt hơn nếu là 270 kPa, là được khuyến cáo, nhờ các đặc tính của hệ thống và của bơm dẫn đến động năng; tuy nhiên, áp suất có thể được điều chỉnh đến giá trị khác theo nhu cầu/dung tích của hệ thống sản xuất.

Việc lựa chọn hệ thống lọc thẩm tách ở thể tích hằng định được xác lập theo quan điểm làm tối ưu hóa việc sử dụng nước để làm một thành phần của việc lọc thẩm tách (dung môi). Vì nguồn tự nhiên này bị khan hiếm ở các vùng mà cây điều sinh trưởng và hệ thống này sử dụng ít nước, nên hệ thống này là một thành công đáng kể. Tuy nhiên, việc sử dụng hệ thống lọc thẩm tách với các thể tích dịch chiết và xơ quả điều khác nhau không được loại trừ.

Nhờ đó, cần lưu ý rằng công nghệ này là quan trọng cho nhiều ứng dụng và thiết bị thích hợp để sử dụng, cũng như các thông số thao tác. Nhờ đó, các thiết bị và các thông số được nêu trong các ví dụ và/hoặc phân mô tả của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được khám phá bằng các ví dụ sau.

Ví dụ 1 – Sản xuất dịch chiết carotenoid tinh chế

Dịch chiết carotenoid trong nước thô thu được, được nêu trên fig. 1 là E1, từ phế liệu xơ thu được từ quy trình xử lý cuống quả điều (E0) và bằng sáu chu kỳ ép liên tiếp, như được chỉ ra trên fig. 1 và 2 bằng thao tác (A), mà bao gồm việc bổ sung pectinaza, như được nêu trên fig. 2 bằng thao tác (M). Nước được bổ sung vào khối xơ quả điều (M0) (1:1 khối/khối) và được đưa vào bước ép trong thiết bị ép kiểu INCOMAP-300 (300 kg/giờ dung tích danh nghĩa) để sản xuất nước ép, tạo ra dịch chiết phế liệu thô (E0) và nước ép toàn phần (S0). Sau đó, nước và pectinaza (500 mg/kg pectinaza Pectinex SP-L - Ultrazymes®) được bổ sung vào phế liệu xơ (E0) và nguyên liệu được đồng hóa. Nhiệt độ được giữ ở các giá trị từ 50 đến 55°C và cùng máy ép được sử dụng (lực 2500 N) để đưa nguyên liệu vào sáu chu kỳ ép liên tiếp, cùng với việc tái kết hợp các dịch chiết (S1 đến S5) và khối sợi (F1 đến F6) thu được trong mỗi bước ép (A) (A1 đến A6), như được minh họa trên fig. 2. Fig. 3 thể hiện sơ đồ máy ép được sử dụng.

Sau bước ép, nhũ dịch có màu vàng do sự có mặt của carotenoid thu được. Nhũ dịch này được lọc trên sàng thép không gỉ cỡ 0,30 mm để loại bỏ các phần tử lơ lửng. Dịch chiết thu được sau bước sàng, E2, được gọi là dịch chiết thô trong nước, và được bảo quản trong tủ lạnh (-20°C) trong các bao gói bằng polyethylene mật độ thấp để bảo quản trước quy trình làm đặc (C).

Tiếp theo là bước làm đặc (C) sử dụng các kỹ thuật vi lọc tiếp tuyến. Hệ bốn màng MEMBRALOX (PALL-EXEKIA), với diện tích lọc 0,22 m² và đường kính lỗ 0,2 µm, được làm bằng nhôm oxit thuộc kiểu ống đơn được sử dụng. Áp suất hệ thống là 2,75 bar, nhiệt độ được cài đặt ở 40°C (±2°C). Quy trình này được thực hiện với hệ số làm đặc bằng 13. Việc làm đặc bằng các kỹ thuật vi lọc qua màng vi xốp được thực hiện trong ba pha: pha thứ nhất mà trong đó thể tích của bình nạp được giữ không đổi đến khi cạn hết của thể tích của dịch chiết thô, trong đó, tại thời điểm này, pha làm đặc bắt đầu bằng việc làm giảm tối đa thể tích của dịch chiết được làm đặc bên trong thống tuần hoàn hệ, ở đây được gọi là “giữ lại”, đến giới hạn tuần hoàn thấp nhất trong tập hợp các màng; và pha thứ ba mà trong đó việc lọc thẩm tách trên màng xốp vi lọc cỡ micro xảy

ra với thể tích nước tinh khiết bổ sung đến khi đạt đến hàm lượng chất rắn tan được nằm trong khoảng từ 20 và 30 °Brix.

Hiệu suất của thao tác từ 1000 kg cuống của quả điều là khoảng từ 30 đến 40 kg dịch thâm tách được làm đặc (E3).

Hàm lượng carotenoid toàn phần trong cả dịch chiết thô trung gian (E1) và thể đặc dịch chiết cuối cùng (E3) được phân tích bằng sắc ký lỏng, như được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Hàm lượng carotenoid (mg/kg) trong dịch chiết thô của xơ quả điều (E1) thu được trong sáu chu kỳ ép liên tiếp và trong thể đặc cuối của dịch chiết (E3).

Carotenoid	Dịch chiết thô (E1)	Dịch chiết đặc (E3)
Auroxanthin (<i>cis</i> và <i>trans</i>)	3,08	16,10
Mutatoxanthin <i>trans</i>	0,62	2,50
Lutein	1,04	4,70
Mutatoxanthin <i>cis</i>	1,25	6,30
Zeaxanthin	1,10	5,60
<i>Cis</i> antheraxanthin	0,20	0,80
β -Cryptoxanthin	1,52	8,00
13- <i>cis</i> - β -caroten	0,13	0,70
α -Caroten	0,09	0,60
β -caroten	0,52	2,50
<i>Các chất khác</i>	0,85	6,40
<i>Carotenoid toàn phần</i>	10,40	54,20

Ví dụ 2 – So sánh giữa việc chiết có sử dụng và không sử dụng các enzym

100 kg mẻ xơ thô (E0) được sử dụng và ép bằng thiết bị ép INCOMAP 300 trong sáu chu kỳ ép. Dịch chiết được đưa vào hai quy trình: quy trình thứ nhất (I), kèm theo 500 mg/kg pectinaza có bán trên thị trường (Pectinex SP-L - Ultrazymes®) và, quy trình thứ hai (II), không kèm theo pectinaza bổ sung, các điều kiện thao tác khác được giữ giống như điều kiện tối ưu hóa đã xác lập cho quy trình được đề xuất trong sáng chế.

Trong cả hai quy trình của ví dụ (I và II) này, 20 L dịch chiết thô thu được từ bước ép đã nêu được sử dụng, mà được đưa vào bap ha trong (C): làm đặc sơ bộ bằng cách làm giảm nồng độ của lượng nạp vào bình chứa và; bước lọc thẩm tách cuối. Việc lọc thẩm tách bắt đầu khi hệ thống đạt đến thể tích tuần hoàn thấp hơn của cái được giữ lại, và bắt đầu từ điểm này, thể tích tuần hoàn được giữ không đổi đến khi kết thúc quy trình này. Hệ thống được sử dụng có bình nạp có dung tích 3,0 L.

Nhờ đó, việc làm đặc sơ bộ được thực hiện sơ bộ ở thể tích không đổi của bình nạp, trong đó hệ số làm đặc mang lại giá trị khoảng 5 và sau đó, pha làm đặc thứ hai có kèm theo làm giảm thể tích bình đến thể tích ít nhất có thể, khi hệ số làm đặc đạt đến giá trị tối đa, mà không làm ảnh hưởng đến hàm lượng carotenoid. Sau khi đạt đến hệ số làm đặc tối đa trong hệ vi lọc, pha tinh chế cuối cùng bằng cách lọc thẩm tách cái được giữ lại được thực hiện tại điều kiện hạn chế của thể tích tuần hoàn, mà từ 1,3 đến 1,5 L trong đơn vị vi lọc thử nghiệm.

Trong tất cả các pha của quy trình, cá điều kiện thao tác được điều chỉnh là: nhiệt độ nạp dịch chiết thô là 40°C (± 2), áp suất xuyên màng trung bình là 2,75 bar ($\pm 0,3$) và tốc độ là 6,0 mét/giây.

Trong ví dụ này, các thông số nêu trong bước (C) được giải thích. Phương pháp được sử dụng bao gồm pha làm đặc sơ bộ ban đầu mà làm tăng hệ số làm đặc vào hệ thống tuần hoàn ở giới hạn thấp nhất của bình nạp của đơn vị vi lọc thử nghiệm, tiếp theo là pha tinh chế của dịch chiết được làm đặc bằng cách lọc thẩm tách trên màng vi lọc, như được thể hiện cao hơn. Ngoài ra, các mẫu để phân tích tính năng của quy trình toàn cầu được lấy cứ mỗi 10 phút, trong đó các phần phân ước của mẫu thấm được thu gom và thể tích trong các ống thử nghiệm được chia độ chính xác được đem đi đo giá trị hóa lý. Trong pha lọc thẩm tách, trong mỗi mẫu thấm, một thể tích nước cất tương đương được bổ sung để giữ hàm lượng chất rắn tan được toàn phần gần bằng 0 khi kết thúc quy trình này, miễn là làm tăng độ tinh khiết của carotenoid có trong thể đặc cuối.

Trong cả phần (I) và (II), quy trình toàn cầu để làm đặc và thẩm phân 20 lit được sử dụng trong mỗi thử nghiệm sẽ tốn khoảng 10 giờ cho mỗi thử nghiệm. Phương pháp này dẫn đến việc sản xuất dịch chiết được làm đặc đạt đến hệ số làm đặc từ 20 đến 30 lần so với thể tích ban đầu được sử dụng trong pha làm đặc, với tính năng lưu lượng

dòng thấm tốt được duy trì ngay cả khi đạt đến giá trị cao của hệ số giảm thể tích (VRF).

Ngoài thử nghiệm (I) và (II), các việc trung gian được thực hiện trong pha thử nghiệm mà bao gồm việc xử lý bằng các enzym phân giải pectin, phân giải xenlulo và phân giải tinh bột với mục đích kiểm tra tập tính của quy trình này khi dịch chiết được cho vào hoặc không được cho vào bước xử lý sơ bộ trước khi thực hiện thao tác làm đặc. Lưu lượng dòng thấm đều cao trong tất cả các bước xử lý; tuy nhiên, các giá trị này cao hơn đáng kể khi xử lý bằng pectinaza và amylaza. Do đó, người ta khuyến cáo thực hiện các công việc lọc thấm tách tiếp theo bằng cách sử dụng các enzym. Lưu lượng dòng thấm trong bước này vẫn được giữ ở mức cao nhất, vì việc lọc thấm tách bao gồm việc bổ sung dung môi (trong trường hợp này, nước được bổ sung, mặc dù dung môi khác có thể được sử dụng) để loại trừ các thành phần tan trong nước mà có thể gây ra các vấn đề sau, như lên men và tương tác hóa học và sinh hóa với các thành phần được quan tâm. Trong bước này, lưu lượng dòng thấm được duy trì trong khoảng 130 L/giờ/m² đối với việc xử lý bằng enzym và 80 L/giờ/m² đối với việc xử lý không bằng enzym.

Bảng 2 thể hiện giá trị trung bình toàn cầu của tất cả các thông số quan sát được trong quy trình làm đặc và tinh chế bằng cách lọc thấm tách dịch chiết trong nước được làm giàu carotenoit thu được từ phế liệu xơ của cuống quả điều trong quy trình chế biến nước ép toàn phần đối với (I) và (II).

Bảng 2 – Giá trị trung bình toàn cầu của tất cả các thông số quan sát được trong quy trình làm đặc và tinh chế bằng cách lọc thấm tách.

Thông số của quy trình và kết quả chính	Chứa 500 mg/kg pectinaza (I)	Không chứa pectinaza (II)
Thể tích nạp vào (mL)	20000,00	20000,00
Thể tích bình nạp (mL)	3000,00	3000,00
Thể tích lọc thấm tách (mL)	1320,00	1170,00
Thể tích nước đã được sử dụng trong bước lọc thấm tách (mL)	5889,20	5552,60
Lưu lượng dòng thấm trung bình	130,80	80,40

(L/giờ/m ²)		
Hệ số giảm thể tích – VRF	19,06	17,80
Dịch chiết khô tan được ban đầu (g/L)	52,00	52,00
Dịch chiết khô tan được cuối cùng (g/100mL)	2,00	5,00
Chất khô toàn phần ban đầu (g/L)	64,80	64,70
Chất khô toàn phần cuối cùng (g/L)	256,80	237,80
Chất khô không tan ban đầu (g/L)	12,80	12,50
Chất khô không tan cuối cùng (g/L)	244,00	223,00
Carotenoid toàn phần– ban đầu (g/L) *	0,38 x10 ⁻²	0,33x10 ⁻²
Carotenoid toàn phần– cuối cùng (g/L)	0,73 x10 ⁻¹	0,53x10 ⁻¹
*		

* phân tích mẫu lặp ba

Ngoài ra, các giá trị biến thiên của các đặc tính hóa lý quan sát được trong sản phẩm cuối của bước lọc thẩm tách (dịch chiết đặc cuối cùng) bằng cách sử dụng (I) được thể hiện ngắn gọn trong Bảng 3. Từ các kết quả này, có thể đạt đến nồng độ dịch chiết cuối cùng (E3) có các thành phần cao hơn gấp 10 lần so với các thành phần được chứa trong dịch chiết thô (E1). Ngoài ra, có thể quan sát được rằng tác dụng hiệp đồng giữa các quy trình ép tối ưu hóa kết hợp với việc sử dụng các enzym và việc sử dụng các kỹ thuật vi lọc là tích cực, vì nó cho phép nồng độ toàn phần carotenoid tăng đến 75%.

Bảng 3 –Các đặc tính hóa lý của dịch chiết cuối cùng thu được sau bước lọc thẩm tách (E3).

