



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0003286

(51)⁷ **C08B 31/04**

(13) **Y**

(21) 2-2019-00567

(22) 13/12/2019

(45) 25/08/2023 425

(43) 25/06/2021 399

(73) Viện Hóa học Công nghiệp Việt Nam (VN)

Số 2, Phạm Ngũ Lão, phường Phan Chu Trinh, quận Hoàn Kiếm, thành phố Hà Nội

(72) Bùi Thị Thời (VN); Trần Thu Hồng (VN).

(54) **QUY TRÌNH TỔNG HỢP TINH BỘT BIẾN TÍNH NATRI OCTENYL SUCXINAT
DÙNG TRONG THỰC PHẨM HỖ TRỢ ĐIỀU TRỊ BỆNH BÉO PHÌ VÀ BỆNH TIỂU
ĐƯỜNG**

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình tổng hợp tinh bột biến tính natri octenyl succinat (SOS) với độ thể nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,06 làm chất xơ hỗ trợ điều trị bệnh béo phì và bệnh tiểu đường sử dụng phương pháp pha etanol/nước tận dụng nguồn dung môi thu hồi etanol/nước của quá trình chiết tách dược liệu thực vật, trong đó quy trình này bao gồm các bước: chuẩn bị dịch phản ứng, tiến hành phản ứng este hóa, tách làm sạch và sấy sản phẩm, khác biệt ở chỗ, quy trình này tiến hành phản ứng este hóa tinh bột sẵn với octenyl succinic anhydrit trong môi trường etanol/nước, độ pH môi trường kiềm nằm trong khoảng từ 9 đến 11 ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30°C đến 35°C, tăng khả năng tiếp xúc giữa tác nhân este hóa và nguyên liệu tham gia phản ứng nhằm nâng cao tốc độ phản ứng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình tổng hợp tinh bột biến tính natri octenyl succinat (SOS-Sodium octenyl succinate) có độ thể DS từ 0,02 đến 0,06 bằng cách sử dụng pha nước/etanol, hợp chất này dùng để làm chất xơ trong các sản phẩm thực phẩm hỗ trợ điều trị bệnh béo phì và bệnh tiểu đường.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Tinh bột biến tính octenyl succinat còn gọi là tinh bột natri octenyl succinat (tinh bột biến tính SOS: Starch Sodium Octenyl Succinate, SOS) là một trong những tinh bột biến tính được nghiên cứu rộng rãi hiện nay. Tinh bột này là sản phẩm este hóa của tinh bột hoặc dẫn xuất tinh bột và octenyl succinic anhydrit (OSA) ở điều kiện kiềm hoặc kiềm yếu tạo ra, sản phẩm luôn được điều chế ra ở dạng muối natri. Trong nhiều loại tinh bột biến tính octenyl succinat, đến nay chỉ có sử dụng OSA để sản xuất tinh bột biến tính mới được FAD phê chuẩn sử dụng trong phạm vi chất phụ gia thực phẩm.

Các nghiên cứu của các nhóm tác giả Han và Juansang cho thấy, tinh bột biến tính với octenyl succinic anhydrit có chỉ số tiêu hóa chậm (SDS: Slowly Digested Starch) và chỉ số tinh bột trơ (RS: resistant starch) cao hơn so với biến tính tinh bột bằng các tác nhân hydroxypropyl hoặc axetyl hay nhiều tác nhân khác [Han, J. A, & BeMiller, J. N. (2007). *Preparation and physical characteristics of slowly digesting modified food starches. Carbohydrate Polymers*, 67, 366-374.], [Juansang, J., Puttanlek, C., Rungsardthong, V., Pancha-aroon, S., & Uttapap, D. (2012). *Effect of gelatinisation on slowly digestible starch and resistant starch of heatmoisture treated and chemically modified canna starches. Food Chemistry*, 131, 500–507]. Chất tiêu hóa chậm hay chất xơ chức năng (SDS) được đánh giá là có lợi về dinh dưỡng và lợi ích sinh lý đối với con người, vì SDS có thể tiêu hóa hoàn toàn ở ruột non nhưng ở tốc độ chậm, ngăn ngừa tăng đường huyết sau ăn, đặc biệt tốt cho bệnh nhân tiểu đường typ 2. SDS làm kéo dài cảm giác no, có thể cung cấp cho người cần giảm cân, hạn chế

chứng béo phì. [Wolf, B. W., Bauer, L. L., & Fahey, G. C. (1999). *Effects of chemical modification on in vitro rate and extent of food starch digestion: An attempt to discover a slowly digested starch. Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47, 4178–4183.]

Nghiên cứu về khả năng ức chế trên enzym tiêu hóa của tinh bột natri octenyl succinat cho thấy sản phẩm có độ thế (DS) bằng 0,1 có tác dụng ức chế hiệu quả enzym tiêu hóa. tác dụng này tăng khi độ thế (DS) trong tinh bột SOS tăng. Arvind Viswanathan và cộng sự đã so sánh mức độ tiêu hóa của tinh bột không biến tính và tinh bột SOS có các độ thế khác nhau: 0,03; 0,07; 0,11 dưới tác dụng của các enzym α -amylaza, amyloglucosidaza và pullulanaza cho thấy: Sau một giờ, tinh bột không biến tính tiêu hóa 100%, tinh bột SOS tiêu hóa được 10-12%. Sau 4 giờ tinh bột SOS với DS = 0,03 tiêu hóa 80%, tinh bột SOS với DS= 0,07 tiêu hóa 40%, tinh bột SOS với DS= 0,11 tiêu hóa 25% [Viswanathan, A. (1999a). *Effect of degree of substitution of octenyl succinate starch on enzymatic degradation. Journal of Environmental Polymer Degradation*, 7, 185–190].

