



(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)



1-0032888

(51)<sup>7</sup> C07C 51/41; C07C 55/22; A23L 33/16; (13) B  
A23L 5/00

(21) 1-2018-03995

(22) 11/01/2017

(86) PCT/JP2017/000692 11/01/2017

(87) WO/2018/016100 25/01/2018

(30) 2016-144870 22/07/2016 JP

(45) 25/08/2022 413

(43) 25/04/2019 373A

(73) UNICAL (JP)

4-6-6, Hosoyama, Asao-ku, Kawasaki-shi, Kanagawa 2150001, Japan

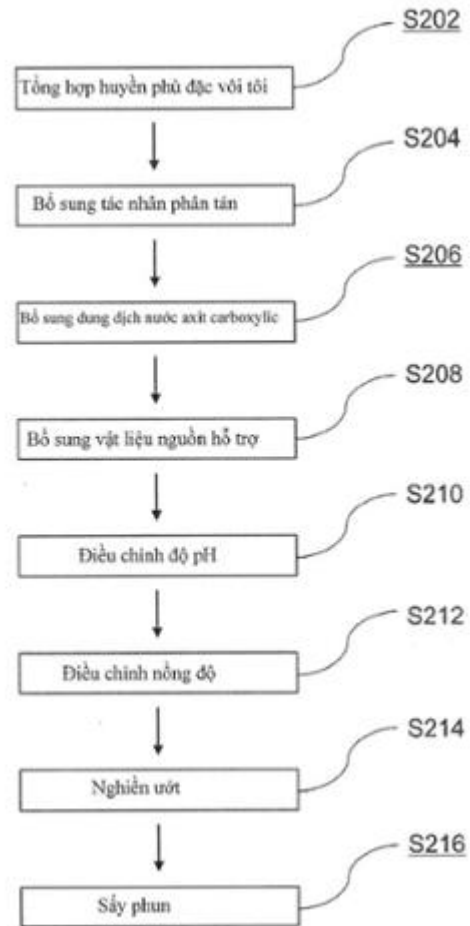
(72) NISHIMURA Masahiko (JP).

(74) Công ty TNHH Sở hữu công nghiệp Sao Bắc Đẩu (SAO BAC DAU IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HẠT CANXI XITRAT VÀ HẠT CANXI XITRAT  
ĐƯỢC SẢN XUẤT BẰNG PHƯƠNG PHÁP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hạt canxi xitrat và hạt canxi xitrat này. Các chế phẩm canxi có thể hấp thụ được dễ dàng đã biết thông thường có vấn đề. Chúng lắng ngay xuống khi được bổ sung vào đồ uống và thực phẩm tương tự do đường kính hạt của chúng lớn. vấn đề khác là bước nghiền ướt, mà dự định để làm giảm đường kính hạt, đòi hỏi thời gian và chi phí. Muối canxi được tạo ra bằng cách nhỏ giọt dung dịch nước axit carboxylic lên huyền phù đặc vôi tôi trong khi nó đang được khuấy và được sấy phun thành các hạt. Theo cách này, các hạt sơ cấp của muối canxi có thể có kích thước nhỏ và có thể tránh được sự kết tủa muối canxi.

S200



### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hạt muối canxi và hạt này.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Canxi là một nguyên tố thiết yếu cho cơ thể sống, là một chất thiết yếu cho cơ thể người vì nó tạo ra xương và răng trong cơ thể người và cũng điều hòa các chức năng sinh lý trong cơ thể. Canxi có nhiều trong các sản phẩm từ sữa như sữa và pho mát và cũng có trong tảo biển, cá nhỏ và hạt vừng. Con người nạp canxi từ các thực phẩm này. Tuy nhiên, theo một báo cáo do Bộ y tế, Lao động và An sinh xã hội phát hành, mặc dù liều khuyến nghị hàng ngày của canxi đối với người trưởng thành xấp xỉ là 600mg đến 800mg, người Nhật nạp trung bình 531mg canxi mỗi ngày, mức nạp này là thiếu đáng kể so với liều khuyến nghị, do sự thay đổi về thực đơn hàng ngày. Trong cơ thể người, việc thiếu canxi có thể gây ra các chứng bệnh, ví dụ, gây ra chứng loãng xương.

Như được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 1, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng hợp chất canxi thu được bằng cách nung các bộ xương ngoài của nhím biển được hấp thụ tuyệt vời trong cơ thể và có vị và mùi tuyệt vời khi được tiêu thụ. Trong tài liệu sáng chế 1, tác giả sáng chế cũng báo cáo rằng hợp chất canxi thu được theo cách như vậy có thể cho phép hấp thụ lượng tăng đáng kể của canxi trong cơ thể khi được trộn với chondroitin sulfat, hợp chất này thuộc họ sulfomucopolysacarit.

Ngoài ra, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng trong tài liệu sáng chế 2 việc

bổ sung chondroitin sulfat làm tăng lượng canxi được hấp thụ trong cơ thể không chỉ trong trường hợp canxi có nguồn gốc từ nhím biển mà còn trong trường hợp muối canxi carboxylat hữu cơ. Theo cách này, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng lượng canxi được hấp thụ phụ thuộc lớn vào nồng độ của chondroitin sulfat.

Các tài liệu đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật

Tài liệu sáng chế 1: Patent Nhật Bản số 2660906

Tài liệu sáng chế 2: Patent Nhật Bản số 3131385

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Các vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Tuy nhiên, các chế phẩm canxi có thể hấp thụ được dễ dàng được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 1 và 2 không tan được trong nước và có đường kính hạt trung bình xấp xỉ 80 $\mu$ m và đường kính hạt tối đa xấp xỉ vài trăm  $\mu$ m. Do đó, chúng có thể được bổ sung dễ dàng vào, ví dụ, thực phẩm dạng rắn hoặc bán rắn nhưng có thể lắng xuống nhanh chóng khi được bổ sung vào đồ uống. Điều này gây ra vấn đề.

Trong tình trạng kỹ thuật, đã biết rằng để làm giảm đường kính hạt bằng việc nghiền ướt, phương pháp này đã được sử dụng để làm giảm kích thước hạt của các chế phẩm canxi.

Mong muốn kích thước hạt nhỏ, tuy nhiên, lại yêu cầu việc vận hành nghiền trong môi trường ướt theo chu kỳ, điều này yêu cầu bất lợi về thời gian và chi phí.

Tóm tắt các phương án của sáng chế

Phương án thứ nhất của sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất hạt muối canxi. Phương pháp sản xuất bao gồm bước khuấy huyền phù đặc với tôi trong thiết bị khuấy, nhỏ giọt dung dịch nước axit carboxylic vào huyền phù đặc trong khi huyền phù đặc đang được khuấy trong thiết bị khuấy để sản xuất muối canxi, và sấy phun muối canxi.

Phương án thứ hai của sáng chế đề xuất hạt, trong đó các hạt sơ cấp dẹt của muối canxi có chiều dài trung bình  $2\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn theo hướng dẹt của hạt kết tụ thành hạt thứ cấp có đường kính hạt trung bình  $50\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn.

#### Hiệu quả của sáng chế

Sáng chế có thể sản xuất hạt sơ cấp của muối canxi có kích thước nhỏ. Do các hạt sơ cấp nhỏ hơn có thể phân tán dễ dàng bên trong các dung dịch, sáng chế có thể tránh cho muối canxi không tạo thành kết tủa. Chế phẩm hoặc hạt của chế phẩm muối canxi phân tán được dễ dàng có thể được bổ sung không chỉ vào thực phẩm dạng rắn hoặc bán rắn mà còn vào đồ uống mà không gây ra sự phân ly thành phần và kết cấu thô bất tiện (độ nhám). Việc tạo ra chế phẩm muối canxi phân tán được dễ dàng ở trạng thái hạt có thể làm giảm một cách đáng kể chi phí về lưu kho và vận chuyển. Hiệu quả thứ hai là, việc bổ sung vật liệu nguồn hỗ trợ có thể điều chế bột muối canxi phân tán được dễ dàng với sự hấp thụ canxi trong cơ thể người được cải tiến.

Phần bản chất kỹ thuật của sáng chế không nhất thiết phải mô tả tất cả các dấu hiệu của các phương án của sáng chế. Sáng chế cũng có thể là kết hợp thêm của các dấu hiệu được mô tả trên đây.

#### Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là hình vẽ dưới dạng sơ đồ thể hiện các hạt sơ cấp và thứ cấp của canxi xitrat.

Fig. 2 thể hiện tổng quát sơ đồ minh họa các bước của phương pháp sản xuất muối canxi phân tán được dễ dàng.

Fig. 3 là hình vẽ dưới dạng sơ đồ thể hiện thiết bị khuấy có cánh khuấy.

Fig. 4A là ảnh chụp kính hiển vi điện tử thể hiện bột muối canxi phân tán được dễ dàng được phóng đại 300 lần.

