



(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) 
1-0020364

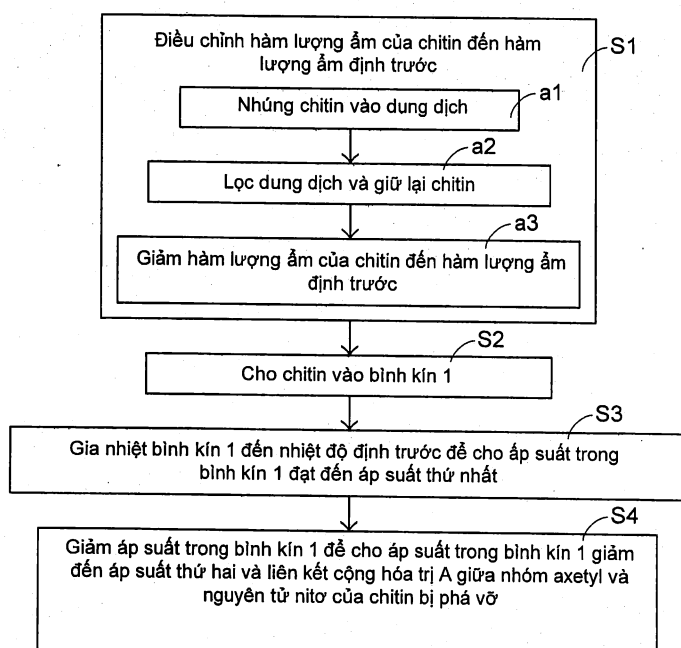
(51)⁷ **C08B 37/08**

(13) **B**

- (21) 1-2012-01033 (22) 16.04.2012
(30) 201110401667.9 06.12.2011 CN
(45) 25.01.2019 370 (43) 25.06.2013 303
(73) National Taiwan Ocean University (TW)
No. 2 Beining Rd., Zhongzheng Dist., Keelung City 202, Taiwan
(72) MIN-LANG, TSAI (TW), RONG-HUEI, CHEN (TW), YI-ZHAN, JIANG (TW),
JIAN-HENG, CHEN (TW)
(74) Công ty TNHH T&T INVENMARK Sở hữu trí tuệ Quốc tế (T&T INVENMARK
CO., LTD.)

(54) **PHƯƠNG PHÁP LOẠI NHÓM AXETYL CỦA CHITIN**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp loại nhóm axetyl của chitin. Bằng cách giảm áp suất tức thời trong môi trường nhiệt độ cao và áp suất cao, nước trong vi hạt chitin được bay hơi nhanh để tạo ra áp suất hơi mạnh. Do đó, liên kết cộng hóa trị giữa nhóm axetyl và nguyên tử nitơ của chitin bị phá vỡ. Phương pháp này là thích hợp để sản xuất trên quy mô lớn ở tốc độ phản ứng nhanh và ít biến đổi phản ứng trong khi vẫn đạt được các mục đích là thực hiện đơn giản, hiệu quả về chi phí và thân thiện với môi trường.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp loại nhóm axetyl của chitin, và cụ thể hơn là phương pháp loại nhóm axetyl của chitin bằng cách giảm áp suất tức thời.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chitin và chitosan là các chất tương hợp sinh học mới, có nhiều tác dụng và thân thiện với môi trường. Chitin, chitosan và các dẫn xuất của chúng được sử dụng rộng rãi trong nhiều ứng dụng như sử dụng trong nông nghiệp, thực phẩm/dinh dưỡng, y sinh học, khoa học vật liệu, mỹ phẩm, xử lý nước thải, sản xuất giấy, công nghiệp dệt, và lĩnh vực tương tự. Do đó, các nước phát triển hoặc đang phát triển đang tích cực nghiên cứu các chất này.

Fig.1 thể hiện công thức cấu trúc của chitin. Chitin được tổng hợp từ các đơn vị N-axetyl-glucosamin, và được liên kết bằng liên kết β -1,4 glycosit. Ngoài ra, chitin là thành phần chính của bộ xương ngoài của động vật chân khớp, sụn của mực ống và thành tế bào của nấm. Mặc dù chitin có nhiều trong tự nhiên và có đặc tính vật lý và hóa học ổn định, nhóm axetyl của chitin có thể tạo liên kết hydro trong phân tử /giữa các phân tử và do đó tạo thành cấu trúc tinh thể chặt khít. Trong trường hợp có cấu trúc tinh thể này, chitin có độ tan thấp trong các dung môi thông thường và không tốt đối với các ứng dụng công nghiệp.

Do nhóm axetyl của chitin là nhóm chính trong liên kết hydro trong phân tử /giữa các phân tử và do đó tạo ra cấu trúc tinh thể, phản ứng loại bỏ nhóm axetyl của chitin được gọi là phản ứng loại nhóm axetyl để tạo ra chitosan sẽ giải quyết được vấn đề độ tan thấp của chitin. Do đó, vấn đề quan trọng là phá vỡ một cách hiệu quả liên kết giữa nhóm axetyl và nguyên tử nitơ của chitin. Khi tỷ lệ của các đơn vị được loại nhóm axetyl (tức là glucosamin) với các đơn vị không được loại nhóm axetyl (tức là N-axetyl-glucosamin) tăng lên, độ tan của phân tử chitosan trong axit yếu tăng lên. Trong trường hợp này, khả năng áp dụng công nghiệp của chitosan sẽ tăng lên.

Hiện nay, phương pháp loại nhóm axetyl của chitin bao gồm phương pháp vi sinh, phương pháp enzym, phương pháp kiềm nóng, v.v.. Phương pháp vi sinh sử dụng vi sinh vật để loại nhóm axetyl của chitin. Phương pháp enzym sử dụng enzym (ví dụ, chitin deaxetylaza) để xúc tác phản ứng loại nhóm axetyl của chitin. Hai phương pháp sinh học này không làm phá vỡ mạch chitin cũng không gây ô nhiễm chất thải hóa chất nghiêm trọng. Tuy nhiên, do thời gian phản ứng dài và hiệu suất và điều kiện phản ứng bị hạn chế bởi sức chịu đựng của vi sinh vật hoặc enzym, hai phương pháp sinh học này không dễ sản xuất chitosan trên quy mô lớn.