Các thông số hóa lý	Giá trị
Chất rắn tan toàn phần (g/100mL)	0,5 đến 1,5
Dịch chiết khô toàn phần (g/L)	237,8 đến 250,5
Dịch chiết khô không tan (g/L)	223 a 260
Carotenoid toàn phần (mg/L)	0,053 đến 0,53
Độ pH	4,5 đến 4,7

Axit ascorbic (g/100mL)	Dưới mức có thể phát hiện
Các đường toàn phần (g/100mL)	0,2 đến 1,3
Độ axit tính theo % axit xitric (g/100mL)	1,26 đến 1,78
Polyphenol toàn phần tính theo axit tannic (mg/100mL)	250 đến 500

Ví dụ 3 – Ứng dụng dịch chiết tinh chế làm chất màu

Liên quan đến ứng dụng của dịch chiết được làm đặc và tinh chế thu được khi kết thúc quy trình này được mô tả trong Ví dụ 1, có thể thấy rằng việc bổ sung từ 0,5 đến 3,0% dịch chiết được làm đặc vào nước ép và nước giải khát đủ để đạt đến màu vàng điển hình.

Ví dụ 4 – Các nghiên cứu so sánh về bước làm đặc (C)

Trong bước cuối cùng của quy trình lọc (C) bằng cách sử dụng màng vi xốp, việc lấy mẫu thẩm được thực hiện trong hệ thống mà không cần thay nguồn điện đến khi giới hạn thao tác của thiết bị thử, với thể tích ít nhất có thể là khoảng 1,5 lit. Bắt đầu từ điểm này, bước lọc thẩm tách bắt đầu (C3), và nhờ đó thể tích nước (thể tích thẩm tách) được bổ sung, hàm lượng chất rắn tan (°Brix) được sử dụng để làm thông số đối chứng cứ mỗi 10 phút.

Kết thúc của quy trình này được thể hiện khi các chất rắn tan đối chứng đạt đến giá trị nằm trong khoảng từ 0 đến 10,0 g/kg, cho thấy nguyên liệu tan trong nước (đường, muối khoáng và vitamin) bị loại bỏ bằng thao tác lọc thẩm tách. Các mẫu để phân tích được thu gom trong ba bước: dịch chiết thô nạp vào, dịch thẩm và cái được giữ lại cuối cùng.

Fig. 4 và 5 thể hiện các chi tiết của thao tác lọc thẩm tách – bước (C), mà trong đó dung môi là nước. Lọc thẩm tách, như được nêu trên fig. 2, được thực hiện trong ba pha:

- bước thứ nhất: làm đặc sơ bộ ở thể tích không đổi của bình chứa là 3,0 lit và nạp lại dịch chiết thô đến khi cạn hết toàn bộ thể tích để tinh chế bằng cách lọc thẩm tách.
- bước thứ hai: Ngừng nạp dịch chiết thô. Thể tích bình chứa giảm đến khi đạt đến điểm làm đặc tối đa.
- bước thứ ba: đây chính là pha lọc thẩm tách, khi thể tích của mỗi dịch lọc (thẩm) được thu gom, và sau đó, bình chứa được tái nạp đầy bằng cùng thể tích nước khử khoáng để đạt đến hàm lượng chất rắn tan được ít nhất (gần bằng không) trong cái được giữ lại cuối cùng.

Việc lấy mẫu thẩm chỉ được thực hiện bằng cách đo mật độ lưu lượng dòng thẩm. Từ lúc bắt đầu của pha lọc thẩm tách, thiết bị phân đoạn kỹ thuật số ATAGO được sử dụng để đo hàm lượng chất rắn tan toàn phần (°Brix), theo dõi nó để giữ ở giá trị gần bằng không. Tất cả các nguyên liệu tan có trong dịch thẩm bị loại bỏ ngẫu nhiên phần không tan của dịch chiết bằng nước, được làm giàu bằng carotenoit, được để bên trong hệ thống tuần hoàn.

Quyết định thực hiện bước lọc thẩm tách chỉ trong in pha làm đặc cuối là do một thực tế rằng việc tiêu thụ nước trong các điều kiện này có thể là quan trọng cho dự án của nhà máy ở quy mô công nghiệp. Có thể lưu ý rằng, trong các điều kiện mà thể tích lưu giữ của bình nạp ít nhất, bước lọc thẩm tách được xử lý nhanh hơn và cần phải cẩn thận hơn để làm thông khí cho sản phẩm được thao tác trong các điều kiện này.

Trong pha này, việc chiết thẩm được đền bù bằng cách bổ sung nước cất vào bình nạp cứ mỗi 10 phút. Hàm lượng chất rắn là chỉ báo rửa được đo trong dịch thẩm tại mỗi bước việc. Việc lọc thẩm tách bị ngừng khi thông số này đạt đến giá trị 0 và 10 g/kg trong dịch thẩm. Trong bước lọc thẩm tách, thể tích giữ lại vẫn không đổi và VRF cũng không bị thay đổi.

Bản thân bước làm đặc (trước khi xúc tiến việc lọc thẩm tách) được chia thành hai pha: làm đặc sơ bộ ở thể tích không đổi của bình chứa, và nạp lại dịch chiết thô vào đó và bước thứ hai là làm giảm liên tục thể tích dịch chiết đến giới hạn thấp nhất của bình nạp của đơn vị thử nghiệm. Hệ thống này thường vận hành việc lọc thẩm tách

bằng cách xem xét đến việc nạp xơ quả điều vào dịch chiết, thu thể tích 1500 mL tại thời điểm cuối của bước làm đặc. Thể tích cao hơn một chút so với giới hạn thấp nhất là 1000 mL được sử dụng trong đơn vị thử nghiệm nhằm tránh việc tiếp xúc không mong muốn với không khí. Đối với mỗi bước, điều quan trọng là thiết lập hệ số giảm thể tích, như được giải thích dưới đây.

Bước làm đặc sơ bộ: để tính toán hệ số giảm thể tích tương ứng, tỷ số giữa nà thể tích của dịch chiết được cung cấp vào mạch và thể tích giữ lại được sử dụng. Trong pha này, thể tích được nạp dịch chiết thô (V_A) sẽ bằng với thể tích thấm (V_P) trong cả quy trình. Thể tích giữ lại (V_R) tương ứng với thể tích bình chứa (V_B). Nhờ đó, trong pha này, th VRF được tính như sau:

$$VRF = 1 + V_P / V_B, \text{ trong đó}$$

V_P : thể tích dịch thấm được chiết tại mỗi thời điểm thu gom mẫu (mL).

V_B : thể tích bình nạp (mL).

Trong trường hợp này, thể tích bình chứa được cố định ở 3000 ml trong toàn bộ pha làm đặc sơ bộ.

Bước làm đặc: trong pha này, thể tích bình chứa thay đổi và thể tích dịch thấm được chiết liên tục cứ mỗi 10 phút, mặc dù việc chiết này không được bù lại bằng cách bổ sung dịch chiết vào bình nạp. Nhờ đó, thể tích của sản phẩm tuần hoàn giảm nhanh hơn và làm đặc theo cách không tuyến tính. Tại thời điểm này, việc tính toán sự thay đổi VRF cũng thay đổi theo bước làm đặc sơ bộ và được tính toán bằng cách lấy thể tích tuần hoàn giảm của cùng phần thu gom trong thể tích dịch thấm. Điều này có nghĩa là thể tích tuần hoàn là thể tích ban đầu trừ đi thể tích thu gom được tích lũy tại mỗi thời điểm lấy mẫu dịch thấm trong pha này. Công thức tính toán cho mỗi lần lấy mẫu dịch thấm trong bước này là:

$$VRF = 1 + [V_{PC} / (V_B - V_P)], \text{ trong đó}$$

V_{PC} : thể tích tích lũy của dịch thấm trong toàn bộ quy trình (mL).