Fig. 4B là ảnh chụp kính hiển vi điện tử thể hiện bột muối canxi phân tán được dễ dàng được phóng đại 6000 lần.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Phương pháp sản xuất hạt muối canxi có thể bao gồm bước khuấy huyền phù đặc vôi tôi trong thiết bị khuấy, có thể bao gồm bước nhỏ giọt dung dịch nước axit carboxylic vào huyền phù đặc trong khi huyền phù đặc đang được khuấy trong thiết bị khuấy để sản xuất muối canxi, và có thể bao gồm bước sấy phun muối canxi. Phương pháp sản xuất còn có thể bao gồm bước cho muối canxi qua nghiền ướt trước bước sấy phun.

Trong phương pháp sản xuất hạt muối canxi, trong khi nhỏ giọt, dung dịch nước axit carboxylic có thể được nhỏ giọt trực tiếp từ phía trên cánh khuấy của thiết bị khuấy. Phương pháp sản xuất còn có thể bao gồm bước bổ sung tác nhân phân tán vào huyền phù đặc trước bước nhỏ giọt. Trong phương pháp sản xuất hạt muối canxi, một lượng tác nhân phân tán được bổ sung có thể là từ 5 phần trọng lượng đến 20 phần trọng lượng tính trên 100 phần trọng lượng của hàm lượng muối canxi rắn, tác nhân phân tán này có thể bao gồm xyclodextrin, và dung dịch

nước axit carboxylic có thể bao gồm dung dịch nước axit xitric.

Hạt có thể là hạt của muối canxi có đường kính hạt trung bình  $50\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn, và các hạt sơ cấp dẹt của muối canxi có chiều dài trung bình  $2\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn theo hướng dẹt của hạt có thể kết tụ thành hạt thứ cấp có đường kính hạt trung bình  $50\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn. Đối với hạt, muối canxi có thể bao gồm canxi xitrat và hạt có thể bao gồm xyclodextrin làm chất kết dính.

Mô tả các phương án minh họa

Dưới đây, sẽ mô tả một số phương án của sáng chế. Các phương án này không làm giới hạn phạm vi của sáng chế theo các điểm yêu cầu bảo hộ, và tất cả các kết hợp của các dấu hiệu được mô tả trong các phương án này không nhất thiết là các phương tiện được đề xuất bởi các khía cạnh của sáng chế.

Fig. 1 là hình vẽ dưới dạng sơ đồ thể hiện các hạt canxi xitrat 100, mà sẽ được mô tả sau đây. Các hạt canxi xitrat được sản xuất theo cách sau. Các hạt nhân tinh thể đầu tiên được tạo ra và tiếp đó phát triển để thu được huyền phù đặc chứa các hạt sơ cấp 102 đó là các tinh thể dẹt và tương tự dạng tấm. Tiếp đó, huyền phù đặc chứa các hạt sơ cấp 102 được sấy phun để cho các hạt sơ cấp kết tụ tạo thành các hạt thứ cấp 104. Về muối canxi này, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, khi các tinh thể tương tự dạng tấm lớn được tạo thành, chế phẩm muối canxi chuyển thành gel để trở thành huyền phù đặc có độ nhớt cao hoặc chuyển thành dạng rắn, điều này gây khó khăn để áp dụng phương pháp sấy phun.

Để giải quyết vấn đề được mô tả trên đây, tác giả sáng chế đã phát hiện ra điều dưới đây và đã hoàn thành sáng chế. Thay vì sử dụng phương pháp thông thường đó là sử dụng hệ dung dịch đồng nhất, ở đó huyền phù đặc với tôi được

bổ sung từ từ vào dung dịch nước axit carboxylic, phương pháp sản xuất sử dụng hệ không đồng nhất được áp dụng, ở đó dung dịch nước axit carboxylic được bổ sung từ từ vào huyền phù đặc vôi tôi mà huyền phù đặc này đang được khuấy mạnh. Theo cách này, có thể thu được nhiều tinh thể cực nhỏ hơn và được sử dụng làm các hạt sơ cấp của muối canxi.

Nguyên nhân tại sao có thể thu được các tinh thể cực nhỏ như vậy nhiều hơn là chưa rõ, nhưng tốc độ phát triển tinh thể của muối canxi có thể được giảm đi do lượng các ion canxi tự do được nạp vào để tạo ra muối bị hạn chế do huyền phù đặc vôi tôi không có độ tan cao.

Fig. 2 thể hiện tổng quát phương pháp minh họa S200 sản xuất hạt muối canxi phân tán được dễ dàng liên quan đến một phương án của sáng chế. Phương pháp sản xuất muối canxi phân tán được dễ dàng chủ yếu bao gồm bước S202 điều chế huyền phù đặc vôi tôi, bước S206 bổ sung dung dịch nước axit carboxylic và bước S216 sấy phun. Ngoài ra, phương pháp sản xuất tốt hơn là bao gồm bước S204 bổ sung tác nhân phân tán với mục đích thu được nhiều hơn các tinh thể cực nhỏ của axit carboxylic. Với mục đích tạo ra muối canxi có thể hấp thụ được dễ dàng, phương pháp sản xuất có thể bao gồm bước S208 bổ sung vật liệu nguồn hỗ trợ mà chủ yếu chứa chondroitin sulfat.

Hơn nữa, phương pháp sản xuất có thể bao gồm thêm bước S210 điều chỉnh độ pH với mục đích mang lại mùi và cảm giác trong miệng tuyệt vời về đồ uống và thực phẩm chứa muối canxi được mô tả trên đây. Để sản xuất các hạt có kích cỡ thích hợp bởi bước sấy phun S216, tốt hơn là phương pháp sản xuất có thể bao gồm bước S212 điều chỉnh nồng độ, mà bước này dự định để điều chỉnh độ nhớt. Hơn nữa, phương pháp sản xuất có thể bao gồm bước S214 nghiền ướt với mục



đích thu được các hạt sơ cấp có kích cỡ đồng nhất hơn và làm ổn định chất lượng của chế phẩm muối canxi.

Muối canxi phân tán được dễ dàng của phương án tốt nhất chứa axit xitric làm axit carboxylic và xyclodextrin làm tác nhân phân tán. Ngoài ra, muối canxi phân tán được dễ dàng được bổ sung vật liệu nguồn hỗ trợ, đó là chondroitin sulfat, để tạo ra muối canxi có thể hấp thụ được dễ dàng hơn.

Dưới đây mô tả chi tiết các vật liệu nguồn tương ứng.

Axit carboxylic được sử dụng trong phương án này bao gồm các chọn lựa khác nhau như axit malic, nhưng axit xitric là được đặc biệt ưu tiên. Canxi xitrat, mà được sản xuất do kết quả của liên kết chelat giữa axit xitric và canxi, được sử dụng rộng rãi làm chất phụ gia thực phẩm chủ yếu với mục đích là bổ sung canxi cho thực phẩm. Canxi tạo ra liên kết chelat với axit xitric và tiếp đó được hấp thụ trong ruột non trong cơ thể sống. Do đó, so với các carboxylat hữu cơ khác và các muối vô cơ, axit xitric có thể nhận được sự hấp thụ canxi được cải tiến trong cơ thể sống.

Tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, nếu thu được nhiều hơn các hạt sơ cấp có kích thước cỡ hiển vi trong bước sản xuất canxi xitrat, canxi xitrat có thể nhận được độ phân tán trong nước được cải tiến đáng kể và không có vể lắng xuống nhiều bên trong dung dịch nước. Để cải tiến độ phân tán trong nước của canxi xitrat, các hạt sơ cấp tốt hơn là có kích thước theo chiều ngang là  $2\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là,  $1\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn. Các hạt thứ cấp hoặc các hạt tốt hơn là có đường kính hạt là  $50\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn.

Tác nhân phân tán thường được sử dụng để làm cho các hạt mịn không tan

được trong nước hoặc kém tan trong nước phân tán trong nước. Trong phương án này, tác nhân phân tán có thể là xenluloza tan được trong nước và tác nhân tương tự nhưng đặc biệt tốt là xyclodextrin. Xyclodextrin là một loại oligosacarit vòng, chất này có cấu trúc vòng trong đó nhiều phân tử glucoza được kết hợp với nhau qua liên kết glucosit. Ví dụ,  $\alpha$ -xyclodextrin chứa 6 phân tử glucoza kết hợp,  $\beta$ -xyclodextrin chứa 7 phân tử glucoza kết hợp,  $\gamma$ -xyclodextrin chứa 8 phân tử glucoza kết hợp và các chất tương tự là đã biết.

Đối với canxi xitrat liên quan đến phương án này, có thể thu được nhiều hạt sơ cấp có kích thước cỡ hiển vi hơn bằng cách bổ sung xyclodextrin trước khi bổ sung dung dịch nước axit xitric. Mặc dù sáng chế không mong muốn bị giới hạn bởi lý thuyết bất kỳ, các hạt sơ cấp có kích thước cỡ hiển vi nêu trên có thể thu được từ khi, trong khi phát triển các tinh thể canxi xitrat tiếp theo sự tạo thành các hạt nhân tinh thể, tốc độ tinh thể hóa được làm giảm bằng hợp chất vòng như xyclodextrin bao quanh các hạt nhân tinh thể, điều này gây án ngữ không gian của việc tinh thể hóa.

