



(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)



1-0043106

(51)⁷ C07J 17/00

(13) B

(21) 1-2018-05726

(22) 17/04/2017

(86) PCT/CN2017/080813 17/04/2017

(87) WO2018/166029 20/09/2018

(30) 201710151350.1 14/03/2017 CN

(45) 25/02/2025 443

(43) 25/03/2020 384ASC

(73) GUILIN LAYN NATURAL INGREDIENTS CORP. (CN)

No.19 South Renmin Road, Lingui Guilin, Guangxi 541199 (CN)

(72) JIANG, Minglian (CN); YANG, Wenguo (CN); SONG, Yunfei (CN); LI, Yuanyuan (CN).

(74) Công ty TNHH ADAstra IP (VIỆT NAM) (ADAstra IP (VIETNAM) CO., LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP TÁCH VÀ TINH CHẾ MOGROSIT V BẰNG CÔNG NGHỆ
GIẢI HẤP NƯỚC CẬN TỐI HẠN

(21) 1-2018-05726

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp tách và tinh chế mogrosit V bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn. Nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V được tiến hành giải hấp trong điều kiện cận tới hạn của nước sử dụng nước làm dung môi, để tạo ra dung dịch nước giàu mogrosit V. Phương pháp này không chỉ cải thiện hàm lượng mogrosit V trong sản phẩm, mà còn loại bỏ hiệu quả các tạp chất đắng và thuốc trừ sâu còn sót lại, cải thiện đáng kể khả năng thích ứng hương vị của sản phẩm, và cải thiện độ an toàn và chất lượng của sản phẩm. Phương pháp này giúp giảm các bước xử lý và giảm việc sử dụng các dung môi hữu cơ trong lĩnh vực kỹ thuật đã biết và giảm tổng các chi phí sản xuất.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp tách và tinh chế mogrosit V, cụ thể là, đề cập đến phương pháp tách và tinh chế mogrosit V bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Mogrosit V, còn được gọi là momordica-glycosit, là thành phần ngọt chính của quả la hán (*Siraitia grosvenori*) thuộc chi *Siraitia* trong họ bầu bí (Cucurbitaceae). Vị ngọt của nó bằng 350 lần sucroza. Hiện tại, bảy thành phần monome đã được xác định, trong đó, mogrosit V và Siamenosit I có độ ngọt cao nhất. Mogrosit có đặc điểm là ít đường, ít calo và tương tự, có tác dụng cải thiện hệ thống miễn dịch, gan và đường huyết của người tiêu dùng hiện đại, và có thể đáp ứng các yêu cầu về sức khỏe của người tiêu dùng đương đại. So với chất làm ngọt tự nhiên truyền thống steviosit, mogrosit V có hương vị gần với sucroza, không có vị đắng, mà có thể bù đắp cho sự thiếu hụt của steviosit ở một mức độ nào đó.

Với sự gia tăng liên tục về số lượng được yêu cầu và đòi hỏi về chất lượng của mogrosit V trên thị trường, đặc biệt là các yêu cầu khắt khe hơn về cải thiện hương vị và giảm dư lượng thuốc trừ sâu, nhiệm vụ cải thiện hương vị và chất lượng của mogrosit V là vô cùng cấp thiết. Tuy nhiên, các chế phẩm của chiết xuất quả la hán rất phức tạp, làm tăng độ khó trong việc tách và tinh chế mogrosit V trong quá trình điều chế. Ngoài ra, hàm lượng mogrosit V thấp trong quả la hán tự nhiên dẫn đến chi phí sản xuất cao của mogrosit V, không thể đáp ứng nhu cầu thị trường đại trà của mogrosit V.

Trong lĩnh vực kỹ thuật đã biết, mogrosit V được tách và tinh chế chủ yếu bằng các quá trình sau: hấp phụ và làm giàu mogrosit V bằng nhựa trao đổi ion và nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn, thêm nước khử ion hoặc nước tinh khiết để rửa cột để loại bỏ tạp chất còn sót lại và các phần sắc tố; và sau đó thêm dung môi hữu cơ như etanol để giải hấp mogrosit V từ nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn, nhờ đó thu được mogrosit V. Ví dụ, Tài liệu

tham khảo 1 (Công bố đơn đăng ký sáng chế Trung Quốc số CN101177444A) bộc lộ về “phương pháp chiết xuất mogrosit từ quả la hán”, trong đó các bước chiết, siêu lọc, cô đặc, làm giàu mogrosit bằng nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn, rửa bằng nước tinh khiết, rửa giải bằng etanol, và thu hồi etanol được thực hiện để tạo ra chiết xuất quả la hán có chứa mogrosit. Các sản phẩm thu được từ quá trình giải hấp etanol có hàm lượng mogrosit thấp và chứa nhiều tạp chất đắng, làm ảnh hưởng đáng kể đến hương vị, và khả năng loại bỏ thuốc trừ sâu còn lại của phương pháp này không thể đáp ứng các yêu cầu chất lượng ngày càng nghiêm ngặt. Bước rửa giải chậm và việc thu hồi etanol cũng làm tăng thời gian và chi phí của toàn bộ quá trình sản xuất.

Để bù đắp sự thiếu hụt của công nghệ rửa giải hấp phụ etanol nhựa lỗ rỗng lớn, cần phải tinh chỉnh và tinh chế chiết xuất quả la hán bằng cách sử dụng nhiều loại nhựa hoặc vật liệu có các tính chất khác nhau trong lĩnh vực kỹ thuật đã biết. Ví dụ, Tài liệu tham khảo 2 (Công bố văn bằng sáng chế Trung Quốc số CN101690573B) bộc lộ “phương pháp sản xuất chiết xuất quả la hán với hàm lượng mogrosit V từ 60% trở lên”, trong đó quả la hán được nghiền, sacarit hóa, chiết xuất, cô đặc, ly tâm, tinh chỉnh bằng nhựa trao đổi ion, làm giàu bằng nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn, giải hấp bằng etanol, thu hồi etanol, và tinh chỉnh bằng cột nhôm oxit để cung cấp dịch chiết quả la hán có chứa mogrosit. Mặc dù phương pháp này có thể bù đắp một phần thiếu hụt của quá trình rửa giải etanol, các bước xử lý tinh chỉnh bằng nhựa trao đổi ion và tinh chỉnh bằng cột nhôm oxit được tăng lên, điều này có thể làm tăng tổng chi phí sản xuất và không có lợi cho sản xuất quy mô lớn.

Trong chiết xuất nước cận tới hạn, nước được sử dụng làm dung môi chiết xuất, và nó vẫn duy trì ở trạng thái lỏng khi được gia nhiệt tới 100°C đến 374°C dưới áp suất thích hợp, nhưng các tính chất vật lý và hóa học của chúng khác đáng kể so với nước ở áp suất và nhiệt độ thường. Khi nhiệt độ thấp, các phân tử nước ở gần nhau, trong khi ở trạng thái cận tới hạn, với sự tăng nhiệt độ, động năng của các phân tử tăng lên, khoảng cách liên phân tử trở nên lớn hơn, và vì cấu trúc lỏng bao gồm liên kết hydro, hydrat hóa ion và liên kết ion, cấu trúc cụm và tương tự đều thay đổi. Do đó, bằng cách kiểm soát nhiệt độ và áp suất của nước cận tới hạn, độ phân cực của nước được thay đổi trong phạm vi lớn, do đó các thành phần mục tiêu có độ phân cực khác

nhau có thể liên tục được tách ra và được chiết xuất từ hỗn hợp. Không có báo cáo về việc ứng dụng công nghệ nước cận tới hạn cho việc giải hấp từ các nhựa lỗ rỗng lớn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để khắc phục những thiếu sót trong lĩnh vực kỹ thuật đã biết, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp tách và tinh chế mogrosit V bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn. Phương pháp tách và tinh chế mogrosit V có thể làm tăng hàm lượng mogrosit V trong sản phẩm, loại bỏ hiệu quả các tạp chất đắng và thuốc trừ sâu còn sót lại, cải thiện đáng kể khả năng thích ứng hương vị của sản phẩm, và cải thiện độ an toàn và chất lượng của sản phẩm. Phương pháp tách và tinh chế mogrosit V có thể làm giảm các bước xử lý và việc sử dụng các dung môi hữu cơ, và giảm tổng chi phí sản xuất so với trong lĩnh vực kỹ thuật đã biết.

Mục đích của sáng chế có thể đạt được bằng các giải pháp kỹ thuật sau.

Sáng chế đề xuất phương pháp tách và tinh chế mogrosit V bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn, trong đó việc giải hấp - chiết xuất được thực hiện trên nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V bằng cách sử dụng nước tinh khiết ở trạng thái cận lâm sàng, để cho dung dịch nước quả la hán.

Tốt hơn là, việc giải hấp - chiết xuất được thực hiện trên nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V sử dụng nước tinh khiết từ 5 BV đến 8 BV ở trạng thái cận tới hạn dưới áp suất từ 8 Mpa đến 15 Mpa và nhiệt độ từ 120°C đến 170°C với tốc độ lưu thông là từ 5 BV/giờ đến 8 BV/giờ, để cho dung dịch nước quả la hán.

Tốt hơn là, việc giải hấp - chiết xuất được thực hiện trên nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V sử dụng nước tinh khiết 5 BV ở trạng thái hạ áp dưới áp suất 10 Mpa và nhiệt độ 160°C với tốc độ lưu thông 5 BV/giờ, cho dung dịch nước quả la hán.

Tốt hơn là, dung dịch nước quả la hán thu được có chứa mogrosit V được cô đặc qua màng gốm với giới hạn trọng lượng phân tử tương đối từ 150 đến 250, để tạo ra dung dịch cô đặc quả la hán. Khi màng gốm được sử dụng để cô đặc, các tạp chất phân tử nhỏ có thể được lọc ra trong khi nước được lọc ra, do đó việc tinh chế và cô đặc được tiến hành đồng thời, giúp cải thiện hiệu quả sản xuất hơn nữa.

Tốt hơn là, nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V được điều chế theo các bước sau:

(1) nguyên liệu thô là quả la hán tươi hoặc sấy khô được nghiền, sau đó được chiết xuất bằng nước tinh khiết dưới dạng dung môi sử dụng thiết bị chiết ngược dòng động liên tục trong các điều kiện sau: tỷ lệ rắn - lỏng từ 50 g/L đến 250 g/L, nhiệt độ từ 60°C đến 90°C, tốc độ lưu thông của nước tinh khiết từ 1500 L/giờ đến 4000 L/giờ, tốc độ cấp liệu thô từ 500 kg/giờ đến 1500 kg/giờ và thời gian chiết xuất từ 30 phút đến 180 phút, để tạo ra chiết xuất nước của quả la hán;

(2) dịch chiết nước của quả la hán thu được ở bước (1) được ly tâm ở tốc độ quay từ 10000 vòng/phút đến 13000 vòng/phút trong từ 10 phút đến 20 phút để tạo ra chất lỏng ly tâm;

(3) chất lỏng ly tâm thu được ở bước (2) được lọc lần lượt qua màng gồm có kích thước lỗ từ 50 mm đến 100 mm và màng gồm có kích thước lỗ từ 5 mm đến 20 mm, để tạo ra dịch lọc; và

(4) dịch lọc thu được ở bước (3) được hấp thụ bởi nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn với tỷ lệ khối lượng của nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được sử dụng so với nguyên liệu thô của quả la hán là từ 1:5 đến 1:20, để tạo ra nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu với mogrosit V.

Tốt hơn là, nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V được điều chế theo các bước sau:

(1) nguyên liệu thô là quả la hán tươi hoặc sấy khô được nghiền, và sau đó được chiết xuất bằng nước tinh khiết làm dung môi sử dụng thiết bị chiết xuất ngược dòng động liên tục trong các điều kiện sau: tỷ lệ rắn - lỏng là 90 g/L, nhiệt độ là 85°C, tốc độ lưu thông của nước tinh khiết là 2500 L/giờ, tốc độ cấp liệu thô là 1100 kg/giờ, và khoảng thời gian chiết xuất là 120 phút, để tạo ra chiết xuất nước của quả la hán;

(2) dịch chiết nước của quả la hán thu được ở bước (1) được ly tâm ở tốc độ quay là 12000 vòng/phút trong 15 phút để tạo ra chất lỏng ly tâm;

(3) chất lỏng ly tâm thu được ở bước (2) lần lượt được lọc qua màng gồm có kích thước lỗ là 80 μ m và màng gồm có kích thước lỗ là 10 μ m, để tạo ra dịch lọc; và

(4) dịch lọc thu được ở bước (3) được hấp thụ bởi nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn với tỷ lệ khối lượng của nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được sử dụng so với nguyên liệu thô của quả la hán là 1:10, để tạo ra nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V.