Loại tinh bột SOS này được xếp vào tinh bột trơ loại 4 (resistant starch-RS4) [Han, J. A, & BeMiller, J. N. (2007). *Preparation and physical characteristics of slowly digesting modified food starches. Carbohydrate Polymers*, 67, 366-374.]. Khả năng làm giảm chỉ số đường huyết và insulin trong máu, định hướng việc tạo ra thực phẩm có tác dụng kiểm soát đường huyết đối với tinh bột trơ loại 4 (RS4) đã được Enas K. Al-Tamimi và cộng sự (2009) nghiên cứu thông qua việc so sánh lượng thực phẩm cùng giá trị dinh dưỡng và tính toán các chỉ số. Kết quả cho thấy sự hiện diện của RS4 làm giảm rõ rệt các chỉ số đường huyết và insulin [Enas K. Al-Tamimi, Paul A. Seib, Brian S. Snyder, and Mark D. Haub (2010). *Consumption of Cross-Linked Resistant Starch (RS4XL) on Glucoza and Insulin Responses in Humans. Journal of Nutrition and Metabolism Article ID 651063*, 6].

Đến nay, việc điều chế tinh bột biến tính SOS gồm có: phương pháp pha nước [Zhou, J., Ren, L., Tong, J., & Ma, Y. (2009). *Effect of surface esterification with octenyl succinic anhydride on hydrophilicity of corn starch films. Journal of Applied Polymer Science*, 114, 940–947; Ismael E. Rivero, Vittoria Balsamo, Alejandro J. Müller (2009). *Microwave-assisted modification of starch for compatibilizing LLDPE/starch blends. Carbohydrate Polymers* 75, 343–350] phương pháp khô

[Shogren, R. L. (2003). Rapid preparation of starch esters by high temperature/pressure reaction. *Carbohydrate Polymers*, 52, 319–326], phương pháp pha hữu cơ [Viswanathan, A. (1999a). *Effect of degree of substitution of octenyl succinate starch on enzymatic degradation*. *Journal of Environmental Polymer Degradation*, 7, 185–190; Wang, X., Li, X., Chen, L., Xie, F., Yu, L., & Li, B. (2011). *Preparation and characterization of octenyl succinate starch as a delivery carrier for bioactive food components*. *Food Chemistry*, 126, 1218–1225], phương pháp vi sóng [Biswas, A., Shogren, R. L., Kim, S., & Willett, J. L. (2006). *Rapid preparation of starch maleate half-esters*. *Carbohydrate Polymers*, 64, 484–487]. Trong phương pháp pha nước, sản phẩm phản ứng đều nhưng do octenyl succinic anhydrit (OSA) không tan trong nước, cần phải sử dụng chất nhũ hóa để tăng sự tiếp xúc giữa nguyên liệu và tác nhân, đồng thời tồn tại phản ứng phụ; pha hữu cơ có hiệu suất phản ứng cao nhưng chi phí sản phẩm lớn, ảnh hưởng ô nhiễm đối với môi trường lớn; phương pháp khô có công nghệ sản xuất đơn giản, chi phí sản xuất thấp, hiệu suất phản ứng cao, ô nhiễm đối với môi trường ít, nhưng vật liệu phản ứng khó trộn đồng đều, do đó sản phẩm phản ứng khó đều; phương pháp vi sóng vẫn còn dừng ở giai đoạn nghiên cứu lý luận.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Do đó, mục đích của giải pháp hữu ích này là đề xuất quy trình tổng hợp tinh bột biến tính SOS với độ thế nằm trong khoảng từ 0.02 đến 0.06 để có thể dùng làm chất xơ hỗ trợ điều trị bệnh béo phì và bệnh tiểu đường bằng cách sử dụng phương pháp pha nước/etanol, nhằm tăng hiệu suất thế, tận dụng nguyên liệu trong sản xuất, giảm chi phí sản xuất và nâng cao hiệu quả kinh tế.

Nhằm đạt được mục đích nêu trên, giải pháp hữu ích đề xuất quy trình tổng hợp tinh bột biến tính SOS bao gồm các bước sau:

(i) chuẩn bị dịch phản ứng (tinh bột sẵn nguyên liệu hòa trong dung dịch etanol/nước dùng dung dịch kiềm loãng điều chỉnh độ pH 9-11) và dung dịch tác nhân este hóa (hòa tan octenyl succinic anhydrit trong etanol);

(ii) tiến hành este hóa dịch phản ứng ở nhiệt độ từ 30 đến 40 độ C và độ pH = 9-11 đến khi phản ứng kết thúc; và

(iii) tách và làm sạch sản phẩm bằng cách lọc vớt ly tâm, rửa loại tạp bằng dung dịch etanol/nước, nước, và sấy khô sản phẩm đến độ ẩm yêu cầu để thu được tinh bột biến tính SOS có độ thể nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,06.