Hơn nữa, xyclodextrin có thể tránh được cho canxi xitrat không bị kết tụ trong quy trình nghiền ướt. Ngoài ra, xyclodextrin đóng vai trò làm chất kết dính khi các hạt sơ cấp của muối canxi kết tụ tạo thành các hạt thứ cấp. Để cụ thể, xyclodextrin hòa tan khi các hạt muối canxi được bổ sung vào nước. Sự biến mất của chất kết dính tạo thuận lợi cho việc phá vỡ các hạt thứ cấp, điều này có thể thúc đẩy các hạt sơ cấp phân tán trong nước.

Trong phương án này, ưu tiên là bổ sung 5 đến 20 phần trọng lượng của xyclodextrin, được mô tả trên đây, tính trên 100 phần trọng lượng của hàm lượng muối canxi rắn, nói cách khác, bổ sung xyclodextrin với lượng nằm trong khoảng

từ 5 đến 20% theo trọng lượng. Nếu xyclodextrin được bổ sung với lượng nhỏ hơn 5%, các hạt sơ cấp canxi xitrat có kích thước theo chiều ngang lớn hơn 2 $\mu$ m, và bước sấy phun không tạo ra các hạt muối canxi mà chỉ tạo ra các hạt có hình dạng không đồng đều. Hơn nữa, khi phương pháp sản xuất bao gồm bước nghiền ướt, xyclodextrin tránh được ở mức độ kém cho canxi xitrat không kết tụ trong bước nghiền ướt nếu được bổ sung với lượng nhỏ hơn 5%. Do đó, không thể tiến hành được bước nghiền ướt. Mặt khác, việc bổ sung xyclodextrin với lượng lớn hơn 20% có thể không cải tiến được các hiệu quả của việc ngăn sự kết tụ. Việc bổ sung làm tăng một cách bất lợi độ nhớt của nước và đòi hỏi lực tăng lên cho bước nghiền ướt. Hơn nữa, do xyclodextrin đắt, chi phí sản xuất tăng lên.

Trong phương án này, vật liệu nguồn hỗ trợ có thể được bổ sung vào để cải tiến sự hấp thụ của canxi trong cơ thể sống. Chondroitin sulfat là được đặc biệt ưu tiên làm vật liệu nguồn hỗ trợ để đạt được mục đích này. Chondroitin sulfat là một loại mucopolysaccharit được tìm thấy trong các cơ thể động vật, trong đó axit sulfuric được liên kết este với các disaccharit được liên kết lặp lại trong đó axit D-glucuronic được ghép cặp trong liên kết-  $\beta$ -glycosit. Trong tài liệu sáng chế 2, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng việc bổ sung chondroitin sulfat vào muối canxi carboxylat hữu cơ tạo thuận lợi rất lớn cho sự hấp thụ của canxi trong cơ thể sống. Như được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 2, ưu tiên là bổ sung chondroitin sulfat với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 5% theo trọng lượng, tốt hơn là từ 0,3 đến 2,5% theo trọng lượng, dựa trên hàm lượng canxi của canxi xitrat do sự hấp thụ của canxi trong cơ thể sống được cải tiến đáng kể.

Trong phương án này, vôi sống sẵn có trên thị trường có thể được sử dụng trực tiếp để điều chế huyền phù đặc vôi tôi miễn là nó không chứa các chất vô cơ như các kim loại độc với cơ thể người. Tuy nhiên, do muối canxi phân tán được

đễ dàng theo sáng chế được bổ sung vào đồ uống và được tiêu thụ bởi cơ thể người, ưu tiên là sử dụng vôi sống thu được bằng cách nung các nguồn canxi tự nhiên, ví dụ, các bộ xương ngoài của nhím biển, vỏ của các loài ở biển, vỏ trứng và các nguồn tương tự. Các nguồn canxi này thông thường được loại bỏ dưới dạng các chất thải công nghiệp và dễ khả thi xét từ khía cạnh kinh tế.

Dưới đây mô tả phương pháp sản xuất các hạt muối canxi và việc sản xuất các hạt theo từng bước với sự tham khảo Fig. 2. Phần mô tả dưới đây được đưa ra lấy canxi xitrat chứa xyclodextrin và chondroitin sulfat làm ví dụ về carboxylat được ưu tiên nhất theo sáng chế, nhưng phạm vi hiệu quả của sáng chế không bị giới hạn ở ví dụ này trong khía cạnh bất kỳ.

Trong bước S202 là điều chế huyền phù đặc vôi tôi, vôi sống ( $\text{CaO}$ ) được trộn với nước để điều chế huyền phù đặc vôi tôi ( $\text{Ca(OH)}_2$ ). Ở đây, tỷ lệ trộn của vôi sống so với nước tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 20 phần của vôi sống đến nằm trong khoảng từ 95 đến 80 phần của nước theo trọng lượng, tốt hơn nữa là, từ 5 đến 10 phần trọng lượng của vôi sống đến nằm trong khoảng từ 95 đến 90 phần trọng lượng của nước.

Để điều chế huyền phù đặc vôi tôi một cách hiệu quả, vôi sống, mà là vật liệu nguồn, có thể được xử lý thành các hạt mịn sử dụng phương pháp nghiền khô và các phương pháp tương tự. Bằng cách xử lý vôi sống thành các hạt mịn trước, phản ứng giữa nước và vôi sống có thể kết thúc trong một khoảng thời gian ngắn. Bằng cách xử lý vôi sống thành các hạt mịn trước, phản ứng giữa vôi tôi, được mô tả sau đây, và axit xitric cũng có thể kết thúc trong một khoảng thời gian ngắn. Nếu sẵn có, vôi tôi sẵn có trên thị trường với chất lượng cao có thể được sử dụng làm vật liệu nguồn.

Fig. 3 là hình vẽ dưới dạng sơ đồ thể hiện thiết bị khuấy 300 có cánh khuấy. Huyền phù đặc vôi tôi 304 được khuấy trong thùng phản ứng 302 bằng cánh khuấy 308, đó là đơn vị trộn của thiết bị khuấy. Trục khuấy 310 truyền năng lượng quay sinh ra bởi động cơ và bộ phận tương tự (không được minh họa) đến cánh khuấy làm cho cánh khuấy quay. Ống tiêm dung dịch nước axit carboxylic 306 được sử dụng để tiêm dung dịch nước axit xitric, được mô tả sau đây, trực tiếp từ phía trên cánh khuấy để trộn dung dịch nước axit xitric đồng nhất hơn.

Bước S204 bổ sung tác nhân phân tán tốt hơn là được thực hiện để sản xuất các hạt sơ cấp canxi xitrat có kích cỡ hiển vi. Đối với việc bổ sung tác nhân phân tán, xyclodextrin có thể được bổ sung ở trạng thái bột, nhưng có thể tốt hơn là được bổ sung ở trạng thái đang được hòa tan trong nước do xyclodextrin có thể phân tán đồng nhất trong huyền phù đặc. Do xyclodextrin cũng đóng vai trò làm chất kết dính tan được trong nước, liên kết giữa canxi xitrat và chất kết dính bị phá vỡ trong nước, điều này có thể làm cho các hạt sơ cấp canxi xitrat phân tán trong chất lỏng.

Trong bước S206 bổ sung dung dịch nước axit carboxylic, dung dịch nước axit xitric được nhỏ giọt vào huyền phù đặc vôi tôi được khuấy mạnh trong thùng phản ứng để tổng hợp canxi xitrat. Lưu ý rằng ưu tiên là nhỏ giọt dung dịch nước axit xitric trực tiếp từ phía trên cánh khuấy của thiết bị khuấy từ khi các tinh thể axit xitric nhỏ hơn được sản xuất. Bằng cách khuấy mạnh huyền phù đặc, các tinh thể axit xitric nhỏ hơn được sản xuất. Do đó, vận tốc biên của cánh khuấy tốt hơn là 10 m/giây hoặc lớn hơn.

Trong bước S208 bổ sung vật liệu nguồn hỗ trợ, vật liệu nguồn hỗ trợ được bổ sung vào canxi xitrat, chất này đã thu được do kết quả của việc bổ sung dung

dịch nước axit xitric. Ưu tiên là bổ sung chondroitin sulfat để cải tiến sự hấp thụ của canxi trong cơ thể sống. Lượng chondroitin sulfat được bổ sung nằm trong khoảng từ 0,2 đến 5%, tốt hơn là từ 0,3 đến 2,5%, theo trọng lượng dựa trên hàm lượng canxi trong canxi xitrat trong chất lỏng phản ứng. Theo cách này, muối canxi mà đạt được sự hấp thụ canxi trong cơ thể sống cao có thể được tạo ra ở trạng thái đang được phân tán trong nước.