Tốt hơn là, nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn ở bước (4) là nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn vi cầu.

Trong sáng chế, các điều kiện cận tới hạn của nước thích hợp để hòa tan mogrosit V được nghiên cứu và được xác định, sao cho thành phần mogrosit V được hấp phụ trên nhựa lỗ rỗng lớn có thể được chuyển tối đa vào chất lỏng nước cận tới hạn. Việc chiết xuất nước cận tới hạn có các ưu điểm là tốc độ thu hồi cao cho các thành phần mục tiêu, yêu cầu thấp về trang thiết bị, hiệu quả cao và tiết kiệm thời gian. So với các phương pháp sử dụng dung môi hữu cơ làm dung môi chiết, sáng chế có các ưu điểm là độ an toàn cao, không độc hại, thân thiện với môi trường và tương tự, và giải quyết vấn đề là tổng chi phí sản xuất quá cao do việc thu hồi các dung môi hữu cơ.

Sáng chế cũng khắc phục ít nhất một trong số các vấn đề kỹ thuật sau: khi nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V ở trạng thái cận tới hạn của nước, đường kính lỗ rỗng của các vi hạt của nhựa trở nên lớn hơn do ảnh hưởng của các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao, và các phần của tạp chất (bao gồm cả thuốc trừ sâu còn sót lại) được hấp phụ chặt chẽ trên nhựa lỗ rỗng lớn ở nhiệt độ trong phòng được giải phóng. Đồng thời, nhựa lỗ rỗng lớn sẽ bị nóng chảy và biến dạng do nhiệt độ cao và áp suất cao, ảnh hưởng đến việc tách và tinh chế mogrosit V. Do đó, để đảm bảo giải hấp mogrosit V hiệu quả và tránh ảnh hưởng của các điều kiện bất lợi như hòa tan tạp chất (bao gồm cả thuốc trừ sâu còn sót lại) và nhựa nóng chảy, việc lựa chọn các điều kiện nhiệt độ và áp suất phù hợp là một trong những vấn đề chính được giải quyết bởi sáng chế. Các thí nghiệm được thực hiện bởi các tác giả sáng chế cho thấy, nhựa lỗ rỗng lớn sẽ không nóng chảy và biến dạng dưới trạng thái dưới tới hạn nước của áp suất từ 8 MPa đến 15 MPa và nhiệt độ từ 120°C đến 170°C. Đồng thời, kết quả kiểm tra các tạp chất khác nhau (bao gồm cả thuốc trừ sâu còn sót lại) cho thấy, trong các điều kiện áp suất và nhiệt độ như vậy, hàm lượng các tạp chất khác nhau (bao gồm cả thuốc trừ sâu còn sót lại) trong dịch chiết thu được bằng phương pháp giải hấp theo sáng chế ít hơn đáng kể so với hàm lượng của dịch chiết được điều chế bởi kỹ thuật đã biết.

Khi áp suất là 10Mpa và nhiệt độ là 160°C, nước cận tới hạn có hiệu quả giải hấp lớn nhất đối với mogrosit V và có khả năng hòa tan thấp nhất với các tạp chất khác. Khi áp suất thấp hơn 8 Mpa hoặc cao hơn 15 Mpa, và nhiệt độ thấp hơn 120°C hoặc cao hơn 170°C, nước cận tới hạn có hiệu quả giải hấp nhất định đối với mogrosit V, nhưng đồng thời nó cũng khả năng hòa tan mạnh với các thành phần tạp chất, mà không có lợi cho việc tách và tinh chế mogrosit V.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp điều chế mogrosit V, được tạo khác biệt ở chỗ, mogrosit V được điều chế bằng cách làm khô dung dịch nước quả la hán hoặc dung dịch cô đặc quả la hán được điều chế bằng phương pháp nêu trên.

So với kỹ thuật đã biết, sáng chế có ít nhất một trong những ưu điểm sau:

1. Trong sản phẩm chứa mogrosit V được phân tách và tinh chế bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn, hàm lượng phần trăm của mogrosit V cao hơn so với kỹ thuật đã biết.

2. Trong sản phẩm chứa mogrosit V được phân tách và tinh chế bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn, các chỉ số dư lượng thuốc trừ sâu khác nhau được giảm đáng kể so với kỹ thuật đã biết, mà giúp cải thiện hiệu quả độ an toàn và chất lượng chung của sản phẩm.

3. Trong sản phẩm chứa mogrosit được phân tách và tinh chế bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn, các chỉ số làm giảm hương vị, như mùi đặc trưng, vị đặc trưng, vị thô, vị đắng, độ lưu vị, thời gian của dư vị ngọt, thời gian dư vị đắng, thời gian của dư vị làm se, dư vị đặc trưng và tính nhất quán tổng thể, tất cả đều được cải thiện ở một mức độ nào đó, độ ngọt được tăng lên, và hương vị nói chung được cải thiện.

4. Khi mogrosit V được tách và tinh chế bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn, các bước xử lý được thay thế hoặc giảm, bao gồm loại bỏ tạp chất còn sót lại và sắc tố một phần bằng cách rửa giải nước sau khi hấp phụ - làm giàu bằng nhựa lỗ rỗng lớn, loại bỏ thuốc trừ sâu còn sót lại bằng cách xử lý với nhựa loại bỏ thuốc trừ sâu còn sót lại, cải thiện hương vị bằng cách xử lý với nhựa khử màu, nhựa trao đổi ion và than hoạt tính; hiệu quả sản xuất được cải thiện, và tổng chi phí sản xuất giảm, điều này có lợi cho việc tiếp thị đại trà sản phẩm.

