



(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)



1-0024394

(51)⁷

A23K 1/00; A01N 59/00; A23K 1/18;
A23K 1/16; A23K 1/175; A01N 31/00

(13) B

(21) 1-2014-00329

(22) 03/07/2012

(86) PCT/EP2012/062926 03/07/2012

(87) WO2013/007558 17/01/2013

(30) 61/505,810 08/07/2011 US; 11173177.4 08/07/2011 EP

(45) 27/07/2020 388

(43) 25/08/2014 317A

(73) PURAC BIOCHEM BV (NL)

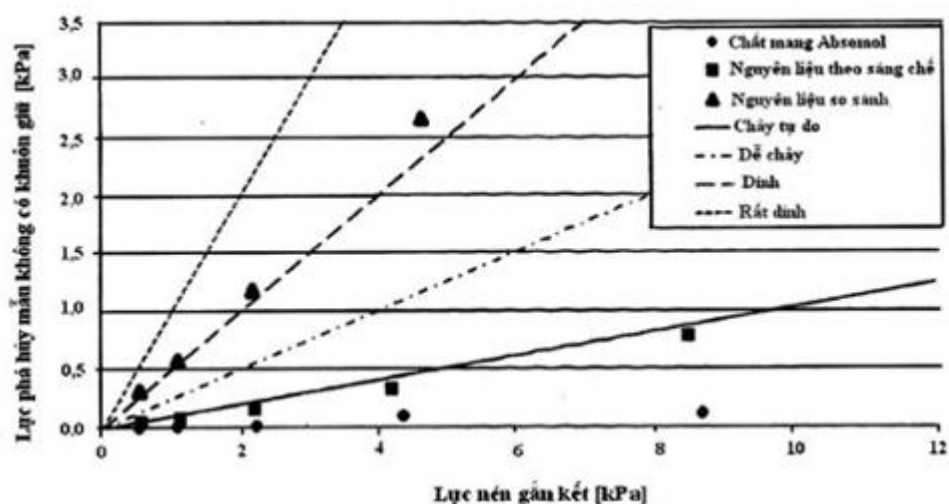
Arkelsedijk 46, NL-4206 AC Gorinchem, The Netherlands

(72) KOK, Symone (NL); VOGIATZIS, Nikolaos (GR).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) NGUYÊN LIỆU DẠNG BỘT CHẢY TỰ DO, CHẾ PHẨM DINH DƯỠNG DÙNG CHO ĐỘNG VẬT CHỨA NGUYÊN LIỆU NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT NGUYÊN LIỆU NÀY

(57) Sáng chế đề xuất nguyên liệu dạng bột chảy tự do chứa hoạt chất với hàm lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 90% khối lượng trên chất mang xốp có diện tích bề mặt ít nhất bằng 10m²/g, như được xác định bằng phương pháp BET, trong đó chất mang này có đường kính D(v,0,1) ít nhất bằng 100µm, và hoạt chất được chọn từ nhóm bao gồm lactylat có công thức 1: R²-COO-[-CH(CH₃)-COO]_n-R¹ hoặc muối Na, K, Ca, Mg, Fe(II), Zn, NH₄, hoặc Cu(II) của nó, glycolylat có công thức 2: R²-COO-[-CH₂-COO]_n-R¹ hoặc muối Na, K, Ca, Mg, Fe(II), Zn, NH₄, hoặc Cu(II) của nó, este lactat có công thức 3: HO-CH(CH₃)-COO-R² và/hoặc este glycolat có công thức 4: HO-CH₂-COO-R² trong đó, R¹ là H, n là số nguyên có giá trị nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và R² là C₁-C₃₅ alkyl hoặc alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh; chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật chứa nguyên liệu này và phương pháp sản xuất nguyên liệu này. Nguyên liệu dạng bột chảy tự do này cho phép phân bố dễ dàng hoạt chất vào chế phẩm dinh dưỡng dùng trong chăn nuôi.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nguyên liệu dạng bột chảy tự do, chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật chứa nguyên liệu này và phương pháp sản xuất nguyên liệu này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong lĩnh vực thức ăn chăn nuôi, đã biết rằng các este hydroxylat như là lactylat và các hợp chất liên quan là thích hợp để dùng làm thức ăn chăn nuôi. Ví dụ, WO2009/092787 mô tả việc sử dụng các hợp chất này để điều trị hoặc phòng ngừa bệnh nhiễm trùng đường ruột cho động vật, và để tăng cường tốc độ sinh trưởng cho động vật.

Tuy nhiên, vấn đề là cần đảm bảo để các hợp chất này được tiêu thụ với lượng đủ trong động vật. Nhằm mục đích này, các hợp chất phải được trộn đồng nhất vào thức ăn chăn nuôi dùng cho động vật, và hỗn hợp thu được cũng phải giữ được trạng thái đồng nhất khi vận chuyển và bảo quản. Hơn nữa, sự có mặt của hoạt chất cụ thể không được gây trở ngại cho đến quá trình chế biến thức ăn chăn nuôi, bao gồm các đặc tính trơn chảy và bảo quản của nó. Hiển nhiên là, hoạt chất cần được trộn vào thức ăn chăn nuôi theo phương pháp sao cho chúng có tính sinh khả dụng, tức là, có được các tác dụng mong muốn khi động vật ăn thức ăn này.

EP1483975 và WO2009/092787 bộc lộ khả năng kết hợp các hoạt chất nêu trên với chất mang. Tuy nhiên, các chất mang được đề cập trong các tài liệu này không thích hợp để tạo ra nguyên liệu dạng bột chảy tự do, chứa hoạt chất với hàm lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 90% khối lượng hoạt chất và chất mang. Cụ thể hơn, một số chất mang được đề cập trong các tài liệu này, ví dụ, nguyên liệu sợi thực vật, xenluloza, tinh bột, đá vôi, và vôi tôi, có khả năng hấp thụ yếu, không đủ để tạo ra nguyên liệu dạng bột chảy tự do. Đối với các chất mang này, hoạt chất vẫn bị giữ lại trên bề mặt của chất mang, do đó nguyên liệu thu được không chảy tự do và rất dính. WO2009/092787 cũng đề cập đến việc sử dụng silic đioxit, nhưng không chỉ ra các đặc tính cụ thể của nó. Đã phát hiện thấy rằng khi hoạt chất được trộn với silic đioxit, sẽ thu được sản phẩm bao

gồm nhân là hoạt chất được bao quanh bằng các hạt silic đioxit. Dạng hạt này không thể chảy tự do và không ổn định trong điều kiện bảo quản.

CN101973744, CN101973743, CN101973742, CN101973740 và CN101973737 đề cập đến chế phẩm chứa hỗn hợp của đất sét attapulgit và natri stearoyl lactylat để sử dụng trong lĩnh vực thủ công mỹ nghệ. CN101828584 đề cập đến chế phẩm cải biến để làm đông lạnh nhanh bột mỳ chứa hỗn hợp của tinh bột ngô, canxi stearoyl lactylat, alpha-amylaza, xylanaza, vitamin C, glucoza oxidaza, và canxi peroxit. Patent Hoa Kỳ số 5,002,780 đề cập đến chế phẩm chứa mầm thực vật và muối Mg của axit béo axyl-lactylat. M. Lensing et al., (Poultry Science, vol. 89, 2010, pp 2401-2409) đề cập đến chế phẩm kháng khuẩn chứa natri lauroyl lactylat. E. Tenou et al. (J. Food Engineering, vol. 39, no. 1, 1 jan 1999, pp. 31-37) đề cập đến đặc tính chảy của bột mỳ, sữa gầy, dịch thấm chè và nước sữa. W02011/026796 đề cập đến hỗn hợp diệt nấm chứa lactylat. Dupré Minerals leaflet XP055313018 và XP055312958 đề cập đến vermiculit trương nở để sử dụng làm chất mang cho chế phẩm dinh dưỡng trong thức ăn chăn nuôi dùng cho động vật. Patent Hoa Kỳ số 3,284,209 đề cập đến vermiculit trương nở để sử dụng làm chất mang cho chế phẩm dinh dưỡng và dược phẩm trong thức ăn chăn nuôi dùng cho động vật.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các tác giả sáng chế đã phát triển được nguyên liệu để giải quyết các vấn đề nêu trên. Cụ thể, sáng chế đề cập đến nguyên liệu dạng bột chảy tự do chứa hoạt chất với hàm lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 90% khối lượng trên chất mang xốp có diện tích bề mặt ít nhất bằng $10\text{m}^2/\text{g}$, như được xác định bằng phương pháp BET, trong đó chất mang này có đường kính $D(v,0,1)$ ít nhất bằng $100\mu\text{m}$, và hoạt chất được chọn từ nhóm bao gồm lactylat có công thức 1: $\text{R}^2\text{-COO-}[-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{-COO}]_n\text{-R}^1$ hoặc muối Na, K, Ca, Mg, Fe(II), Zn, NH_4 , hoặc Cu(II) của nó, glycolylat có công thức 2: $\text{R}^2\text{-COO-}[-\text{CH}_2\text{-COO}]_n\text{-R}^1$ hoặc muối Na, K, Ca, Mg, Fe(II), Zn, NH_4 , hoặc Cu(II) của nó, este lactat có công thức 3: $\text{HO-CH}(\text{CH}_3)\text{-COO-R}^2$ và/hoặc este glycolat có công thức 4: $\text{HO-CH}_2\text{-COO-R}^2$ trong đó, R^1 là H, n là số nguyên có giá trị nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và R^2 là $\text{C}_1\text{-C}_{35}$ alkyl hoặc alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ thể hiện kết quả xác định độ trơn chảy tới hạn (f_{cc}) của nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế, nguyên liệu dạng bột so sánh, và chất mang Absomol. Trị số f_{cc} là thông số để đánh giá trạng thái của nguyên liệu ở điều kiện nén hoặc ép.

Mô tả chi tiết sáng chế

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế

Sáng chế đề cập đến nguyên liệu dạng bột chảy tự do chứa hoạt chất với hàm lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 90% khối lượng trên chất mang xốp có diện tích bề mặt ít nhất bằng $10\text{m}^2/\text{g}$, như được xác định bằng phương pháp BET, trong đó chất mang này có đường kính $D(v,0,1)$ ít nhất bằng $100\mu\text{m}$.

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế chảy tự do. Thuật ngữ “chảy tự do” được dùng trong bản mô tả để chỉ nguyên liệu có tỷ số Hausner lớn nhất bằng 1,25, tốt hơn nếu nguyên liệu này có tỷ số Hausner nhỏ hơn 1,25, như được mô tả dưới đây. Tốt hơn nữa, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế đáp ứng càng nhiều càng tốt các thông số về độ trơn chảy được đề cập dưới đây, toàn bộ các thông số này được dùng để đánh giá độ trơn chảy ở các điều kiện khác nhau.

Tỷ số Hausner là tỷ số giữa tỷ trọng khối sau khi nén và tỷ trọng khối trước khi nén. Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có tỷ số Hausner lớn nhất bằng 1,25. Nguyên liệu dạng bột có tỷ số Hausner lớn hơn 1,25 được coi là không có độ trơn chảy. Tốt hơn nữa, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có tỷ số Hausner nhỏ hơn 1,19, tốt hơn nữa nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có tỷ số Hausner nhỏ hơn 1,12. Theo phương án ưu tiên, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có tỷ số Hausner nhỏ hơn 1,12, do nó có độ trơn chảy rất cao.

Tỷ trọng khối sau khi nén và tỷ trọng khối trước khi nén được xác định bằng cách sử dụng thiết bị Hosokawa theo các điều kiện chuẩn. Tỷ trọng khối trước khi nén được xác định bằng cách nạp mẫu qua máng rung vào cốc có thể tích cố định. Sự biến thiên khối lượng được xác định và kết quả được hiển thị. Tỷ trọng khối sau khi nén được xác định bằng cách thả rơi mẫu một số lần chính xác từ một độ cao chuẩn. Một đoạn nối thêm

được gắn vào cốc và bột được bổ sung vào, sau đó thực hiện quá trình nén. Ở giai đoạn cuối, bột thừa được gạt bỏ và cốc chứa đầy bột được cân.

Tốt hơn nữa, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có góc nghỉ (angle of repose) bằng 45° hoặc nhỏ hơn. Góc nghỉ được định nghĩa là góc giữa bề mặt tự do của khối nguyên liệu dạng hạt và mặt phẳng nằm ngang. Góc nghỉ là trị số quan trọng để đánh giá độ trơn chảy của bột nguyên liệu. Góc nghỉ được xác định bằng cách rót từ từ bột lên một mặt phẳng, bằng cách sử dụng thiết bị Hosokawa. Tốt hơn nữa nếu, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có góc nghỉ bằng 40° hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có góc nghỉ bằng 35° hoặc nhỏ hơn, thậm chí theo một số phương án, tốt hơn nữa nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có góc nghỉ bằng 30° hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn nữa, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có góc thìa (angle of spatula) bằng 45° hoặc nhỏ hơn. Góc thìa mô phỏng độ trơn chảy của bột nguyên liệu khi chịu lực ma sát giữa các hạt, ví dụ khi chảy ra từ phễu. Bột nguyên liệu được rắc lên thìa để xác định góc thìa thứ nhất. Sau đó, thìa được nén để xác định góc thìa thứ hai. Góc thìa là trị số trung bình của hai góc này. Góc thìa được xác định bằng cách sử dụng thiết bị Hosokawa. Tốt hơn nữa nếu, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có góc thìa bằng 38° hoặc nhỏ hơn, thậm chí theo một số phương án tốt hơn nữa nếu nguyên liệu theo sáng chế có góc thìa 31° hoặc nhỏ hơn.

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế cũng có thể được đặc trưng bằng trị số fcc của nó, tức là độ trơn chảy tới hạn. Trị số fcc là thông số để đánh giá đặc tính của nguyên liệu dạng bột ở điều kiện nén hoặc ép. Trị số fcc được xác định bằng cách sử dụng thiết bị Powder Flow Tester (PFT) (Brookfield PFT-400 được trang bị nắp chụp có cánh quạt). Nguyên lý vận hành của thiết bị PFT là di chuyển nắp chụp ép theo chiều dọc xuống mẫu bột đựng trong khoang cắt hình khuyên. Mẫu bột có thể tích định trước và trọng lượng mẫu bột được xác định khi bắt đầu thử nghiệm. Cảm biến tải trọng được sử dụng để kiểm soát lực nén ép lên mẫu bột. Sau đó, khoang cắt hình khuyên được quay ở tốc độ xác định và lực kháng mô men xoắn của mẫu bột trong khoang cắt di chuyển so với bột trong nắp chụp cố định được đo bằng cảm biến mô-men xoắn phản lực hiệu chuẩn. Trị số fcc là tỷ số giữa lực nén gắn kết chính (σ_1) với lực phá huỷ mẫu không có khuôn giữ (σ_c): $fcc = \sigma_1 / \sigma_c$.

Theo một phương án, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có trị số fcc khi $\sigma_1=0,5\text{kPa}$ ít nhất bằng 10, tốt hơn nếu trị số fcc ít nhất bằng 20. Trị số fcc khi $\sigma_1=0,5\text{kPa}$ có thể cao hơn nhiều, ví dụ, ít nhất bằng 50.

Theo một phương án, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có trị số fcc khi $\sigma_1=8\text{kPa}$ ít nhất bằng 4, tốt hơn nếu trị số fcc ít nhất bằng 10. Trị số fcc ở $\sigma_1=8\text{kPa}$ có thể cao hơn nhiều, ví dụ, ít nhất bằng 20 hoặc ít nhất bằng 40.

Tốt hơn nếu, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế cần có kích cỡ hạt không quá nhỏ, do nếu kích cỡ của nguyên liệu quá nhỏ sẽ gây khó khăn cho việc trộn nguyên liệu với các thành phần thức ăn chăn nuôi khác để thu được hỗn hợp ổn định, tức là hỗn hợp không phân tách trong điều kiện rung lắc, vận chuyển hoặc bảo quản. Điều này được đảm bảo bằng cách sử dụng chất mang có đường kính $D(v, 0,1)$ ít nhất bằng $100\mu\text{m}$.

Theo một phương án, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có đường kính $D(v,0,1)$ ít nhất bằng $100\mu\text{m}$, tốt hơn nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có đường kính $D(v,0,1)$ ít nhất bằng $150\mu\text{m}$, tốt hơn nữa nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có đường kính $D(v,0,1)$ ít nhất bằng $200\mu\text{m}$.

Tốt hơn nếu, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế cần có kích cỡ hạt không quá lớn, vì kích cỡ quá lớn có thể gây ra hiện tượng phân tách. Theo một phương án, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có đường kính $D(v,0,9)$ lớn nhất bằng $1200\mu\text{m}$, tốt hơn nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có đường kính $D(v,0,9)$ lớn nhất bằng $1000\mu\text{m}$, tốt hơn nữa nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có đường kính $D(v,0,9)$ lớn nhất bằng $900\mu\text{m}$.

Theo một phương án, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có đường kính $D(v,0,5)$ nằm trong khoảng từ $300\mu\text{m}$ đến $800\mu\text{m}$, tốt hơn nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có đường kính $D(v,0,5)$ nằm trong khoảng từ $400\mu\text{m}$ đến $600\mu\text{m}$.

Trong phần nêu trên, đường kính $D(v,0,1)$ có nghĩa là trị số mà tại đó có 10% phân bố thể tích nhỏ hơn. Đường kính $D(v,0,9)$ có nghĩa là trị số mà tại đó có 90% phân bố thể tích nhỏ hơn. Đường kính $D(v,0,5)$ là đường kính mà ở đó có 50% phân bố thể tích

cao hơn và 50% phân bố thể tích nhỏ hơn. Trị số này cũng được sử dụng để chỉ đường kích thể tích trung bình.

Tốt hơn nữa, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có phân bố cỡ hạt tương đối hẹp, do điều này có lợi cho độ ổn định của nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế. Phân bố cỡ hạt có thể được biểu diễn dưới dạng độ phân bố, được xác định theo công thức: $(D(v,0,9)-D(v,0,1))/D(v,0,5)$. Theo một phương án, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có độ phân bố nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,2, tốt hơn nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có độ phân bố nằm trong khoảng từ 0,9 đến 1,1.

Phân bố cỡ hạt được xác định bằng cách sử dụng thiết bị Malvern Mastersizer 2000 (với cỡ hạt nằm trong khoảng từ $0,02\mu\text{m}$ đến $2000\mu\text{m}$, áp suất khí phân tán nằm trong khoảng từ 0bar đến 4bar). Các thông số được liệt kê dưới đây được thiết lập cố định ở thời điểm bắt đầu.

- Phần mềm điều khiển: phần mềm nhiễu xạ laze Scirocco 2000.
- Áp suất: 0,5bar.
- Độ rung: 75%.
- Thời gian: 10 giây.
- SOP: PSD 0,5bar (tự động gấp đôi).
- Đường kính cửa nạp liệu: 4mm.
- Lượng mẫu: 2 thìa có thể tích bằng $5,3\text{ cm}^3$.

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế chứa hoạt chất với hàm lượng nằm trong khoảng từ 2% đến 90% khối lượng. Nếu hàm lượng hoạt chất nhỏ hơn 2% khối lượng, thì hiệu quả bổ sung hoạt chất này qua bột thường rất thấp. Điều đó có nghĩa là lượng hoạt chất mang trên 1 g bột là rất thấp. Khi hàm lượng hoạt chất lớn hơn 90% khối lượng, thì hàm lượng chất mang sẽ nhỏ hơn 10% khối lượng. Hàm lượng chất mang thấp như vậy sẽ gây khó khăn cho việc điều chế nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế. Trong khoảng nêu trên, tốt hơn nếu hàm lượng hoạt chất là càng cao càng tốt, ví dụ,

hàm lượng hoạt chất ít nhất bằng 5% khối lượng, tốt hơn nữa nếu hàm lượng hoạt chất ít nhất bằng 10% khối lượng, còn tốt hơn nữa nếu hàm lượng hoạt chất ít nhất bằng 20% khối lượng, tốt hơn nữa nếu hàm lượng hoạt chất ít nhất bằng 30% khối lượng, tốt hơn nữa nếu hàm lượng hoạt chất ít nhất bằng 40% khối lượng. Theo một số phương án, hàm lượng hoạt chất ít nhất bằng 60% khối lượng.

Hàm lượng hoạt chất được sử dụng phụ thuộc vào đặc tính của chất mang. Tốt hơn nếu, hàm lượng hoạt chất được chọn sao cho ít nhất 50% hoạt chất được hấp thụ vào các khoang rỗng của chất mang, tốt hơn nữa nếu ít nhất 70% hoạt chất được hấp thụ, còn tốt hơn nữa nếu ít nhất 90% hoạt chất được hấp thụ, thậm chí tốt hơn nữa nếu ít nhất 95% hoạt chất được hấp thụ. Đặc biệt ưu tiên, nếu toàn bộ hoặc hầu hết hoạt chất được hấp thụ vào các khoang rỗng của chất mang, sao cho bề mặt chất mang không bị bám dính và độ trơn chảy của bột không bị ảnh hưởng. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ xác định được hàm lượng hoạt chất thích hợp cho từng trường hợp cụ thể.

Theo một phương án, các hạt được sử dụng theo sáng chế là hoàn toàn cứng. Ví dụ, các hạt này có độ cứng theo thang Mohs nằm trong khoảng từ 1 đến 3, ví dụ, các hạt diatomit có độ cứng nằm trong khoảng từ 1 đến 2, hoặc các hạt vecmiculit có độ cứng nằm trong khoảng từ 2 đến 3.

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có độ ổn định bảo quản rất cao trong điều kiện thực tế khi nguyên liệu này hoặc thức ăn chăn nuôi chứa nó tiếp xúc với nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ môi trường. Theo một phương án, sau khi xử lý nhiệt, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có tỷ số Hausner và các thông số độ trơn chảy khác như được mô tả nêu trên.

Nếu muốn, các hạt này có thể được bao để tạo ra các đặc tính khác cho nguyên liệu dạng bột của sáng chế. Theo một phương án, màng bao có thể là chất màu, ví dụ, chất nhuộm. Ví dụ, màng bao TiO_2 có thể được sử dụng để tạo ra hạt nguyên liệu màu trắng. Theo một phương án khác, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có thể được bao bằng axit béo hoặc màng có khả năng phân hủy sinh học, ví dụ, để làm giảm nguy cơ phân tách của hoạt chất ra khỏi các hạt này.

Chất mang được sử dụng theo sáng chế

Chất mang được sử dụng theo sáng chế có đường kính $D(v, 0,1)$ ít nhất bằng $100\mu\text{m}$. Đã phát hiện thấy rằng đặc tính này là cần thiết để thu được nguyên liệu dạng bột chảy tự do. Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, các tác giả sáng chế cho rằng kích cỡ này là cần thiết để đảm bảo cho hoạt chất được thấm vào chất mang, thay vì các hạt chất mang bám dính lên bề mặt các hạt hoạt chất. Khi chất mang bám dính lên bề mặt hoạt chất, sẽ không thu được nguyên liệu dạng bột chảy tự do. Hơn nữa, sẽ không thu được nguyên liệu dạng bột có khả năng chịu được các điều kiện cắt, hoặc không ổn định trong điều kiện bảo quản.

Theo phương án ưu tiên, chất mang theo sáng chế có đường kính $D(v, 0,1)$ ít nhất bằng $150\mu\text{m}$, tốt hơn nếu có đường kính $D(v, 0,1)$ ít nhất bằng $200\mu\text{m}$.

Theo phương án ưu tiên, chất mang theo sáng chế cần có kích cỡ không quá lớn, do nếu kích cỡ quá lớn có thể gây phân tách. Theo một phương án, chất mang theo sáng chế có đường kính $D(v,0,9)$ lớn nhất bằng $1200\mu\text{m}$, tốt hơn nếu chất mang theo sáng chế có đường kính $D(v,0,9)$ lớn nhất bằng $1000\mu\text{m}$, tốt hơn nữa nếu chất mang theo sáng chế có đường kính $D(v,0,9)$ lớn nhất bằng $900\mu\text{m}$.

Theo một phương án, chất mang có đường kính $D(v,0,5)$ nằm trong khoảng từ $300\mu\text{m}$ đến $800\mu\text{m}$, tốt hơn nếu chất mang theo sáng chế có đường kính $D(v,0,5)$ nằm trong khoảng từ $400\mu\text{m}$ đến $600\mu\text{m}$.

Theo phương án ưu tiên, chất mang theo sáng chế có phân bố cỡ hạt tương đối hẹp, do điều này có lợi cho độ ổn định của nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế. Phân bố cỡ hạt có thể được biểu diễn dưới dạng độ phân bố, được xác định theo công thức: $(D(v,0,9)-D(v,0,1))/D(v,0,5)$. Theo một phương án, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có độ phân bố nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,2, tốt hơn nếu nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có độ phân bố nằm trong khoảng từ 0,9 đến 1,1.

Chất mang có kích cỡ hạt nằm trong cùng khoảng trị số như kích cỡ hạt của nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế, như được xác định ở trên. Trong trường hợp này đây là dấu hiệu đặc trưng của sáng chế. Khoảng các trị số ưu tiên cũng như nhau.

Chất mang đáp ứng các tiêu chuẩn về độ trơn chảy tương tự như nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế. Khoảng các trị số ưu tiên cũng như nhau.

Theo một phương án, chất mang có tỷ trọng khối ít nhất bằng 0,1g/mL, tốt hơn nếu chất mang có tỷ trọng khối ít nhất bằng 0,2g/mL, tốt hơn nữa nếu chất mang có tỷ trọng khối ít nhất bằng 0,35g/mL. Theo một phương án, chất mang, ví dụ, diatomit được sử dụng có tỷ trọng khối trước khi nén ít nhất bằng 0,45g/mL. Theo một số phương án, chất mang có tỷ trọng khối thậm chí cao hơn có thể được sử dụng, ví dụ, ít nhất bằng 0,65g/mL.

Khía cạnh gây ngạc nhiên của sáng chế là mặc dù hoạt chất được chứa trong các khoang rỗng của chất mang, nhưng hoạt tính sinh học của nó vẫn không hề thay đổi.

Theo một phương án, chất mang theo sáng chế có diện tích bề mặt, như được xác định bằng phương pháp BET, ít nhất bằng 10m²/g, tốt hơn nếu chất mang theo sáng chế có diện tích bề mặt ít nhất bằng 20m²/g. Diện tích bề mặt là thông số để xác định thể tích lỗ xốp của hạt chất mang.

Theo một phương án, chất mang theo sáng chế có thể tích lỗ xốp ít nhất bằng 0,1mL/g, tốt hơn nếu chất mang theo sáng chế có thể tích lỗ xốp ít nhất bằng 0,2mL/g. Theo một số phương án, chất mang theo sáng chế có thể tích lỗ xốp ít nhất bằng 0,4mL/g, hoặc ít nhất bằng 0,6mL/g, hoặc thậm chí ít nhất bằng 0,75mL/g. Thông thường, chất mang theo sáng chế có thể tích lỗ xốp tối đa bằng 1,5mL/g có thể được sử dụng. Thể tích lỗ xốp lớn được ưu tiên, vì nó có khả năng hấp thụ lượng hoạt chất lớn hơn.

Theo một phương án, chất mang theo sáng chế là bột oxit vô cơ dạng xốp. Ví dụ về bột oxit vô cơ dạng xốp là bột chứa oxit của một hoặc nhiều kim loại bao gồm Al, Si, Mg, Ti, Fe, Ca, K, Na. Ví dụ khác về bột oxit vô cơ dạng xốp bao gồm bột chứa oxit nhôm, silic đioxit, titan đioxit, diatomit, và đất sét, ví dụ, đất sét smectit như là vecmiculit hoặc sepiolit, và đất sét dạng anion như là hydrotalxit.

Theo một phương án, diatomit được ưu tiên sử dụng, do nó có độ bền cao và khả năng hấp thụ cao.

Theo một phương án khác, vecmiculit được ưu tiên sử dụng, do nó khả năng hấp thụ cao.

Theo một phương án khác, sepiolit được ưu tiên sử dụng, do nó có khả năng hấp thụ cao, tỷ trọng khối, cho phép hấp thụ lượng lớn vào thể tích nhỏ.

Theo một phương án khác, chất mang được sử dụng theo sáng chế là chất hữu cơ dạng xốp, ví dụ, các hạt chứa tinh bột nở. Các hạt chứa tinh bột nở đã được biết đến trong lĩnh vực này. Các hạt này có thể được điều chế theo nhiều cách, ví dụ bằng cách ép đùn nguyên liệu chứa tinh bột ở nhiệt độ cao. Nguyên liệu chứa tinh bột để ép đùn có thể được điều chế bằng cách nghiền tinh bột như là tinh bột ngô và tinh bột lúa mì với nước, hơi nước, hoặc dung môi chứa nước như là dịch rau quả để tạo thành bột nhão. Theo một phương án, các hạt hữu cơ ép đùn được sử dụng với tinh bột nở và các hoạt chất khác thích hợp để dùng trong thức ăn chăn nuôi.

Theo các phương án ưu tiên, diện tích bề mặt, tỷ trọng khối trước khi nén, và thể tích lỗ xốp của các hạt hữu cơ này, ví dụ, các hạt chứa tinh bột nở, là như được đề cập nêu trên. Cần lưu ý rằng các hạt tinh bột nở được bán trên thị trường có thể có kích cỡ hạt lớn hơn kích cỡ được đề cập ở trên. Phụ thuộc vào mục đích sử dụng sau cùng, các hạt này có thể được nghiền trước khi tiếp xúc với hoạt chất. Tùy thuộc vào ứng dụng cụ thể, các hạt có kích cỡ tương đối lớn có thể thích hợp để sử dụng, ví dụ, trong thức ăn chăn nuôi dùng cho động vật có trọng lượng lớn. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ dễ dàng xác định được kích cỡ hạt thích hợp theo khía cạnh này. Cần lưu ý đối với các hạt có kích cỡ lớn hơn, thì việc sử dụng nguyên liệu hữu cơ dạng xốp, cụ thể là tinh bột nở là đặc biệt thích hợp, các hạt hữu cơ cỡ này dễ được động vật thu nhận hơn so với các hạt vô cơ.

Hoạt chất được sử dụng theo sáng chế

Theo sáng chế, hoạt chất được chọn từ nhóm bao gồm: lactylat có công thức 1, hoặc muối Na, K, Ca, Mg, Fe(II), Zn, NH_4 , hoặc Cu(II) của nó, glycolylat có công thức 2, hoặc muối Na, K, Ca, Mg, Fe(II), Zn, NH_4 , hoặc Cu(II) của nó, este lactat có công thức 3, và/hoặc este glycolat có công thức 4.

Theo một phương án, lactylat có công thức 1 hoặc muối của nó được ưu tiên sử dụng.

Theo phương án ưu tiên, R^2 là chuỗi alkyl hoặc alkenyl có từ 6 đến 20 nguyên tử cacbon. Tốt hơn nữa, R^2 là chuỗi alkyl hoặc alkenyl có từ 6 đến 18 nguyên tử cacbon. Theo phương án này, các phần tử thể R^2 thích hợp bao gồm các nhóm có 6 nguyên tử cacbon (capronic), 8 nguyên tử cacbon (caprylic), 10 nguyên tử cacbon (axit

capric), 12 nguyên tử cacbon (lauryl), 14 nguyên tử cacbon (myristyl), 16 nguyên tử cacbon (xetyl, palmityl), 18 nguyên tử cacbon (stearyl). Hỗn hợp của hai hoặc nhiều hoạt chất cũng có thể được sử dụng. Khi muối của hoạt chất được sử dụng, thì muối Na, K, Ca, hoặc Mg của hoạt chất này được ưu tiên sử dụng.

Tốt hơn nếu, trị số n nằm trong khoảng từ 1 đến 5. Tốt hơn nữa nếu, n bằng 1, 2, hoặc 3.

Lauroyl lactylat, myristoyl lactylat, và muối natri của chúng được ưu tiên sử dụng. Theo một phương án, hỗn hợp hoạt chất chứa 5-95% khối lượng lauroyl lactylat và 95-5% khối lượng myristoyl lactylat, hoặc muối natri của các hợp chất này được ưu tiên sử dụng, tốt hơn nữa, hỗn hợp hoạt chất chứa 25-75% khối lượng, tốt hơn nữa nếu 40-60% khối lượng lauroyl lactylat, và 75-25% khối lượng, tốt hơn nữa nếu 40-60% khối lượng myristoyl lactylat, hoặc muối natri của các hợp chất này được ưu tiên sử dụng.

Hoạt chất được sử dụng theo sáng chế là thích hợp để điều chế thức ăn chăn nuôi. Ví dụ, WO 2009/092787 mô tả việc sử dụng các hợp chất này để điều trị hoặc phòng ngừa nhiễm trùng đường ruột ở động vật và tăng cường tốc độ sinh trưởng của động vật.

Phương pháp sản xuất nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có thể được sản xuất bằng cách cho hoạt chất ở dạng lỏng tiếp xúc với chất mang. Do chất mang có dạng xốp, nên hoạt chất sẽ được hấp thụ vào các khoang rỗng của chất mang, tạo ra dạng hạt được thấm.

Khi được đưa vào chất mang, hoạt chất được sử dụng ở dạng lỏng. Tốt hơn nếu, điều này được thực hiện bằng cách đảm bảo rằng hoạt chất có nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ nóng chảy của nó. Nếu muốn, có thể đưa thêm dung môi vào hoạt chất ở dạng lỏng, ví dụ để hỗ trợ hòa tan hoạt chất hoặc để giảm độ nhớt của hoạt chất ở dạng lỏng. Do sự có mặt của dung môi có thể làm giảm hàm lượng hoạt chất được hấp thụ vào chất mang, nên tốt hơn nếu dung môi chỉ được sử dụng với lượng nhỏ, nếu sử dụng dung môi. Tốt hơn nếu, hoạt chất ở dạng lỏng có độ nhớt lớn nhất bằng 250 cP để làm tăng các đặc tính xử lý, tốt hơn nếu hoạt chất ở dạng lỏng có độ nhớt lớn nhất bằng 200 cP, tốt hơn nữa nếu hoạt chất ở dạng lỏng có độ nhớt lớn nhất bằng 150 cP. (độ nhớt được xác định ở tốc độ cắt

hằng định bằng 10 L/giây, biểu đồ nhiệt của 2 bước là $40^{\circ}\text{C} \rightarrow 50^{\circ}\text{C}$ và $50^{\circ}\text{C} \rightarrow 140^{\circ}\text{C}$, trong khoảng 20 phút và 1 giờ).

Đối với lactylat có công thức 1, cụ thể là $\text{C}_6\text{-C}_{18}$ lactylat như được mô tả nêu trên, tốt hơn nếu hoạt chất ở dạng lỏng có nhiệt độ ít nhất bằng 120°C , do điều này sẽ đảm bảo thu được hỗn hợp có độ nhớt thích hợp. Tốt hơn nữa, nhiệt độ của hoạt chất ở dạng lỏng là lớn hơn 140°C . Giới hạn trên của nhiệt độ hoạt chất ở dạng lỏng không quan trọng miễn là hoạt chất này không bị phân hủy ở nhiệt độ đã chọn. Thông thường, nhiệt độ tối đa của hoạt chất ở dạng lỏng là 200°C .

Theo phương án ưu tiên, quá trình tiếp xúc của hoạt chất ở dạng lỏng với chất mang được thực hiện trong điều kiện áp suất giảm, ví dụ, ở áp suất nhỏ hơn 800mbar, tốt hơn nữa nếu ở áp suất nhỏ hơn 500mbar. Theo một phương án, quá trình tiếp xúc được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ 50mbar đến 200 mbar.

Quá trình tiếp xúc có thể được thực hiện theo phương pháp đã biết trong lĩnh vực này, ví dụ, bằng cách sấy phun hoạt chất lên các hạt chất mang trong thiết bị sấy tầng sôi.

Tốt hơn nữa, hạt chất mang được gia nhiệt đến nhiệt độ sao cho hoạt chất không bị hóa rắn ngay lập tức trên bề mặt chất mang, để ngăn ngừa hiện tượng hóa rắn của hoạt chất trên bề mặt hạt chất mang, do hiện tượng này có thể ảnh hưởng bất lợi đến độ trơn chảy của nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế. Ví dụ, chất mang có thể được gia nhiệt đến nhiệt độ ít nhất bằng 80°C , tốt hơn nữa ít nhất bằng 100°C . Tốt hơn nữa nếu, chất mang có thể được gia nhiệt đến nhiệt độ tối đa bằng 250°C .

Chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật chứa nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế có thể cho động vật sử dụng dưới dạng hoạt chất của chế phẩm dinh dưỡng thông thường dùng cho động vật. Nguyên liệu này cũng có thể cho động vật sử dụng riêng, không phụ thuộc vào việc sử dụng chế phẩm dinh dưỡng thông thường.

Tốt hơn nữa, chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật chứa nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,0001% đến 5%, tính theo thành phần hoạt chất, trên tổng khối lượng của chế phẩm dinh dưỡng này. Theo phương

án ưu tiên, hàm lượng này có thể nằm trong khoảng từ 0,001% đến 2%, dựa trên tổng khối lượng của chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật. Theo một phương án, hàm lượng này có thể nằm trong khoảng từ 0,001% đến 1% khối lượng, tốt hơn nữa nếu hàm lượng này nằm trong khoảng từ 0,001% đến 0,5% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ dễ dàng xác định được hàm lượng cần thiết.

Như đã nêu trên, hoạt chất có thể cho động vật sử dụng dưới dạng thành phần của chế phẩm dinh dưỡng thông thường. Tùy thuộc vào động vật cần chăn nuôi, chế phẩm dinh dưỡng thông thường có thể chứa một hoặc nhiều thành phần được chọn từ bột lúa mì, tinh bột, thịt và bột xương, bột ngô, bột hướng dương, bột bắp, bột ngũ cốc, bột lúa mạch, bột đậu nành, bột sắn, bột cam quýt, bột đậu, bột củ cải đường. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ dễ dàng xác định được thành phần thích hợp cho chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật.

Theo một phương án, trước tiên nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế được trộn với hỗn hợp sơ bộ chứa một hoặc nhiều vitamin và chất dinh dưỡng, sau đó hỗn hợp sơ bộ thu được này được trộn vào thức ăn chăn nuôi. Tùy thuộc vào các thành phần khác, hỗn hợp sơ bộ này có thể chứa, ví dụ, từ 60% đến 90% khối lượng nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế, từ 15% đến 60% khối lượng nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế, hoặc từ 5% đến 15% khối lượng nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế.

Do đó, sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật, chứa nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế, và ít nhất một thành phần dinh dưỡng khác. Chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật theo sáng chế có thể là, ví dụ, thức ăn chăn nuôi hoặc hỗn hợp sơ bộ như được mô tả ở trên. Sáng chế cũng mô tả phương pháp sử dụng nguyên liệu dạng bột nêu trên để điều chế chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật.

Ngoài ra, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế là thích hợp để điều trị hoặc phòng ngừa bệnh nhiễm trùng ở động vật, cụ thể là bệnh nhiễm trùng đường ruột, cụ thể hơn là bệnh nhiễm trùng đường ruột do vi khuẩn gram-dương. Đặc biệt, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế thích hợp để điều trị và phòng ngừa bệnh nhiễm

trùng đường ruột do *Clostridia*. Theo một phương án, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế dùng để phòng ngừa hoặc điều trị bệnh nhiễm trùng đường ruột do *Clostridium*, cụ thể là bệnh nhiễm trùng đường ruột do *Clostridium perfringens* ở gia cầm, cụ thể là ở gà. Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế cũng thích hợp để tăng cường sinh trưởng cho động vật.

Do đó, sáng chế cũng mô tả phương pháp phòng ngừa hoặc điều trị bệnh nhiễm trùng đường ruột do vi khuẩn gram-dương cho động vật, và/hoặc tăng cường quá trình sinh trưởng cho động vật, bao gồm việc cho động vật cần điều trị sử dụng lượng hữu hiệu của nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế.

Ví dụ cụ thể về động vật cần được điều trị và vi khuẩn gây bệnh cần phòng ngừa được mô tả chi tiết trong WO2009/092787, được kết hợp trong sáng chế bằng cách viện dẫn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn thông qua các ví dụ sau, nhưng không chỉ giới hạn ở các ví dụ này.

Ví dụ 1

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do chứa chất mang điatomit theo sáng chế

Chất mang được sử dụng là điatomit đã nung (4,65kg, Absomol AB-10 KF do Damolin s.a sản xuất), phân bố cỡ hạt của chất mang này được thể hiện trong bảng sau:

Mẫu	D (0,1)	D (0,5)	D (0,9)	D [3,2]	D [4,3]	Độ phân bố
	µm	µm	µm	µm	µm	(-)
Absomol AB10KF	278	471	764	432	499	1,03

Chất mang điatomit (4,65kg) được gia nhiệt đến nhiệt độ 100°C và chuyển vào môi trường chân không có áp suất bằng 200mbar. Sau đó, chất mang này được sấy phun bằng PURAMIX (3,1kg) có cỡ hạt qua rây 100, là hỗn hợp chứa 70% khối lượng natri lauroyl lactylat và 30% khối lượng natri myristoyl lactylat với áp suất vòi phun bằng 5bar, nhiệt độ của hoạt chất ở dạng lỏng bằng 135°C và tốc độ vòi phun bằng 7,5kg/phút. Nguyên liệu bán thành phẩm có nhiệt độ bằng 90°C và hàm lượng hoạt chất bằng 40% khối lượng. Nguyên liệu dạng bột thu được chảy tự do (tỷ số Hausner bằng 1,04) và bề

mặt không bám dính. Nguyên liệu thành phẩm có kích cỡ hạt và độ trơn chảy tương tự như chất mang ban đầu, điều này chứng tỏ rằng hoạt chất ở dạng lỏng đã được hấp thụ vào hạt chất mang.

Ví dụ 2

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do chứa chất mang vecmiculit theo sáng chế

Chất mang được sử dụng là Vecmiculit dạng nở (do KRAMER PROGETHA sản xuất), phân bố cỡ hạt của chất mang này được thể hiện trong bảng sau:

Mẫu	D (0,1)	D (0,5)	D (0,9)	D [3,2]	D [4,3]	Độ phân bố
	μm	μm	μm	μm	μm	(-)
Vecmiculit dạng nở	296	525	955	455	585	1,25

Chất mang vecmiculit (1,3kg) được gia nhiệt đến nhiệt độ 100°C và chuyển vào môi trường chân không có áp suất bằng 200mbar. Sau đó, chất mang này được sấy phun bằng PURAMIX (1,95kg) có cỡ hạt qua rây 100, là hỗn hợp chứa 70% khối lượng natri lauroyl lactylat với áp suất vòi phun bằng 5bar, nhiệt độ của hoạt chất ở dạng lỏng bằng 135°C và tốc độ vòi phun bằng 2,6kg/phút. Nguyên liệu bán thành phẩm có nhiệt độ bằng 95°C và hàm lượng hoạt chất bằng 60% khối lượng. Nguyên liệu dạng bột thu được chảy tự do (tỷ số Hausner bằng 1,07) và bề mặt không bám dính. Nguyên liệu thành phẩm có kích cỡ hạt và độ trơn chảy tương tự như chất mang ban đầu, điều này chứng tỏ hoạt chất ở dạng lỏng đã được hấp thụ vào hạt chất mang.

Ví dụ 3

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do chứa chất mang sepiolit theo sáng chế

Chất mang được sử dụng là Sepiolit (do Provimi B.V Netherlands sản xuất), phân bố cỡ hạt của chất mang này được thể hiện trong bảng sau:

Mẫu	D (0,1)	D (0,5)	D (0,9)	D [3,2]	D [4,3]	Độ phân bố
	μm	μm	μm	μm	μm	(-)
Sepiolit	178	365	651	205	389	1,30

Chất mang sepiolit (7,3kg) được gia nhiệt đến nhiệt độ 100°C và chuyển vào môi trường chân không có áp suất bằng 200mbar. Sau đó, chất mang này được sấy phun bằng PURAMIX (3,2kg) có cỡ hạt qua rây 100, là hỗn hợp chứa 70% khối lượng natri lauroyl lactylat và 30% khối lượng natri myristoyl lactylat với áp suất vòi phun bằng 5bar, nhiệt

độ của hoạt chất ở dạng lỏng bằng 135°C và tốc độ vòi phun bằng 2,6kg/phút. Nguyên liệu bán thành phẩm có nhiệt độ bằng 80°C và hàm lượng hoạt chất bằng 30% khối lượng. Nguyên liệu dạng bột thu được chảy tự do (tỷ số Hausner bằng 1,03) và bề mặt không bám dính. Nguyên liệu thành phẩm có kích cỡ hạt và độ trơn chảy tương tự như chất mang ban đầu, điều này chứng tỏ hoạt chất ở dạng lỏng đã được hấp thụ vào hạt chất mang.

Ví dụ 4

Đánh giá độ trơn chảy của nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế và nguyên liệu so sánh

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế được điều chế bằng cách sử dụng PURAMIX 100 và chất mang diatomit như được mô tả trong Ví dụ 1. Nguyên liệu này chứa 40% khối lượng hoạt chất trên chất mang.

Nguyên liệu so sánh được sản xuất bằng cách làm nóng chảy PURAMIX 100 với hàm lượng bằng 60% khối lượng và trộn hoạt chất này với 40% khối lượng axit stearic. Hỗn hợp nóng chảy thu được được để nguội, sau đó làm lạnh bằng nitơ lỏng, và nghiền bằng máy nghiền. Các hạt thu được được trộn với 2% khối lượng chất làm tăng độ trơn chảy là silic đioxit. Silic đioxit được sử dụng là Sipernat 22S, có kích cỡ hạt bằng 11,5µm (d₅₀, đo bằng phương pháp nhiễu xạ laze theo ISO 13320-1)

Nguyên liệu so sánh có phân bố cỡ hạt như sau:

Mẫu	D (0,1)	D (0,5)	D (0,9)	D [3,2]	D [4,3]	Độ phân bố
	µm	µm	µm	µm	µm	(-)
PURAMIX 100/ Axit stearic 60/40 +2% silic đioxit	119	614	1324	176	677	1,96

Độ trơn chảy tới hạn (*fcc*) của nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế, nguyên liệu dạng bột so sánh, và chất mang Absomol được xác định. Trị số *fcc* là thông số để đánh giá trạng thái của nguyên liệu ở điều kiện nén hoặc ép, và đã được đề cập ở trên. Kết quả đánh giá được thể hiện trên Fig.1.

Như được thể hiện trên Fig.1, nguyên liệu dạng bột chảy tự do theo sáng chế chảy tự do tương tự như chất mang ban đầu. Trái lại, nguyên liệu so sánh có độ trơn chảy rất kém và rất dính.

Ví dụ 5

Sử dụng chất mang hữu cơ dạng xốp theo sáng chế

Chất mang theo sáng chế được điều chế bằng cách nghiền bột ngô và bột lúa mỳ, bổ sung hơi nước, và ép đùn ở nhiệt độ cao bằng thiết bị ép đùn để tạo thành các hạt tinh bột nở có đường kính bằng 2 mm. Các hạt tinh bột nở đã được ép đùn này được để khô.

Chất mang này được gia nhiệt đến nhiệt độ 100°C và chuyển vào môi trường chân không có áp suất bằng 200mbar. Sau đó, chất mang này được sấy phun bằng PURAMIX có kích cỡ hạt qua rây 100, là hỗn hợp chứa 70% khối lượng natri lauroyl lactylat và 30% khối lượng natri myristoyl lactylat với áp suất vòi phun bằng 5bar, nhiệt độ của hoạt chất ở dạng lỏng bằng 135 °C và tốc độ vòi phun bằng 7,5kg/phút. Nguyên liệu bán thành phẩm có nhiệt độ bằng 90°C và hàm lượng hoạt chất bằng 40% khối lượng. Nguyên liệu dạng bột thu được chảy tự do và không bám dính, điều này chứng tỏ hoạt chất ở dạng lỏng đã được hấp thụ vào hạt chất mang.

Ví dụ 6

Nguyên liệu dạng bột chảy tự do chứa chất mang hữu cơ theo sáng chế

Chất mang được điều chế theo Ví dụ 5 được nghiền thành dạng bột. Bột này được thấm hoạt chất bằng cách sử dụng các điều kiện xử lý như được mô tả trong Ví dụ 5. Hàm lượng của nguyên liệu thành phẩm bằng 20% khối lượng. Nguyên liệu dạng bột thành phẩm chảy tự do và không bám dính.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Nguyên liệu dạng bột chảy tự do chứa hoạt chất với hàm lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 90% khối lượng trên chất mang xốp có diện tích bề mặt ít nhất bằng $10\text{m}^2/\text{g}$, như được xác định bằng phương pháp BET, trong đó chất mang này có đường kính $D(v,0,1)$ ít nhất bằng $100\mu\text{m}$, và hoạt chất được chọn từ nhóm bao gồm: lactylat có công thức 1, $\text{R}^2\text{-COO-}[-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{-COO}]_n\text{-R}^1$ (1) hoặc muối Na, K, Ca, Mg, Fe(II), Zn, NH_4 , hoặc Cu(II) của nó, glycolylat có công thức 2, $\text{R}^2\text{-COO-}[-\text{CH}_2\text{-COO}]_n\text{-R}^1$ (2) hoặc muối Na, K, Ca, Mg, Fe(II), Zn, NH_4 , hoặc Cu(II) của nó, este lactat có công thức 3, $\text{HO-CH}(\text{CH}_3)\text{-COO-R}^2$ (3) và/hoặc este glycolat có công thức 4, $\text{HO-CH}_2\text{-COO-R}^2$ (4), trong đó, R^1 là H, n là số nguyên có giá trị nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và R^2 là $\text{C}_1\text{-C}_{35}$ alkyl hoặc $\text{C}_1\text{-C}_{35}$ alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh.
2. Nguyên liệu theo điểm 1, trong đó nguyên liệu này có tỷ số Hausner lớn nhất bằng 1,25.
3. Nguyên liệu theo điểm 2, trong đó nguyên liệu này có tỷ số Hausner nhỏ hơn 1,19.
4. Nguyên liệu theo điểm 2, trong đó nguyên liệu này có tỷ số Hausner nhỏ hơn 1,12.
5. Nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nguyên liệu này chứa ít nhất 20% khối lượng hoạt chất
6. Nguyên liệu theo điểm 5, trong đó nguyên liệu này chứa ít nhất 30% khối lượng hoạt chất.
7. Nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nguyên liệu này có đường kính $D(v,0,1)$ ít nhất bằng $100\mu\text{m}$.
8. Nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất mang có diện tích bề mặt ít nhất bằng $20\text{m}^2/\text{g}$, như được xác định bằng phương pháp BET.
9. Nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất mang có thể tích lