



(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)



1-0033506

(51)⁸ C11B 1/10; C11B 3/16; C11B 11/00; (13) B
C11B 1/06

(21) 1-2018-01462

(22) 29/09/2016

(86) PCT/JP2016/078867 29/09/2016

(87) WO 2017/057600 A1 06/04/2017

(30) 2015-193843 30/09/2015 JP

(45) 25/10/2022 415

(43) 25/06/2018 363A

(73) OSAKA PREFECTURE UNIVERSITY (JP)

1-1 Gakuen-cho, Naka-ku, Sakai-shi, Osaka 599-8531, Japan

(72) MAEDA, Yasuaki (JP); TAKENAKA, Norimichi (JP); OKITSU, Kenji (JP);
KITAYA, Yoshiaki (JP); OTSUKA, Koji (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP VÀ THIẾT BỊ SẢN XUẤT DẦU THỰC VẬT

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất dầu thực vật, bao gồm các bước: (A) tách dung dịch đã được chiết và chất rắn bằng cách chiết các hạt chứa dầu không ăn được được nghiền với nước, (B) chiết chất rắn thu được trong bước (A) bằng rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon để tách dung dịch đã được chiết và chất rắn, và (C), bước (i) chiết chất rắn thu được trong bước (B) bằng hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon để thu được dầu thực vật hoặc bước (ii) ép dầu từ chất rắn thu được trong bước (B) để thu được dầu thực vật. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất dầu thực vật cho phép tách một cách hiệu quả dầu thực vật từ các hạt chứa dầu không ăn được và ngoài ra, các thành phần hữu ích bổ sung có giá trị cao khác là cũng thu được, qua đó đảm bảo rằng phương pháp sản xuất dầu thực vật này có tính khả thi về mặt thương mại từ quan điểm về việc sử dụng một cách hiệu quả toàn bộ các hạt chứa dầu.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất dầu thực vật và thiết bị sản xuất dầu thực vật, cụ thể là phương pháp sản xuất dầu thực vật một cách hiệu quả bằng cách đưa các hạt chứa dầu không ăn được vào quy trình chiết tách.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Rõ ràng là, thậm chí nếu nhiên liệu sinh học được sản xuất từ dầu hạt cải dầu, dầu đậu nành hoặc dầu cọ mà được sử dụng một cách rộng rãi với một lượng lớn làm nguyên liệu khởi đầu cho nhiên liệu sinh học, thì sự sinh ra CO₂ không được giảm so với dầu nhẹ có nguồn gốc dầu mỏ khi xét đến sự thải khí nhà kính từ Indirect Land-Use Change (ILUC). Vì vậy, việc sử dụng nhiên liệu sinh học được sản xuất từ những nguyên liệu khởi đầu này không phải là giải pháp để giảm nhẹ biến đổi khí hậu, và việc tìm ra nguyên liệu khởi đầu mới là vấn đề khẩn cấp.

Trong những trường hợp như vậy, gần đây dầu mè (*Jatropha curcas*), trẩu (*Vernicia montana*) và hạt tương tự là các hạt chứa dầu không ăn được được gieo trồng ở các nước Đông Nam Á làm các nguyên liệu khởi đầu cho nhiên liệu sinh học theo quan điểm chính trị về giả định rằng sự sinh ra CO₂ được giảm so với các nguyên liệu có nguồn gốc dầu mỏ thậm chí khi xét đến sự thải khí nhà kính từ ILUC.

Trong khi đó, có báo cáo rằng các hạt chứa dầu không ăn được như dầu mè (*Jatropha curcas*) chứa các thành phần dược tính như các vitamin E và các phytosterol và các polysaccarit ngoại trừ dầu thực vật (tài liệu phi sáng chế 1, tài liệu phi sáng chế 2).

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu phi sáng chế

Tài liệu phi sáng chế 1: LIU, J. et al. Solvent Extr. Res. Dev. Jpn. 22, 109-117 (May 2015)

Tài liệu phi sáng chế 2: Abigor, R.D. và Uadia, P.O. Rivista Italiana delle Sostanze Grasse 78, 163-165 (2001)

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Tuy nhiên, trong tình trạng hiện tại, nhiên liệu sinh học có nguồn gốc từ dầu thực vật được sản xuất từ các hạt chứa dầu không ăn được đòi hỏi nhiều nhân công do sự thay đổi thời gian thu hoạch của mỗi hạt chứa dầu không ăn được và hạt tương tự và hệ thống khả thi về mặt thương mại cạnh tranh về mặt kinh tế so với dầu nhẹ không được thiết lập.

Vì vậy, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất dầu thực vật mà đảm bảo rằng dầu thực vật được tách từ các hạt chứa dầu không ăn được một cách hiệu quả và ngoài ra, còn thu được các thành phần hữu ích được bổ sung có giá trị cao khác, và có tính khả thi về mặt thương mại theo quan điểm sử dụng một cách hiệu quả toàn bộ các hạt chứa dầu.

Cách thức giải quyết vấn đề

Các tác giả của sáng chế đã tìm ra rằng dầu thực vật có thể được tách một cách hiệu quả bằng cách đưa các hạt chứa dầu không ăn được vào quy trình xử lý chiết tầng được xác định trước, và ngoài ra, các thành phần hữu ích khác có thể được sản xuất một cách hiệu quả từ các lớp thu được trong các quy trình chiết tương ứng.

Cụ thể là, sáng chế đề cập đến:

1. Phương pháp sản xuất dầu thực vật, bao gồm các bước:
 - (A) tách dung dịch đã được chiết và chất rắn bằng cách chiết các hạt chứa dầu không ăn được được nghiền với nước,
 - (B) chiết chất rắn thu được trong bước (A) bằng rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon để tách dung dịch đã được chiết và chất rắn, và
 - (C) bước (i) chiết chất rắn thu được trong bước (B) bằng hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon để thu được dầu thực vật, hoặc

bước (ii) ép dầu từ chất rắn thu được trong bước (B) để thu được dầu thực vật,

2. Phương pháp theo điểm 1, còn bao gồm bước tạo ra các saccarit từ dung dịch đã được chiết thu được trong bước (A),
3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, còn bao gồm bước tạo ra các thành phần dược tính từ dung dịch đã được chiết thu được trong bước (B),
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hạt chứa dầu không ăn được là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm bao gồm đậu dầu (*Pongamia pinatta*), dầu mè (*Jatropha curcas*), trầu (*Vernicia montana*), cao su (*Hevea brasiliensis*) và mù u (*Calophyllum inophyllum*),
5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon là metanol hoặc etanol,
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó các thành phần dược tính là các vitamin E và các phytosterol,
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó quy trình chiết trong ít nhất một bước được chọn từ bước (A), bước (B) và bước (C)(i) được thực hiện bởi sự bức xạ của ít nhất một trong số vi sóng và sóng siêu âm, và
8. Thiết bị chiết các saccarit, các thành phần dược tính và dầu thực vật từ các hạt chứa dầu không ăn được bằng cách sử dụng, làm dung môi chiết, nước, rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon và hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon, tương ứng, thiết bị bao gồm:

bình chiết để nạp các hạt chứa dầu không ăn được được nghiền vào đó,

cổng cung cấp dung môi để đưa dung môi vào trong bình chiết,

cổng xả để xả dung dịch đã được chiết từ bình chiết, và

phần hồ chứa để lưu trữ dung dịch đã được chiết được xả.