5. Khi mogrosit V được tách và tinh chế bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn, việc sử dụng các dung môi hữu cơ như etanol được thay thế hoặc giảm, chi phí cho việc thu hồi các dung môi hữu cơ giảm, ô nhiễm môi trường giảm và hiệu suất an toàn của sản phẩm được cải thiện.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các ví dụ sau đây nhằm minh họa cho sáng chế, nhưng không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Ví dụ 1

(1) 1000 kg quả la hán sấy khô được nghiền, và sau đó được chiết xuất bằng thiết bị chiết xuất ngược dòng động liên tục với nước tinh khiết làm dung môi trong các điều kiện sau: tỷ lệ rắn - lỏng là 50 g/L, nhiệt độ là 90°C, tốc độ lưu thông của nước tinh khiết là 4000 L/giờ, tốc độ cấp liệu thô là 1500 kg/giờ và thời gian chiết là 180 phút, để tạo thành chiết xuất nước của quả la hán;

(2) dịch chiết nước của quả la hán thu được ở bước (1) được ly tâm ở tốc độ quay là 10000 vòng/phút trong 20 phút để tạo ra chất lỏng ly tâm;

(3) chất lỏng ly tâm thu được ở bước (2) lần lượt được lọc qua màng gồm có kích thước lỗ 50 μm và màng gồm có kích thước lỗ là 5 μm để tạo ra dịch lọc;

(4) dịch lọc thu được ở bước (3) được hấp thụ bởi nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn D101 với tỷ lệ khối lượng của nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được sử dụng so với nguyên liệu thô của quả la hán là 1:5, để tạo ra nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn mogrosit V;

(5) việc giải hấp - chiết xuất được thực hiện trên nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V sử dụng 8 BV nước tinh khiết ở trạng thái cận tới hạn dưới áp suất là 15 Mpa và nhiệt độ là 170°C với tốc độ lưu thông là 8 BV/giờ, để cho dung dịch nước quả la hán; và

(6) dung dịch nước quả la hán thu được ở bước (5) được cô đặc qua màng gồm với giới hạn trọng lượng phân tử tương đối là 150, để tạo ra dung dịch cô đặc quả la hán.

Ví dụ 2

(1) 1000 kg quả la hán sấy khô được nghiền, sau đó được chiết xuất bằng thiết bị chiết xuất ngược dòng động liên tục với nước tinh khiết làm dung môi trong các điều kiện sau: tỷ lệ rắn - lỏng là 90 g/L, nhiệt độ là 85°C, tốc độ lưu thông của nước tinh khiết là 2500 L/giờ, tốc độ cấp liệu thô là 1100 kg/giờ và thời gian chiết là 120 phút, để tạo thành chiết xuất nước của quả la hán;

(2) dịch chiết nước của quả la hán thu được ở bước (1) được ly tâm ở tốc độ quay là 12000 vòng/phút trong 15 phút để tạo ra chất lỏng ly tâm;

(3) chất lỏng ly tâm thu được ở bước (2) lần lượt được lọc qua màng gồm có kích thước lỗ là 80 μm và màng gồm có kích thước lỗ là 10 μm để lọc.

(4) dịch lọc thu được ở bước (3) được hấp thụ bởi nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn vi cầu với tỷ lệ khối lượng của nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn vi cầu với nguyên liệu thô của quả la hán là 1:10, để tạo thành loại nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn vi cầu được làm giàu bằng mogrosit V;

(5) việc giải hấp - chiết xuất được thực hiện trên nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn vi cầu được làm giàu bằng mogrosit V sử dụng nước tinh khiết 5 BV ở trạng thái cận tới hạn dưới áp suất là 10 Mpa và nhiệt độ là 160°C với tốc độ lưu thông là 5 BV/giờ, để tạo thành chiết xuất nước quả la hán; và

(6) dung dịch nước quả la hán thu được ở bước (5) được cô đặc qua màng gồm với giới hạn trọng lượng phân tử tương đối là 200, để tạo ra dung dịch cô đặc quả la hán.

Ví dụ 3

(1) 1000 kg quả la hán sấy khô được nghiền, sau đó được chiết xuất bằng thiết bị chiết xuất ngược dòng động liên tục với nước tinh khiết làm dung môi trong các điều kiện sau: tỷ lệ rắn - lỏng là 250 g/L, nhiệt độ là 60°C, tốc độ lưu thông của nước tinh khiết là 1500 L/giờ, tốc độ cấp liệu thô là 500 kg/giờ và thời gian chiết là 30 phút, để tạo thành chiết xuất nước của quả la hán;

(2) dịch chiết nước của quả la hán thu được ở bước (1) được ly tâm ở tốc độ quay là 13000 vòng/phút trong 10 phút để tạo ra chất lỏng ly tâm;

(3) chất lỏng ly tâm thu được ở bước (2) lần lượt được lọc qua màng gồm có kích thước lỗ là 100 μm và màng gồm có kích thước lỗ là 20 μm để tạo ra dịch lọc;

(4) dịch lọc thu được ở bước (3) được hấp thụ bởi nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn D101 với tỷ lệ khối lượng của nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn so với nguyên liệu thô của quả la hán là 1:20, để tạo ra loại nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V;

(5) việc giải hấp - chiết xuất được thực hiện trên nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V sử dụng 5 BV nước tinh khiết ở trạng thái cận tới hạn dưới áp suất là 8 Mpa và nhiệt độ là 120°C với tốc độ lưu thông là 5 BV/giờ, để cho dung dịch nước quả la hán; và

(6) dung dịch nước quả la hán thu được ở bước (5) được cô đặc qua màng gồm với giới hạn trọng lượng phân tử tương đối là 250, để tạo ra dung dịch cô đặc quả la hán.

Ví dụ đối chiếu số 1

Ví dụ đối chiếu này đề cập đến giải pháp kỹ thuật được bộc lộ trong Tài liệu tham khảo 1, và được sử dụng để đánh giá sự khác biệt về hiệu quả kỹ thuật giữa giải pháp kỹ thuật của tài liệu tham khảo 1 và theo sáng chế. Các bước cụ thể được đưa ra như sau:

(1) 1000 kg quả la hán tươi được cho cùng với nước với tỷ lệ 1:15 vào thiết bị chiết ngược dòng ở ba phần bằng nhau ở ba thời điểm với khoảng cách 20 phút và được chiết xuất ở nhiệt độ là 60°C trong 75 phút;

(2) dung dịch chiết được lọc thô và làm lạnh từ 40°C đến 50°C và 0,5 phần nghìn của enzym phức hợp pectin được thêm vào để thực hiện quá trình phân giải enzym trong 60 phút.