Trong bước S210 điều chỉnh độ pH, độ pH của canxi xitrat được điều chỉnh. Việc điều chỉnh độ pH không phải là bước cần thiết để thu được các hạt muối canxi có kích thước hiển vi nhưng có thể tránh được sự giảm giá trị của mùi và vị của thực phẩm và đồ uống được bổ sung chế phẩm muối canxi. Bằng cách điều chỉnh độ pH của chất lỏng phản ứng thành điều kiện axit nhẹ, huyền phù đặc vôi tôi và axit xitric có thể phản ứng hoàn toàn với nhau. Vì lý do nêu trên, ưu tiên là bao gồm bước điều chỉnh độ pH. Về tác nhân điều chỉnh độ pH, axit xitric, mà cũng là vật liệu nguồn, có thể được sử dụng. Ưu tiên là bổ sung axit xitric cho đến khi chất lỏng phản ứng có độ pH nằm trong khoảng từ xấp xỉ 5 đến 6, tốt hơn nữa là độ pH 5,6.

Trong bước S212 điều chỉnh nồng độ, nồng độ hàm lượng rắn của huyền phù đặc canxi xitrat được điều chỉnh đến nằm trong khoảng từ 10 đến 20 % trọng lượng bằng cách bổ sung nước tinh khiết. Bước này có thể tránh được sự tăng quá mức về độ nhớt của huyền phù đặc canxi xitrat và sự gel hóa của huyền phù đặc canxi xitrat trong các bước nghiền ướt và sấy phun, mà được mô tả sau đây.

Trong bước S214 nghiền ướt, canxi xitrat trong chất lỏng được cho qua nghiền ướt. Các bước được mô tả trên đây của phương pháp sản xuất tạo ra một cách thích hợp các hạt sơ cấp canxi xitrat có kích cỡ hiển vi và các hạt canxi xitrat

phân tán được dễ dàng. Tuy nhiên, bước nghiền ướt này góp phần làm ổn định chất lượng của chế phẩm muối canxi và do đó tốt hơn là được thêm vào. Để cụ thể, vật liệu nguồn có thể dính vào thùng phản ứng và các vật tương tự theo thời gian và được trộn trong dung dịch muối canxi ở trạng thái kết tụ. Bằng cách nghiền vật liệu nguồn kết tụ, chế phẩm muối canxi có thể được giữ đồng nhất. Ngoài ra, nếu các hạt sơ cấp lớn có thể được tạo ra một cách ngẫu nhiên, các hạt sơ cấp lớn này được nghiền. Theo cách này, có thể thu được các sản phẩm đồng nhất hơn. Nghiền ướt không bị giới hạn ở các phương pháp cụ thể bất kỳ, mà ví dụ, máy nghiền cực mịn loại trung gian có thể được sử dụng.

Trong bước S216 sấy phun, dung dịch muối canxi được sấy phun thành các bột để sản xuất ra các hạt muối canxi phân tán được dễ dàng. Bằng cách điều chỉnh độ nhớt của dung dịch muối canxi đến mức thích hợp, các giọt nhỏ được phun có thể có kích cỡ thích hợp và có thể thu được các hạt được tạo thành bởi các bột có đường kính hạt là 100 $\mu$ m hoặc nhỏ hơn. Khi các hạt có đường kính hạt là 100 $\mu$ m hoặc lớn hơn được bổ sung vào đồ uống và các sản phẩm tương tự để phân tán lại trong đồ uống, việc khuấy cần được thực hiện trong một khoảng thời gian rất dài để kết thúc thành công việc phân tán lại. Các hạt này không phân tán lại và kết tủa nếu việc khuấy được thực hiện chỉ trong một khoảng thời gian ngắn.

Các thiết bị sấy phun được phân loại thành một số loại bao gồm loại phun đĩa, loại đầu phun áp suất cao, loại đầu phun chất lưu kép và các loại tương tự tùy thuộc vào chất lỏng được phun như thế nào. Thiết bị sấy phun được sử dụng trong bước sấy phun không bị giới hạn ở loại cụ thể bất kỳ, và thiết bị sấy phun loại bất kỳ có thể được sử dụng miễn là có thể thu được các hạt có đường kính hạt tối đa 100 $\mu$ m hoặc nhỏ hơn với chi phí hợp lý. Nếu thiết bị sấy phun thuộc loại phun đĩa, là loại linh hoạt cao được sử dụng cho bước sấy phun, cần dùng loại quay tốc

độ cao. Nếu không thì sẽ tạo ra nhiều hạt có kích thước hạt 100 $\mu$ m hoặc lớn hơn và yêu cầu xử lý sau đó để lọc ra các hạt lớn và các xử lý tương tự. Do đó, ưu tiên hơn là sử dụng loại đầu phun chất lưu kép, loại này có thể sản xuất nhiều bột khô có kích cỡ hiển vi hơn.

Với các dấu hiệu được mô tả trên đây, sáng chế có thể đề xuất phương pháp sản xuất hạt muối canxi mà có thể phân tán dễ dàng khi được trộn với nước và hạt. Sáng chế còn được minh họa bởi việc tham khảo các ví dụ thực hiện không nhằm mục đích giới hạn sau đây.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

(Ví dụ thực hiện thứ nhất)

Rót 200 phần nước tinh khiết vào thùng phản ứng 300, và bổ sung từ từ 20 phần canxi được tạo ra bằng cách nung các bộ xương ngoài của nhím biển. Theo cách này, điều chế được huyền phù đặc vôi tôi. Bảy phần xyclodextrin (sẵn có với tên thương mại “dexipearl K-100” từ Ensuiiko Sugar Refining Co., Ltd.), ở trạng thái đang được hòa tan trong 20 phần nước tinh khiết, được bổ sung vào huyền phù đặc vôi tôi trong thùng phản ứng và được trộn bằng cách khuấy. Trong một bình phản ứng loại khuấy khác, 45 phần axit xitric (sẵn có từ Kenko Corporation) được bổ sung từ từ vào 100 phần nước tinh khiết. Theo cách này, điều chế được dung dịch nước axit xitric. Dung dịch nước axit xitric được nạp vào qua ống tiêm dung dịch nước axit carboxylic 306 và được nhỏ giọt từ từ trực tiếp từ phía trên cánh khuấy 308, cánh khuấy này khuấy mạnh huyền phù đặc vôi tôi. Sau bước này, 0,25 phần chondroitin sulfat (sẵn có từ YAEGAKI Bio-industry, Inc.) được bổ sung vào và được trộn với huyền phù đặc thu được. Sau đó, axit xitric được bổ sung cho đến khi giá trị độ pH đạt đến giá trị xác định trước là 5,6. Theo cách này,



tổng hợp được huyền phù đặc canxi xitrat.

Bổ sung 80 phần nước tinh khiết vào huyền phù đặc canxi xitrat, sau đó hỗn hợp này được cho qua quy trình nghiền ướt trong một khoảng thời gian rất ngắn. Tiếp theo bước này, thực hiện quy trình sấy phun sử dụng thiết bị sấy phun (sẵn có với tên thương mại “Centri Dry Mill CDM10-550S” từ MicroPowtec Co., Ltd.) trong các điều kiện sao cho áp suất không khí là 0,2 MPa và lượng phun là 15 L/giờ. Theo cách này, tạo ra được các bột muối canxi.

(Ví dụ thực hiện thứ hai)

Tổng hợp huyền phù đặc canxi xitrat bằng cách sử dụng canxi thu được bằng cách nung các vỏ sò. Sau bước này, huyền phù đặc được đưa qua nghiền ướt và sấy phun để thu được các bột muối canxi. Các vật liệu nguồn mà được trộn với nhau, các tỷ lệ trộn, và vận tốc khuấy được thể hiện trên bảng 1-1 với nhãn “2WE” viết tắt của ví dụ thực hiện thứ hai. Các quy trình sản xuất và các kỹ thuật sản xuất giống như trong ví dụ thực hiện thứ nhất.

(Ví dụ so sánh thứ nhất)

Rót 100 phần nước tinh khiết vào thùng phản ứng 300 và bổ sung từ từ 45 phần axit xitric. Theo cách này, điều chế được dung dịch nước axit xitric. Trong một bình loại khuấy khác, bổ sung từ từ 20 phần canxi mà thu được bằng cách nung các vỏ sò vào 200 phần nước tinh khiết. Theo cách này, điều chế được huyền phù đặc vôi tôi. Huyền phù đặc vôi tôi được nhỏ giọt lên bề mặt chất lỏng của dung dịch nước axit xitric trong thùng phản ứng và được trộn với dung dịch nước axit xitric bằng cách khuấy. Hơn nữa, bổ sung tiếp và trộn 7 phần xyclodextrin ở trạng thái đang được hòa tan trong 20 phần nước tinh khiết. Sau bước này, 0,25

phần chondroitin sulfat được bổ sung vào và được trộn với huyền phù đặc thu được. Sau đó, axit xitric được bổ sung cho đến khi giá trị độ pH đạt đến giá trị xác định trước là 5,6. Theo cách này, tổng hợp được huyền phù đặc canxi xitrat.

Bổ sung 140 phần nước tinh khiết vào huyền phù đặc canxi xitrat, sau đó huyền phù này được đưa qua nghiền ướt. Tuy nhiên, trong quy trình nghiền, huyền phù đặc bị tăng về độ nhớt và bị chuyển thành gel sau vài giờ. Vì lý do này, không thể thực hiện được bước sấy phun và không thể thu được các bột muối canxi trong ví dụ so sánh thứ nhất.

(Ví dụ so sánh thứ hai)

Canxi thu được bằng cách nung các bộ xương ngoài của nhím biển được sử dụng để tổng hợp huyền phù đặc canxi xitrat. Các vật liệu nguồn mà được trộn với nhau, các tỷ lệ trộn, và vận tốc khuấy được thể hiện trên bảng 1-1 với nhãn “2CE” viết tắt của ví dụ so sánh thứ hai. Các quy trình sản xuất và các kỹ thuật sản xuất giống như trong ví dụ so sánh thứ nhất. Trong ví dụ so sánh thứ hai, huyền phù đặc canxi xitrat cũng bị tăng về độ nhớt trong quy trình nghiền ướt và bị chuyển thành gel sau vài giờ như trong ví dụ so sánh thứ nhất. Do đó, không thể thực hiện được bước sấy phun. Kết quả là, không thể thu được các bột muối canxi trong ví dụ so sánh thứ hai.

Bảng 1-1

| Các điều kiện                                        |                                  | 1WE                                                     | 2WE                                                     | 1CE                                                     | 2CE                                                     |
|------------------------------------------------------|----------------------------------|---------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| Các vật liệu được nung để thu canxi                  |                                  | Các bộ xương ngoài của nhím biển                        | Các vỏ sò                                               | Các vỏ sò                                               | Các bộ xương ngoài của nhím biển                        |
| Tỷ lệ trộn                                           | Canxi thu được bằng cách nung    | 20                                                      | 20                                                      | 20                                                      | 20                                                      |
|                                                      | Axit carboxylic                  | 45                                                      | 45                                                      | 45                                                      | 45                                                      |
|                                                      | Xyclodextrin (tác nhân phân tán) | 7                                                       | 7                                                       | 7                                                       | 7                                                       |
|                                                      | Chondroitin sulfat               | 0,25                                                    | 0,25                                                    | 0,25                                                    | 0,25                                                    |
| Nồng độ hàm lượng rắn của muối canxi (% trọng lượng) |                                  | 400                                                     | 460                                                     | 460                                                     | 380                                                     |
| Tỷ lệ tác nhân phân tán được bổ sung                 |                                  | 14,0%                                                   | 12,4%                                                   | 12,4%                                                   | 14,6%                                                   |
| Điều kiện phản ứng                                   | Phương pháp                      | Bổ sung dung dịch axit xitric vào huyền phù đặc vôi tôi | Bổ sung dung dịch axit xitric vào huyền phù đặc vôi tôi | Bổ sung huyền phù đặc vôi tôi vào dung dịch axit xitric | Bổ sung huyền phù đặc vôi tôi vào dung dịch axit xitric |
|                                                      | Vận tốc khuấy (m/giây)           | 10                                                      | 13                                                      | 2                                                       | 10                                                      |

| Các điều kiện                                                |                                             | 1WE                        | 2WE                        | 1CE                           | 2CE                           |
|--------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|----------------------------|----------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| Nghiên ướ                                                    |                                             | Máy nghiên loại trung gian | Máy nghiên loại trung gian | Tăng độ nhớt khi nghiền       | Tăng độ nhớt trong khi nghiền |
| Độ ổn định của huyền phù đặc theo thời gian                  |                                             | Tốt                        | Tốt                        | Gel sau vài giờ               | Gel sau vài giờ               |
| Kích thước theo chiều ngang của hạt sơ cấp ( $\mu\text{m}$ ) |                                             | 0,8                        | 0,7                        | 2,5                           | 2,1                           |
| Kích thước hạt                                               | Hình dạng                                   | Hình cầu                   | Hình cầu                   | Không thể sấy phun do gel hóa |                               |
|                                                              | Đường kính hạt trung bình ( $\mu\text{m}$ ) | 10                         | 8                          |                               |                               |
|                                                              | Đường kính hạt tối đa ( $\mu\text{m}$ )     | 30                         | 20                         |                               |                               |
| Khả năng phân tán lại                                        |                                             | Tốt                        | Tốt                        | -                             | -                             |

Bảng 1-2

| Các điều kiện                                    |                                  | 3WE                                                     | 3CE                                                     | 4CE                                                     |
|--------------------------------------------------|----------------------------------|---------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| Các vật liệu được nung để thu canxi              |                                  | Vỏ sò                                                   | Vỏ sò                                                   | Vỏ sò                                                   |
| Tỷ lệ trộn                                       | Canxi thu được bằng cách nung    | 20                                                      | 20                                                      | 20                                                      |
|                                                  | Axit carboxylic                  | 45                                                      | 45                                                      | 45                                                      |
|                                                  | Xyclodextrin (tác nhân phân tán) | 12                                                      | 3                                                       | 12                                                      |
|                                                  | Chondroitin sulfat               | 0,25                                                    | 0,25                                                    | 0,25                                                    |
|                                                  | Nước                             | 320                                                     | 460                                                     | 280                                                     |
| Nồng độ hàm lượng muối canxi rắn (% trọng lượng) |                                  | 16,9%                                                   | 12,4%                                                   | 18,8%                                                   |
| Tỷ lệ của tác nhân phân tán được bổ sung         |                                  | 18,5%                                                   | 4,6%                                                    | 18,5%                                                   |
| Điều kiện phản ứng                               | Phương pháp                      | Bổ sung dung dịch axit xitric vào huyền phù đặc vôi tôi | Bổ sung dung dịch axit xitric vào huyền phù đặc vôi tôi | Bổ sung dung dịch axit xitric vào huyền phù đặc vôi tôi |
|                                                  | Vận tốc khuấy (m/giây)           | 13                                                      | 10                                                      | 13                                                      |
| Nghiên cứu                                       |                                  | -                                                       | -                                                       | -                                                       |
| Độ ổn định của huyền phù đặc theo thời gian      |                                  | Tốt                                                     | Tăng độ nhớt theo thời gian                             | Tăng độ nhớt theo thời gian                             |

| Các điều kiện                                                |                                             | 3WE      | 3CE                       | 4CE         |
|--------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|----------|---------------------------|-------------|
| Kích thước theo chiều ngang của hạt sơ cấp ( $\mu\text{m}$ ) |                                             | 0,9      | 2,6                       | 1,7         |
| Kích thước hạt                                               | Hình dạng                                   | Hình cầu | Hình cầu + không đồng đều | Hình cầu    |
|                                                              | Đường kính hạt trung bình ( $\mu\text{m}$ ) | 12       | 8                         | 40          |
|                                                              | Đường kính hạt tối đa ( $\mu\text{m}$ )     | 40       | 30                        | 120         |
| Khả năng phân tán lại                                        |                                             | Tốt      | Tốt                       | Kết tủa hạt |

Hai ví dụ thực hiện được mô tả trên đây biểu thị rằng các hạt muối canxi có thể được tạo ra theo các điều kiện được mô tả trên đây nếu phương pháp sản xuất được đề xuất bởi phương án này được sử dụng. Mặt khác, hai ví dụ so sánh được mô tả trên đây biểu thị rằng, nếu sử dụng kỹ thuật thông thường bổ sung huyền phù đặc vôi tôi vào dung dịch nước axit xitric, huyền phù đặc chuyển thành gel và các hạt không thể được tạo ra ngay cả khi các tỷ lệ trộn các vật liệu nguồn như canxi thu được bằng cách nung giống như trong các ví dụ thực hiện được mô tả trên đây. Ngoài ra, các dấu hiệu này của phương án này không thể thu được chỉ bằng vận tốc khuấy. Điều này rõ ràng từ các kết quả của ví dụ so sánh thứ hai, trong đó việc khuấy được thực hiện với vận tốc khuấy tương tự như trong các ví dụ thực hiện được mô tả trên đây. Trong các ví dụ thực hiện thứ nhất và thứ hai, các bộ xương ngoài của nhím biển và các vỏ sò lần lượt được nung để thu được canxi. Do đó, các kết quả của các ví dụ thực hiện thứ nhất và thứ hai đã chứng tỏ rằng các hiệu quả được mô tả trên đây của phương án này không được tạo ra chỉ khi nguồn canxi cụ thể thu được bằng cách nung được sử dụng.