Hiệu quả của sáng chế

Theo phương pháp của sáng chế để đưa các hạt chứa dầu không ăn được

vào quy trình chiết tầng nhiều giai đoạn được xác định trước, dầu thực vật có thể được tách từ các hạt chứa dầu không ăn được một cách hiệu quả và ngoài ra, các thành phần hữu ích khác có thể thu được một cách hiệu quả từ các lớp thu được trong các quy trình chiết tương ứng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo một phương án của sáng chế, dầu thực vật được sản xuất bởi (A) bước chiết các hạt chứa dầu không ăn được được nghiền với nước để tách dung dịch đã được chiết và chất rắn, (B) bước chiết chất rắn thu được trong bước (A) với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon để tách dung dịch đã được chiết và chất rắn, và (C) (i) bước chiết chất rắn thu được trong bước (B) với hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon để thu được dầu thực vật hoặc (ii) bước ép dầu từ chất rắn thu được trong bước (B) để thu được dầu thực vật. Khi thứ tự của quy trình chiết tầng là quy trình chiết với nước, quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon và quy trình chiết với hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon, ái lực giữa các dung môi chiết trước và sau mỗi quy trình chiết trở nên cao và dung môi chiết trở nên dễ dàng phù hợp với chất rắn, qua đó cho phép chiết một cách dễ dàng.

Hạt chứa dầu không ăn được được sử dụng trong sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ của nó bao gồm đậu dầu (*Pongamia pinatta*), dầu mè (*Jatropha curcas*), trầu (*Vernicia montana*), cao su (*Hevea brasiliensis*), mù u (*Calophyllum inophyllum*), búp giấm (*Hibiscus sabdariffa*), thầu dầu (*Ricinus communis*), dầu lanh (*Linum usitatissimum*), so đũa (*Sesbania grandiflora*) và hạt tương tự. Được ưu tiên rằng trong số này, hạt chứa dầu không ăn được là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm bao gồm đậu dầu (*Pongamia pinatta*), dầu mè (*Jatropha curcas*), trầu (*Vernicia montana*), cao su (*Hevea brasiliensis*) và mù u (*Calophyllum inophyllum*) theo quan điểm rằng hàm lượng của các saccarit, các vitamin, các thành phần được tính là cao và các hạt chứa dầu này là không ăn được.

Trong trường hợp của các hạt chứa dầu có vỏ tương đối mỏng như dầu mè (*Jatropha curcas*) và đậu dầu (*Pongamia pinatta*), được ưu tiên là quy trình

nghiền được thực hiện trực tiếp với máy nghiền (ví dụ, High Speed Mill HS20 được sản xuất bởi Labonect Kabushiki Kaisha) thành kích cỡ được ưu tiên nằm trong khoảng từ 70 đến 130 mắt lưới, khoảng ưu tiên là 100 mắt lưới. Đối với các hạt có vỏ tương đối cứng như trầu (*Vernicia montana*), mù u (*Calophyllum inophyllum*) và cao su (*Hevea brasiliensis*), ưu tiên phá vỡ vỏ bằng máy đập (ví dụ, ALI-mini được sản xuất bởi FUJITEX CORPORATION) hoặc tương tự trước khi nghiền bằng máy nghiền.

Ở đây, “thể tích/thể tích%” có nghĩa là% thể tích/thể tích. Ngoài ra, ở đây, “khoảng” có nghĩa là có dung sai là $\pm 1\%$ được cho phép.

Quy trình chiết với nước (bước A)

Trong quy trình chiết các hạt chứa dầu được nghiền với nước, các saccarit có thể thu được từ dung dịch đã được chiết. Các ví dụ về saccarit bao gồm monosaccarit và disaccarit, và sucroza là thành phần chính. Các saccarit thu được có thể được chuyển đổi thành bioetanol bằng cách lên men etanol thông thường.

Lượng nước cho các hạt chứa dầu được ưu tiên nằm trong khoảng từ 1 đến 20mL/g, khoảng ưu tiên hơn là khoảng 1,5 đến 15mL/g, khoảng ưu tiên hơn nữa là từ 2 đến 9mL/g. Ngoài ra, số lần chiết không bị giới hạn cụ thể, và được ưu tiên là 2 lần đến 5 lần theo quan điểm chiết một cách hiệu quả, khoảng ưu tiên hơn là từ 2 lần đến 3 lần theo quan điểm đơn giản hóa quy trình chiết.

Nhiệt độ chiết với nước không bị giới hạn cụ thể, và ưu tiên là 25°C hoặc cao hơn, khoảng ưu tiên hơn là 30°C hoặc cao hơn, ưu tiên hơn nữa là 40°C hoặc cao hơn theo quan điểm chiết một cách hiệu quả các saccarit, nhưng theo quan điểm tiêu thụ năng lượng, có xu hướng là thậm chí nếu nhiệt độ là cao hơn 40°C, hiệu quả chiết bù cho tiêu thụ năng lượng có thể không mong muốn. Do đó, vào mùa hè, quy trình chiết có thể thường được thực hiện tại nhiệt độ thông thường mà không có bất kỳ vấn đề gì.

Theo quan điểm chiết một cách hiệu quả, được ưu tiên là quy trình chiết với nước được tiến hành trong khi áp dụng những năng lượng bên ngoài. Việc áp dụng năng lượng bên ngoài không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ của nó bao

gồm khuấy bằng máy khuấy từ hoặc tương tự, lắc bằng máy lắc hoặc tương tự, sự bức xạ sóng siêu âm, sự bức xạ vi sóng và tương tự. Có thể sử dụng riêng lẻ hoặc sử dụng kết hợp hai hoặc nhiều loại năng lượng bên ngoài nêu trên.

Đối với quy trình chiết với nước, việc sử dụng kết hợp sự bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên theo quan điểm rút ngắn thời gian chiết để chiết các saccarit, nhưng quy trình chiết với nước không được giới hạn ở đó. Thời gian bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên nằm trong khoảng 10 phút hoặc lâu hơn, khoảng ưu tiên hơn là 15 phút hoặc lâu hơn. Khi thời gian bức xạ sóng siêu âm là ít hơn 10 phút, hiệu quả chiết đầy đủ có xu hướng không thu được. Mặt khác, thời gian bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên nằm trong khoảng 40 phút hoặc ít hơn, khoảng ưu tiên hơn là 30 phút hoặc ít hơn. Thậm chí khi thời gian bức xạ sóng siêu âm là lâu hơn 40 phút, có xu hướng là sự cải thiện hiệu quả chiết không như mong muốn. Lưu ý rằng thậm chí trong trường hợp mà ở đó không có sóng siêu âm được bức xạ, năng suất đủ có thể thu được bằng cách tăng thời gian chiết.

Khi sự bức xạ sóng siêu âm được sử dụng đối với quy trình chiết với nước, tần số của sóng siêu âm không bị giới hạn cụ thể, và giới hạn dưới của tần số được ưu tiên là 10kHz, và giới hạn trên của nó được ưu tiên là 50kHz, và được ưu tiên nhất là tiến hành sự bức xạ tại tần số của khoảng 20kHz.