(3) dung dịch chiết trải qua quá trình phân giải enzym được lọc qua màng vi lọc 0,5 μm , làm lạnh nhanh đến 20°C và ly tâm ở tốc độ 6000 vòng/phút, và sau đó được siêu lọc với màng xenluloza rỗng với giới hạn trọng lượng phân tử tương đối là 60000 Dalton;

(4) dịch lọc được cô đặc đến 6 Brix bằng bộ cô đặc chân không ở nhiệt độ từ 50°C đến 55°C trong khoảng chân không từ 0,06 đến 0,1;

(5) dung dịch cô đặc được truyền qua nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn D101 cho đến khi đạt được điểm rò rỉ, nước thải được loại bỏ và sau đó nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn D101 được rửa bằng nước khử ion;

(6) nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn D101 được rửa giải bằng 50% etanol cho đến khi nó không có vị ngọt, và dịch rửa giải etanol được thu thập;

(7) dịch rửa giải etanol được khử màu bằng nhựa trao đổi anion và thu được dung dịch khử màu; và

(8) etanol được thu hồi từ dung dịch khử màu và dung dịch khử màu được cô đặc trong chân không để tạo ra dung dịch cô đặc quả la hán.

Ví dụ đối chiếu số 2

Giải pháp kỹ thuật của ví dụ đối chiếu này áp dụng nước cận tới hạn trong bước chiết, và hấp phụ nhựa lỗ rỗng lớn và rửa giải etanol nước trong bước giải hấp, để đánh giá sự khác biệt về hiệu quả kỹ thuật giữa giải pháp kỹ thuật trong đó nước cận tới hạn được sử dụng để chiết xuất và giải pháp kỹ thuật theo sáng chế trong đó nước cận tới hạn đã bị kiện vì giải hấp từ nhựa lỗ rỗng lớn. Các bước cụ thể được đưa ra như sau:

(1) 1000 kg quả la hán sấy khô được nghiền, sau đó được chiết xuất bằng thiết bị chiết ngược dòng động liên tục với nước tinh khiết làm dung môi trong các điều kiện sau: tỷ lệ rắn - lỏng là 90 g/L, trạng thái cận tới hạn với nhiệt độ là 160°C và áp suất là 10 Mpa, tốc độ lưu thông của nước tinh khiết là 2500 L/giờ, tốc độ cấp liệu thô là 1100 kg/giờ và thời gian chiết là 120 phút, để tạo thành chiết xuất nước của quả la hán;

(2) dịch chiết nước của quả la hán thu được ở bước (1) được ly tâm ở tốc độ quay là 12000 vòng/phút trong 15 phút để tạo ra chất lỏng ly tâm;

(3) chất lỏng ly tâm thu được ở bước (2) lần lượt được lọc qua màng gồm có kích thước lỗ là 80 μm và màng gồm có kích thước lỗ là 10 μm để tạo thành dịch lọc;

(4) dịch lọc thu được ở bước (3) được hấp thụ bởi nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn vì cầu với tỷ lệ khối lượng của nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn vì cầu với nguyên liệu thô của

quả la hán là 1:10, để tạo thành loại nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn vi cầu được làm giàu bằng mogrosit V;

(5) nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn vi cầu được làm giàu bằng mogrosit V được rửa giải bằng 5 BV nước tinh khiết và 3 BV 50% (thể tích/thể tích) etanol, dịch rửa giải nước được loại bỏ, và dịch rửa giải etanol được thu thập;

(6) etanol được thu hồi hoàn toàn và thu được dung dịch nước quả la hán;

(7) dung dịch nước quả la hán thu được ở bước (6) lần lượt được truyền qua nhựa loại bỏ thuốc trừ sâu còn sót lại với tỷ lệ khối lượng đối với nguyên liệu thô của quả la hán là 1:100, loại nhựa 001*1 có tính axit mạnh với tỷ lệ khối lượng với nguyên liệu thô của quả la hán là 1:100, loại nhựa khử màu với tỷ lệ khối lượng với nguyên liệu thô của quả la hán là 1:40, và than hoạt tính có tỷ lệ khối lượng với nguyên liệu thô của quả la hán là 1:10, để tạo thành dung dịch được xử lý; và

(8) dung dịch được xử lý thu được ở bước (7) được cô đặc qua màng gồm với giới hạn trọng lượng phân tử tương đối là 200 để tạo ra dung dịch cô đặc quả la hán.

Ví dụ đối chiếu số 3

Ví dụ đối chiếu này đề cập đến giải pháp kỹ thuật được bộc lộ trong Tài liệu tham khảo 2, và được sử dụng để đánh giá sự khác biệt về hiệu quả kỹ thuật giữa giải pháp kỹ thuật của tài liệu tham khảo 2 và theo sáng chế. Các bước cụ thể là như sau:

(1) 1000 kg quả la hán tươi được lấy và được chiết xuất 3 lần ở nhiệt độ 90°C hoặc cao hơn. Lượng nước thêm vào gấp 5 lần trọng lượng của nguyên liệu thô cho lần chiết thứ nhất, gấp 4 lần trọng lượng của nguyên liệu thô cho lần chiết thứ hai và gấp 3 lần trọng lượng của nguyên liệu thô cho lần chiết thứ ba; và thời gian chiết là 1,5 giờ cho lần chiết thứ nhất, 1,0 giờ cho lần chiết thứ hai và 0,5 giờ cho lần chiết thứ ba; sau khi mỗi lần chiết hoàn thành, quá trình lọc được thực hiện và phần dư của bộ lọc được sử dụng làm nguyên liệu thô cho lần chiết tiếp theo; các màng lọc thu được từ ba lần chiết được kết hợp và cô đặc trong chân không ở nhiệt độ 75°C hoặc thấp hơn trọng lượng gấp 4 lần trọng lượng của quả được cấp;

(2) dung dịch chiết cô đặc được lắng cặn - ly tâm ở tốc độ từ 2000 vòng/phút đến 4000 vòng/phút trong 2 giờ;

(3) cột nhựa được nạp bằng nhựa trao đổi anion bazơ mạnh D-201, mà chiếm 1/10 trọng lượng của quả la hán tươi, sau đó dịch ly tâm được cho đi qua cột nhựa, nước thải được thu thập, và cột nhựa được rửa bằng nước tinh khiết cho đến khi nó không còn vị ngọt, và tất cả nước thải được kết hợp;