Phương pháp kiềm nóng là một trong số các phương pháp công nghiệp chính để điều chế chitosan. Tức là, phương pháp kiềm nóng là phương pháp loại nhóm axetyl của chitin bằng cách sử dụng dung dịch kiềm nồng độ cao làm chất phản ứng ở nhiệt độ cao. Dung dịch kiềm nồng độ cao (ví dụ, dung dịch natri hydroxit 30~60%) được phân ly trong dung môi thành một lượng lớn ion hydroxit mang điện tích âm (OH^-). Trong điều kiện này, nguyên tử oxy trên ion hydroxit, chứ không phải nguyên tử oxy trên nhóm axetyl, đóng vai trò là nguyên tử nhận proton của liên kết hydro. Do đó, liên kết hydro trong phân tử/giữa các phân tử và cấu trúc tinh thể của chitin bị phá vỡ tạm thời, và do đó liên kết cộng hóa trị giữa nhóm axetyl và nhóm amino dễ dàng tiếp xúc với một số lượng lớn ion hydroxit ở nhiệt độ cao (ví dụ, 100~130°C), cặp electron của các ion hydroxit này sẽ tấn công các liên kết cộng hóa trị, và phân giải để loại bỏ nhóm axetyl của chitin.

Ngoài ra, tài liệu chuyên ngành mô tả rằng áp suất thích hợp (ví dụ, khoảng 1~20 psig) có thể tạo điều kiện thuận lợi cho việc đưa nhiều ion hydroxit và nước hơn vào cấu trúc tinh thể của chitin để phá vỡ liên kết hydro và thúc đẩy sự tấn công của electron trong nhóm axetyl. Theo cách này, mức độ loại nhóm axetyl của chitin được tăng lên. So với phương pháp vi sinh và phương pháp enzym, phương pháp kiềm nóng có một số lợi ích như tốc độ phản ứng nhanh, ít biến đổi phản ứng và mức độ loại nhóm axetyl cao. Tuy nhiên, phương pháp kiềm nóng có thể tạo ra nhiều chất thải lỏng, ví dụ từ dung dịch kiềm thải nồng độ cao và nước rửa sản phẩm đến chất thải lỏng của quá trình rửa bằng nước tới trung tính. Ngoài ra, việc sử dụng phương pháp kiềm nóng

cần lượng lớn natri hydroxit và nước tinh khiết và chi phí xử lý chất thải cao. Ngoài ra, phương pháp kiềm nóng không thân thiện với môi trường.

Do đó, cần đưa ra phương pháp mới để loại nhóm axetyl của chitin. Phương pháp mới này có tốc độ phản ứng nhanh, ít biến đổi phản ứng và không tạo ra lượng lớn chất thải lỏng. Nói cách khác, phương pháp mới này thân thiện với môi trường trong khi vẫn đạt được các mục đích là thực hiện đơn giản, chi phí thiết bị thấp và hiệu quả về chi phí.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp loại nhanh nhóm axetyl của chitin trong môi trường trung tính.

Sáng chế còn đề xuất phương pháp loại nhóm axetyl của chitin theo cách thân thiện với môi trường và hiệu quả về chi phí.

Sáng chế còn đề xuất phương pháp loại nhóm axetyl của chitin có ít biến đổi và thực hiện đơn giản.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất phương pháp loại nhóm axetyl của chitin. Phương pháp này ít nhất bao gồm các bước: (a) điều chỉnh hàm lượng ẩm của chitin tới hàm lượng ẩm định trước, (b) cho chitin vào bình kín, (c) gia nhiệt bình kín tới nhiệt độ định trước để cho áp suất trong bình kín đạt tới áp suất thứ nhất, và (d) giảm áp trong bình kín để cho áp suất trong bình kín giảm tới áp suất thứ hai. Trong quá trình áp suất trong bình kín giảm từ áp suất thứ nhất tới áp suất thứ hai, nước trong chitin được bay hơi nhanh để cho liên kết cộng hóa trị giữa nhóm axetyl và nguyên tử nitơ của chitin bị phá vỡ.

Tốt hơn nếu bước (a) còn bao gồm các bước nhỏ (a1) nhúng chitin trong dung dịch, (a2) lọc dung dịch và giữ lại chitin, và (a3) giảm hàm lượng ẩm của chitin tới hàm lượng ẩm định trước.

Tốt hơn nếu bước (a3) để giảm hàm lượng ẩm của chitin tới hàm lượng ẩm định trước được thực hiện bằng cách sấy chitin trong lò ở nhiệt độ 50°C.

Tốt hơn nếu bình kín là bình gia áp, và áp suất thứ nhất cao hơn 1 kg/cm².

Tốt hơn nếu bình kín là ống phun, và áp suất thứ nhất nằm trong khoảng từ 1 kg/cm² đến 20 kg/cm².

Tốt hơn nếu nhiệt độ định trước ít nhất bằng 100°C.

Tốt hơn nếu hàm lượng ẩm định trước nằm trong khoảng từ 10 đến 90%.

Tốt hơn nếu trong bước (a1), dung dịch nêu trên là dung dịch nước.

Tốt hơn nếu dung dịch nêu trên là dung dịch nước có độ pH bằng 6.

Tốt hơn nếu dung dịch nêu trên là dung dịch nước có độ pH nằm trong khoảng từ 6 đến 8.

Tốt hơn nếu chitin được chọn từ ít nhất một chất trong số α -chitin, β -chitin và γ -chitin.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến phương pháp loại nhóm axetyl của chitin. Phương pháp này ít nhất bao gồm các bước: (a) cho chitin vào bình kín, (b) điều chỉnh áp suất trong bình kín tới áp suất thứ nhất, và (c) giảm áp trong bình kín để cho áp suất trong bình kín giảm tới áp suất thứ hai. Trong quá trình áp suất trong bình kín giảm từ áp suất thứ nhất tới áp suất thứ hai, nước trong chitin được bay hơi nhanh để cho liên kết cộng hóa trị giữa nhóm axetyl và nguyên tử nitơ của chitin bị phá vỡ.

Tốt hơn nếu bình kín là bình gia áp, và áp suất thứ nhất cao hơn 1 kg/cm² theo áp kế.

Tốt hơn nếu bình kín là ống phun, và áp suất thứ nhất nằm trong khoảng từ 1 kg/cm² đến 20 kg/cm² theo áp kế.

Tốt hơn nếu bước (b) là bước điều chỉnh áp suất trong bình kín tới áp suất thứ nhất được thực hiện bằng cách gia nhiệt bình kín tới nhiệt độ định trước.

Tốt hơn nếu nhiệt độ định trước ít nhất bằng 100°C.

Tốt hơn nếu trước khi thực hiện bước (a), phương pháp này còn bao gồm bước (a1) là bước nhúng chitin trong dung dịch. Theo cách khác, trước khi thực hiện bước (a), phương pháp này còn bao gồm các bước: (a1) nhúng chitin trong dung dịch và (a2) lọc dung dịch và giữ lại chitin.