V_B : thể tích bình nạp (mL).

V_P : thể tích tích lũy của dịch thấm trong pha làm đặc (mL).

Bước tinh chế (lọc thẩm tách): trong pha này không có thể đặc và thể tích của bình chứa vẫn được duy trì đến khi kết thúc bước lọc thẩm tách, mà hàm lượng chất rắn tan từ 0 đến 10,0 g/kg, được đo bằng thiết bị phân đoạn trong mỗi mẫu thể tích thẩm tách trong bước lọc thẩm tách. Khi kết thúc bước này, các thao tác được hoàn thành và các mẫu của cuối cùng giữ lại được thu gom để phân tích đối chứng và lên mô hình.

Kết quả của các phân tích khác nhau được thực hiện trong các thử nghiệm, việc giải phóng lưu lượng dòng thấm là một hàm của hệ số giảm thể tích trong bước vi lọc và lọc thẩm tách được thể hiện trên biểu đồ trên fig. 6, dưới các áp suất xuyên màng khác nhau.

Ngoài ra, như được chỉ ra trong ví dụ trước và được thể hiện trên biểu đồ trên fig. 7, mẫu này được đưa vào để xử lý sơ bộ enzym có độ ổn định trung bình 130 L/giờ/m² và không cần xử lý sơ bộ thể hiện giá trị thấp hơn 80 L/giờ/m², nhờ đó gợi ý tính năng áp dụng công nghiệp tốt và ứng dụng của quy trình đề xuất, ngay cả đối với các mẫu không chứa pectinaza.

Hơn nữa, việc phân tích biểu đồ trên fig. 7 chỉ ra rằng việc xử lý bằng pectinaza có hệ số làm đặc cao hơn, đạt đến giá trị khoảng 19, trong khi mẫu không chứa pectinaza-có giá trị thấp hơn, với hệ số làm đặc khoảng 17,8. Ngay cả nếu tác giả sáng chế coi giá trị của hệ số làm đặc là rất giống nhau, điều quan trọng là quan sát thấy thời gian đạt đến mức độ đặc rất khác nhau đối với mỗi trường hợp. Việc xử lý bằng pectinaza thể hiện tính năng tốt của lưu lượng dòng thấm mà ổn định trong pha làm đặc sơ bộ (C1), trong khi việc xử lý không sử dụng pectinaza chỉ thể hiện dòng ổn định tại thời điểm bắt đầu pha làm đặc (C2) bằng cách làm giảm thể tích tuần hoàn mà không cần nạp lại.

Để minh họa tốt hơn dữ liệu này, các biểu đồ trên fig. 8 thể hiện tập tính chung của thể đặc dịch chiết và lọc thẩm tách là một hàm theo thời gian của quy trình này. Theo cách này, fig. 8 thể hiện bốn biểu đồ, trong đó (8-I) lần lượt thể hiện hệ số giảm

thể tích, (8-II) là thể tích thẩm phân giảm, (8-III) là mật độ của lưu lượng dòng thẩm và (8-IV) là hàm lượng chất rắn tan, là một hàm theo thời gian, trong quy trình làm đặc của dịch chiết E2. Phân tích tập tính của hệ số làm đặc như là một hàm theo thời gian (fig. 8-I) thể hiện rằng đường cong viền dẫn đến quy trình xử lý sơ bộ enzym thể hiện tốc độ làm đặc tăng do lưu lượng dòng thẩm cao hơn trong toàn bộ các pha của quy trình này, khi so với thử nghiệm mà không có bước xử lý sơ bộ bằng enzym. Thực tế này có thể tham gia vào hoạt động pectinaza như là một yếu tố để làm giảm độ nhớt và làm giảm cỡ hạt trung bình trong sản phẩm.

Tập tính của hàm lượng chất rắn tan toàn phần (Fig. 8-IV) thể hiện sự gia tăng nhỏ khi bắt đầu quy trình trong cả hai trường hợp. Quan sát thấy rằng hàm lượng chất rắn tan trong cả các mẫu ban đầu là khoảng 5,2 °Brix. Việc đọc 5,1 và 5,2 °Brix trong cả hai trường hợp có thể là do sự có mặt của nước bên trong đơn vị vi lọc thử nghiệm, mà được làm ổn định sau khi hồi tiếp dịch chiết thô thứ nhất. Việc giảm hàm lượng toàn phần của chất rắn tan được thể hiện tập tính điển hình của quy trình lọc thẩm tách, trong đó điểm cuối cùng của quy trình điều chỉnh này tương ứng với giá trị hàm lượng gần bằng không. Trong cả hai trường hợp, việc kết thúc quy trình xảy ra khi thông số này đủ thấp để tránh hiện tượng lên men tiếp theo và không làm ảnh hưởng đến hàm lượng carotenoit toàn phần.

Thể tích thẩm phân giảm (RD) là giá trị tương ứng với tỷ số giữa thể tích nước được bổ sung và thể tích tuần hoàn trong hệ thống. Giá trị này thường được sử dụng để hệ thống tái tạo cỡ, để thiết lập các đơn vị trên quy mô công nghiệp. Nhờ đó, cần lưu ý rằng trên fig. 8-II, thông số này tăng tuyến tính theo thời gian, thể hiện tính năng lọc thẩm tách tốt.

Đối với pha lọc thẩm tách được thực hiện sau khi thu được nồng độ tối đa của dịch chiết thô, quan sát thấy rằng thể tích nước cần để làm giảm hàm lượng chất rắn tan là rất thấp nếu so với thể tích ban đầu là 20 lit dịch chiết thô. Việc lọc thẩm tách trong ví dụ này được thực hiện với thể tích tuần hoàn là 1,45 L (được tính bằng tổng dịch thẩm được chiết) và cùng với 5,9 L nước cất bổ sung để xử lý bằng pectinaza. Thể tích tuần hoàn được tính cho việc lọc thẩm tách khi không bổ sung pectinaza vào bước ép trước là 1,2 L và 5,6 L nước cất được bổ sung để đạt đến hàm lượng chất rắn tan gần

bằng không.

Kết quả thu được chứng minh rằng công nghệ được đề xuất cho phép tạo ra thể tích hệ số làm đặc gần bằng 20 và việc sử dụng hiệp đồng các enzym phân giải pectin như một cách xử lý sơ bộ trong pha ép có tác dụng tích cực đối với tính năng toàn cầu của quy trình này.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình làm đặc và tinh chế dịch chiết thu được từ phế liệu của quả điều và sản phẩm có hàm lượng carotenoid cao bao gồm bước xử lý rửa phế liệu quả điều; bước ép kế tiếp nguyên liệu bao gồm phế liệu xơ điều; và bước lọc pha lỏng toàn phần; khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm bước:

- A) tùy ý, xử lý dịch chiết thô trong nước bằng enzym trong bước ép (A);
- B) sàng dịch chiết thô trong nước (B); và
- C) làm đặc và tinh chế dịch chiết trong nước trên màng vi xốp vi lọc và/hoặc siêu lọc (C).

2. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, bước ép (A) xảy ra với từ 5 đến 10 chu kỳ ép.

3. Quy trình theo điểm 2, khác biệt ở chỗ, bước ép (A) xảy ra với 6 chu kỳ ép.

4. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, việc bổ sung tùy ý các enzym có bán trên thị trường có hoạt tính phân giải pectin, phân giải tinh bột, phân giải xenluloza và phân giải hemixenluloza trong bước ép (A).

5. Quy trình theo điểm 4, khác biệt ở chỗ, việc bổ sung các enzym bao gồm giá trị nằm giữa 0,01 và 0,5% khối lượng xơ (E0).

6. Quy trình theo điểm 5, khác biệt ở chỗ, việc bổ sung các enzym bao gồm 0,2% khối lượng xơ (E0).

7. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, bước sàng (B) xảy ra trên sàng có cỡ nằm giữa 0,1 và 1,0 mm.

8. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, bước làm đặc (C) xảy ra nhờ màng vi xốp vi lọc và/hoặc siêu lọc, bao gồm bước:

- C1) bổ sung dịch chiết (E2) vào bình nạp (4A) ở các điều kiện thể tích cố định;
- C2) làm đặc bằng cách làm giảm tối đa thể tích dịch chiết được làm đặc bên trong hệ thống tuần hoàn đến giới hạn tuần hoàn của tập hợp các màng; và
- C3) lọc thẩm tách trên màng cùng với bổ sung dung môi đến khi thu được hàm lượng chất rắn tan từ 0 đến 10,0 g/kg.

9. Quy trình theo điểm 8, khác biệt ở chỗ, bình nạp được duy trì ở thể tích không đổi

trong bước (C1) đến khi nồng độ dịch chiết thô đạt đến giá trị thể tích hệ số làm đặc nằm giữa 2 và 30 và/hoặc đến khi cạn hết thể tích dịch chiết thô được bổ sung.

10. Quy trình theo điểm 8, khác biệt ở chỗ, màng được sử dụng có đường kính lỗ nằm trong khoảng từ 0,01 μm đến 0,5 μm

11. Quy trình theo điểm 10, khác biệt ở chỗ, màng được sử dụng có đường kính lỗ là 0,2 μm .

12. Quy trình theo điểm 8, khác biệt ở chỗ, áp suất của phần vi lọc thay đổi từ 0,5 bar (50 kPa) đến 10,0 bar (1000 kPa).

13. Quy trình theo điểm 12, khác biệt ở chỗ, áp suất của phần vi lọc thay đổi từ 175 đến 275 kPa.

14. Quy trình theo điểm 8, khác biệt ở chỗ, tốc độ tiếp tuyến được cố định từ 1 đến 10 mét/giây.

15. Quy trình theo điểm 14, khác biệt ở chỗ, tốc độ tiếp tuyến được cố định ở 6,0 mét/giây.

16. Hệ thống làm đặc và tinh chế dịch chiết trong nước, khác biệt bởi việc hệ thống bao gồm một tập hợp các màng vi lọc, thiết bị bơm dịch chiết, các thiết bị trao đổi nhiệt, bình chứa nạp vào và thu gom, đồng hồ đo áp, nhiệt kế và van điều khiển.

17. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 15, khác biệt ở chỗ, bước làm đặc và tinh chế dịch chiết xảy ra ở nhiệt độ nằm giữa 10°C và 85°C.

18. Quy trình theo điểm 17, khác biệt ở chỗ, bước làm đặc và tinh chế dịch chiết xảy ra ở nhiệt độ nằm giữa 38°C và 42°C.

19. Sản phẩm có hàm lượng carotenoit cao của xơ quả điều, khác biệt ở chỗ, sản phẩm này thu được từ quy trình làm đặc và tinh chế dịch chiết phế liệu của quả điều và trong đó, sản phẩm này chứa các thành phần auroxanthin; mutatoxanthin; lutein; zeaxanthin; antheraxanthin; β -Cryptoxanthin; 13-cis- β -caroten; α -Caroten và β -caroten và có thể tùy ý được kết hợp với các phụ gia và/hoặc carotenoit khác được quan tâm.