Trên thế giới, nguyên liệu để sản xuất tinh bột SOS được sử dụng từ nhiều nguồn khác nhau: tinh bột sắn, tinh bột ngô, tinh bột khoai tây, tinh bột gạo. Từ điều kiện thực tế trong nước là nguồn tinh bột sắn dồi dào và giá thành thấp nên giải pháp sử dụng tinh bột sắn làm nguyên liệu cho tổng hợp tinh bột natri octenyl succinat có độ thể DS = 0,02-0,06.

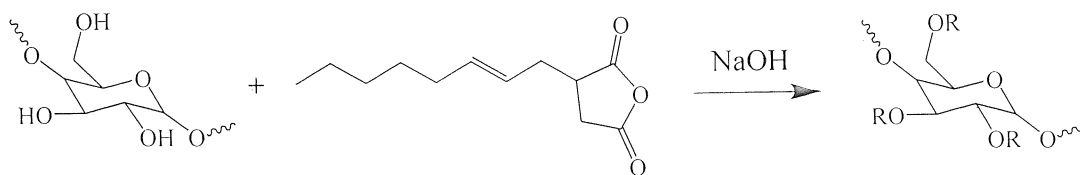
Tinh bột biến tính SOS trong sản xuất quy mô công nghiệp thu được chủ yếu bằng phương pháp pha nước, sản phẩm ứng dụng chủ yếu ở độ thể DS nhỏ hơn 0,03 dùng làm chất nhũ hóa, phụ gia thực phẩm; ứng dụng đặc tính tiêu hóa chậm nhưng gần như hoàn toàn trong ruột non, có tác dụng giảm béo và giảm sự gia tăng đường huyết sau ăn của tinh bột biến tính SOS làm chất xơ hỗ trợ điều trị bệnh béo phì và bệnh tiểu đường lựa chọn độ thể của tinh bột biến tính SOS nằm trong khoảng 0,02 đến 0,06. Để đáp ứng được yêu cầu tính năng ứng dụng, giải pháp tiến hành tổng hợp tinh bột biến tính SOS với độ thể nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,06 bằng cách sử dụng phương pháp pha nước/etanol với tác nhân octenyl succinic anhydrit este hóa biến tính tinh bột sắn, phản ứng trong pha nước/etanol có thể tăng sự tiếp xúc giữa nguyên liệu và tác nhân phản ứng, nâng cao được hiệu suất thể và hiệu suất phản ứng, giảm lượng tác nhân sử dụng. Pha nước/etanol mà giải pháp sử dụng là phần dung môi đoạn cuối cất ra từ quá trình chiết được liệu thực vật bằng dung môi etanol/nước, phần dung môi này nồng độ etanol tương đối thấp từ 35% đến 60% (tính theo % thể tích), công đoạn xử lý loại nước để nâng nồng độ etanol của loại dung môi này phức tạp, tốn kém, do đó giải pháp hữu ích tận dụng nguồn dung môi này tiến hành pha trộn với nước tới nồng độ etanol thích hợp từ 20% đến 50%, (tính theo % thể tích) để sử dụng làm dung môi trong phản ứng tổng hợp tinh bột biến tính SOS. Từ đó, có thể giảm chi phí sản xuất, giảm thiểu lượng dung môi thải bỏ, đồng thời nâng cao hiệu quả kinh tế.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Hình 1 thể hiện biểu đồ so sánh mức độ tiêu hóa của tinh bột không biến tính và tinh bột SOS có các độ thể khác nhau.

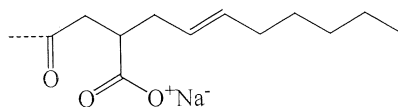
Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Quy trình phản ứng tổng hợp tinh bột biến tính SOS với độ thế nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,06 với nguyên liệu đầu là tinh bột sản dùng tác nhân este hóa là octenyl succinic anhydrit sử dụng trực tiếp hoặc hòa vào trong ethanol, môi trường phản ứng ở điều kiện độ pH nằm trong khoảng từ 9 đến 11 được điều chỉnh bằng bazơ, chẳng hạn như NaOH, NaHCO_3 , v.v., tác nhân este hóa này sẽ tiến hành phản ứng este hóa với các nhóm hydroxyl mang hoạt tính của tinh bột, phương trình phản ứng như sau:

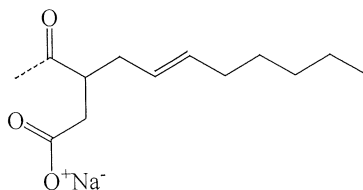


R là H

hoặc



hoặc



Tinh bột sản tham gia phản ứng, được sản xuất từ nguồn nguyên liệu sản Việt Nam, có các chỉ tiêu chất lượng sản phẩm đạt yêu cầu tiêu chuẩn và quy chuẩn Việt Nam đối với sản phẩm tinh bột sử dụng trong công nghiệp thực phẩm.

Quy trình tổng hợp tinh bột biến tính SOS với độ thế nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,06 làm chất xơ hỗ trợ điều trị bệnh béo phì và bệnh tiểu đường bằng cách sử dụng phương pháp pha nước/ethanol cải tiến theo giải pháp hữu ích bao gồm các bước sau:

(i) chuẩn bị dịch phản ứng và tác nhân este hóa: chuẩn bị hỗn hợp dịch ethanol/nước với nồng độ ethanol nằm trong khoảng từ 20% đến 50% (% thể tích) từ dung dịch ethanol/nước với nồng độ ethanol ban đầu từ 35% đến 60% (% thể tích) được tận dụng từ nguồn dung môi thu hồi ethanol/nước của quá trình chiết tách dược liệu thực vật; hòa tan tinh bột sản vào dung dịch ethanol/nước theo tỷ lệ khối lượng (g)/thể tích (ml) nằm trong khoảng từ 1:1,5 đến 1:4 thu được dịch phản ứng dạng huyền phù,

khuấy trộn và điều chỉnh độ pH của dịch phản ứng nằm trong khoảng từ 9 đến 11 bằng dung dịch kiềm loãng (NaOH hoặc NaHCO_3); hòa tan một lượng octenyl succinic anhydrit vào dung dịch etanol/nước thu được dung dịch tác nhân với tỷ lệ khối lượng octenyl succinic anhydrit/thể tích dung dịch etanol/nước nằm trong khoảng 1g/2ml đến 1g/5ml;

(ii) tiến hành este hóa: dịch phản ứng thu được ở bước (i) được khuấy ở nhiệt độ trong khoảng từ 30 độ C đến 40 độ C, tốc độ khuấy 80 vòng/phút đến 200 vòng/phút, sau đó bổ sung từ từ dung dịch tác nhân este hóa dung dịch octenyl succinic anhydrit/etanol/nước đã pha ở trên vào dịch phản ứng; trong quá trình bổ sung tác nhân dung dịch kiềm loãng được sử dụng để điều chỉnh độ pH môi trường phản ứng trong khoảng từ 9 đến 11, hỗn hợp phản ứng này được duy trì ở nhiệt độ trong khoảng từ 30 độ C đến 40 độ C trong suốt quá trình este hóa; dùng phương pháp sắc ký lớp mỏng kiểm tra thấy lượng octenyl succinic anhydrit không còn trong dịch phản ứng nghĩa là lượng octenyl succinic anhydrit đã chuyển hoá hết thì dừng phản ứng, phản ứng được tiến hành trong khoảng từ 2 đến 8 giờ; và

(iii) tách và làm sạch sản phẩm: sau khi phản ứng kết thúc, thêm dung dịch axit loãng HCl với nồng độ 0,01M đến 0,1M vào hỗn hợp phản ứng điều chỉnh độ pH= 5-7; tách loại dịch và tinh bột sản phẩm bằng phương pháp ly tâm lọc vắt hoặc lắng gạn; tiếp đó rửa lại tinh bột sản phẩm thu được bằng nước nhiều lần và loại nước rửa sản phẩm bằng phương pháp ly tâm lọc vắt; sau lọc vắt thu được sản phẩm có độ ẩm trong khoảng 30-40%; tiếp tục sử dụng các phương pháp sấy tĩnh hoặc sấy phun hoặc sấy khí động để loại nốt hàm lượng nước còn lại thu được sản phẩm tinh bột biến tính SOS có độ thể nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,06 với các chỉ tiêu chất lượng đạt tiêu chuẩn QCVN4-18:2011/BYT và Quy định giới hạn tối đa ô nhiễm sinh học và hóa học trong thực phẩm số 46/2007/QĐ-BYT như được thể hiện trong các Bảng dưới đây:

Bảng kết quả phân tích chất lượng tinh bột biến tính SOS theo tiêu chuẩn QCVN4-18:2011/BYT

TT	TIÊU CHÍ	YÊU CẦU QCVN 4-18:2011/BYT	KẾT QUẢ
1	Cảm quan	Chế phẩm dạng bột, màu trắng, không mùi	Đạt
2	Định tính	Chế phẩm thể hiện phép thử định tính của tinh bột	Đúng
2.1	Cấu trúc hiển vi	Tùy theo phương pháp sấy, cấu trúc hạt tương tự như tinh bột sắn nguyên gốc, nếu được gelatin hóa trước, có thể có dạng mảnh, bột vô định hình hoặc các hạt thô	Đạt

2.2	Độ tan	Không tan trong nước lạnh (nếu không hồ hóa trước), tạo thành dung dịch keo nhót điển hình trong nước nóng, không tan trong etanol	Đạt
2.3	Nhuộm màu iot	Phải có phản ứng nhuộm màu iot đặc trưng	Đạt
2.4	Khử đồng	Phải có phản ứng khử đồng đặc trưng	Đạt
3	Độ tinh khiết		
3.1	Hàm lượng sulfua dioxit	Không quá 10ppm	Đạt
3.2	Hàm lượng chì	Không quá 2ppm	Đạt (< 2ppm)
3.3	Hàm lượng octenyl succinic	Trong khoảng 2,5 – 6,0%	Đạt (5,5%)
3.4	Độ ẩm	Không quá 14%	Đạt (10,6%)
3.5	Tro	Không quá 0,5%	Đạt
3.6	pH	4,5 – 7,0	Đạt (5,9)
3.7	Dư lượng axit octenylsuccinic	Không quá 10 mg/kg	Đạt
4.	Chỉ số vi sinh		
4.1	Tổng số vi khuẩn hiếu khí	<10.000 cfu/g	Đạt (<10)
4.2	Tổng số nấm men, nấm mốc	<100 cfu/g	Đạt (<10)
4.3	<i>E. Coli</i>	Không có	Đạt
4.4	<i>P. Aeruginosa</i>	Không có	Đạt
4.5	<i>Salmonella</i>	Không có	Đạt
4.6	<i>St. aureus</i>	Không có	Đạt

Bảng kết quả phân tích tiêu chí chất lượng tinh bột biến tính SOS theo Quy định giới hạn tối đa ô nhiễm sinh học và hóa học trong thực phẩm số 46/2007/QĐ-BYT

TT	TIÊU CHÍ	YÊU CẦU Quy định giới hạn tối đa ô nhiễm sinh học và hóa học trong thực phẩm số 46/2007/QĐ-BYT	KẾT QUẢ
1	Giới hạn kim loại	Phần 5: Giới hạn tối đa kim loại trong thực phẩm	
1.1	Hàm lượng Arsen (<i>As</i>)	Không quá 5mg/kg (trang 23)	Đạt
1.2	Hàm lượng Cadimi (<i>Cd</i>)	Không quá 0,3mg/kg (trang 24)	Đạt
1.3	Hàm lượng Chì (<i>Pb</i>)	Không quá 10mg/kg (trang 24)	Đạt
1.4	Hàm lượng Thủy ngân (<i>Hg</i>)	Không quá 0,5mg/kg (trang 25)	Đạt
2	Chỉ số vi sinh	Phần 6, mục 6.5 Giới hạn cho phép vi sinh vật trong ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc (trang 31)	
2.1	Tổng số vi sinh vật hiếu khí TSVSVHK	<10 ⁶ cfu/g	Đạt (<10)
2.2	<i>Coliforms</i>	<10 ⁵ cfu/g	Đạt (<10)
2.3	<i>E. Coli</i>	<100 cfu/g	Đạt (Không)

			có)
2.4	<i>St. aureus</i>	<100 cfu/g	Đạt (Không có)
2.5	<i>Cl. perfringens</i>	<100 cfu/g	Đạt (Không có)
2.6	<i>B.cereus</i>	<100 cfu/g	Đạt (Không có)
2.7	Tổng số bào tử nấm men- nấm mốc TSBTNM-M	<1000 cfu/g	Đạt (<10)

Mặc dù có thể tiêu hóa hoàn toàn ở ruột non, nhưng khả năng tiêu hóa của tinh bột biến tính SOS trong dạ dày chậm hơn so với tinh bột gốc, do đó tạo cảm giác no lâu và giảm sự gia tăng đường huyết sau ăn. Theo các số liệu đã thể hiện trên Biểu đồ ở Hình 1 dưới đây cho thấy, dưới tác dụng của các enzym tiêu hóa trong cùng một thời gian, sau 4 giờ, dưới tác dụng của các enzym α -amylaza, amyloglucosidaza và pullulanaza tinh bột SOS với DS = 0,03 mức độ tiêu hóa 80%, tinh bột SOS với DS= 0,07 mức độ tiêu hóa 40%, nên sản phẩm tinh bột biến tính SOS theo giải pháp hữu ích có độ thể nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,06 sẽ có mức độ tiêu hóa chậm, đủ thích hợp để dùng làm chất xơ hỗ trợ điều trị bệnh béo phì và bệnh tiểu đường.

Độ thể DS của sản phẩm tinh bột biến tính SOS được xác định bởi lượng kiềm tiêu thụ sau khi axit hóa và rửa kỹ monoeste của axit octenyl succinic với tinh bột tiến hành theo quy chuẩn Việt Nam:

Cân và cho 5 g mẫu vào cốc dung tích 150 ml. Làm ẩm bằng một vài ml rượu isopropyl tinh khiết. Dùng pipet thêm vào 25 ml dung dịch HCl 2,5N trong isopropanol, dùng axit để rửa mẫu bám trên thành cốc. Khuấy trong 30 phút bằng máy khuấy từ. Thêm vào 100 ml isopropanol 90% từ ống đong chia độ. Khuấy trong 10 phút. Lọc mẫu qua phễu Buchner và rửa bánh lọc bằng isopropanol 90% cho đến khi dịch lọc thu được không còn ion clorit. Sử dụng AgNO₃ 0,1N để kiểm tra các ion clorit. Chuyển bánh lọc vào cốc dung tích 600 ml và rửa nhẹ phễu Buchner để rửa tinh bột trong cốc. Thêm nước cất vào cho đến thể tích 300 ml. Đặt trong cách thủy sôi có khuấy trong 10 phút. Chuẩn độ trong khi còn nóng bằng dung dịch NaOH 0,1N cho đến điểm kết thúc được phát hiện bằng phenolphthalein.

Làm một mẫu với các bước tương tự nhưng sử dụng tinh bột gốc để so sánh. % OSA và DS đã được tính từ phương trình sau đây:

$$\% \text{ OSA} = [0,1 \times 210 \times (V_1 - V_2) \times 10^{-3} \times 100\%] / W$$

Trong đó:

- % OSA là phần trăm khối lượng của OSA trong tinh bột biến tính SOS.
- 0,1 là nồng độ dung dịch NaOH dùng để chuẩn độ
- V_1 là thể tích chuẩn độ NaOH (mL) cho tinh bột biến tính SOS.
- V_2 là thể tích chuẩn độ NaOH (mL) cho tinh bột gốc.
- W là trọng lượng khô (g) của tinh bột biến tính SOS.
- 210 là khối lượng nhóm OS.

Độ thế: $DS = 162 \times \%OSA / [(100\% - \%OSA) \times 210]$

Hiệu suất phản ứng (RE) được xác định theo biểu thức:

$$RE (\%) = \frac{DS \times N \times 100}{N_D}$$

Trong đó: N_D : Số mol của octenyl succinic anhydrit ban đầu

N: Số mol của 1 đơn vị glucoza trong tinh bột ($N = \text{khối lượng mẫu}/162$).

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Ví dụ 1: Phản ứng tổng hợp tinh bột biến tính SOS với độ thế 0,05

Bước 1: Chuẩn bị nguyên liệu và tác nhân cho phản ứng

Dịch phản ứng: 21 kg tinh bột sẵn được hòa vào 39 lít dung dịch etanol/nước nồng độ etanol 50° (dịch etanol cất thu hồi của xưởng chiết được liệu thực vật) theo tỷ lệ khối lượng/thể tích là 1:1,85 khuấy đều thành dịch huyền phù có nồng độ tinh bột 35%; dùng dung dịch NaHCO_3 1M điều chỉnh độ pH dịch huyền phù tinh bột đến 9.

Bước 2: Tiến hành phản ứng tổng hợp

Khuấy dung dịch huyền phù tinh bột trong 30 phút ở nhiệt độ 30 độ C đến 35 độ C với tốc độ khuấy 180 vòng/phút, sau đó nhỏ từ từ 2,1kg tác nhân OSA vào dịch phản ứng với tốc độ 25ml/phút, trong quá trình nhỏ tác nhân, độ pH của môi trường phản ứng luôn được điều chỉnh bằng dung dịch NaHCO_3 1M. Sau khi nhỏ hết dung dịch tác nhân OSA tiếp tục khuấy hỗn hợp phản ứng thêm khoảng 2 giờ. Nhiệt độ bình phản ứng được duy trì trong khoảng 30-35 độ C trong suốt quá trình phản ứng. Để kết thúc phản ứng, thêm từ từ dung dịch HCl 1N vào bình phản ứng điều chỉnh độ pH đến 6,5 khuấy kỹ trong 30 phút.

Bước 3: Tách và làm sạch sản phẩm

Sau khi phản ứng kết thúc, tháo dịch sản phẩm qua van đáy của thiết bị phản ứng, xả dịch sản phẩm qua sàng để loại bỏ cặn rắn và tinh bột bị hồ hóa, bơm dịch sản phẩm vào máy ly tâm đứng, tiến hành ly tâm ở tốc độ 1200 vòng/phút trong vòng 3 phút; gỡ bánh lọc ly tâm tinh bột ra khỏi túi bạt lọc, tiến hành rửa bánh lọc tinh bột với 30 lít nước sạch, tiếp tục tiến hành ly tâm thêm 4 phút; lọc vắt và rửa được tiến hành 3 lần, sau đó sản phẩm bột ẩm được đem đi sấy khí động và phân tích độ thể.

Sản phẩm tinh bột biến tính SOS có độ thể DS đạt 0,05, hiệu suất chuyển hóa phản ứng đạt khoảng 65%, hiệu suất thu hồi tinh bột đạt khoảng 92%.

Ví dụ 2: Phản ứng tổng hợp tinh bột biến tính SOS với độ thể 0,03

Bước 1: Chuẩn bị nguyên liệu và tác nhân cho phản ứng

Dịch phản ứng: 15 kg tinh bột sắn được hòa vào 30 lít dung dịch etanol/nước nồng độ etanol 35° (dịch etanol cất thu hồi của xưởng chiết được liệu thực vật) theo tỷ lệ khối lượng/thể tích là 1: 2 khuấy đều thành dịch huyền phù có nồng độ tinh bột 33,33%; dùng dung dịch NaOH 1M điều chỉnh độ pH dịch huyền phù tinh bột đến 9. Tác nhân khử hoá: 0,95kg octenyl succinic anhydrit (OSA) được pha trong 4L etanol theo tỷ lệ khối lượng OSA /etanol là 1g/4ml thu được khoảng 5L dung dịch tác nhân khử hóa.

Bước 2: Tiến hành phản ứng tổng hợp

Khuấy dung dịch huyền phù tinh bột trong 30 phút ở nhiệt độ 30 độ C đến 35 độ C với tốc độ khuấy 120 vòng/phút, sau đó bơm từ từ 5L dung dịch tác nhân OSA/etanol với tốc độ bơm dịch 55ml/phút. Sau khi nhỏ hết dung dịch tác nhân OSA tiếp tục khuấy hỗn hợp phản ứng thêm khoảng 1 giờ. Nhiệt độ bình phản ứng được duy trì trong khoảng 30-35 độ C trong suốt quá trình phản ứng. Để kết thúc phản ứng, thêm từ từ dung dịch HCl 1N vào bình phản ứng điều chỉnh độ pH đến 7 khuấy kỹ trong 30 phút.

Bước 3: Tách và làm sạch sản phẩm

Sau khi phản ứng kết thúc, tháo dịch sản phẩm qua van đáy của thiết bị phản ứng, xả dịch sản phẩm qua sàng để loại bỏ cặn rắn và tinh bột bị hồ hóa, bơm dịch sản phẩm vào máy ly tâm đứng, tiến hành ly tâm ở tốc độ 1200 vòng/phút trong vòng 3 phút; gỡ bánh lọc ly tâm tinh bột ra khỏi túi bạt lọc, tiến hành rửa bánh lọc tinh bột với 20 lít nước sạch, tiếp tục tiến hành ly tâm thêm 4 phút; lọc vắt và rửa được tiến hành 3 lần, sau đó sản phẩm bột ẩm được đem đi sấy khí động và phân tích độ thể.