Tốt hơn nếu sau bước (a2) và trước bước (a), phương pháp này còn bao gồm bước: (a3) giảm hàm lượng ẩm của chitin tới hàm lượng ẩm định trước.

Tốt hơn nếu trong bước (a3), hàm lượng ẩm định trước nằm trong khoảng từ 10 đến 90%.

Tốt hơn nếu trong bước (a1), dung dịch nêu trên có độ pH bằng 6.

Tốt hơn nếu trong bước (a1), dung dịch nêu trên có độ pH nằm trong khoảng từ 6 đến 8.

Phương pháp loại nhóm axetyl của chitin theo sáng chế có thể đạt được hiệu quả loại nhóm axetyl cao bằng cách sử dụng áp suất hơi mạnh từ việc xử lý giảm áp tức thời. Cụ thể hơn, do phương pháp theo sáng chế không cần nhiều dung dịch kiềm nên sẽ tiết kiệm chi phí xử lý dung dịch kiềm thải và chất thải lỏng của quá trình rửa bằng nước và vấn đề ô nhiễm môi trường sẽ được khắc phục. Nói cách khác, sáng chế đề xuất phương pháp mới để loại nhóm axetyl của chitin. Phương pháp này là thích hợp để sản xuất trên quy mô lớn ở tốc độ phản ứng nhanh và ít biến đổi phản ứng trong khi vẫn đạt được các mục đích là thực hiện đơn giản, hiệu quả về chi phí và thân thiện với môi trường.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Mục đích và ưu điểm nêu trên của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sau khi xem phần mô tả chi tiết sáng chế có dựa vào các hình vẽ kèm theo, trong đó:

Fig.1 thể hiện công thức cấu trúc của chitin;

Fig.2 là sơ đồ công nghệ thể hiện phương pháp loại nhóm axetyl của chitin theo phương án thứ nhất của sáng chế;

Fig.3 là sơ đồ công nghệ thể hiện phương pháp loại nhóm axetyl của chitin theo phương án thứ hai của sáng chế; và

Fig.4 thể hiện sơ đồ bình kín sử dụng trong phương pháp loại nhóm axetyl của chitin theo phương án thứ nhất hoặc phương án thứ hai của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Để khắc phục các nhược điểm của các giải pháp kỹ thuật đã biết, sáng chế đề xuất phương pháp mới để loại nhóm axetyl của chitin. Khi áp suất cao được giảm nhanh tới

áp suất môi trường, tất cả các phân tử nước chứa trong hạt chitin được bay hơi tức thời. Do đó, áp suất hơi mạnh được tạo ra trong các vi hạt chitin, và hạt chitin nhanh chóng bị nổ ra theo tất cả các hướng. Trong quá trình này, các liên kết tương đối yếu hơn (ví dụ, liên kết hydro và liên kết cộng hóa trị giữa nhóm axetyl và nguyên tử nitơ) bị phá vỡ, và do đó áp suất hơi được giải phóng từ các lỗ bị phá vỡ này.

Từ rất nhiều thử nghiệm, đã phát hiện được rằng mức độ loại nhóm axetyl của chitin bằng cách xử lý giảm áp tức thời (ví dụ, từ áp suất cao xuống áp suất khí quyển) là cao hơn đáng kể so với mức độ loại nhóm axetyl của chitin khi không xử lý giảm áp tức thời. Cấu trúc của vi hạt chitin được quan sát bằng cách soi kính hiển vi điện tử. Sau khi áp suất của chitin được giảm tức thời từ áp suất cao xuống áp suất khí quyển, kích thước của vi hạt chitin giảm đi, và tất cả các vi hạt có bề mặt rỗ. Đã thấy rằng việc xử lý giảm áp tức thời có thể dẫn tới sự nở phồng đột ngột. Do sự nở phồng đột ngột này, lực duy trì cấu trúc của vi hạt chitin bị phá vỡ. Do đó, vi hạt vỡ thành nhiều phần tử nhỏ có nhiều lỗ.

Fig.2 là sơ đồ công nghệ thể hiện phương pháp loại nhóm axetyl của chitin theo phương án thứ nhất của sáng chế. Phương pháp loại nhóm axetyl của chitin này ít nhất bao gồm các bước sau.

Trong bước S1, hàm lượng ẩm của chitin được điều chỉnh tới hàm lượng ẩm định trước.

Trong bước S2, chitin được cho vào bình kín 1.

Trong bước S3, bình kín 1 được gia nhiệt tới nhiệt độ định trước, sao cho áp suất trong bình kín 1 đạt tới áp suất thứ nhất.

Trong bước S4, áp suất trong bình kín 1 được giảm để cho áp suất trong bình kín 1 giảm tới áp suất thứ hai và liên kết cộng hóa trị A giữa nhóm axetyl và nguyên tử nitơ của chitin bị phá vỡ.

Ngoài ra, bước S1 ít nhất bao gồm các bước sau.

Trong bước a1, chitin được nhúng trong dung dịch.

Trong bước a2, dung dịch được lọc, và chitin được giữ lại.

Trong bước a3, hàm lượng ẩm của chitin được giảm tới hàm lượng ẩm định trước.

Theo phương án được ưu tiên, bước S1 được thực hiện để điều chỉnh hàm lượng ẩm của vi hạt chitin. Trong quá trình nhúng chitin trong dung dịch, cấu trúc bên trong của vi hạt chitin được nạp đầy dung dịch và do đó trương lên. Ví dụ về dung dịch này bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nước tinh khiết, dung dịch nước trung tính, dung dịch nước axit nhẹ, dung dịch nước bazơ hoặc dung dịch lỏng bất kỳ khác.

Trong bước a2, lượng dung dịch dư được lọc bằng rây, và chitin được giữ lại để cho cả hàm lượng ẩm trong vi hạt chitin và hàm lượng ẩm ngoài vi hạt chitin được điều chỉnh bằng rây hoặc phương tiện khác. Trong bước a3, hàm lượng ẩm của chitin được giảm tới hàm lượng ẩm định trước bằng cách sấy chitin trong lò ở nhiệt độ 50°C hoặc nhiệt độ khác hoặc bằng phương tiện khác. Tốt hơn nếu hàm lượng ẩm định trước nằm trong khoảng từ 10 đến 90%.

Cần lưu ý rằng bước S1 đóng vai trò quan trọng trong việc đạt được hiệu quả loại nhóm axetyl theo các quá trình liên tiếp. Mức độ trương, hàm lượng ẩm trong vi hạt chitin và hàm lượng ẩm ngoài vi hạt chitin có thể ảnh hưởng đến thể tích của vi hạt, áp suất sau khi giảm và áp suất hơi và có thể ảnh hưởng đến việc chitin bị chín vàng hay bị cháy. Để đạt được hiệu quả loại nhóm axetyl tối ưu, điều kiện thực hiện các bước khác nhau của bước S1 cần được đánh giá một cách thích hợp.