(4) cột nhựa được nạp sẵn bằng nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn ADS-17, chiếm 0,4 lần trọng lượng của quả la hán tươi, và dịch rửa giải được xử lý bằng nhựa trao đổi ion được đưa qua cột nhựa; và cột nhựa được rửa bằng nước tinh khiết cho đến khi nước thải không màu và trong suốt, cuối cùng, cột nhựa được giải hấp bằng etanol ăn được 55%, và dung dịch giải hấp được thu thập cho đến khi không còn vị ngọt;

(5) dung dịch giải hấp được cô đặc trong điều kiện giải nén chân không ở nhiệt độ 75°C hoặc thấp hơn trọng lượng 0,5 lần trọng lượng của quả la hán được cấp;

(6) cột nhựa được nạp sẵn nhôm oxit, chiếm 0,04 lần trọng lượng của quả la hán tươi, dung dịch cô đặc được pha loãng từ 30 lần đến 60 lần, và đi qua cột nhôm oxit, nước thải được thu thập, và cột được rửa bằng nước tinh khiết, và tất cả nước thải được thu thập; và

(7) nước thải được cô đặc dưới áp suất giảm ở nhiệt độ 75°C hoặc thấp hơn để thu được dung dịch cô đặc quả la hán.

Thí nghiệm phát hiện hàm lượng của Mogrosit V và nhiều dư lượng thuốc trừ sâu

1. Dụng cụ và thuốc thử

Dụng cụ: Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (Agilent), máy quang phổ chuỗi khối chất lỏng Agilent 6495 LC-MS/MS, màng lọc vi lọc 0,45 μm và bộ lọc ống tiêm, bộ kit tinh sạch dư lượng thuốc trừ sâu, màng vi lọc 0,22 μm , bộ dao động, máy ly tâm, cân bằng điện tử (1/10000) và máy rửa siêu âm.

Thuốc thử: chất chuẩn mogrosit V (mua từ Chromadex), axetonitril (cấp sắc ký), axit formic (cấp phổ khối), amoni format (cấp phổ khối), magie sulfat khan (AR), natri clorua (AR), metanol (AR), axetonitril (tinh khiết sắc ký) và nước siêu tinh khiết.

2. Phương pháp

2.1 Các điều kiện sắc ký và các bước vận hành để xác định mogrosit V

Các điều kiện sắc ký: cột sắc ký: LUNAC18, 250mm $\times$ 4,6 mm, 5 μ m; Pha động: axetonitril (B)-0,1% dung dịch nước axit phosphoric (A) được lấy làm pha động động để rửa giải gradien (0 phút đến 17 phút, 17% đến 20%, pha B; 17 đến 50 phút, 20% đến 26%, pha B), tốc độ dòng chảy: 0,8 ml/phút, bước sóng phát hiện: 203 nm; thể tích phun: 5 l; và nhiệt độ cột: 25°C.

Chuẩn bị dung dịch thử: khoảng 60 mg (30%) mẫu được cân chính xác, cho vào bình định mức 25 ml, hòa tan bằng cách thêm metanol, chiết siêu âm trong 15 phút, làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, pha loãng với metanol đến 25mL, hỗn hợp được lắc lên và đi qua màng lọc 0,45 μ m.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn: lượng chất chuẩn mogrosit V thích hợp được cân chính xác và chuẩn bị thành dung dịch có nồng độ khoảng 0,7 mg/ml bằng cách thêm metanol. 5 μ l dung dịch chất chuẩn và 5 μ l dung dịch thử được phun vào dụng cụ HPLC tương ứng.

2.2 Các điều kiện sắc ký và các điều kiện phổ khối để xác định nhiều dư lượng thuốc trừ sâu

Các điều kiện sắc ký: cột sắc ký: Agilent ZORBAX Eclipse Plus-C18 2,1 mm $\times$ 100 mm, 1,8 μ m; nhiệt độ cột: 35°C; rửa kim: rửa kim bằng ghê kim bằng axetonitril: nước = 10: 90 trong 3 giây; pha động: A: axit formic 0,1% và dung dịch amoni format 0,1 mM, B: 0,1% axit formic trong axetonitril dưới dạng pha động để rửa giải gradien (0 phút đến 10 phút, 10% đến 85%, pha B; 10 phút đến 12 phút, 85% đến 95%, pha B), tốc độ dòng chảy: 0,4 mL/phút; thời gian dừng: 12 phút; và thời gian sau khi chạy: 3 phút.

Điều kiện để đo phổ khối: Nhiệt độ khí khô: 250°C.; tốc độ dòng khí khô: 11 L/phút; áp suất của khí nguyên tử: 40 psi; điện áp mao quản: 3500 V; nhiệt độ khí bốc: 350°C và tốc độ dòng khí của vỏ bọc: 12 L/phút.

3. Kết quả

3.1 Tác động của các quá trình khác nhau đến hàm lượng mogrosit V trong dung dịch cô đặc quả la hán

Bảng 1.

Tác động của các quá trình khác nhau đến hàm lượng mogrosit V trong dung dịch cô đặc quả la hán

Nhóm	% khối lượng của mogrosit V
Ví dụ 1	59,26% $\pm$ 1,08%
Ví dụ 2	72,40% $\pm$ 1,26%
Ví dụ 3	55,07% $\pm$ 0,92%
Ví dụ đối chiếu 1	35,37% $\pm$ 2,15%
Ví dụ đối chiếu 2	42,18% $\pm$ 1,58%
Ví dụ đối chiếu 3	46,34% $\pm$ 1,74%

3.2 Tác động của các quá trình khác nhau đến mức độ dư của nhiều loại thuốc trừ sâu trong dung dịch cô đặc quả la hán

Bảng 2.