Sản phẩm tinh bột biến tính SOS có độ thể DS đạt 0,03, hiệu suất chuyển hóa phản ứng đạt khoảng 61,5%, hiệu suất thu hồi tinh bột đạt khoảng 93%.

Ví dụ 3: Ứng dụng tinh bột biến tính SOS trong làm bánh bông lan, ga tô

Nguyên liệu gồm có: bột mì 1kg, trứng gà tươi 1kg, đường trắng 0,5kg, muối 0,1kg, nước 0,5kg, Glyxeryl Mono Stearat (GMS) 0,63kg, tinh bột biến tính SOS (ví dụ 1) 0,35kg.

Công nghệ quy trình như sau:

Chuẩn bị nguyên liệu → tách lòng trắng trứng → đánh tan lòng trắng → thêm bột nguyên liệu, lòng đỏ → khuấy trộn đều → cho vào khuôn → làm chín bằng vi sóng → để nguội → thành phẩm

Chuẩn bị nguyên liệu: Glyxeryl mono stearat (GMS) 6,3g, tinh bột biến tính SOS (ví dụ 1) 3,5g và 0,02 kg nước cho vào cốc thủy tinh, đun cách thủy ở 80 độ C, khuấy đảo đều thành dạng huyền phù thành dạng cao màu trắng, để nguội đến nhiệt độ phòng.

Tách lòng đỏ: tách riêng lòng trắng và lòng đỏ trứng gà, lòng trắng khuấy đánh chậm cho đến khi lên bọt bằng ngón tay út, tiếp tục thêm hỗn hợp ở trên, 0,3kg đường trắng, 0,05kg muối tiếp tục đánh cho đến khi có vân, thêm tiếp 0,2kg đường trắng đánh với tốc độ nhanh, khoảng 20 phút cho đến khi lòng trắng trứng có dạng nhũ hóa bán dung dịch trắng chuyển sang dạng bông khô.

Khuấy trộn đều: lòng đỏ, bột mì, phần nước và đường còn lại khuấy trộn đều, sau đó thêm phần lòng trắng đã đánh ở trên tiếp tục trộn đều.

Làm chín: Đổ bột đã trộn đều vào khuôn vi sóng, thể tích bột không được vượt quá một nửa khuôn, cho vào lò vi sóng gia đình, điều chỉnh công suất 700W, đun nóng 3 phút.

Sau khi nguội lấy ra khỏi khuôn, thu được thành phẩm.

Đánh giá thành phẩm.

Ví dụ 4: Ứng dụng tinh bột biến tính SOS trong làm sữa chua ăn cho người tiểu đường

Nguyên liệu gồm có: sữa tươi 1L, đường cho người ăn kiêng 0,08kg, sữa chua ăn không đường Vinamilk 0,2kg, tinh bột biến tính SOS (ví dụ 2) 8g.

Công nghệ tiến hành dựa theo các bước sau:

Nguyên liệu → Khuấy trộn điều chỉnh nguyên liệu → nhũ hóa → diệt khuẩn → để nguội → thêm 200g sữa chua ăn không đường Vinamilk lên men → trữ lạnh →

thành phẩm.

Khuấy trộn nguyên liệu: Cho sữa tươi 1L, đường cho người ăn kiêng 0,08kg, tinh bột biến tính SOS (ví dụ 2) 8g vào nồi thủy tinh khuấy trộn đều.

Nhũ hóa: Tiến hành gia nhiệt đến khoảng 60 độ C, sau đó cho vào máy nhũ hóa tiến hành nhũ hóa, áp lực khoảng 15MPa.

Diệt khuẩn: hỗn hợp nguyên liệu sau khi nhũ hóa xong được đun nóng đến khoảng 85 độ C ~ 87 độ C và giữ trong khoảng 10 phút, sau đó nhanh chóng làm nguội đến 43 độ C ~ 45 độ C.

Lên men: thêm 200 g sữa chua không đường Vinamilk vào hỗn hợp nguyên liệu sau khi đã diệt khuẩn làm nguội, khuấy cho đều, đổ ra khuôn, sau đó giữ tĩnh nhiệt độ ở 40 độ C đến 42 độ C tiến hành lên men trong 6 đến 6.5 giờ, thu được sữa chua ăn cho người tiểu đường.

Làm lạnh: trữ lạnh sản phẩm ở nhiệt độ 2 độ C đến 5 độ C.