Phương án này đặc trưng ở chỗ các hạt sơ cấp của muối canxi được giảm kích thước để thu được các hạt của muối canxi mà phân tán được dễ dàng trong nước. Để làm rõ hiệu quả của đặc tính này, tiến hành thử nghiệm sau đây.

(Thử nghiệm về độ phân tán lại)

Một gam tại điểm không của các hạt muối canxi, mà thu được trong các ví dụ thực hiện thứ nhất và thứ hai được mô tả trên đây, được bổ sung vào 100 mL nước tinh khiết và dung dịch thu được được rót vào bình thủy tinh. Thiết bị khuấy từ được sử dụng để phân tán các hạt. Theo cách này, đánh giá độ phân tán lại trong nước.

Các kết quả biểu thị rằng các bột canxi của cả hai ví dụ thực hiện phân tán lại trong nước một cách tuyệt vời.

(Quan sát các hạt và các hạt sử dụng kính hiển vi điện tử)

Kính hiển vi điện tử được sử dụng để quan sát các bột thu được bởi các ví dụ thực hiện được mô tả trên đây. Việc quan sát phát hiện ra rằng các hạt sơ cấp dẹt của muối canxi có chiều dài trung bình 2 $\mu$ m hoặc nhỏ hơn theo hướng dẹt của hạt được kết tụ tạo thành các hạt thứ cấp có đường kính hạt trung bình 50 $\mu$ m hoặc nhỏ hơn. Việc quan sát sử dụng kính hiển vi điện tử gợi ý rằng xyclodextrin, mà được bổ sung làm tác nhân phân tán, đóng vai trò làm chất kết dính để hỗ trợ sự tạo thành các hạt thứ cấp. Các hình vẽ Fig. 4A và Fig. 4B là các ảnh chụp kính hiển vi điện tử thể hiện các bột muối canxi phân tán được dễ dàng này, mà lần lượt được phóng đại 300 lần và 6000 lần. Các huyền phù đặc chứa các hạt sơ cấp của các ví dụ so sánh thứ nhất và thứ hai được quan sát sử dụng kính hiển vi điện tử. Việc quan sát xác nhận rằng các hạt sơ cấp có kích thước lớn hơn đáng kể so với các hạt thu được bởi các ví dụ thực hiện được mô tả trên đây (không được thể hiện).

Phương án này đặc trưng ở chỗ các hạt phân tán được dễ dàng có thể được tạo ra mà không cần tiến hành nghiền ướt do các hạt sơ cấp canxi xitrat có kích thước hiển vi thích hợp và ở chỗ xyclodextrin tốt hơn là được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 20% dựa trên hàm lượng muối canxi rắn. Ngoài ra, phương án này cũng đặc trưng ở chỗ nồng độ của huyền phù đặc canxi xitrat tốt hơn là được điều chỉnh trong quy trình sản xuất các bột muối canxi.

Các ví dụ thực hiện sau đây được thực hiện để làm rõ các dấu hiệu này và các hiệu quả của phương án này.



(Ví dụ thực hiện thứ ba)

Canxi thu được bằng cách nung các vỏ sò được sử dụng để tổng hợp huyền phù đặc canxi xitrat. Khác với các ví dụ thực hiện thứ nhất và thứ hai, huyền phù đặc được sấy phun thành các bột muối canxi mà không cần tiến hành bước nghiền ướt. Các vật liệu nguồn mà được trộn với nhau, các tỷ lệ trộn, và vận tốc khuấy của ví dụ thực hiện thứ ba được thể hiện trên bảng 1-2 với nhãn “3WE” viết tắt của ví dụ thực hiện thứ ba. Các quy trình sản xuất và các kỹ thuật sản xuất ví dụ thực hiện thứ ba giống như trong ví dụ thực hiện thứ nhất ngoại trừ bước nghiền ướt không được thực hiện.

(Các ví dụ so sánh thứ ba và thứ tư)

Canxi thu được bằng cách nung các vỏ sò được sử dụng để tổng hợp các huyền phù đặc canxi xitrat. Các vật liệu nguồn mà được trộn với nhau, các tỷ lệ trộn, và vận tốc khuấy được thể hiện trên bảng 1-1 với nhãn “3CE” viết tắt của ví dụ so sánh thứ ba và “4CE” viết tắt của ví dụ so sánh thứ tư. Các huyền phù đặc của cả ví dụ so sánh thứ ba và thứ tư đều bị tăng độ nhớt theo thời gian, nhưng các huyền phù đặc canxi xitrat của cả ví dụ so sánh thứ ba và thứ tư không thể được sấy phun thành các bột muối canxi mà không qua bước nghiền ướt. Các quy trình sản xuất và các kỹ thuật sản xuất của các ví dụ so sánh thứ ba và thứ tư giống như trong ví dụ thực hiện thứ nhất ngoại trừ bước nghiền ướt không được thực hiện.

(Thử nghiệm về độ phân tán lại)

Đối với các hạt muối canxi thu được trong ví dụ thực hiện thứ ba và các ví dụ so sánh thứ ba và thứ tư, độ phân tán lại của chúng trong nước được đánh

giá. Các kết quả thể hiện rằng, trong khi các bột muối canxi của ví dụ thực hiện thứ ba và ví dụ so sánh thứ ba có thể phân tán lại một cách tuyệt vời trong nước, các bột muối canxi của ví dụ so sánh thứ tư một phần không phân tán và tạo thành các hạt mà kết tủa trong nước.

(Quan sát các hạt và các hạt sử dụng kính hiển vi điện tử)

Các hạt sơ cấp và các hạt của ví dụ thực hiện thứ ba có kích thước tương tự như kích thước của các hạt và hạt của các ví dụ thực hiện thứ nhất và thứ hai, trong đó có bước nghiền ướt. Mặt khác, các hạt sơ cấp của ví dụ so sánh thứ ba có kích thước theo chiều ngang lớn đáng kể và các hạt của ví dụ so sánh thứ ba có hình dạng không đồng đều. Cũng trong ví dụ so sánh thứ tư, các hạt sơ cấp có kích thước theo chiều ngang lớn hơn trong các ví dụ thực hiện, và, cụ thể là, các hạt có đường kính hạt lớn đáng kể được tạo ra.

Theo các kết quả được mô tả trên đây của ví dụ thực hiện thứ ba, rõ ràng rằng phương án này có ưu điểm là không cần thực hiện bước nghiền ướt để thu được các hạt sơ cấp có kích thước cỡ hiển vi và các hạt muối canxi và do đó sản xuất ra các bột muối canxi phân tán được dễ dàng.

Xem xét vấn đề này, có thể bao gồm bước nghiền ướt với mục đích làm ổn định chất lượng của chế phẩm muối canxi.

Khi bước nghiền ướt được thực hiện với huyền phù đặc canxi xitrat mà được điều chế với các tỷ lệ trộn vật liệu nguồn tương tự như trong ví dụ so sánh thứ ba, muối canxi kết tụ trong bước nghiền. Cũng xem xét rằng các bột muối canxi của ví dụ so sánh thứ ba có hình dạng không đồng đều, điều này xác nhận rằng cyclodextrin tốt hơn là nên được bổ sung với lượng 5% hoặc cao hơn. Ví dụ so

sánh thứ tư khác với ví dụ thực hiện thứ ba chỉ ở chỗ hàm lượng canxi rắn có nồng độ cao hơn, nhưng các bột muối canxi của ví dụ so sánh thứ tư phân tán dễ dàng trong nước ít hơn. Vì lý do này, ưu tiên là để điều chỉnh nồng độ của hàm lượng rắn trong huyền phù đặc canxi xitrat trước các bước nghiền ướt và bước sấy phun.

Trong khi các phương án của sáng chế đã được mô tả, phạm vi kỹ thuật của sáng chế không bị giới hạn ở các phương án được mô tả trên đây. Rõ ràng với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này rằng các thay đổi và các cải tiến khác nhau có thể được bổ sung vào các phương án được mô tả trên đây. Cũng rõ ràng từ phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ rằng các phương án được bổ sung với các thay đổi hoặc cải tiến này có thể thuộc phạm vi kỹ thuật của sáng chế.

Các thao tác, các quy trình, các bước và các giai đoạn của mỗi quy trình được thực hiện bởi thiết bị, hệ thống, chương trình và phương pháp được thể hiện trong các điểm yêu cầu bảo hộ, các phương án, hoặc sơ đồ có thể được thực hiện theo thứ tự bất kỳ miễn là thứ tự đó không được biểu thị bởi "trước khi," "trước," hoặc các thuật ngữ tương tự và miễn là sản phẩm từ quy trình trước không được sử dụng trong quy trình sau. Ngay cả khi sơ đồ quy trình được mô tả sử dụng các cụm từ như "đầu tiên/thứ nhất/trước hết" hoặc "tiếp theo/tiếp đó/tiếp đến/sau đó" trong các điểm yêu cầu bảo hộ, các phương án, hoặc các sơ đồ, không nhất thiết có nghĩa là quy trình này phải được thực hiện theo thứ tự này.

Giải thích các số chỉ dẫn

100: hạt canxi xitrat, 102: hạt sơ cấp, 104: hạt thứ cấp, 200: phương pháp sản xuất hạt muối canxi phân tán được dễ dàng, 300: thiết bị khuấy, 302: thùng phản ứng, 304: huyền phù đặc vôi tôi, 306: ống tiêm dung dịch nước axit carboxylic, 308: cánh khuấy, 310: trục khuấy.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất hạt canxi xitrat, phương pháp này bao gồm các bước:

khuấy huyền phù đặc vôi tôi (102, 304) với vận tốc biên của cánh khuấy (308) là 10 m/giây hoặc lớn hơn trong thiết bị khuấy (300);

nhỏ giọt (S206) dung dịch nước axit xitric vào huyền phù đặc trong khi huyền phù đặc đang được khuấy trong thiết bị khuấy để sản xuất canxi xitrat; và

sấy phun (S216) canxi xitrat, trong đó:

phương pháp này còn bao gồm, trước bước nhỏ giọt (S206), bước bổ sung tác nhân phân tán (S204) chứa xyclodextrin vào huyền phù đặc và trong đó:

lượng tác nhân phân tán được bổ sung là từ 5 phần trọng lượng đến 20 phần trọng lượng tính trên 100 phần trọng lượng của hàm lượng rắn canxi xitrat.

2. Phương pháp sản xuất hạt canxi xitrat theo điểm 1, trong đó:

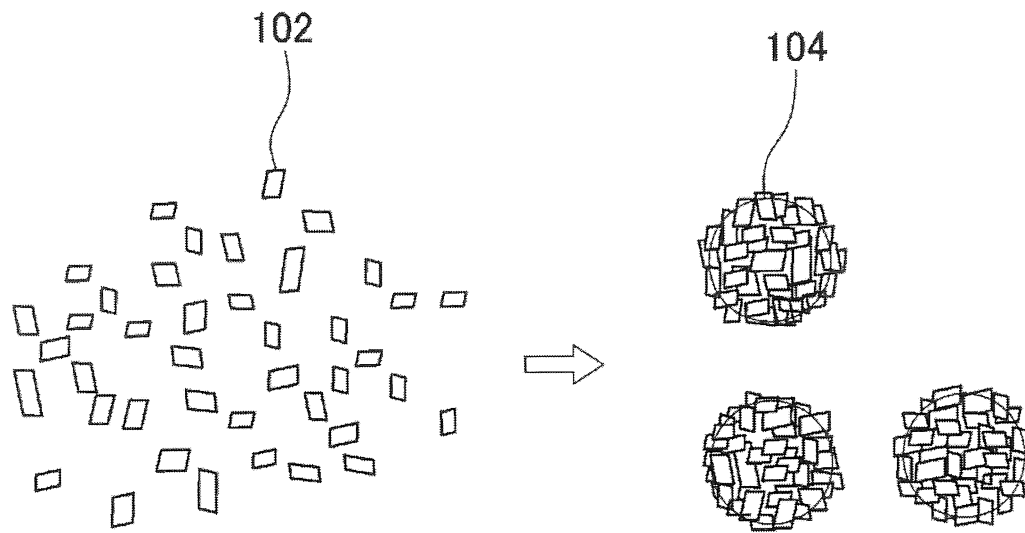
trong khi nhỏ giọt (S206), dung dịch nước axit xitric được nhỏ giọt trực tiếp từ phía trên cánh khuấy (308) của thiết bị khuấy (300).

3. Hạt canxi xitrat được sản xuất bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 hoặc 2, trong đó:

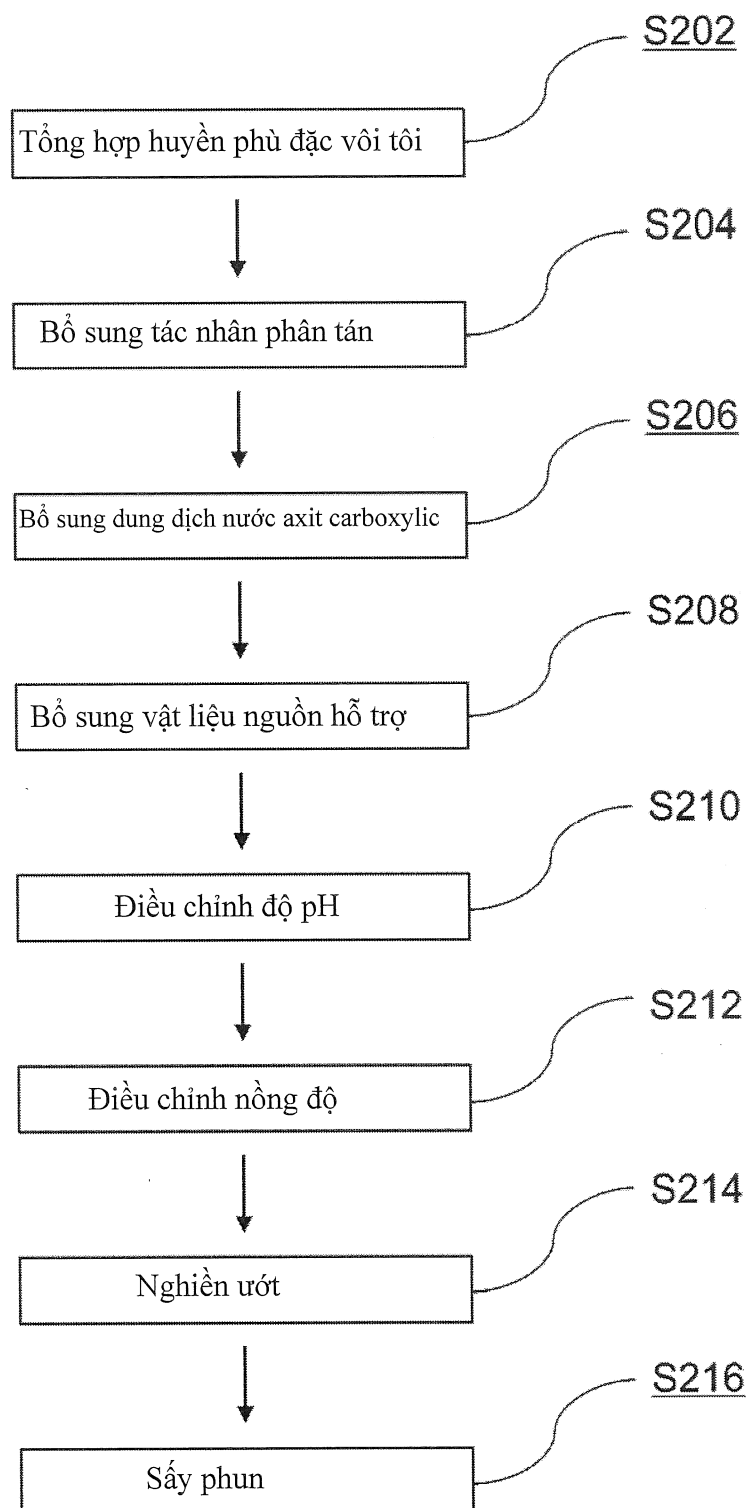
hạt (200) là hạt thứ cấp (200) có đường kính hạt trung bình là 50 $\mu$ m hoặc nhỏ hơn, trong đó các hạt sơ cấp dẹt (104) của canxi xitrat có chiều dài trung bình 2 $\mu$ m hoặc nhỏ hơn kết tụ thành hạt thứ cấp (200), và

hạt (200) bao gồm xyclodextrin làm chất kết dính.

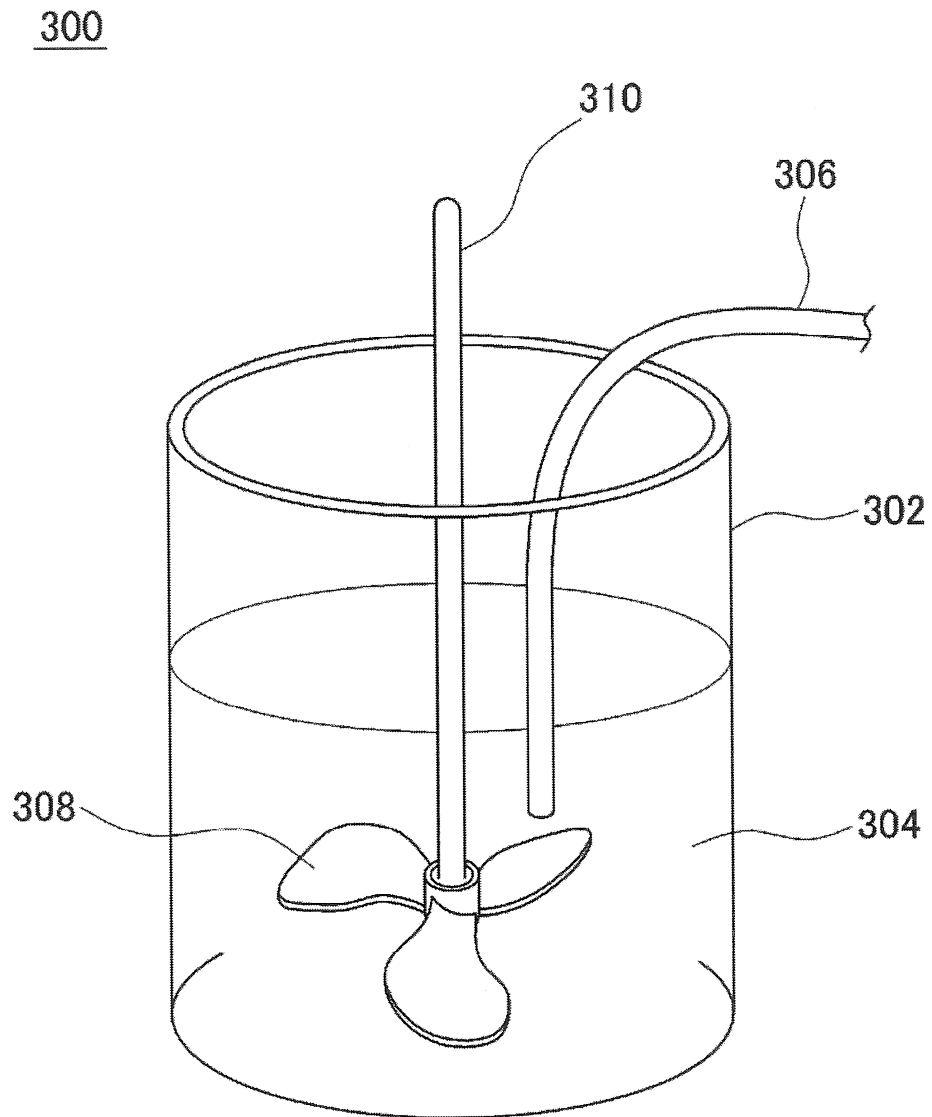
1/5

100*FIG. 1*

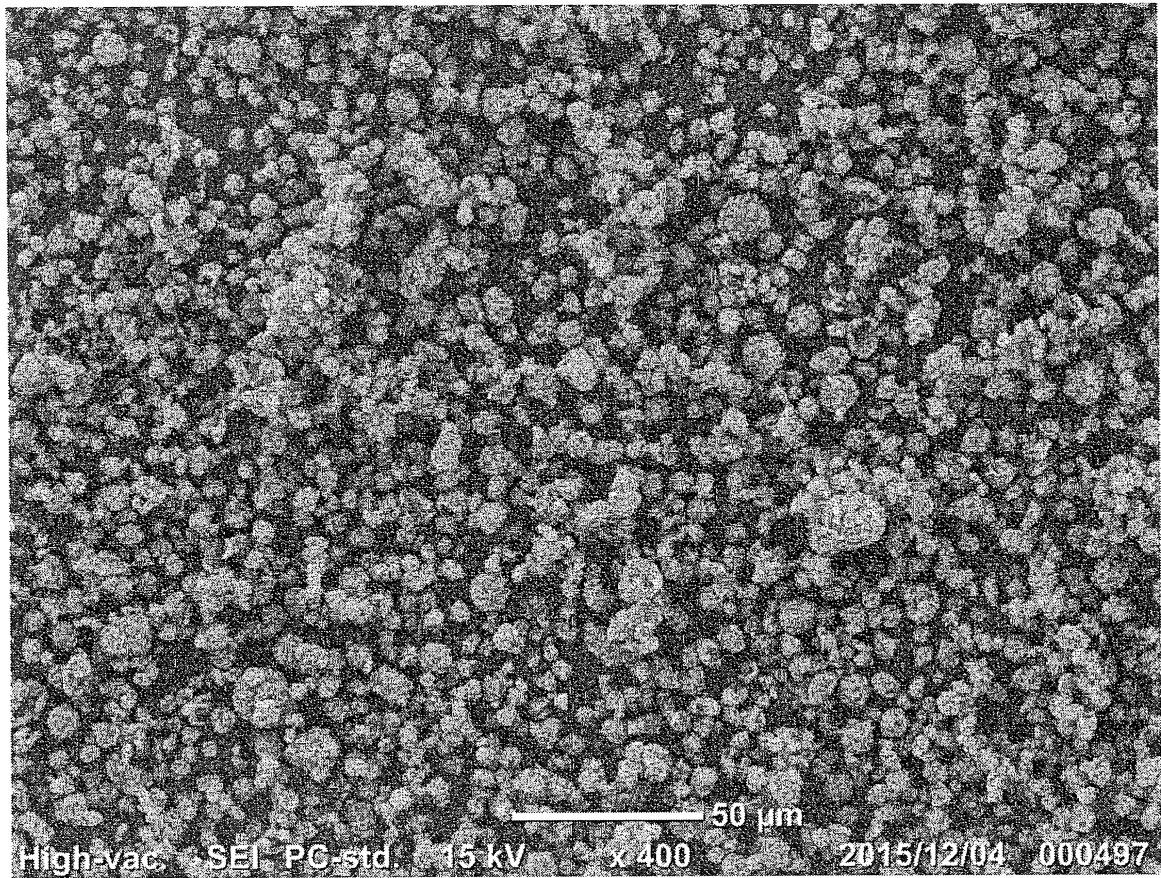
2/5

S200**FIG. 2**

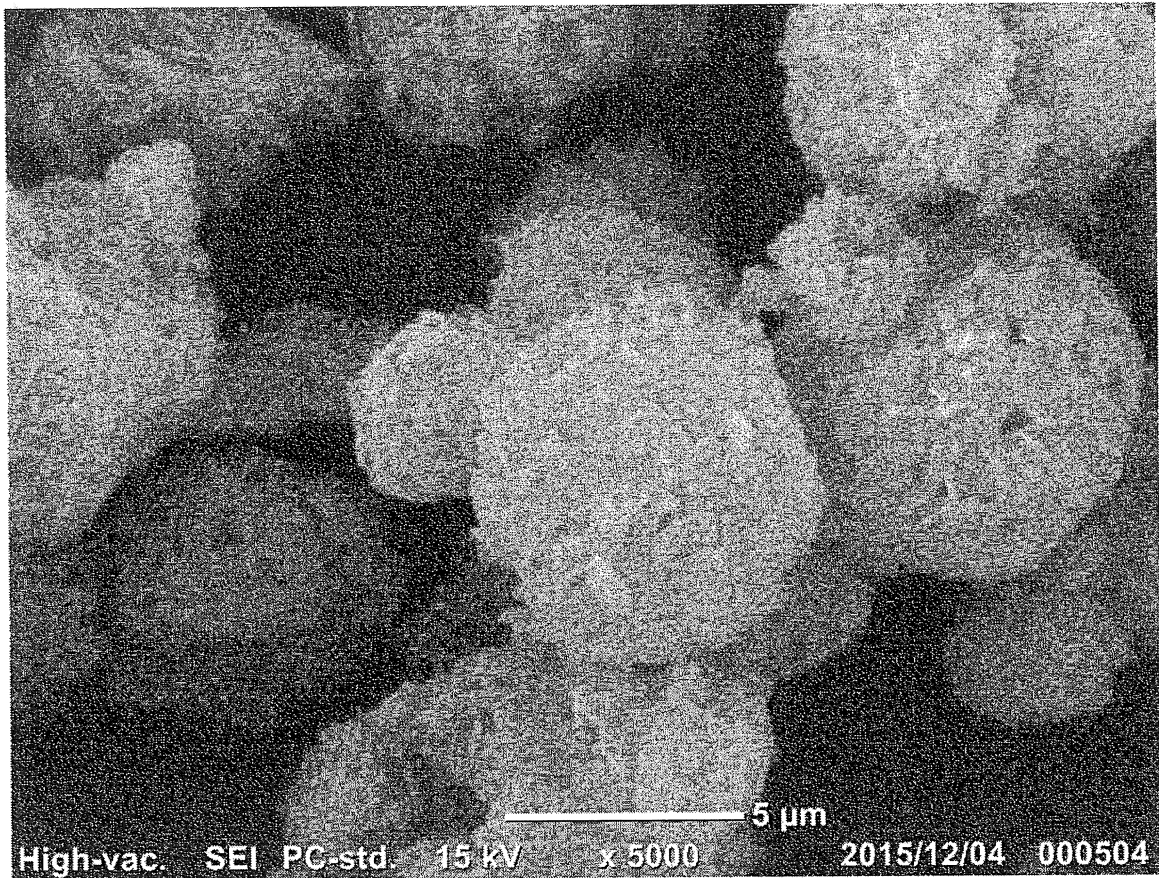
3/5

*FIG. 3*

4/5

*FIG. 4A*



*FIG. 4B*