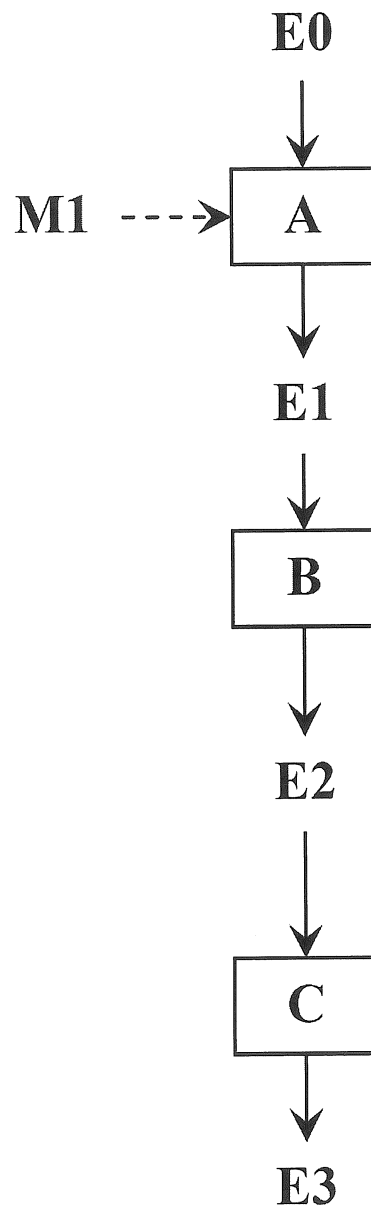


FIG. 1

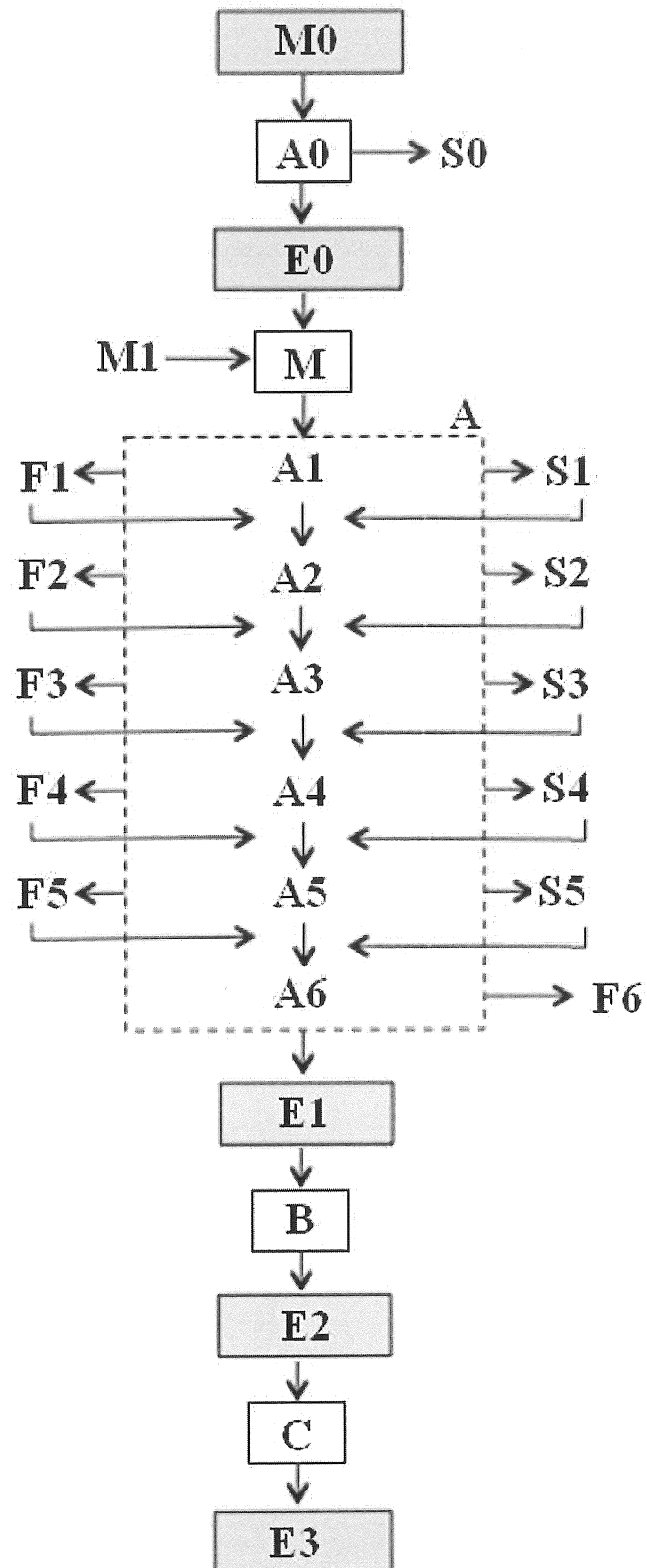


FIG. 2

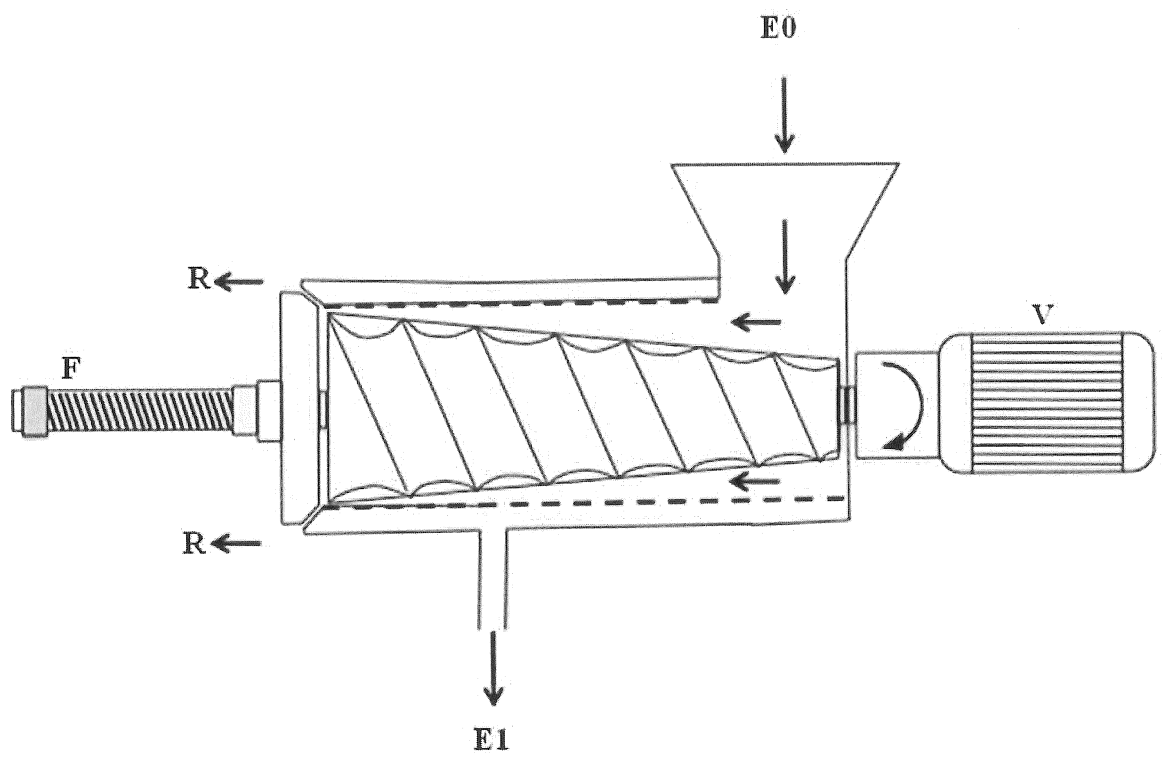


FIG. 3

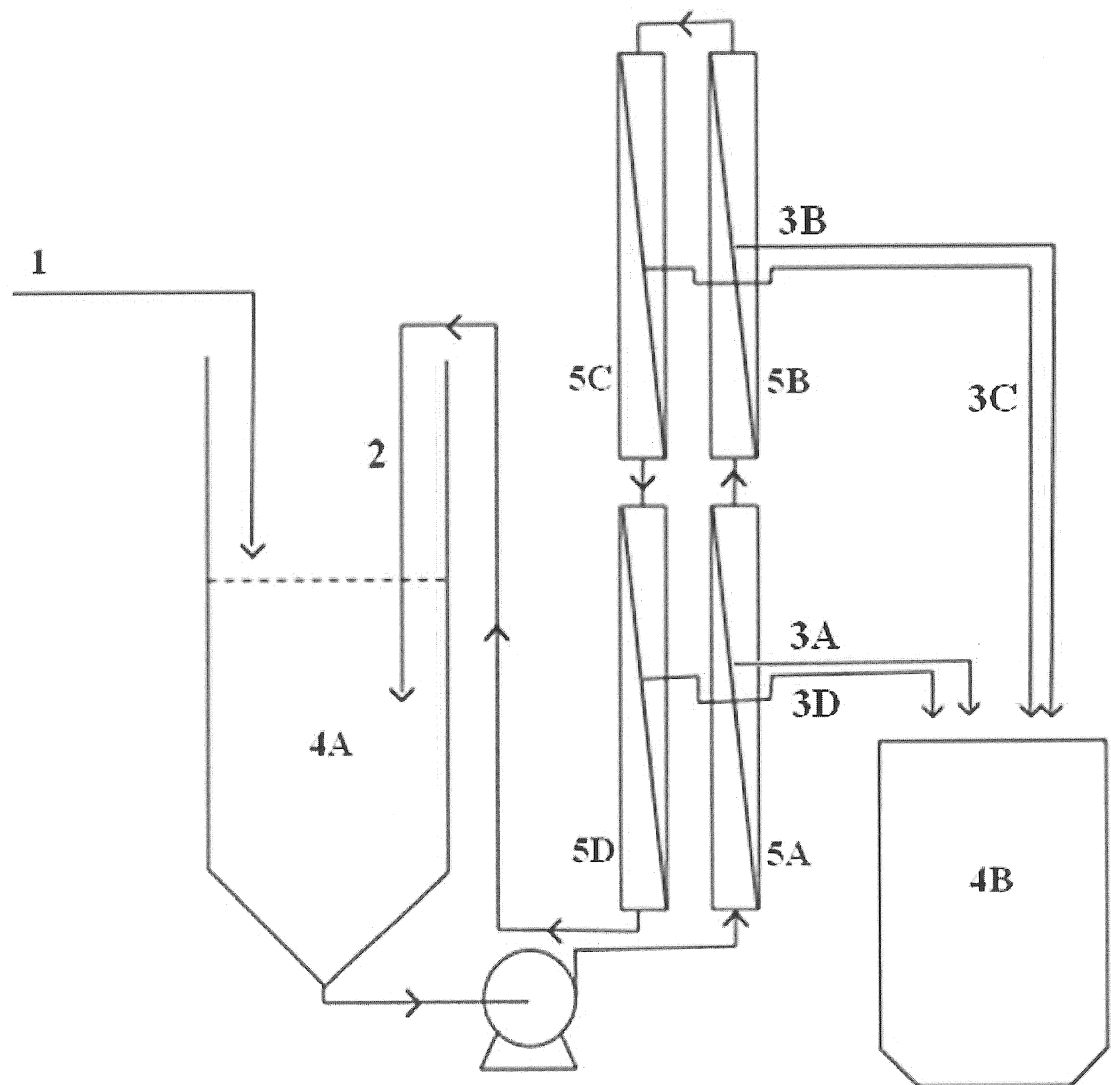


FIG. 4

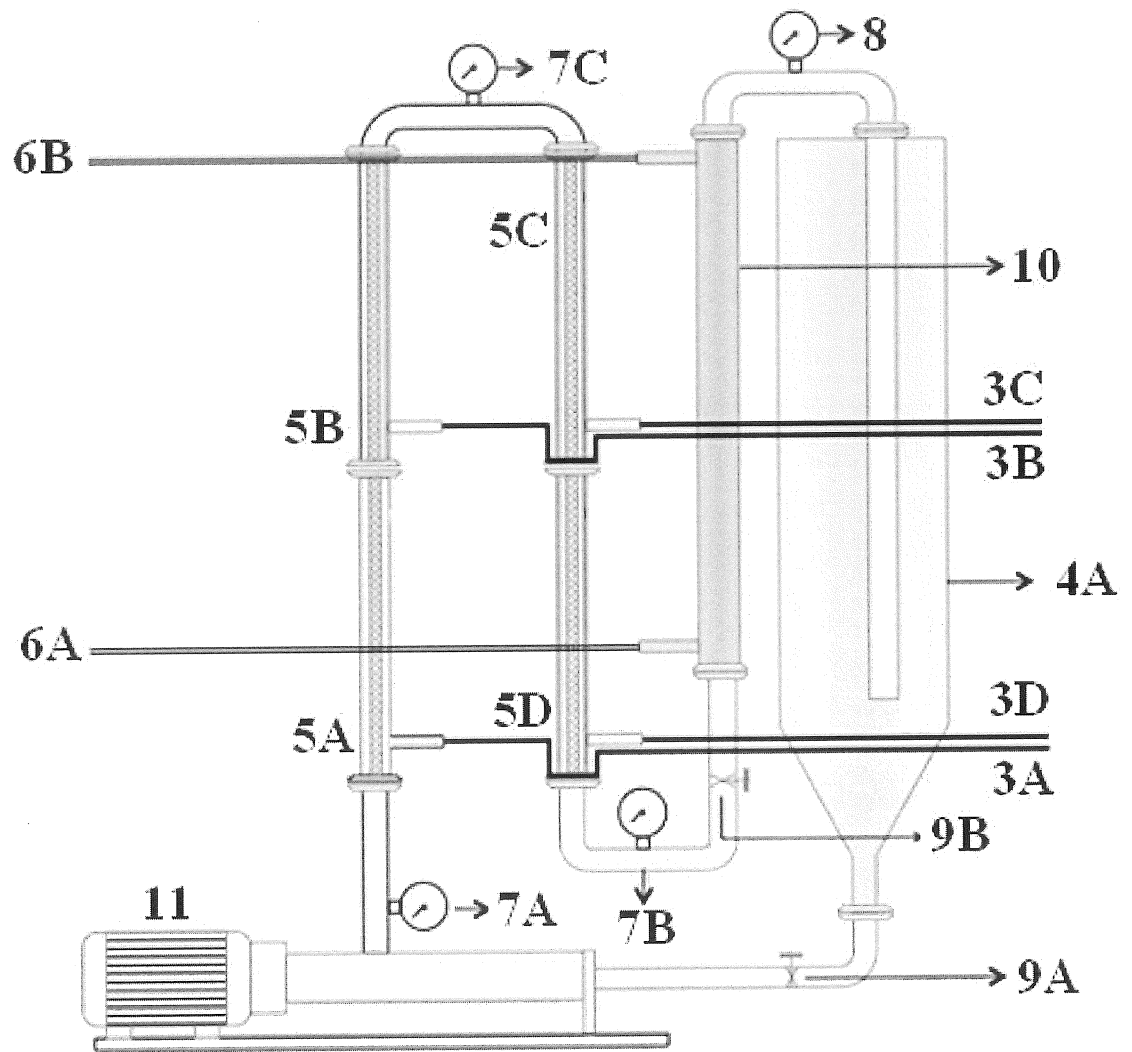
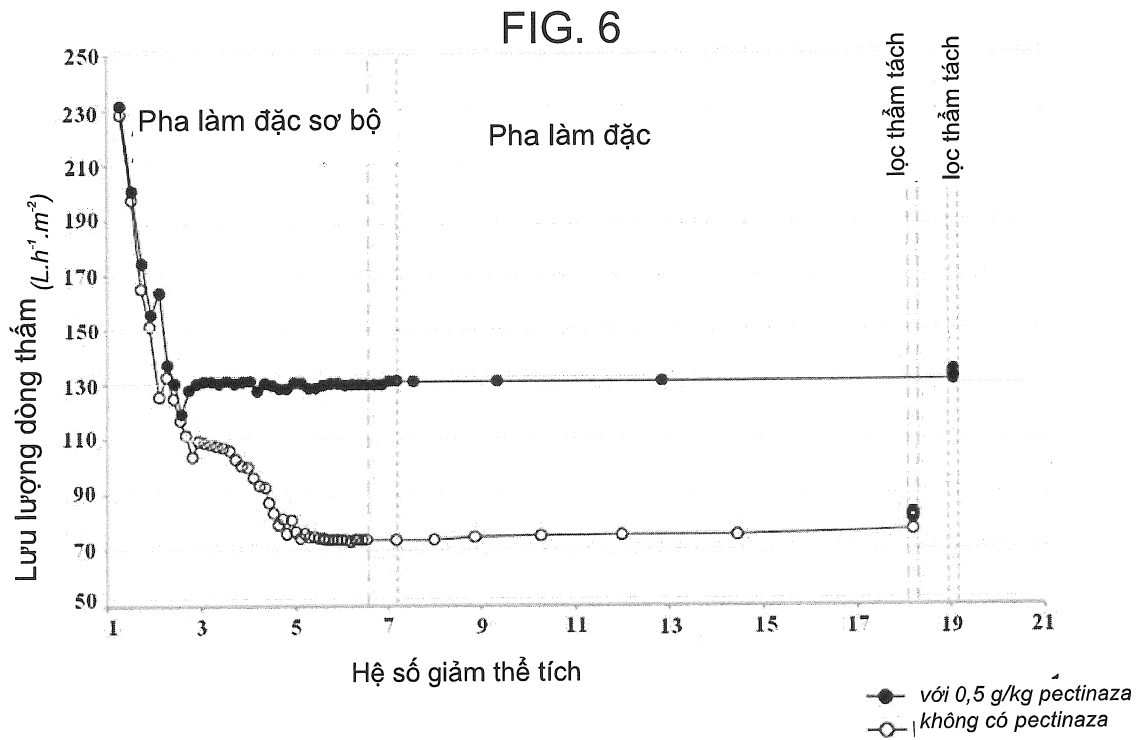
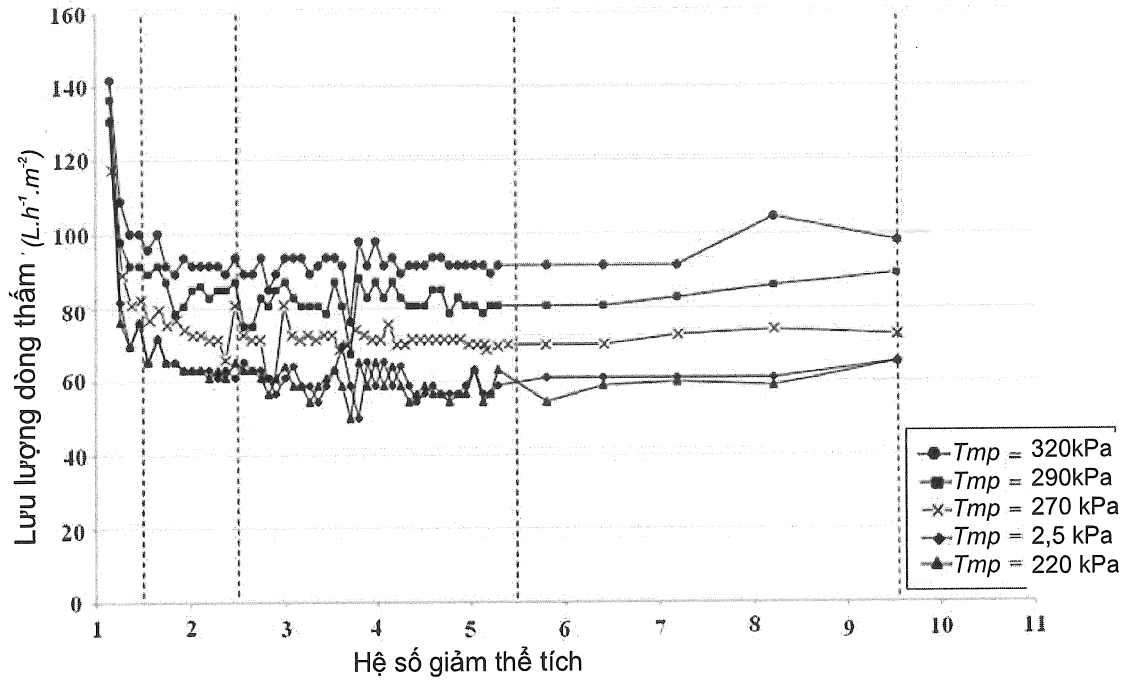


FIG. 5



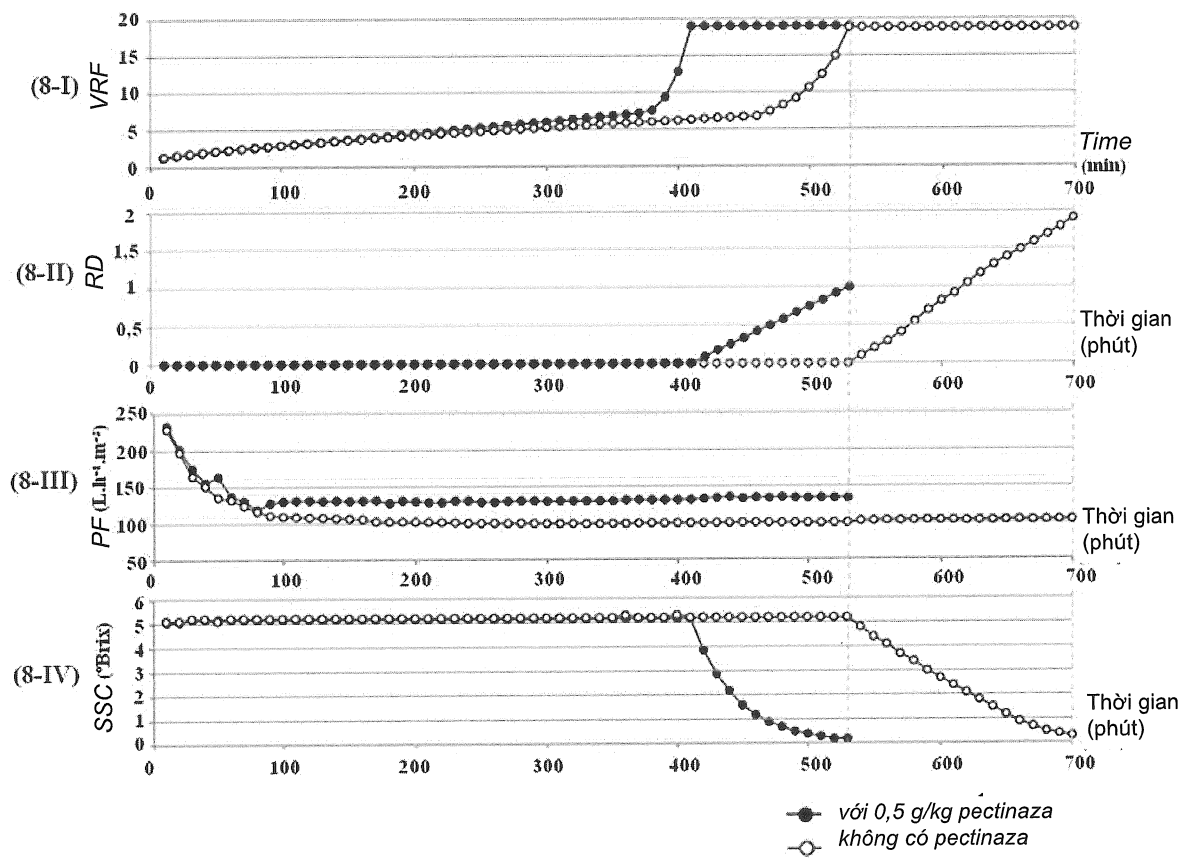


FIG. 8