Ngoài ra, trong bước S2, chitin được cho vào bình kín 1 để tăng áp suất trong quá trình tiếp theo. Theo một phương án, bình kín 1 là ống phun (xem Fig.4) hoặc bình gia áp khác có cơ cấu giảm áp tức thời an toàn.

Ngoài ra, trong bước S3, bình kín 1 được gia nhiệt tới nhiệt độ định trước để cho áp suất trong bình kín 1 đạt tới áp suất thứ nhất. Nhiệt độ định trước phải cao hơn hoặc bằng điểm sôi của dung dịch dưới áp suất khí quyển (tức là áp suất của áp kế bằng 0 kg/cm²). Do đó, do hơi được tạo ra từ quá trình bay hơi dung dịch, áp suất trong bình kín 1 đạt tới áp suất thứ nhất. Ví dụ, nếu dung dịch là nước tinh khiết, nhiệt độ định trước phải cao hơn hoặc bằng 100°C. Ngoài ra, áp suất thứ nhất phải cao hơn áp suất khí quyển. Khi áp suất thứ nhất tăng lên, hiệu quả loại nhóm axetyl tăng lên. Tuy nhiên, nếu áp suất thứ nhất quá cao, phản ứng phân hủy làm phá vỡ liên kết mạch chính của phân tử chitin có thể xảy ra.

Trong bước S4, áp suất trong bình kín 1 được giảm tức thời để cho áp suất trong bình kín 1 giảm tới áp suất thứ hai và liên kết cộng hóa trị A giữa nhóm axetyl và nguyên tử nitơ của chitin bị phá vỡ. Áp suất thứ hai là bằng áp suất khí quyển hoặc bằng áp suất bất kỳ thấp hơn áp suất thứ nhất. Trong trường hợp độ an toàn và thiết bị cho phép, áp suất thứ hai có thể thấp hơn áp suất khí quyển. Ví dụ, bình kín 1 được cho vào môi trường có áp suất âm hoặc môi trường gần như chân không. Sau khi áp suất trong bình kín 1 được giảm trong các môi trường này, áp suất trong bình kín 1 sẽ giảm tới áp suất thứ hai thấp hơn áp suất khí quyển.

Fig.3 là sơ đồ thể hiện phương pháp loại nhóm axetyl của chitin theo phương án thứ hai của sáng chế. Phương pháp loại nhóm axetyl của chitin này ít nhất bao gồm các bước sau.

Trong bước S11, chitin được cho vào bình kín 111.

Trong bước S12, áp suất trong bình kín 111 được điều chỉnh tới áp suất thứ nhất.

Trong bước S13, áp suất trong bình kín 111 được giảm để cho áp suất trong bình kín 111 giảm tới áp suất thứ hai và liên kết cộng hóa trị A' giữa nhóm axetyl và nguyên tử nitơ của chitin bị phá vỡ.

Trừ bước S1 là bước điều chỉnh hàm lượng ẩm của chitin tới hàm lượng ẩm định trước và bước S3 là bước tăng áp suất của bình kín 1 bằng cách gia nhiệt, điều kiện thực hiện và các bước khác của phương án thứ hai là giống với phương án thứ nhất. Tuy nhiên, chuyên gia trong lĩnh vực này dễ dàng hiểu được rằng nhiều cải biến và thay đổi có thể được thực hiện trong khi vẫn giữ được nội dung của sáng chế.

Bảng 1 thể hiện sự thay đổi mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin sau khi thực hiện quá trình phun mạnh. Mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin được xử lý trong sáu nhóm điều kiện thực hiện được thể hiện theo chiều từ trên xuống dưới trong bảng 1. Trong thử nghiệm thứ nhất, α -chitin không được xử lý. Tức là hàm lượng ẩm và độ pH không được điều chỉnh, và bước tăng áp suất và bước giảm áp tức thời không được thực hiện. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $25,2 \pm 1,9\%$. Trong thử nghiệm thứ hai, α -chitin được nhúng trong nước tinh khiết (độ pH=6,5) trong một giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, α -chitin được giữ lại. Khi đó, hàm lượng ẩm của α -chitin bằng 60%. Sau đó, α -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt

tới áp suất theo áp kế bằng 6 kg/cm^2 . Sau đó, nắp ống phun được mở đột ngột, sao cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $25,3 \pm 0,8\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ hai không khác nhau đáng kể. Trong thử nghiệm thứ ba, α -chitin được nhúng trong nước tinh khiết (độ pH=6,5) trong 1 giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, α -chitin được giữ lại. Khi đó, hàm lượng ẩm của α -chitin bằng 60%. Sau đó, α -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 9 kg/cm^2 . Sau đó, nắp của ống phun được mở đột ngột để cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $27,3 \pm 2,5\%$. Mức độ loại nhóm axetyl không khác nhau đáng kể giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ ba.

Theo phương án thứ tư, α -chitin được nhúng trong nước tinh khiết (độ pH=6,5) trong một giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, α -chitin được giữ lại. Khi đó, hàm lượng ẩm của α -chitin bằng 60%. Sau đó, α -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 12 kg/cm^2 . Sau đó, nắp của ống phun được mở đột ngột để cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $38,8 \pm 1,5\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ tư là khác nhau đáng kể ($p < 0,05$). Trong thử nghiệm thứ năm, α -chitin được nhúng trong nước tinh khiết (độ pH=6,5) trong một giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, α -chitin được giữ lại. Sau đó, α -chitin được sấy trong lò ở nhiệt độ 50°C trong 3 giờ. Khi đó, hàm lượng ẩm của α -chitin bằng 47%. Sau đó, α -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 9 kg/cm^2 . Tiếp đó, nắp ống phun được mở đột ngột để cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $30,2 \pm 3,4\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ năm là khác nhau đáng kể ($p < 0,05$). Trong thử nghiệm thứ sáu, α -chitin được nhúng trong dung dịch natri hydroxit (độ pH=9,0) trong một giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, α -chitin được giữ lại. Khi đó, hàm lượng ẩm của α -chitin bằng 60%. Sau đó, α -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 9 kg/cm^2 . Tiếp đó, nắp ống phun được mở đột ngột để cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý

thuyết là $31,2 \pm 1,6\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ sáu là khác nhau đáng kể ($p < 0,05$).

Kết quả của thử nghiệm loại nhóm axetyl của α -chitin thứ nhất, thứ hai, thứ ba và thứ tư bằng cách phun mạnh cho thấy rằng mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin có liên hệ cùng chiều với áp suất của ống phun trước khi giảm áp. Nếu áp suất của ống phun trước khi giảm áp tăng lên, mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin tăng lên. Nếu áp suất theo áp kế của ống phun trước khi giảm áp cao hơn 12 kg/cm^2 , hiệu quả loại nhóm axetyl là đáng kể. Kết quả của thử nghiệm loại nhóm axetyl của α -chitin thứ ba và thứ năm bằng cách phun mạnh cho thấy rằng mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin có liên quan đến hàm lượng ẩm của vi hạt α -chitin. Kết quả của thử nghiệm loại nhóm axetyl của α -chitin thứ ba và thứ sáu bằng cách phun mạnh cho thấy rằng mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin có liên quan đến độ pH của nước trong vi hạt α -chitin. Đặc biệt, mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin là đáng kể trong điều kiện kiềm. Từ phần bàn luận nêu trên, các thử nghiệm loại nhóm axetyl của α -chitin bằng cách phun mạnh cho thấy rằng mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin có liên quan đến áp suất của ống phun trước khi giảm áp, hàm lượng ẩm của α -chitin và độ pH của nước trong α -chitin. Sau khi phun mạnh, mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin tăng từ $25,2 \pm 1,9\%$ lên $25,3 \pm 0,8\% \sim 38,8 \pm 1,5\%$. Ngoài ra, mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin tăng tối đa 13%.

Bảng 1: sự thay đổi mức độ loại nhóm axetyl của α -chitin sau khi phun mạnh

Hàm lượng ẩm (%)	Áp suất theo áp kế (kg/cm^2)	Độ pH	Mức độ loại nhóm axetyl (%)
-*	-	-	$25,2 \pm 1,9^a$
60	6	6,5	$25,3 \pm 0,8^a$
60	9	6,5	$27,3 \pm 2,5^a$
60	12	6,5	$38,8 \pm 1,5^c$
47	9	6,5	$30,2 \pm 3,4^b$
60	9	9,0	$31,2 \pm 1,6^b$

*chitin không được xử lý

Việc xác định được thực hiện năm lần ($n=5$), và mức độ loại nhóm axetyl được đưa ra dưới dạng giá trị trung bình cộng cùng với độ lệch chuẩn. Nếu hai nhóm dữ liệu có các chỉ số trên a đến c khác nhau, mức độ loại nhóm axetyl là khác nhau đáng kể; và nếu hai nhóm dữ liệu có cùng chỉ số trên a, b hoặc c, mức độ loại nhóm axetyl không khác nhau đáng kể.

Bảng 2 thể hiện sự thay đổi mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin sau khi phun mạnh. Mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin được xử lý trong bảy nhóm điều kiện thực hiện được đưa ra theo chiều từ trên xuống dưới trong bảng 2. Trong thử nghiệm thứ nhất, β -chitin không được xử lý. Tức là, hàm lượng ẩm và độ pH không được điều chỉnh, và bước tăng áp suất và bước giảm áp tức thời không được thực hiện. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $32,2 \pm 1,4\%$. Trong thử nghiệm thứ hai, β -chitin được nhúng trong nước tinh khiết (độ pH=6,5) trong 1 giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, β -chitin được giữ lại. Sau đó, β -chitin được sấy trong lò ở nhiệt độ 50°C trong 12 giờ. Khi đó, hàm lượng ẩm của β -chitin bằng 30%. Sau đó, β -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 10 kg/cm^2 . Tiếp đó, nắp ống phun được mở đột ngột, sao cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $33,3 \pm 1,1\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ hai không khác nhau đáng kể. Trong thử nghiệm thứ ba, β -chitin được nhúng trong nước tinh khiết (độ pH=6,5) trong một giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, β -chitin được giữ lại. Sau đó, β -chitin được sấy trong lò ở nhiệt độ 50°C trong 6 giờ. Khi đó, hàm lượng ẩm của β -chitin bằng 60%. Sau đó, β -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 10 kg/cm^2 . Tiếp đó, nắp ống phun được mở đột ngột, sao cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $33,8 \pm 2,5\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ ba không khác nhau đáng kể. Theo phương án thứ tư, β -chitin được nhúng trong nước tinh khiết (độ pH=6,5) trong một giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, β -chitin được giữ lại. Khi đó, hàm lượng ẩm của β -chitin là 80%. Sau đó, β -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 10 kg/cm^2 . Tiếp đó, nắp ống phun được mở đột ngột để cho áp

suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $35,2 \pm 1,6\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ tư là không khác nhau đáng kể.

Trong thử nghiệm thứ năm, β -chitin được nhúng trong nước tinh khiết (độ pH=6,5) trong một giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, β -chitin được giữ lại. Khi đó, hàm lượng ẩm của β -chitin bằng 80%. Sau đó, β -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 15 kg/cm^2 . Tiếp đó, nắp ống phun được mở đột ngột để cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $37,6 \pm 2,2\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ năm là khác nhau đáng kể ($p < 0,05$). Trong thử nghiệm thứ sáu, β -chitin được nhúng trong nước tinh khiết (độ pH=6,5) trong một giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, β -chitin được giữ lại. Khi đó, hàm lượng ẩm của β -chitin là 80%. Sau đó, β -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 20 kg/cm^2 . Tiếp đó, nắp ống phun được mở đột ngột để cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $41,4 \pm 3,1\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ sáu khác nhau đáng kể ($p < 0,05$). Trong thử nghiệm thứ bảy, β -chitin được nhúng trong dung dịch natri hydroxit (độ pH=9,0) trong một giờ. Sau khi lượng nước dư được lọc, β -chitin được giữ lại. Khi đó, hàm lượng ẩm của β -chitin bằng 80%. Sau đó, β -chitin được cho vào ống phun, và ống phun được gia nhiệt để đạt tới áp suất theo áp kế bằng 10 kg/cm^2 . Tiếp đó, nắp ống phun được mở đột ngột để cho áp suất được giảm tức thời. Mức độ loại nhóm axetyl theo lý thuyết là $35,5 \pm 0,3\%$. Mức độ loại nhóm axetyl giữa thử nghiệm thứ nhất và thử nghiệm thứ bảy không khác nhau đáng kể.

Quay lại bảng 2, kết quả của thử nghiệm loại nhóm axetyl của β -chitin thứ nhất, thứ tư, thứ năm và thứ sáu bằng cách phun mạnh cho thấy rằng mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin có liên hệ cùng chiều với áp suất của ống phun trước khi giảm áp. Nếu áp suất của ống phun trước khi giảm áp tăng lên, mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin tăng lên. Nếu áp suất theo áp kế của ống phun trước khi giảm áp cao hơn 15 kg/cm^2 , hiệu quả loại nhóm axetyl là đáng kể. Kết quả của thử nghiệm loại nhóm axetyl của β -chitin thứ nhất, thứ hai, thứ ba và thứ tư bằng cách phun mạnh cho thấy

rằng mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin có liên quan đến hàm lượng ẩm của vi hạt β -chitin. Kết quả của thử nghiệm loại nhóm axetyl của β -chitin thứ nhất, thứ tư và thứ bảy bằng cách phun mạnh cho thấy rằng mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin có liên quan đến độ pH của nước trong vi hạt β -chitin. Từ phần bàn luận, thử nghiệm loại nhóm axetyl của β -chitin bằng cách phun mạnh cho thấy rằng mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin có liên quan đến áp suất của ống phun trước khi giảm áp, và có thể liên quan đến hàm lượng ẩm của β -chitin và độ pH của nước trong β -chitin. Sau khi thực hiện quá trình phun mạnh, mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin tăng từ $32,2 \pm 1,4\%$ lên $33,3 \pm 1,1\% \sim 41,4 \pm 3,1\%$. Ngoài ra, mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin tăng tối đa 9%.

Bảng 2: sự thay đổi mức độ loại nhóm axetyl của β -chitin sau khi phun mạnh

Hàm lượng ẩm (%)	Áp suất theo áp kế (kg/cm ²)	Độ pH	Mức độ loại nhóm axetyl (%)
-*	-	-	$32,2 \pm 1,4^a$
30	10	6,5	$33,3 \pm 1,1^a$
60	10	6,5	$33,8 \pm 2,5^a$
80	10	6,5	$35,2 \pm 1,6^{ab}$
80	15	6,5	$37,6 \pm 2,2^b$
80	20	6,5	$41,4 \pm 3,1^c$
80	10	9.0	$35,5 \pm 0,3^{ab}$

*chitin không được xử lý

Việc xác định được thực hiện năm lần ($n=5$), và mức độ loại nhóm axetyl được đưa ra dưới dạng giá trị trung bình cộng cùng với độ lệch chuẩn. Nếu hai nhóm dữ liệu có các chỉ số trên từ a đến c khác nhau, mức độ loại nhóm axetyl là khác nhau đáng kể; và nếu hai nhóm dữ liệu có cùng chỉ số trên a, b hoặc c, mức độ loại nhóm axetyl là không khác nhau đáng kể.

Như được thể hiện trong các Bảng 1 và Bảng 2, phương pháp theo sáng chế là hiệu quả trong việc loại nhóm axetyl của α -chitin và β -chitin bằng cách phun mạnh. Tuy nhiên, cần lưu ý rằng phương pháp theo sáng chế cũng hiệu quả trong việc loại nhóm axetyl của γ -chitin.

Từ phần mô tả trên đây, phương pháp loại nhóm axetyl của chitin theo sáng chế có thể đạt được hiệu quả loại nhóm axetyl cao bằng cách sử dụng áp suất hơi mạnh của việc xử lý giảm áp tức thời. Đặc biệt hơn, do phương pháp theo sáng chế không cần nhiều dung dịch kiềm, sẽ tiết kiệm được chi phí cho việc xử lý dung dịch kiềm thải và chất thải lỏng của quá trình rửa bằng nước và vấn đề ô nhiễm môi trường sẽ được khắc phục. Nói cách khác, sáng chế đề xuất phương pháp mới để loại nhóm axetyl của chitin. Phương pháp này là thích hợp để sản xuất trên quy mô lớn ở tốc độ phản ứng nhanh và ít biến đổi phản ứng trong khi vẫn đạt được các mục đích là thực hiện đơn giản, hiệu quả về chi phí và thân thiện với môi trường.

Fig.4 thể hiện trên sơ đồ bình kín được sử dụng trong phương pháp loại nhóm axetyl của chitin theo phương án thứ nhất hoặc phương án thứ hai của sáng chế. Ví dụ về bình kín 1 của phương án thứ nhất hoặc bình kín 111 của phương án thứ hai là ống phun. Như được thể hiện trên Fig.4, ống phun 10 bao gồm bộ điều khiển 11, bộ cảm biến áp suất 12, thùng quay 13, bộ gia nhiệt 14 và nắp 15. Trong các thử nghiệm khác nhau, việc sử dụng ống phun 10 để loại nhóm axetyl của chitin bằng cách phun mạnh sẽ được minh họa dưới đây. Trước hết, chitin được cho vào thùng quay 13 của ống phun 10. Sau khi ống phun 10 được khóa lại, bộ gia nhiệt 14 được bật để gia nhiệt thùng quay 13 sao cho áp suất trong thùng quay 13 đạt tới áp suất thứ nhất, áp suất này được đo bằng bộ cảm biến áp suất 12. Tiếp đó, nắp 15 được mở đột ngột để cho áp suất được giảm tức thời và mục đích loại nhóm axetyl của chitin đã đạt được. Chắc chắn là ống phun được thể hiện trên Fig.4 chỉ nhằm mục đích minh họa và mô tả. Tức là bình kín được sử dụng trong sáng chế không chỉ giới hạn ở ống phun.

Mặc dù sáng chế đã được mô tả theo phương án thực tế và được ưu tiên nhất, cần hiểu rằng sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án được bộc lộ. Trái lại, sáng chế được dự định bao gồm các cải biến khác nhau và các phương án tương tự thuộc phạm vi yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp loại nhóm axetyl của chitin, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

(a) điều chỉnh hàm lượng ẩm của chitin đến trị số hàm lượng ẩm định trước, trong đó trị số hàm lượng ẩm định trước này nằm trong khoảng từ 47% đến 90%;

(b) đặt chitin vào trong bình kín;

(c) gia nhiệt bình kín này đến nhiệt độ định trước, sao cho áp suất trong bình kín này đạt đến trị số áp suất thứ nhất, trong đó trị số áp suất thứ nhất này cao hơn hoặc bằng áp suất kế là 9kg/cm^2 ; và

(d) xả áp suất trong bình kín, sao cho áp suất trong bình kín này giảm đến trị số áp suất thứ hai,

trong đó trong khi áp suất trong bình kín giảm từ trị số áp suất thứ nhất đến trị số áp suất thứ hai, thì nước trong chitin được bay hơi một cách nhanh chóng, sao cho liên kết cộng hoá trị giữa nhóm axetyl và nguyên tử nitơ của chitin bị phá vỡ, trong đó chitin được chọn từ ít nhất một trong số α -chitin, β -chitin và γ -chitin.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bình kín là bình cao áp và trị số áp suất thứ nhất nằm trong khoảng từ áp suất kế 9kg/cm^2 đến áp suất kế 20kg/cm^2 .

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bình kín là súng phun và trị số áp suất thứ nhất nằm trong khoảng từ áp suất kế 9kg/cm^2 đến áp suất kế 20kg/cm^2 .

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nhiệt độ định trước ít nhất là 100°C .

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước (a) ít nhất bao gồm các bước phụ:

(a1) nhúng chitin vào một dung dịch;

(a2) lọc dung dịch này và giữ lại chitin; và

(a3) làm giảm hàm lượng ẩm của chitin đến trị số hàm lượng ẩm định trước.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó bước (a3) làm giảm hàm lượng ẩm của chitin đến trị số hàm lượng ẩm định trước được thực hiện bằng cách làm khô chitin này ở nhiệt độ 50°C.
7. Phương pháp theo điểm 5, trong đó ở bước (a1), dung dịch là dung dịch nước.
8. Phương pháp theo điểm 5, trong đó ở bước (a1), dung dịch là dung dịch nước có độ pH ít nhất là 6.
9. Phương pháp theo điểm 5, trong đó ở bước (a1), dung dịch là dung dịch nước có độ pH nằm trong khoảng từ 6 đến 8.
10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước (a) ít nhất bao gồm bước phụ (a1) là nhúng chitin vào dung dịch.
11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước (a) ít nhất bao gồm các bước phụ:
 - (a1) nhúng chitin vào một dung dịch; và
 - (a2) lọc dung dịch này và giữ lại chitin.

