



(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)



2-0003570

(51) **C05G 3/00**
2020.01

(13) **Y**

(21) 2-2021-00094

(22) 28/12/2017

(67) 1-2017-05316

(45) 25/04/2024 433

(43) 25/07/2019 376A

(73) Đại học Quốc gia Thành phố Hồ Chí Minh (VN)

Phường Linh Trung, quận Thủ Đức, thành Phố Hồ Chí Minh

(72) Lê Quang Luân (VN); Phạm Ngọc Sinh (VN); Huỳnh Quyền (VN); Võ Thị Thu Hà (VN).

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT CHẾ PHẨM PHÂN BÓN OLIGOCHITOSAN-NANO BẠC

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc bao gồm các bước: chuẩn bị chitosan trương 20% trong H_2O_2 2%; chiếu xạ thu chitosan khối lượng phân tử thấp; thu dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp; thu dung dịch muối nitrat bạc 10mM; thu dung dịch $AgNO_3$ 1mM trong 5% chitosan khối lượng phân tử thấp; và thu chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực công nghệ nano, nông nghiệp ứng dụng công nghệ cao, cụ thể đề cập đến quy trình sản xuất chế phẩm phân bón oligochitosan - nano bạc.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hiện nay đã có nhiều nghiên cứu đề quy trình sản xuất oligochitosan chẳng hạn như:

Quy trình sử dụng tác nhân hóa học như HNO_2 , amino axit, H_2O_2 , HCl của Tommeraas và cộng sự năm 2001; Cabrera và Van Cistem vào năm 2005. Quy trình này đơn giản nhưng sẽ làm thay đổi cấu trúc của chitosan.

Quy trình dùng tác nhân sinh học thông qua các enzym như: enzym xenluloza của Zhang và cộng sự vào năm 1999 hay enzym chitinaza, chitosanaza của Nidheesh và cộng sự vào năm 2015. Quy trình này an toàn, hiệu quả nhưng tốn kém chi phí khá cao do sử dụng các enzym đặc hiệu.

Quy trình sử dụng siêu âm của tác giả Tsaih và Chen năm 2003 hay sử dụng vi sóng của tác giả Xing và cộng sự vào năm 2005.

Quy trình chiếu xạ của tác giả Nguyễn Ngọc Duy và cộng sự năm 2001; Nguyễn Quốc Hiến, Đặng Văn Phú năm 2012 để tạo oligochitosan bằng cách chiếu xạ tia gamma (Co-60) kết hợp xử lý H_2O_2 . Hiện nay các quy trình chiếu xạ có những ưu điểm nổi bật như không dùng chất xúc tác, sản phẩm tạo thành tinh khiết, an toàn với môi trường, dễ dàng sản xuất ở quy mô công nghiệp. Tuy nhiên vẫn còn tồn tại các nhược điểm của quy trình này như quy trình của tác giả Nguyễn Ngọc Duy tạo ra hàm lượng oligochitosan trong sản phẩm thấp và tốn nhiều chi phí khi tạo sản phẩm oligochitosan dạng bột làm nguyên liệu cho các quá trình tiếp theo; quy trình của tác giả Nguyễn Quốc Hiến, Đặng Văn Phú sử dụng chitosan có khối lượng phân tử (Mw) cao làm chất ổn định do đó làm sản phẩm không có hoạt tính tăng trưởng đối với cây trồng vì sử dụng chitosan có khối lượng phân tử cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế này là đề cập đến quy trình sản xuất chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc khắc phục được những nhược điểm của các quy trình nêu trên. Quy trình này được thực hiện cụ thể như sau:

i) chuẩn bị chitosan trương 20% trong H_2O_2 2% bằng cách cho bột chitosan có khối lượng phân tử (Mw) ban đầu đạt khoảng 573,2 kDa vào bình thủy tinh, sau đó cho nước khử ion và dung dịch H_2O_2 2% và theo tỷ lệ chitosan/dung dịch H_2O_2 2% là 1:4 và ngâm trương trong 10-12 giờ;

ii) chiếu xạ thu chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách tiến hành chiếu xạ chitosan khối lượng phân tử thấp trên nguồn Gamma Co-60 ở liều xạ 10-16 kGy để cắt mạch; hỗn hợp sau khi chiếu xạ được tiến hành ly tâm với tốc độ 7000 vòng/phút, trong thời gian 20 phút sau đó loại bỏ phần dung dịch tan bằng hệ sắc ký gel (GPC) và sấy khô trong thời gian 5-6 giờ ở nhiệt độ 50-60°C để thu nhận bột chitosan khối lượng phân tử thấp đạt khoảng 48,4 kDa;

iii) thu dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách hòa tan chitosan khối lượng phân tử thấp với nồng độ 10% trong dung dịch axit axetic 1%; khuấy trong thời gian 2 giờ cho tan và chỉnh độ pH về khoảng 6 bằng dung dịch NaOH 1M để thu dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp;

iv) thu dung dịch muối nitrat bạc 10mM bằng cách hòa tan muối nitrat bạc (AgNO_3) trong nước khử ion với nồng độ 10mM, đưa vào máy khuấy điều chỉnh khuấy nhẹ cho tan hết để thu dung dịch nitrat bạc 10mM;