Tác động của các quá trình khác nhau đến mức độ dư của nhiều loại thuốc trừ sâu trong dung dịch cô đặc quả la hán

Chất thử	Ngưỡng báo cáo (mg/kg)	Các kết quả thử nghiệm					
		Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ đối chiếu 1	Ví dụ đối chiếu 2	Ví dụ đối chiếu 3
Axephat	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	0,1270	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Propamocarb	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	0,0076	0,4053	0,0258	0,0863
Carbendazim	0,001	0,0276	0,0381	0,0952	4,6881	5,2012	3,2916

Imidacloprit	0,001	0,0015	0,0126	0,0098	2,8129	1,6251	1,2965
Axetamiprit	0,001	0,0013	dưới ngưỡng báo cáo	0,0157	0,3437	0,1685	0,3817
Tricyclazol	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Oxadixyl	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	0,1267	0,0985
Thiophanat- metyl	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Ametryn	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	0,0056	0,0126	0,7486	0,0514	0,0483
Metalaxyl	0,001	0,0018	dưới ngưỡng báo cáo	0,0282	0,4288	0,1592	0,0942
Pyrimethanil	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	0,0082	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Isoprocab	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Triadimenol	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo

Paclobutrazol	0,001	0,0032	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	0,0572	0,1659	0,1365
Dimethomorph	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Metidation	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Diethofencarb	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Myclobutanil	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Iprovalicarb	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Azoxystrobin	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	0,0085	0,2652	0,0125	0,0688
Triadimefon	0,001	0,0018	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	0,0964	0,1351	dưới ngưỡng báo cáo
Tebuconazol	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Flosilazol	0,001	dưới	dưới	dưới	dưới	dưới	dưới

		ngưỡng báo cáo	ngưỡng báo cáo	ngưỡng báo cáo	ngưỡng báo cáo	ngưỡng báo cáo	ngưỡng báo cáo
Hexaconazol	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	0,0284	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Metolachlor	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	0,0197	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Diniconazol	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Propiconazol	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Difenoconazol	0,001	0,0023	dưới ngưỡng báo cáo	0,0249	dưới ngưỡng báo cáo	0,1529	0,1647
Teflubenzuron	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo
Chlorpyrifos	0,001	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo	dưới ngưỡng báo cáo

Thí nghiệm kiểm tra hương vị

1. Đối tượng thí nghiệm: 20 đối tượng, 10 nam và 10 nữ, tuổi từ 18 đến 40.
2. Tiêu chí loại trừ: những người bị bệnh răng miệng trong ba tháng qua hoặc trong thời gian dài; phụ nữ mang thai, hoặc phụ nữ trong thời kỳ sinh lý; những người mắc chứng loạn vị giác gây ra bởi các tình huống khác.

3. Phương pháp thử nghiệm: mỗi đối tượng lần lượt được dùng các dung dịch cô đặc quả la hán thu được trong các ví dụ từ ví dụ 1 đến ví dụ 3 và các ví dụ đối chiếu từ ví dụ đối chiếu 1 đến ví dụ đối chiếu 3 làm các mẫu thử nghiệm, và mỗi mẫu thử nghiệm có tổng lượng 10 ml, và được sử dụng trong vòng 10 phút hai hoặc ba lần. Thời gian chờ sau khi mỗi mẫu thử nghiệm được sử dụng là 15 phút và mẫu thử tiếp theo được sử dụng sau thời gian chờ. Trước thí nghiệm và trong thời gian chờ, hương vị của các đối tượng được làm sạch bằng nước tinh khiết và bánh quy muối vô cơ. Hương vị của từng mẫu thử nghiệm được đánh giá theo 11 khía cạnh gồm mùi đặc trưng, vị đặc trưng, vị thô, vị ngọt, vị đắng, độ đắng, thời gian của dư vị ngọt, thời gian dư vị đắng, thời gian dư vị làm se, dư vị đặc trưng và tính nhất quán. Đối với mỗi chỉ số, số 0 đại diện cho giá trị cảm giác tối thiểu, số 6 đại diện cho giá trị cảm giác tối đa và mỗi kết quả được biểu thị bằng điểm trung bình.

4. Kết quả

Bảng 3.

Tác động của các quy trình xử lý khác nhau đến cảm giác của dung dịch cô đặc quả la hán

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ đối chiếu 1	Ví dụ đối chiếu 2	Ví dụ đối chiếu 3
Mùi đặc trưng	2,8	2,5	3,0	4,8	3,5	3,8
Hương vị đặc trưng	2,1	1,9	2,6	4,6	3,8	4,2
Hương vị thô	3,2	3,4	3,6	5,2	4,2	4,5
Vị ngọt	5,1	5,6	5,7	3,5	4,2	4,0
Vị đắng	1,5	0,8	1,4	3,5	2,8	3,0
Làm se	1,4	1,2	2,2	2,4	2,6	2,3
Thời gian dư vị ngọt	4,5	4,2	4,6	5,5	4,6	4,8
Thời gian dư vị đắng	1,6	0,5	1,2	2,4	2,5	1,6

Thời gian dư vị làm se	1,0	0,4	1,5	2,2	2,8	2,6
Dư vị đặc trưng	2,8	2,0	3,0	3,5	3,8	3,9
Tính nhất quán tổng thể	4,2	4,1	4,6	5,8	5,5	5,2

Kết luận

Các kết quả kiểm tra hàm lượng của mogrosit V cho thấy, hàm lượng của mogrosit V trong các dung dịch cô đặc quả la hán thu được trong các ví dụ từ ví dụ 1 đến ví dụ 3 cao hơn so với các hàm lượng thu được trong các ví dụ đối chiếu 1 đến ví dụ đối chiếu 3 trung bình 20,95%. Trong số đó, các hàm lượng trong ví dụ 2 lần lượt cao hơn 37,03%, 30,22% và 26,06% so với các hàm lượng trong ví dụ đối chiếu 1 đến ví dụ đối chiếu 3. Nó cho thấy rằng phương pháp tách và tinh chế mogrosit V bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn là vượt trội so với kỹ thuật đã biết.

Các kết quả phát hiện của nhiều dư lượng thuốc trừ sâu cho thấy, các chỉ số dư lượng thuốc trừ sâu trong các dung dịch cô đặc quả la hán của các ví dụ từ ví dụ 1 đến ví dụ 3 thấp hơn so với trong các ví dụ đối chiếu 1 đến ví dụ đối chiếu 3. Nó cho thấy rằng hiệu quả của việc loại bỏ nhiều dư lượng thuốc trừ sâu bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn là vượt trội so với kỹ thuật đã biết.

Các kết quả của thí nghiệm kiểm tra hương vị cho thấy, các hiệu ứng hương vị của các ví dụ từ ví dụ 1 đến ví dụ 3 đều vượt trội so với các ví dụ đối chiếu 1 đến ví dụ đối chiếu 3, trong đó hiệu ứng vị ngọt được cải thiện đáng kể và các chỉ số làm giảm hương vị như vị thô, vị đắng, chất làm se đều được cải thiện đáng kể. Nó cho thấy rằng hương vị của dung dịch cô đặc quả la hán chứa mogrosit V được phân tách và tinh chế bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn là vượt trội so với kỹ thuật đã biết.

Mặc dù sáng chế đã được mô tả chi tiết bằng phần mô tả chung, các phương án cụ thể và các ví dụ, nhưng sáng chế có thể được sửa đổi hoặc cải tiến trên cơ sở sáng chế, mà là hiển nhiên đối với người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật. Do đó, những sửa đổi hoặc cải tiến được thực hiện mà không trệch khỏi bản chất của sáng chế đều nằm trong phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Sáng chế này cung cấp phương pháp để tách và tinh chế mogrosit V bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn, trong đó quá trình giải hấp được thực hiện trên nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng mogrosit V sử dụng nước làm dung môi trong điều kiện cận tới hạn của nước, để tạo ra dung dịch nước giàu mogrosit V. Phương pháp do sáng chế cung cấp giúp cải thiện hàm lượng mogrosit V trong sản phẩm, loại bỏ hiệu quả các tạp chất đắng và thuốc trừ sâu còn sót lại, cải thiện đáng kể khả năng thích ứng hương vị của sản phẩm, cải thiện độ an toàn và chất lượng của sản phẩm, giảm các bước xử lý và sử dụng dung môi hữu cơ được sử dụng trong lĩnh vực kỹ thuật đã biết và giảm tổng các chi phí sản xuất. Phương pháp được đề xuất bởi sáng chế có giá trị kinh tế tốt và triển vọng ứng dụng rộng rãi.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tách và tinh chế morgrosit V bằng công nghệ giải hấp nước cận tới hạn, phương pháp này bao gồm các bước:

(1) nghiền nguyên liệu thô là quả la hán (*Siraitia grosvenori*) tươi hoặc được sấy khô, và sau đó chiết xuất với nước tinh khiết làm dung môi sử dụng thiết bị chiết xuất ngược dòng động liên tục trong các điều kiện sau: tỷ lệ rắn - lỏng từ 50 g/L đến 250 g/L, nhiệt độ từ 60°C đến 90°C, tốc độ lưu thông của nước tinh khiết từ 1500 L/giờ đến 4000 L/giờ, tốc độ cấp liệu thô từ 500 kg/giờ đến 1500 kg/giờ, và khoảng thời gian để chiết xuất từ 30 phút đến 180 phút, để tạo ra chiết xuất nước của quả la hán;

(2) ly tâm dịch chiết nước của quả la hán ở tốc độ quay từ 10000 vòng/phút đến 13000 vòng/phút trong 10 phút đến 20 phút để tạo ra chất lỏng ly tâm;

(3) lọc lần lượt chất lỏng ly tâm thu được từ bước ly tâm thông qua màng gồm có kích thước lỗ từ 50 μm đến 100 μm và màng gồm có kích thước lỗ từ 5 μm đến 20 μm , để tạo ra dịch lọc; và

(4) hấp thụ dịch lọc bởi nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn D101 với tỷ lệ khối lượng của nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn với nguyên liệu thô của quả la hán là từ 1:5 đến 1:20, để tạo ra nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng morgrosit V;

(5) cho nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng morgrosit V trải qua việc giải hấp - chiết xuất sử dụng từ 5 đến 8 thể tích tăng (BV) nước tinh khiết ở trạng thái cận tới hạn dưới áp suất từ 8 MPa đến 15 MPa và nhiệt độ từ 120°C đến 170°C, ở tốc độ lưu thông từ 5 BV/giờ đến 8 BV/giờ, để tạo ra dung dịch nước quả la hán; và

(6) cô đặc dung dịch nước quả la hán thu được chứa morgrosit V thông qua màng gồm với giới hạn trọng lượng phân tử tương đối từ 150 đến 250 đơn vị khối lượng nguyên tử (Dalton), để tạo ra dung dịch cô đặc quả la hán.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó việc giải hấp - chiết xuất được thực hiện trên nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng morgrosit V sử dụng 5 BV nước tinh khiết ở trạng thái cận tới hạn dưới áp suất là 10 MPa và nhiệt độ là 160°C ở tốc độ lưu thông là 5 BV/giờ, để tạo ra dung dịch nước quả la hán.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng

morgrosit V được điều chế bởi phương pháp bao gồm các bước:

(1) nghiền nguyên liệu thô là quả la hán tươi hoặc được sấy khô, và sau đó chiết xuất với nước tinh khiết làm dung môi sử dụng thiết bị chiết xuất ngược dòng động liên tục trong các điều kiện sau: tỷ lệ rắn - lỏng là 90 g/L, nhiệt độ là 85°C, tốc độ lưu thông của nước tinh khiết là 2500 L/giờ, tốc độ cấp liệu thô là 1100 kg/giờ, và khoảng thời gian để chiết xuất là 120 phút, để tạo ra dịch chiết nước của quả la hán;

(2) ly tâm dịch chiết nước của quả la hán ở tốc độ quay là 12000 vòng/phút trong 15 phút để tạo ra chất lỏng ly tâm;

(3) lọc lần lượt chất lỏng ly tâm thông qua màng gồm có kích thước lỗ là 80 μm và màng gồm có kích thước lỗ là 10 μm , để tạo ra dịch lọc; và

(4) hấp thụ dịch lọc trên nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn D101 với tỷ lệ khối lượng của nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được sử dụng với nguyên liệu thô của quả la hán là 1:10, để tạo ra nhựa hấp phụ lỗ rỗng lớn được làm giàu bằng morgrosit V.

4. Phương pháp điều chế morgrosit V, trong đó morgrosit V được điều chế bằng cách làm khô dung dịch cô đặc quả la hán được điều chế bằng phương pháp theo điểm 1.

5. Phương pháp điều chế morgrosit V, trong đó morgrosit V được điều chế bằng cách làm khô dung dịch cô đặc quả la hán được điều chế bằng phương pháp theo điểm 2.

6. Phương pháp điều chế morgrosit V, trong đó morgrosit V được điều chế bằng cách làm khô dung dịch cô đặc quả la hán được điều chế bằng phương pháp theo điểm 3.