Đối với quy trình chiết với nước, sử dụng sự bức xạ vi sóng được ưu tiên theo quan điểm rút ngắn thời gian chiết để chiết các saccarit và theo quan điểm hiệu quả năng lượng, nhưng quy trình chiết với nước không được giới hạn ở đó. Được ưu tiên là theo quan điểm hiệu quả chiết, thời gian sự bức xạ vi sóng cho phép nhiệt độ của hỗn hợp chiết đạt tới nhiệt độ sôi của dung môi.

Lưu ý rằng trong bước bất kỳ của sáng chế, trong trường hợp sử dụng vi sóng, thường là vi sóng 2,45 GHz theo tiêu chuẩn quốc tế được sử dụng.

Đối với quy trình chiết với nước, việc sử dụng kết hợp sự bức xạ vi sóng và sự bức xạ sóng siêu âm cũng là phương án được ưu tiên. Trong trường hợp này, thời gian bức xạ của sóng siêu âm có thể được thực hiện ngắn hơn so với trường hợp sử dụng riêng lẻ sóng siêu âm. Ngoài ra, để sử dụng một cách hiệu

quả nhiệt độ được nâng lên bởi sự bức xạ vi sóng, cũng đối với sự bức xạ sóng siêu âm được kết hợp, được ưu tiên là nhiệt độ chiết là cao hơn nhiệt độ được đề cập ở trên, ví dụ, 40°C hoặc cao hơn.

Chất rắn có thể thu được bằng cách làm bốc hơi nước từ dung dịch đã được chiết thu được với nước bằng cách sấy dưới áp suất giảm bằng thiết bị làm bốc hơi hoặc tương tự. Chất rắn thu được là hỗn hợp của các các saccarit, và bao gồm các disaccarit như sucroza, lactoza, maltoza và xenlobioza, các polysaccaroza của các trisaccarit hoặc các saccarit đa và tương tự. Hợp phần của các saccarit thay đổi theo loại hạt chứa dầu, và trong nhiều các hạt chứa dầu như đậu dầu (*Pongamia pinatta*), trầu (*Vernicia montana*) và dầu mè (*Jatropha curcas*), khoảng 85 đến 99% là sucroza. Hỗn hợp có thể được sử dụng làm đường hoặc nguyên liệu khởi đầu cho bioetanol, và sucroza tinh khiết cũng có thể thu được bằng cách nghiền.

Quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon (bước B)

Trong quy trình chiết chất rắn thu được với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon sau khi chiết các hạt chứa dầu được nghiền với nước nêu trên, các thành phần được tính có thể thu được từ dung dịch đã được chiết. Các ví dụ về các thành phần được tính bao gồm những thành phần có thể chiết bằng cách sử dụng rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ví dụ, các vitamin E như tocopherol và tocotrienol, các phytosterol như β -sitosterol, campesterol, stigmasterol và brassicasterol và tương tự. Vitamin E là hữu ích làm chất chống oxy hóa, chất làm giảm cholesterol và chất chống ung thư, và các phytosterol là hữu ích làm chất làm giảm cholesterol.

Lượng rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon đối với các hạt chứa dầu được ưu tiên nằm trong khoảng từ 1 đến 20mL/g, khoảng ưu tiên hơn là khoảng 1,5 đến 15mL/g, khoảng ưu tiên hơn nữa là từ 2 đến 9mL/g. Ngoài ra, số lần chiết không bị giới hạn cụ thể, và được ưu tiên là từ 2 lần đến 5 lần theo quan điểm hiệu quả chiết, khoảng ưu tiên là từ 2 lần đến 3 lần theo quan điểm đơn giản hóa quy trình chiết.

Ví dụ, metanol, etanol, propanol, butanol và chất tương tự có thể được

sử dụng làm rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Tuy nhiên, để tối thiểu hóa sự trộn dầu, được ưu tiên lựa chọn từ metanol hoặc etanol. Trong trường hợp sử dụng etanol, việc trộn dầu có thể còn bị hạn chế bằng cách sử dụng hỗn hợp của etanol và nước. Do đó, việc sử dụng hỗn hợp của etanol và nước là được ưu tiên, và hỗn hợp có hàm lượng etanol là 20% (etanol/nước = 20/80 (thể tích/thể tích)) hoặc lớn hơn có thể được sử dụng một cách phù hợp trong khi hàm lượng etanol không được giới hạn ở đó. Cụ thể là, theo quan điểm hiệu quả chiết, được ưu tiên là etanol 75 đến 85% thể tích/thể tích và được ưu tiên nhất là etanol 80% thể tích/thể tích.

Nhiệt độ chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon không bị giới hạn cụ thể, nhưng được ưu tiên là 25°C hoặc cao hơn, khoảng ưu tiên hơn là 30°C hoặc cao hơn, khoảng ưu tiên hơn nữa là 40°C hoặc cao hơn, theo quan điểm hiệu quả chiết các thành phần được tính. Tuy nhiên, theo quan điểm tiêu thụ năng lượng, có xu hướng là thậm chí nếu nhiệt độ là cao hơn 40°C, hiệu quả chiết bù cho tiêu thụ năng lượng có thể không như mong muốn. Do đó, vào mùa hè, quy trình chiết có thể thường được thực hiện tại nhiệt độ thông thường mà không có bất kỳ vấn đề gì.

Theo quan điểm hiệu quả chiết, được ưu tiên là quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon được tiến hành trong khi áp dụng những năng lượng bên ngoài. Việc áp dụng những năng lượng bên ngoài không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ của nó bao gồm khuấy bằng máy khuấy từ hoặc tương tự, lắc bằng máy lắc hoặc tương tự, sự bức xạ sóng siêu âm, sự bức xạ vi sóng và tương tự. Có thể sử dụng riêng lẻ hoặc sử dụng kết hợp hai hoặc nhiều loại năng lượng bên ngoài nêu trên.

Đối với quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, việc sử dụng kết hợp sự bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên theo quan điểm rút ngắn thời gian chiết để chiết các thành phần được tính, nhưng quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon không được giới hạn ở đó. Thời gian bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên là 10 phút hoặc lâu hơn, khoảng ưu tiên hơn là 15 phút hoặc lâu hơn. Khi thời gian bức xạ sóng siêu âm là ít hơn 10 phút, hiệu quả chiết đầy đủ

có xu hướng không thu được. Mặt khác, thời gian bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên là 40 phút hoặc ít hơn, khoảng ưu tiên hơn là 30 phút hoặc ít hơn. Thậm chí khi thời gian bức xạ sóng siêu âm là lâu hơn 40 phút, có xu hướng là sự cải thiện hiệu quả chiết không như mong muốn. Lưu ý rằng thậm chí trong trường hợp mà ở đó không có sóng siêu âm được bức xạ, năng suất đủ có thể thu được bằng cách tăng thời gian chiết.

Khi sự bức xạ sóng siêu âm được sử dụng cho quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, tần số của sóng siêu âm không bị giới hạn cụ thể, và giới hạn dưới của tần số được ưu tiên là 10kHz, và giới hạn trên của nó được ưu tiên là 50kHz, được ưu tiên nhất là khoảng 20kHz. Khi tần số của sóng siêu âm vượt quá 50kHz, sự phân hủy của các thành phần được tính có thể xảy ra.