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Quy trình tổng hợp tinh bột biến tính SOS trong pha etanol/nước thu được sản phẩm có độ thể DS nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,06 phù hợp để dùng làm chất xơ hỗ trợ điều trị bệnh béo phì và bệnh tiểu đường, đạt hiệu suất chuyển hóa khoảng 60% đến 65%, hiệu suất thu hồi sản phẩm khoảng hơn 90%; tận dụng được nguồn dung môi etanol lẫn nước của xưởng chiết xuất dược liệu, giảm chi phí sản xuất, nâng cao hiệu quả kinh tế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

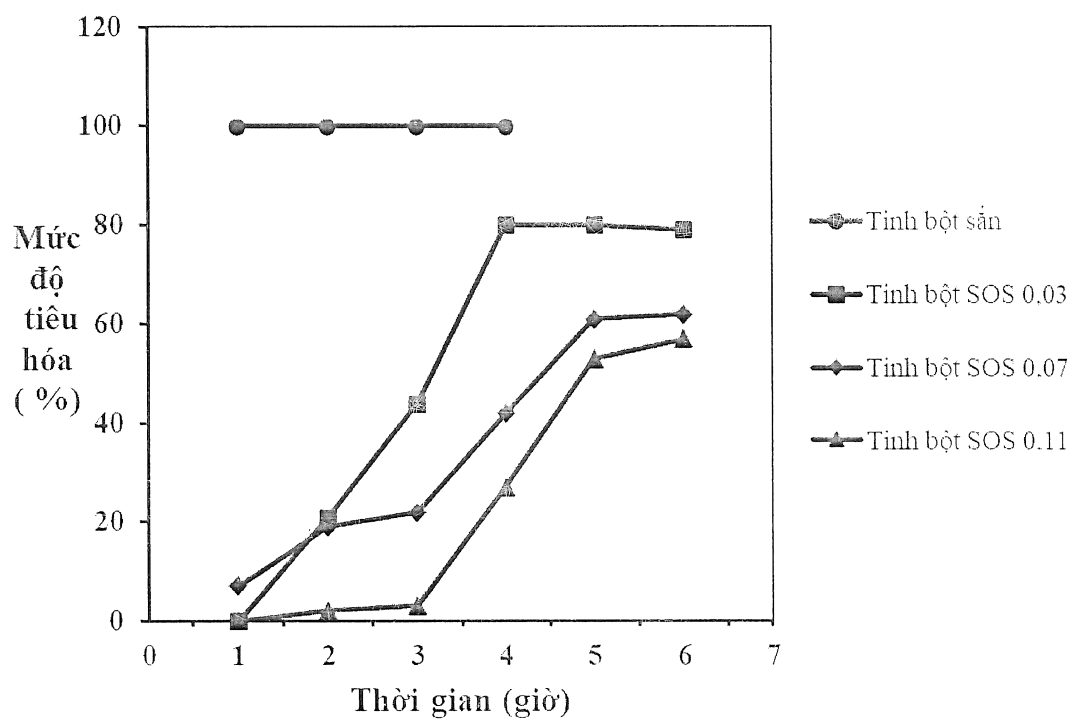
1. Quy trình tổng hợp tinh bột biến tính natri octenyl succinat (SOS) với độ thể nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,06 dùng trong thực phẩm hỗ trợ điều trị bệnh béo phì và bệnh tiểu đường, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị dịch phản ứng và dung dịch tác nhân este hóa: chuẩn bị dung dịch etanol/nước với nồng độ etanol từ 20% đến 50% (% thể tích); hòa tan tinh bột sắn vào dung dịch etanol/nước theo tỷ lệ khối lượng (g)/thể tích (ml) nằm trong khoảng từ 1:1,5 đến 1:4 thu được dịch phản ứng dạng huyền phù, khuấy trộn và điều chỉnh độ pH của dịch phản ứng nằm trong khoảng từ 9 đến 11 bằng dung dịch kiềm loãng (NaOH hoặc NaHCO_3); hòa tan một lượng octenyl succinic anhydrit vào dung dịch etanol/nước với tỷ lệ khối lượng octenyl succinic anhydrit/thể tích dung dịch etanol/nước là nằm trong khoảng 1g/2ml đến 1g/5ml để thu được dung dịch tác nhân este hóa;

(ii) tiến hành este hóa: dịch phản ứng thu được ở bước (i) được khuấy ở nhiệt độ trong khoảng từ 30°C đến 40°C, tốc độ khuấy 80 vòng/phút đến 200 vòng/phút, sau đó bổ sung từ từ dung dịch tác nhân este hóa vào dịch phản ứng để thực hiện quá trình este hóa; duy trì độ pH = 9-11 và nhiệt độ 30-40°C này trong suốt quá trình phản ứng este hóa; kiểm tra thấy lượng octenyl succinic anhydrit không còn trong dịch phản ứng bằng phương pháp sắc ký lớp mỏng thì dừng phản ứng; thời gian phản ứng nằm trong khoảng từ 2 đến 8 giờ; và

(iii) tách và làm sạch sản phẩm: sau khi phản ứng kết thúc, thêm dung dịch axit loãng HCl với nồng độ 0,01M đến 0,1M vào hỗn hợp phản ứng để điều chỉnh độ pH= 5-7; tách loại dịch và tinh bột sản phẩm bằng phương pháp ly tâm lọc vớt hoặc lắng gạn; tiếp đó rửa lại tinh bột sản phẩm thu được bằng nước nhiều lần và loại nước rửa sản phẩm bằng phương pháp ly tâm lọc vớt; sau lọc vớt thu được sản phẩm có độ ẩm nằm trong khoảng 30-40%; tiếp tục sử dụng các phương pháp sấy tĩnh hoặc sấy phun hoặc sấy khí động để loại nốt hàm lượng nước còn lại để thu được sản phẩm tinh bột biến tính SOS có độ thể nằm trong khoảng 0,02 đến 0,06.

Hình 1



Biểu đồ so sánh mức độ tiêu hóa của tinh bột không biến tính và tinh bột SOS có các độ thể khác nhau