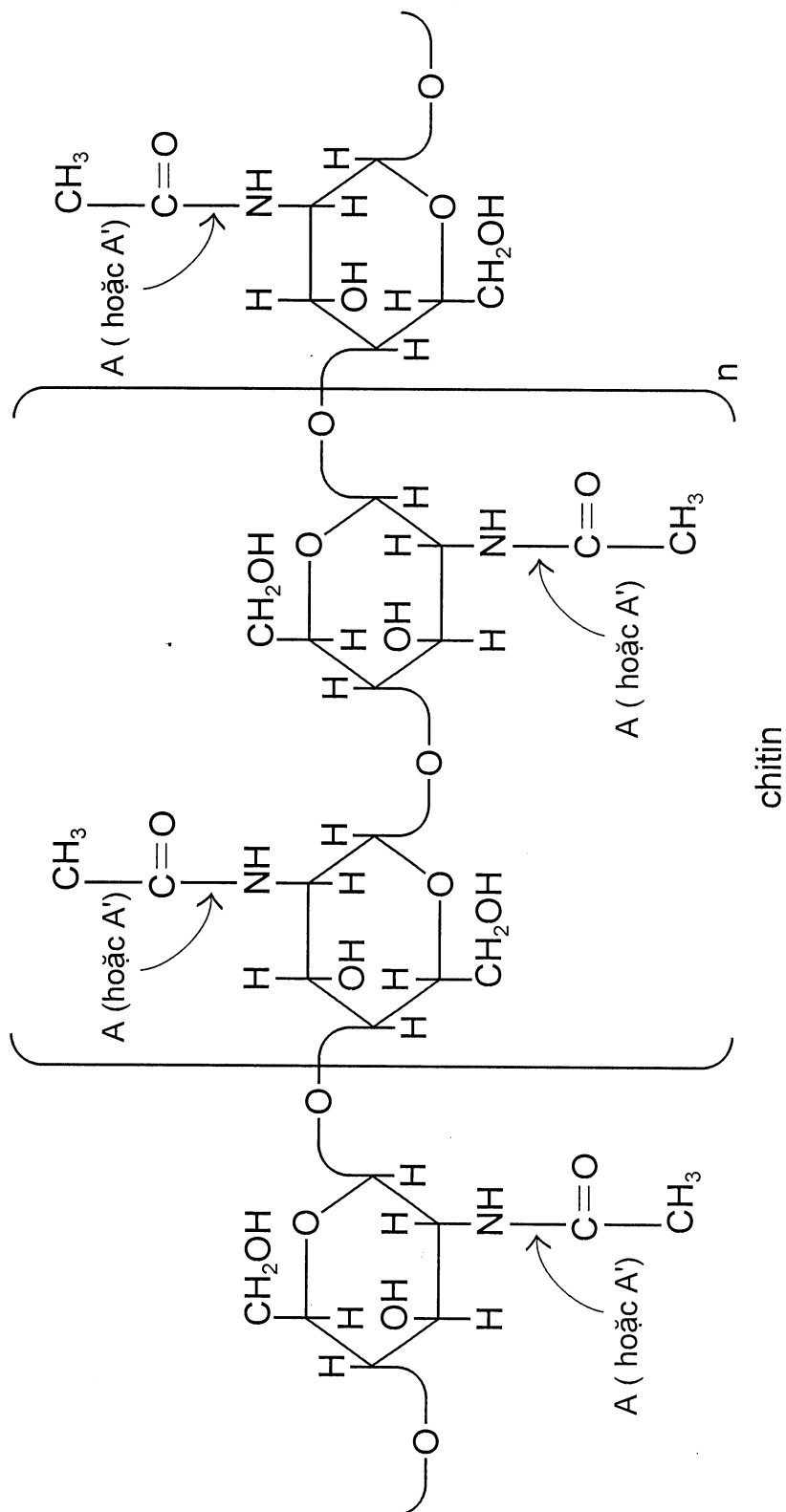


FIG.1

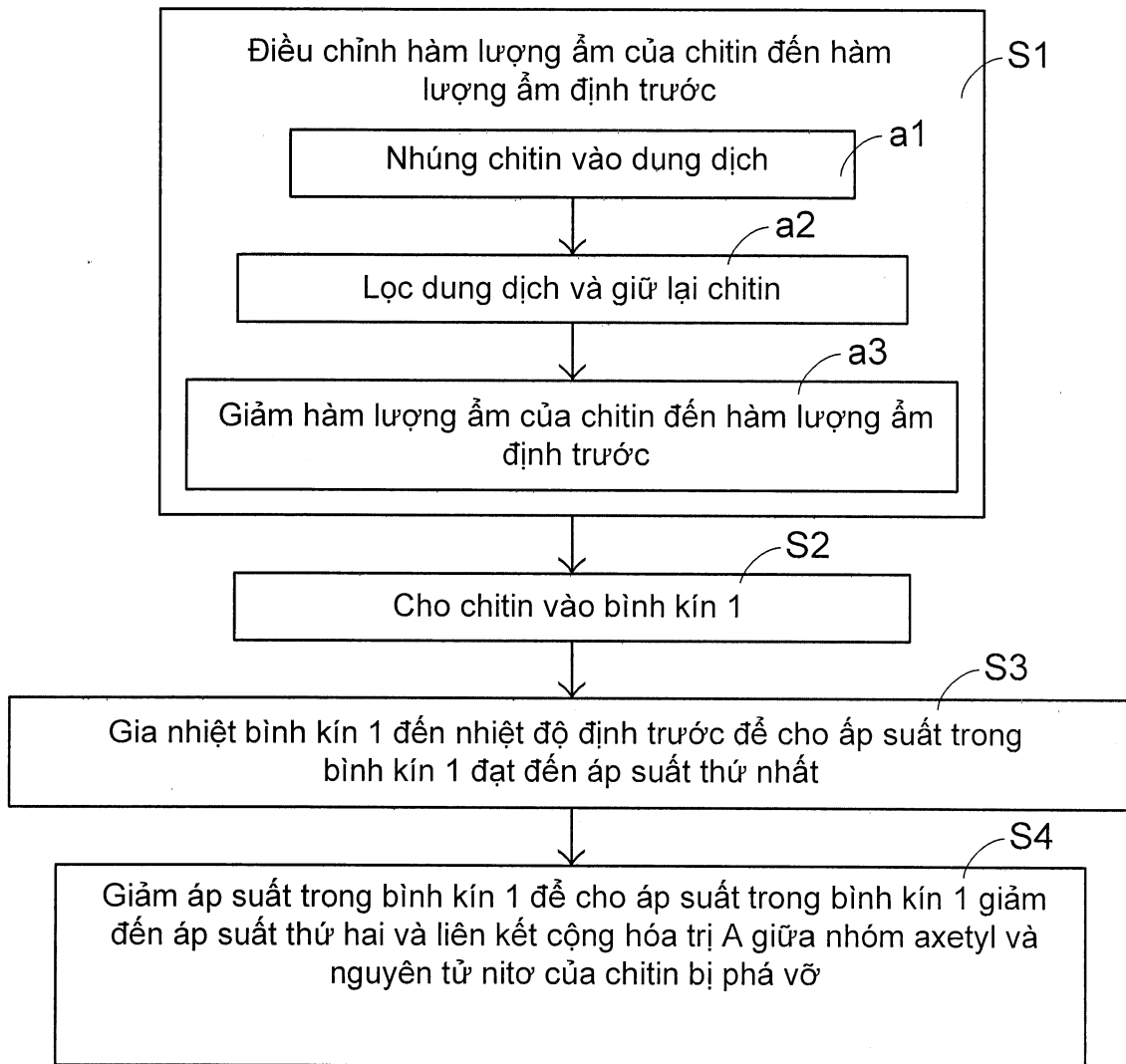


FIG.2

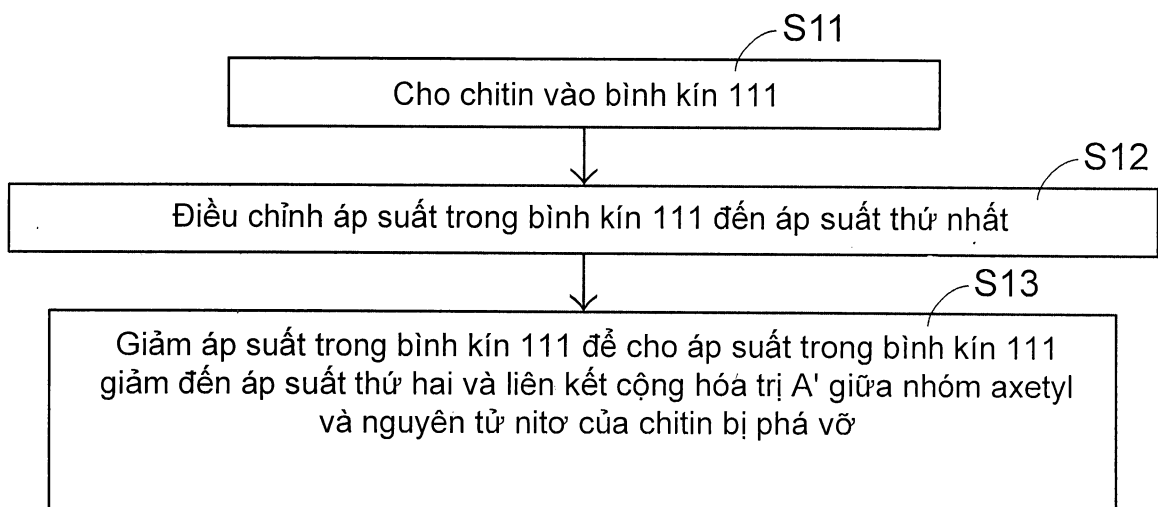


FIG.3

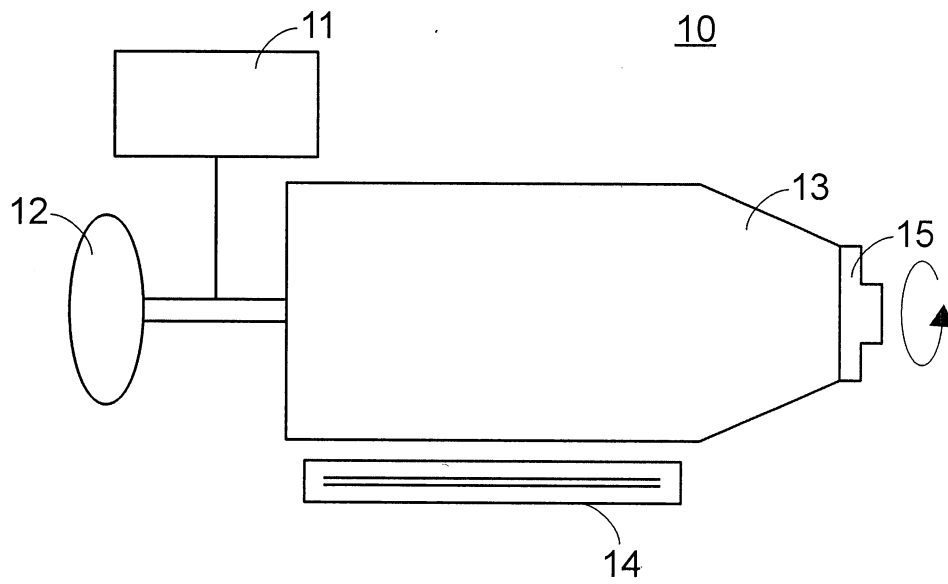


FIG.4