Đối với quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, việc sử dụng sự bức xạ vi sóng được ưu tiên theo quan điểm rút ngắn thời gian chiết để chiết các thành phần được tính và theo quan điểm hiệu quả năng lượng, nhưng quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon không được giới hạn ở đó. Được ưu tiên là theo quan điểm hiệu quả chiết, thời gian sự bức xạ vi sóng cho phép nhiệt độ của hỗn hợp chiết đạt tới nhiệt độ sôi của dung môi.

Đối với quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, việc sử dụng kết hợp sự bức xạ vi sóng và sự bức xạ sóng siêu âm cũng là phương án được ưu tiên. Trong trường hợp này, thời gian bức xạ của sóng siêu âm có thể được thực hiện ngắn hơn so với trường hợp sử dụng riêng lẻ sóng siêu âm. Ngoài ra, để sử dụng một cách hiệu quả nhiệt độ được nâng lên bởi sự bức xạ vi sóng, sự bức xạ sóng siêu âm cũng được kết hợp, được ưu tiên là nhiệt độ chiết là cao hơn nhiệt độ được đề cập ở trên, ví dụ, 40°C hoặc cao hơn.

Dung dịch đã được chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon thu được được sấy dưới áp suất giảm bằng cách làm bốc hơi dung môi bằng thiết bị làm bốc hơi hoặc thiết bị tương tự để thu được chất rắn. Chất rắn thu được là hỗn hợp của các thành phần được tính, và những thành phần chính của nó là các vitamin E và các phytosterol nêu trên. Các vitamin E và các phytosterol có thể được tách bằng cách làm bốc hơi metanol hoặc etanol của dung môi được chiết,

bổ sung một lượng nhỏ canxi hydroxit hoặc kali hydroxit để kiềm hóa nhẹ và bổ sung nước vào đó, kết quả là các vitamin E phenolic mạnh được hòa tan trong nước, và các phytosterol vẫn ở dạng chất rắn. Trong khi các sản phẩm thu được có thể được sử dụng làm hỗn hợp của các vitamin E hoặc làm hỗn hợp của các phytosterol, tương ứng. Nhưng mỗi thành phần của các vitamin E hoặc mỗi thành phần của các phytosterol có thể được sử dụng sau khi được phân lập bởi phương pháp thông thường như phân giải trọng lượng phân tử bằng cách sử dụng sắc ký lỏng hiệu suất cao (HLPC) hoặc siêu lọc.

Quy trình chiết dầu thực vật (bước C(i))

Đối với quy trình chiết dầu thực vật từ chất rắn sau quy trình chiết với nước và sau quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon được sử dụng làm dung môi chiết. Các ví dụ về hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon bao gồm pentan, hexan, heptan và octan. Trong khi quy trình chiết dầu thực vật có thể được tiến hành theo cách tương tự sử dụng các dung môi bất kỳ, ưu tiên sử dụng hydrocarbon có điểm sôi ở mức cao, ví dụ, hydrocarbon có số Lượng nguyên tử cacbon lớn hơn của hexan như loại có điểm sôi cao hơn của hexan, theo quan điểm phục hồi dung môi. Ngoài ra, việc sử dụng hexan được ưu tiên nhất theo quan điểm chi phí.

Lượng hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon cho các hạt chứa dầu được ưu tiên nằm trong khoảng từ 1 đến 20mL/g, khoảng ưu tiên hơn là từ 1,5 đến 15mL/g, khoảng ưu tiên hơn nữa là từ 2 đến 9mL/g. Ngoài ra, số lần chiết không bị giới hạn cụ thể, và được ưu tiên là từ 2 lần đến 5 lần theo quan điểm hiệu quả chiết, khoảng ưu tiên hơn là từ 2 lần đến 3 lần theo quan điểm đơn giản hóa quy trình chiết.

Nhiệt độ chiết của dầu thực vật không bị giới hạn cụ thể, và được ưu tiên là 25°C hoặc cao hơn, khoảng ưu tiên hơn là 30°C hoặc cao hơn, khoảng ưu tiên hơn nữa là 40°C hoặc cao hơn, theo quan điểm năng suất. Nhưng theo quan điểm tiêu thụ năng lượng, có xu hướng là thậm chí nếu nhiệt độ là cao hơn 40°C, hiệu quả chiết bù cho tiêu thụ năng lượng có thể không mong muốn. Do đó, có vấn đề xảy ra vào mùa hè, quy trình chiết có thể thường được thực hiện tại nhiệt

độ thông thường mà không có bất kỳ vấn đề gì. Tuy nhiên, nếu nhiệt độ của quy trình chiết là quá thấp vào mùa đông, có xu hướng là các triglyxerit của axit stearic và axit palmitic mà là các thành phần của dầu thực vật được hóa rắn (điểm chảy của tristearin: 72°C , điểm chảy của tripalmitin: $65,5^{\circ}\text{C}$), và hiệu quả chiết giảm, và do đó, ưu tiên chiết bằng cách đun nóng đến 25°C hoặc cao hơn vào mùa đông.

Theo quan điểm hiệu quả chiết, được ưu tiên là quy trình chiết dầu thực vật được tiến hành trong khi áp dụng những năng lượng bên ngoài. Để việc áp dụng những năng lượng bên ngoài không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ của nó bao gồm khuấy bằng máy khuấy từ hoặc tương tự, lắc bằng máy lắc hoặc tương tự, sự bức xạ sóng siêu âm, sự bức xạ vi sóng và tương tự. Có thể sử dụng riêng lẻ hoặc sử dụng kết hợp hai hoặc nhiều loại năng lượng bên ngoài nêu trên.

Đối với quy trình chiết dầu thực vật, việc sử dụng kết hợp sự bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên theo quan điểm rút ngắn thời gian chiết, nhưng quy trình chiết dầu thực vật không bị giới hạn là sử dụng kết hợp. Thời gian bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên là 10 phút hoặc lâu hơn, khoảng ưu tiên hơn là 15 phút hoặc lâu hơn. Khi thời gian bức xạ sóng siêu âm là ít hơn 10 phút, sản lượng đầy đủ có xu hướng không thu được. Mặt khác, thời gian bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên là 40 phút hoặc ít hơn, khoảng ưu tiên hơn là 30 phút hoặc ít hơn. Thậm chí khi thời gian bức xạ sóng siêu âm là lâu hơn 40 phút, có xu hướng là sự cải thiện năng suất so với chi phí không như mong muốn. Lưu ý rằng thậm chí trong trường hợp mà ở đó không có sóng siêu âm được bức xạ, năng suất đủ có thể thu được bằng cách tăng thời gian chiết.

Theo sáng chế, trong trường hợp sử dụng sự bức xạ sóng siêu âm cho quy trình chiết dầu thực vật, tần số của sóng siêu âm không bị giới hạn cụ thể, và được ưu tiên là 10kHz hoặc lớn hơn, khoảng ưu tiên là 20kHz hoặc lớn hơn. Hiệu quả chiết về cơ bản là tương tự có thể thu được lên đến khoảng 50kHz mà là sóng siêu âm của tần số tương đối thấp. Tần số của sóng siêu âm được ưu tiên là 100kHz hoặc nhỏ hơn, khoảng ưu tiên hơn là 50kHz hoặc nhỏ hơn. Khi tần số của sóng siêu âm vượt quá 100kHz, phản ứng phân hủy của hợp chất được chiết

nâng cao và có xu hướng là sự cải thiện năng suất so với chi phí không như mong muốn.

Đối với quy trình chiết dầu thực vật, việc sử dụng sự bức xạ vi sóng được ưu tiên theo quan điểm rút ngắn thời gian chiết và theo quan điểm hiệu quả năng lượng, nhưng quy trình chiết dầu thực vật không được giới hạn ở đó. Dung môi chiết là hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon không có nhóm hydroxyl, và do đó, có thể coi rằng sự bức xạ vi sóng hoạt động trên các thành phần khác ngoài dung môi để ảnh hưởng lên chúng. Được ưu tiên là theo quan điểm hiệu quả chiết, thời gian sự bức xạ vi sóng cho phép nhiệt độ của hỗn hợp chiết đạt tới nhiệt độ sôi của dung môi.

Ngoài ra, đối với quy trình chiết dầu thực vật, việc sử dụng kết hợp sự bức xạ sóng siêu âm và sự bức xạ vi sóng cũng là phương án được ưu tiên. Trong trường hợp này, thời gian bức xạ sóng siêu âm có thể được thực hiện ngắn hơn so với việc sử dụng riêng lẻ sóng siêu âm. Ngoài ra, để sử dụng một cách hiệu quả nhiệt độ được nâng lên bởi sự bức xạ vi sóng, sự bức xạ sóng siêu âm cũng được kết hợp, được ưu tiên là nhiệt độ chiết là cao hơn nhiệt độ được đề cập ở trên, ví dụ, 40°C hoặc cao hơn.

Dầu thực vật làm chất nền dầu có thể thu được bằng cách sấy dung dịch đã được chiết thu được của dầu thực vật dưới áp suất giảm bằng thiết bị làm bốc hơi để làm bốc hơi dung môi.

Quy trình ép dầu thực vật (bước C(ii))

Quy trình ép dầu có thể được thực hiện bằng cách đổ chất rắn sau quy trình chiết các hạt chứa dầu với nước và sau quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon vào trong thiết bị ép dầu (ví dụ, KT50-160 được sản xuất bởi San Seiki Co., Ltd. hoặc tương tự) và đưa chất rắn đi ép dầu tại tốc độ là 4 đến 5kg/giờ. Quy trình ép dầu của một lượng lớn chất rắn có thể được thực hiện tại 12kg/giờ bằng cách sử dụng KT100-200.

Hoạt động phân tầng

Khi thực hiện sáng chế, các bước (A), (B) và (C)(i) nêu trên có thể được

thực hiện liên tục bằng cách sử dụng các dung môi chiết tương ứng theo thứ tự trong bình chứa các hạt chứa dầu. Trong trường hợp này, các điều kiện chiết được đề cập ở trên có thể được áp dụng trong các bước, tương ứng.

Khi thực hiện sáng chế, các hạt chứa dầu trong bình chứa có thể được chiết liên tục với mỗi dung môi chiết. Trong trường hợp này, khi tất cả các điều kiện như nhiệt độ chiết, thời gian bức xạ của sóng siêu âm và tần số của sóng siêu âm là tương tự trong mỗi bước chiết, việc thiết lập không cần thay đổi, và quy trình chiết có thể được thực hiện dễ dàng hơn. Các điều kiện chiết là nhiệt độ được ưu tiên là 25° đến 40°C, thời gian bức xạ của sóng siêu âm được ưu tiên là 15 đến 30 phút, và tần số được ưu tiên là 20kHz. Lưu ý rằng khi sự bức xạ vi sóng được sử dụng cùng với sự bức xạ sóng siêu âm, nhiệt độ bức xạ sóng siêu âm được ưu tiên là 40°C hoặc cao hơn.

Như được đề cập ở trên, theo sáng chế, các saccarit trở thành các nguyên liệu khởi đầu cho bioetanol, các thành phần được tính, dầu thực vật trở thành nguyên liệu khởi đầu cho nhiên liệu sinh học, phần dư trở thành nguyên liệu khởi đầu cho khí metan và sinh khối có thể được sản xuất từ các hạt chứa dầu không ăn được bởi một loạt tảo, và hệ thống sử dụng sinh khối tích hợp là thuận lợi về mặt kinh tế so với các nhiên liệu xăng dầu có thể được thiết lập.

Thiết bị chiết các saccarit, các thành phần được tính và dầu thực vật theo thứ tự

Theo sáng chế, các saccarit, các thành phần được tính và dầu thực vật có thể được chiết từ các hạt chứa dầu theo thứ tự bằng cách thay đổi dung môi chiết, và do đó, mỗi trong số chúng có thể được chiết và được tách theo thứ tự trong thiết bị được trang bị có duy nhất một bình chiết. Cụ thể là, thiết bị chiết các saccarit, các thành phần được tính và dầu thực vật từ các hạt chứa dầu không ăn được sử dụng, làm dung môi chiết, nước, rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon và hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon, tương ứng theo thứ tự, mà bao gồm bình chiết để nạp các hạt chứa dầu không ăn được được nghiền vào đó, cổng cung cấp dung môi để đưa dung môi vào trong bình chiết, cổng xả để xả dung dịch đã được chiết từ bình chiết, và phần hồ chứa để lưu trữ dung dịch đã được chiết được xả có thể được sử dụng. Số lượng cổng cung cấp dung môi

trong bình chiết có thể là một, và nhiều cổng có thể được bố trí cho các dung môi tương ứng. Thiết bị có thể được bố trí có các phương tiện khuấy cho bình chiết, phân gia nhiệt cho bình chiết, phần bức xạ sóng siêu âm và phần bức xạ vi sóng nếu cần.

Cụ thể là, các hạt chứa dầu được nghiền được đổ vào trong bình chiết, và nước được đưa qua cổng cung cấp dung môi. Sau khi khuấy hoặc thực hiện bức xạ vi sóng và/hoặc sự bức xạ sóng siêu âm trong một khoảng thời gian được xác định trước, dung dịch dạng nước được tách từ cổng xả đối với dung dịch đã được chiết. Số lượng được xác định trước của các hoạt động này được thực hiện. Tiếp theo, rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon được đưa từ cổng cung cấp dung môi vào trong bình chiết. Sau khi khuấy hoặc thực hiện sự bức xạ vi sóng và/hoặc sự bức xạ sóng siêu âm trong một khoảng thời gian được xác định trước, dung dịch rượu được tách từ cổng xả đối với dung dịch đã được chiết. Số lượng được xác định trước của các hoạt động này được thực hiện. Cuối cùng, hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon được đưa từ cổng cung cấp dung môi vào trong bình chiết. Sau khi khuấy hoặc thực hiện sự bức xạ vi sóng và/hoặc sự bức xạ sóng siêu âm trong một khoảng thời gian được xác định trước, dung dịch của hydrocarbon no được tách từ cổng xả đối với dung dịch đã được chiết. Số lượng được xác định trước của các hoạt động này được thực hiện. Theo cách này, mỗi dung dịch chứa các saccarit, các thành phần được tính hoặc dầu thực vật có thể được tách và mỗi dung môi có thể được làm bốc hơi để thu được các saccarit, các thành phần được tính và dầu thực vật mong muốn. Thiết bị có thể được bố trí có các phương tiện ép để cho phép dung dịch đã được chiết được xả dưới áp suất nếu cần.

Mô tả ở trên được thực hiện liên quan đến phương pháp sản xuất dầu thực vật theo sáng chế có thể được áp dụng cho thiết bị chiết các saccarit, các thành phần được tính và dầu thực vật theo thứ tự trong phương án của sáng chế.

Phương án khác của sáng chế

Như được đề cập ở trên, một phương án của sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất dầu thực vật, bao gồm: (A) bước tách dung dịch đã được chiết và

chất rắn bằng cách chiết các hạt chứa dầu không ăn được được nghiền với nước, (B) bước chiết chất rắn thu được trong bước (A) với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon để tách dung dịch đã được chiết và chất rắn, và (C) (i) bước chiết chất rắn thu được trong bước (B) với hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon để thu được dầu thực vật, hoặc bước (ii) ép dầu từ chất rắn thu được trong bước (B) để thu được dầu thực vật. Trong khi đó, Phương án khác của sáng chế đề xuất phương pháp thực hiện bước (C)(i) cho chất rắn thu được trong bước (A) trước khi thực hiện bước (B) nêu trên. Phương án này là thuận lợi hơn trong trường hợp sử dụng rượu có 2 đến 4 nguyên tử cacbon làm rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Lý do quy trình chiết dầu thực vật được thực hiện đầu tiên là khi chiết các thành phần được tính sử dụng rượu có 2 đến 4 nguyên tử cacbon, không liên quan đến việc trộn dầu. Các điều kiện khác không khác biệt một cách cụ thể so với phương án nêu trên.

Thiết bị chiết các saccarit nêu trên, các thành phần được tính và dầu thực vật theo thứ tự có thể được sử dụng để chiết các saccarit, dầu thực vật và các thành phần được tính theo thứ tự để phù hợp với phương án của sáng chế để thực hiện bước (C)(i) trước khi thực hiện bước (B). Cụ thể là, mô tả tương tự được thực hiện trong phương pháp sản xuất dầu thực vật của sáng chế và thiết bị của sáng chế để chiết các saccarit, các thành phần được tính và dầu thực vật theo thứ tự có thể được áp dụng tương tự.

Quy trình chiết các saccarit

Như được đề cập ở trên, trong khi các saccarit có thể được chiết bằng cách thực hiện quy trình chiết với nước như một bước của the quy trình chiết tầng theo sáng chế, trong trường hợp chiết duy nhất các saccarit, quy trình chiết các saccarit có thể được thực hiện độc lập so với the quy trình chiết tầng theo sáng chế. Trong trường hợp này, các hạt chứa dầu được nghiền có thể được chiết với nước, hoặc chất rắn sau quy trình chiết các thành phần được tính với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon có thể được đưa đi chiết với nước.

Mô tả được thực hiện so với quy trình chiết với nước trong phương pháp sản xuất dầu thực vật của sáng chế có thể được áp dụng cho phương pháp chiết

các saccharit theo phương án này của sáng chế.

Quy trình chiết các thành phần được tính

Như được đề cập ở trên, trong trường hợp của the quy trình chiết tăng theo sáng chế, các thành phần được tính thu được bằng cách đưa chất rắn thu được bởi quy trình chiết với nước đến quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Tuy nhiên, trong trường hợp thu được duy nhất các thành phần được tính, quy trình chiết không được giới hạn ở đó, và có thể chiết trực tiếp các thành phần được tính bằng cách đưa các hạt chứa dầu được nghiền vào quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Mô tả được thực hiện so với quy trình chiết với rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon trong phương pháp sản xuất dầu thực vật của sáng chế có thể được áp dụng cho phương pháp chiết các thành phần được tính theo phương án này của sáng chế.

Sự chuyển đổi sáng nhiên liệu sinh học

Dầu thực vật thu được trong sáng chế là một loại chứa nước nếu nó không được đưa đi xử lý đặc biệt. Tuy nhiên, khi thu được nhiên liệu sinh học bằng cách alkyl-este hóa, ví dụ, phương pháp đồng dung môi sử dụng axeton (WO 2010/106985) được sử dụng, không có vấn đề cụ thể thậm chí nếu vài phần trăm nước có vào đó. Ngoài ra, bằng cách sử dụng phương pháp đồng dung môi, glycerin tinh khiết cao được sinh ra làm sản phẩm phụ có thể được sử dụng, và hệ thống kinh tế cao có thể thu được.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được giải thích chi tiết dưới đây qua các ví dụ, nhưng không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

Ví dụ tham khảo 1

Lượng sucroza, các vitamin E, các phytosterol và dầu thực vật có trong mỗi hạt chứa dầu được thể hiện trong bảng 1 được xác định.

(1-1) Quy trình chiết sucroza

Sau khi phá vỡ các vỏ cứng của các hạt bằng máy đập (ALI-mini được sản xuất bởi FUJITEX CORPORATION; 7,5kW) và sau đó còn nghiền thành kích cỡ là 100 mắt lưới bằng máy nghiền (High Speed Mill HS20 được sản xuất bởi Labonect Kabushiki Kaisha), 30mL nước được bổ sung vào 10g hạt được nghiền thu được, sau đó bằng cách bức xạ sóng siêu âm trong 15 phút là 20kHz tại 30°C để tách pha nước. Hoạt động chiết tương tự được lặp lại thêm bốn lần, và lớp dạng nước được kết hợp được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm để thu được các saccarit. Các saccarit thu được được phân tích bởi sắc ký lỏng hiệu suất cao (HPLC). Hàm lượng (% khối lượng) của sucroza và lượng sucroza trong các saccarit được thể hiện trong bảng 1.

(1-2) Quy trình chiết các thành phần được tính

Sau khi phá vỡ các vỏ cứng của các hạt bằng máy đập (ALI-mini được sản xuất bởi FUJITEX CORPORATION; 7,5kW) và sau đó còn nghiền thành kích cỡ là 100 mắt lưới bằng máy nghiền (High Speed Mill HS20 được sản xuất bởi Labonect Kabushiki Kaisha), 30mL metanol được bổ sung vào 10g hạt được nghiền, sau đó bằng cách bức xạ sóng siêu âm trong 15 phút là 20kHz tại 30°C để tách lớp metanol. Hoạt động chiết tương tự được lặp lại thêm bốn lần, và lớp metanol được kết hợp được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm. Chất rắn thu được được hòa tan trong metanol, và như kết quả của phép phân tích bởi HPLC, các vitamin E của ba loại tocopherol (α, β, γ) và bốn loại tocotrienol ($\alpha, \beta, \gamma, \delta$), và các phytosterol được xác định. Lượng vitamin E và phytosterol được tính toán từ các kết quả phân tích bởi HPLC được thể hiện trong bảng 1.

(1-3) Quy trình chiết dầu thực vật

Sau khi phá vỡ các vỏ cứng của các hạt bằng máy đập (ALI-mini được sản xuất bởi FUJITEX CORPORATION; 7,5kW) và sau đó còn nghiền thành kích cỡ là 100 mắt lưới bằng máy nghiền (High Speed Mill HS20 được sản xuất bởi Labonect Kabushiki Kaisha), 30mL hexan được bổ sung vào 10g hạt được nghiền, sau đó bằng cách bức xạ sóng siêu âm trong 15 phút là 20kHz tại 30°C để tách lớp hexan. Hoạt động chiết tương tự được lặp lại thêm bốn lần, và hexan trong lớp hexan được kết hợp được làm bốc hơi dưới áp suất giảm để thu được

dầu thực vật. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

Các hạt	Hàm lượng của sucroza trong saccarit	Sucroza (g)	Các vitamin E (mg)	Các phytosterol (mg)	Dầu thực vật (g)
Đậu dầu	98,7	0,89	7,2	9,7	2,92
Trầu	95,1	0,20	17,4	6,8	3,26
Cao su	9,8	0,58	3,5	1,1	2,47
Dầu mè	86,7	0,66	5,6	7,9	2,74
Mù u	78,5	0,18	51	3,8	2,07

Các ví dụ 1 đến 9

10g hạt dầu mè (*Jatropha curcas*) được nghiền thành thành kích cỡ là 100 mắt lưới bằng máy nghiền (High Speed Mill HS20 được sản xuất bởi Labonect Kabushiki Kaisha) được bổ sung 30mL nước, và quy trình chiết được thực hiện dưới các điều kiện được thể hiện trong bảng 2 để tách lớp dạng nước và chất rắn. Hoạt động chiết tương tự được lặp lại thêm hai lần, và lớp dạng nước được kết hợp được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm để thu được các saccarit. Các saccarit thu được được phân tích bởi sắc ký lỏng hiệu suất cao, và hàm lượng của sucroza được tính toán. Tỷ lệ bất kỳ của sucroza so với các saccarit về cơ bản là 86,7% khối lượng.

Tiếp theo, 30mL metanol được bổ sung vào chất rắn, sau đó bằng cách chiết dưới các điều kiện được thể hiện trong bảng 2 để tách lớp metanol và chất rắn. Hoạt động chiết tương tự được lặp lại thêm hai lần, và lớp metanol được kết hợp được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm. Chất rắn thu được được hòa tan trong metanol, và được phân tích bởi HPLC. Lượng vitamin E và phytosterol được tính toán từ các kết quả phân tích bởi HPLC.

Sau đây, 30mL hexan được bổ sung vào chất rắn, sau đó bằng cách chiết dưới các điều kiện được thể hiện trong bảng 2 để tách lớp hexan. Hoạt động chiết tương tự được lặp lại thêm hai lần, và hexan trong các pha hexan thu được được làm bốc hơi dưới áp suất giảm để thu được chất nền dầu.

Lượng sucroza, lượng vitamin E và phytosterol và năng suất dầu thực vật được thể hiện trong bảng 2 theo phần trăm (%) trên lượng của ví dụ tham khảo 1.

Bảng 2

	Các ví dụ								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Nhiệt độ chiết (°C)	5	25	30	40	50	30	30	30	30
Tần số (kHz)	20	20	20	20	20	20	20	45	100
Thời gian bức xạ sóng siêu âm (phút)	15	15	15	15	15	10	30	15	15
Sucroza (%)	91,8	95,1	95,2	96,0	96,2	85,2	95,4	92,3	83,2
Các vitamin E (%)	85,6	87,8	88,1	91,0	91,6	84,2	89,6	87,1	78,8
Các phytosterol (%)	84,8	87,3	88,5	91,4	91,4	84,5	88,8	88,0	82,1
Dầu thực vật (%)	80,4	93,2	93,4	94,1	94,5	89,2	93,8	90,5	97,6

Ví dụ 10

10g hạt dầu mè (*Jatropha curcas*) được nghiền thành kích cỡ là 100 mắt lưới bằng máy nghiền (High Speed Mill HS20 được sản xuất bởi Labonect Kabushiki Kaisha) được bổ sung 30mL nước, sau đó bằng cách bức xạ sóng siêu âm trong 15 phút là 20kHz tại 30°C để tách lớp dạng nước và chất rắn. Hoạt động chiết tương tự được lặp lại thêm hai lần, và lớp dạng nước được kết hợp được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm để thu được các saccarit. Lượng saccarit thu được là 0,743g. Như kết quả phân tích bởi HPLC, nồng độ của sucroza là 86,7%, và 0,644g sucroza tinh khiết thu được.

Tiếp theo, 30mL etanol 80% thể tích/thể tích được bổ sung vào chất rắn, sau đó bằng cách bức xạ sóng siêu âm trong 15 phút là 20kHz tại 30°C để tách an etanol lớp và chất rắn. Hoạt động chiết tương tự được lặp lại thêm hai lần, và combined etanol lớp được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm. Chất rắn được hòa tan trong etanol và được phân tích bởi HPLC. Kết quả là, lượng vitamin E và phytosterol được tính toán từ các kết quả phân tích bởi HPLC là 5,4mg và 7,7mg, tương ứng.

Sau đây, 30mL hexan được bổ sung vào chất rắn, sau đó bằng cách bức xạ sóng siêu âm trong 15 phút là 20kHz tại 30°C để tách lớp hexan. Hoạt động chiết tương tự được lặp lại thêm hai lần, và hexan trong lớp hexan được kết hợp được làm bốc hơi dưới áp suất giảm để thu được chất nền dầu (dầu thực vật) (2,70g).

Ví dụ 11

10g hạt dầu mè (*Jatropha curcas*) được nghiền thành kích cỡ là 100 mắt lưới bằng máy nghiền (High Speed Mill HS20 được sản xuất bởi Labonect Kabushiki Kaisha) được bổ sung 30mL nước, sau đó bằng cách khuấy tại 30°C trong 30 phút bằng máy khuấy từ (600 vòng/phút) để tách lớp dạng nước và chất rắn. Lớp dạng nước thu được được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm để thu được các saccarit. Các saccarit thu được được phân tích bởi sắc ký lỏng hiệu suất cao, và hàm lượng của sucroza được tính toán. Trong trường hợp bất kỳ, tỷ lệ của sucroza so với các saccarit về cơ bản là 86,7% khối lượng.

Tiếp theo, 30mL etanol 20% (etanol/nước = 20/80 (thể tích/thể tích)) được bổ sung vào chất rắn, sau đó bằng cách khuấy tại 30°C trong 30 phút bằng máy khuấy từ (600 vòng/phút) để tách lớp etanol 20% và chất rắn. Lớp etanol 20% thu được được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm. Chất rắn thu được được hòa tan trong metanol và được phân tích bởi HPLC. Lượng vitamin E và phytosterol được tính toán từ các kết quả phân tích bởi HPLC.

Sau đây, 30mL hexan được bổ sung vào chất rắn, sau đó bằng cách khuấy tại 30°C trong 30 phút bằng máy khuấy từ (600 vòng/phút) để tách lớp hexan. Hexan trong lớp hexan thu được được làm bốc hơi dưới áp suất giảm để thu được chất nền dầu.

Lượng sucroza, lượng vitamin E và phytosterol và năng suất dầu thực vật được thể hiện trong bảng 3 theo phần trăm (%) trên lượng của ví dụ tham khảo 1.

Ví dụ 12

Mỗi thành phần thu được theo cách tương tự như trong ví dụ 11 ngoại

trừ việc thời gian khuấy trong mỗi bước chiết được thay đổi đến ba giờ.

Lượng sucroza, lượng vitamin E và phytosterol và năng suất dầu thực vật được thể hiện trong bảng 3 theo phần trăm (%) trên lượng của ví dụ tham khảo 1.

Ví dụ 13

Mỗi thành phần thu được theo cách tương tự như trong ví dụ 12 ngoại trừ việc trong bước chiết với nước, sự bức xạ vi sóng trong 30 giây (2,45 GHz) và sau đó sự bức xạ sóng siêu âm 20kHz trong 10 phút tại 60°C được thực hiện thay thế cho việc khuấy bằng máy khuấy từ; và trong bước chiết với etanol 20% và trong bước chiết với hexan, sự bức xạ vi sóng trong 15 giây (2,45 GHz) và then sự bức xạ sóng siêu âm 20kHz trong 10 phút tại 60°C được thực hiện thay thế cho việc khuấy bằng máy khuấy từ.

Lượng sucroza, lượng vitamin E và phytosterol và năng suất dầu thực vật được thể hiện trong bảng 3 theo phần trăm (%) trên lượng của ví dụ tham khảo 1.

Bảng 3

Năng suất (%)	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13
Sucroza	68,2	92,4	97,0
Các vitamin E	73,2	94,6	96,4
Các phytosterol	53,1	86,1	94,9
Dầu thực vật	65,3	85,4	95,6

Ví dụ 14

10g hạt mù u (*Calophyllum inophyllum*) được nghiền thành kích cỡ là 100 mắt lưới bằng máy nghiền (High Speed Mill HS20 được sản xuất bởi Labonect Kabushiki Kaisha) được bổ sung 20mL nước, sau đó bằng cách khuấy tại 30°C trong 30 phút bằng máy khuấy từ (600 vòng/phút) để tách lớp dạng nước và chất rắn. Lớp dạng nước thu được được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm để thu được các saccarit. Các saccarit thu được được phân tích bởi sắc ký lỏng hiệu suất cao, và hàm lượng của sucroza được tính toán. Trong trường hợp bất kỳ, tỷ lệ của sucroza so với các saccarit về cơ bản là 86,7% khối lượng.

Tiếp theo, 20mL etanol 20% (etanol/nước = 20/80 (thể tích/thể tích)) được bổ sung vào chất rắn, sau đó bằng cách khuấy tại 30°C trong 30 phút bằng máy khuấy từ (600 vòng/phút) để tách lớp etanol 20% và chất rắn. Lớp etanol 20% thu được được làm bốc hơi để sấy dưới áp suất giảm. Chất rắn thu được được hòa tan trong metanol và được phân tích bởi HPLC. Lượng vitamin E và phytosterol được tính toán từ các kết quả phân tích bởi HPLC.

Sau đây, 20mL hexan được bổ sung vào chất rắn, sau đó bằng cách khuấy tại 30°C trong 30 phút bằng máy khuấy từ (600 vòng/phút) để tách lớp hexan. Hexan trong lớp hexan thu được được làm bốc hơi dưới áp suất giảm để thu được chất nền dầu.

Lượng sucroza, lượng vitamin E và phytosterol và năng suất dầu thực vật được thể hiện trong bảng 4 theo phần trăm (%) trên lượng của ví dụ tham khảo 1.

Ví dụ 15

Mỗi thành phần thu được theo cách tương tự như trong ví dụ 14 ngoại trừ việc trong bước chiết với nước, sự bức xạ vi sóng trong 30 giây (2,45 GHz) và then sự bức xạ sóng siêu âm 20kHz trong 10 phút tại 60°C được thực hiện thay thế cho việc khuấy bằng máy khuấy từ; và trong bước chiết với etanol 20% và trong bước chiết với hexan, sự bức xạ vi sóng trong 15 giây (2,45 GHz) và then sự bức xạ sóng siêu âm 20kHz trong 10 phút tại 60°C được thực hiện thay thế cho việc khuấy bằng máy khuấy từ.

Lượng sucroza, lượng vitamin E và phytosterol và năng suất dầu thực vật được thể hiện trong bảng 4 theo phần trăm (%) trên lượng của ví dụ tham khảo 1.

Ví dụ 16

Mỗi thành phần thu được theo cách tương tự như trong ví dụ 14 ngoại trừ việc các hạt trâu (*Vernicia montana*) được sử dụng thay thế cho các hạt mù u (*Calophyllum inophyllum*).

Lượng sucroza, lượng vitamin E và phytosterol và năng suất dầu thực

vật được thể hiện trong bảng 4 theo phần trăm (%) trên lượng của ví dụ tham khảo 1.

Ví dụ 17

Mỗi thành phần thu được theo cách tương tự như trong ví dụ 15 ngoại trừ việc các hạt trâu (*Vernicia montana*) được sử dụng thay thế cho các hạt mù u (*Calophyllum inophyllum*).

Lượng sucroza, lượng vitamin E và phytosterol và năng suất dầu thực vật được thể hiện trong bảng 4 theo phần trăm (%) trên lượng của ví dụ tham khảo 1.

Bảng 4

Năng suất (%)	Ví dụ 14	Ví dụ 15	Ví dụ 16	Ví dụ 17
Sucroza	66,7	100	80	90,0
Các vitamin E	64,7	96,7	64,4	90,8
Các phytosterol	47,4	89,5	91,2	98,5
Dầu thực vật	65,2	101	44,4	99,7

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất dầu thực vật, bao gồm các bước:

(A) tách dung dịch đã được chiết và chất rắn bằng cách chiết các hạt chứa dầu không ăn được được nghiền với nước,

(B) chiết chất rắn thu được trong bước (A) bằng rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon để tách dung dịch đã được chiết và chất rắn, và

(C) bước (i) chiết chất rắn thu được trong bước (B) bằng hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon để thu được dầu thực vật, hoặc

bước (ii) ép dầu từ chất rắn thu được trong bước (B) để thu được dầu thực vật.

2. Phương pháp theo điểm 1, còn bao gồm bước tạo ra các saccarit từ dung dịch đã được chiết thu được trong bước (A).

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, còn bao gồm bước tạo ra các thành phần được tính từ dung dịch đã được chiết thu được trong bước (B).

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hạt chứa dầu không ăn được là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm bao gồm đậu dầu (*Pongamia pinatta*), dầu mè (*Jatropha curcas*), trầu (*Vernicia montana*), cao su (*Hevea brasiliensis*) và mù u (*Calophyllum inophyllum*).

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon là metanol hoặc etanol.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó các thành phần được tính là các vitamin E và các phytosterol.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó quy trình chiết trong ít nhất một bước từ bước (A), bước (B) và bước (C)(i) được thực hiện bằng cách bức xạ của ít nhất một trong số vi sóng và sóng siêu âm.

8. Thiết bị chiết các saccarit, các thành phần được tính và dầu thực vật từ các hạt chứa dầu không ăn được bằng cách sử dụng, làm dung môi chiết, nước, rượu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon và hydrocacbon no có 5 đến 8 nguyên tử cacbon,

tương ứng, thiết bị bao gồm:

bình chiết để nạp các hạt chứa dầu không ăn được được nghiền vào đó,
cổng cung cấp dung môi để đưa dung môi vào trong bình chiết,
cổng xả để xả dung dịch đã được chiết từ bình chiết, và
phần hồ chứa để lưu trữ dung dịch đã được chiết được xả.