v) thu dung dịch AgNO_3 1mM trong 5% chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách cho từ từ một lượng dung dịch nitrat bạc 10mM tạo ra ở bước iv) vào dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp được tạo ra ở iii); khuấy cho tan đều và bổ sung nước khử ion; và

vi) thu chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc bằng cách tiến hành chiếu xạ dung dịch AgNO_3 1mM trong 5% chitosan khối lượng phân tử thấp tạo ra ở bước v) trên nguồn Gamma Co-60 ở liều xạ 4-10 kGy để khử bạc dạng ion $[\text{Ag}^+]$ thành bạc phân tử $[\text{Ag}^0]$ dạng nano và cắt mạch chitosan khối lượng phân tử thấp tạo oligochitosan; hỗn hợp sau khi chiếu xạ được tiến hành lọc qua rây inox 100 mesh để thu được chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc.

Mô tả chi tiết sáng chế

Quy trình sản xuất chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc được thực hiện cụ thể như sau:

i) chuẩn bị chitosan trương 20% trong H_2O_2 2% bằng cách cho bột chitosan có khối lượng phân tử ban đầu đạt khoảng 573,2 kDa vào bình thủy tinh, sau đó cho nước khử ion và dung dịch H_2O_2 2% và theo tỷ lệ chitosan/dung dịch H_2O_2 2% là 1:4 và ngâm trương trong 12 giờ; cần kiểm tra khối lượng phân tử ban đầu của chitosan nguyên liệu bằng sắc ký gel sao cho đạt khoảng 573,2 kDa;

ii) chiếu xạ thu chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách tiến hành chiếu xạ chitosan khối lượng phân tử thấp trên nguồn Gamma Co-60 ở liều xạ 10-16 kGy để cắt mạch; hỗn hợp sau khi chiếu xạ được tiến hành ly tâm với tốc độ 7000 vòng/phút, trong thời gian 20 phút sau đó loại bỏ phần dung dịch tan và sấy khô trong thời gian 5-6 giờ ở nhiệt độ 50-60°C để thu nhận bột chitosan khối lượng phân tử thấp đạt khoảng 48,4 kDa (kiểm tra bằng hệ sắc ký gel - GPC);

iii) thu dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách hòa tan chitosan khối lượng phân tử thấp với nồng độ 10% trong dung dịch axit axetic 1%; khuấy trong thời gian 2 giờ cho tan và chỉnh độ pH về khoảng 6 bằng dung dịch NaOH 1M để thu dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp;

iv) thu dung dịch muối nitrat bạc 10M bằng cách hòa tan muối nitrat bạc (AgNO_3) trong nước khử ion với nồng độ 10mM, đưa vào máy khuấy điều chỉnh khuấy nhẹ cho tan hết để thu dung dịch nitrat bạc 10mM;

v) thu dung dịch AgNO_3 1mM trong 5% chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách cho từ từ một lượng dung dịch nitrat bạc 10mM tạo ra ở bước iv) vào dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp được tạo ra ở iii); khuấy cho tan đều và bổ sung nước khử ion; và

vi) thu chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc bằng cách tiến hành chiếu xạ dung dịch AgNO_3 1mM trong 5% chitosan khối lượng phân tử thấp tạo ra ở bước v) trên nguồn Gamma Co-60 ở liều xạ 4-10 kGy để khử bạc dạng ion $[\text{Ag}^+]$ thành bạc phân tử $[\text{Ag}^0]$ dạng nano và cắt mạch chitosan khối lượng phân tử thấp tạo oligochitosan; oligochitosan có khối lượng phân tử đạt

khoảng 19,5 kDa; kích thước trung bình của hạt nano bạc 5nm; hỗn hợp sau khi chiếu xạ được tiến hành lọc qua rây inox 100 mesh để thu được chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: quy trình sản xuất 10 kg chế phẩm phân bón oligochitosan - nano bạc.

Chuẩn bị chitosan trương 20% trong H_2O_2 2% bằng cách cho 500g bột chitosan có khối lượng phân tử ban đầu đạt khoảng 573,2 kDa vào bình thủy tinh, sau đó cho vào 3733g (tương đương 3733ml) nước khử ion và 267g (tương đương 267 ml) dung dịch H_2O_2 2% tương ứng với theo tỷ lệ chitosan/dung dịch H_2O_2 2% là 1:4 và ngâm trương trong thời gian 12 giờ; cần kiểm tra khối lượng phân tử ban đầu của chitosan nguyên liệu bằng sắc ký gel sao cho đạt khoảng 573,2 kDa.

Chiếu xạ thu chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách tiến hành chiếu xạ chitosan khối lượng phân tử thấp trên nguồn Gamma Co-60 ở liều xạ 10 kGy để cắt mạch; hỗn hợp sau khi chiếu xạ được tiến hành ly tâm với tốc độ 7000 vòng/phút, trong thời gian 20 phút sau đó loại bỏ phần dung dịch tan bằng hệ sắc ký gel (GPC) và sấy khô trong 5 giờ ở nhiệt độ 50°C và thu nhận 500g bột chitosan khối lượng phân tử thấp đạt khoảng 48,4 kDa.

Hòa tan 500g chitosan khối lượng phân tử thấp với nồng độ 10% trong 4500g dung dịch axit axetic 1%; khuấy trong thời gian 2 giờ cho tan và chỉnh độ pH về khoảng 6 bằng dung dịch NaOH 1M để thu 5kg dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp.

Hòa tan 1,7g muối nitrat bạc ($AgNO_3$) trong 998,3g nước khử ion, sau đó khuấy nhẹ bằng máy khuấy cho tan hết để tạo 1kg dung dịch nitrat bạc 10mM.

Cho từ từ 1kg dung dịch nitrat bạc 10mM tạo ra ở bước iv) vào 5kg dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp được tạo ra ở iii); khuấy cho tan đều và bổ sung 5kg nước khử ion để tạo ra 10kg dung dịch $AgNO_3$ 1mM trong 5% chitosan khối lượng phân tử thấp.

Tiến hành chiếu xạ 10kg dung dịch $AgNO_3$ 1mM trong 5% chitosan khối lượng phân tử thấp tạo ra ở bước v) trên nguồn Gamma Co-60 ở liều xạ 4kGy để khử bạc dạng ion $[Ag^+]$ thành bạc phân tử $[Ag^0]$ dạng nano và cắt mạch chitosan khối lượng phân tử thấp tạo oligochitosan; hỗn hợp sau khi chiếu xạ được tiến hành lọc qua rây inox 100 mesh để thu được 10 kg chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Quy trình sản xuất chế phẩm oligochitosan- nano bạc theo sáng chế giảm 80% chi phí chiếu xạ để sản xuất chitosan có khối lượng phân tử thấp (~48,4kDa), cũng như làm giảm 75% chi phí tạo nguyên liệu chitosan có khối lượng phân tử thấp (~48,4kDa) dạng bột. Ngoài ra, chế phẩm được tạo ra có hoạt tính kháng nấm *F. oxysporum* gây bệnh héo vàng ở cây cà chua đồng thời có tác dụng kích thích sinh trưởng cây cà chua, giảm tỷ lệ cây chết do bệnh héo vàng và tăng số lượng quả cũng như tỷ lệ quả ở mỗi cây, phân bón kháng bệnh an toàn và hiệu quả cho cây cà chua.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc bao gồm các bước như sau:

i) chuẩn bị chitosan trương 20% trong H_2O_2 2% bằng cách cho bột chitosan có khối lượng phân tử (Mw) ban đầu đạt khoảng 573,2 kDa vào bình thủy tinh, sau đó cho nước khử ion và dung dịch H_2O_2 2% và theo tỷ lệ chitosan/dung dịch H_2O_2 2% là 1:4 và ngâm trương trong 10-12 giờ;

ii) chiếu xạ thu chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách tiến hành chiếu xạ chitosan khối lượng phân tử thấp trên nguồn Gamma Co-60 ở liều xạ 10-16 kGy để cắt mạch; hỗn hợp sau khi chiếu xạ được tiến hành ly tâm với tốc độ 7000 vòng/phút, trong thời gian 20 phút sau đó loại bỏ phần dung dịch tan bằng hệ sắc ký gel (GPC) và sấy khô trong thời gian 5-6 giờ ở nhiệt độ 50-60°C để thu nhận bột chitosan khối lượng phân tử thấp đạt khoảng 48,4 kDa;

iii) thu dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách hòa tan chitosan khối lượng phân tử thấp với nồng độ 10% trong dung dịch axit axetic 1%; khuấy trong thời gian 2 giờ cho tan và chỉnh độ pH về khoảng 6 bằng dung dịch NaOH 1M để thu dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp;

iv) thu dung dịch muối nitrat bạc 10mM bằng cách hòa tan muối nitrat bạc (AgNO_3) trong nước khử ion với nồng độ 10mM, đưa vào máy khuấy điều chỉnh khuấy nhẹ cho tan hết để thu dung dịch nitrat bạc 10mM;

v) thu dung dịch AgNO_3 1mM trong 5% chitosan khối lượng phân tử thấp bằng cách cho từ từ một lượng dung dịch nitrat bạc 10mM tạo ra ở bước iv) vào dung dịch 10% chitosan khối lượng phân tử thấp được tạo ra ở iii); khuấy cho tan đều và bổ sung nước khử ion; và

vi) thu chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc bằng cách tiến hành chiếu xạ dung dịch AgNO_3 1mM trong 5% chitosan khối lượng phân tử thấp tạo ra ở bước v) trên nguồn Gamma Co-60 ở liều xạ 4-10 kGy để khử bạc dạng ion $[\text{Ag}^+]$ thành bạc phân tử $[\text{Ag}^0]$ dạng nano và cắt mạch chitosan khối lượng phân tử thấp tạo oligochitosan; hỗn hợp sau khi chiếu xạ được tiến hành lọc qua rây inox 100 mesh để thu được chế phẩm phân bón oligochitosan-nano bạc.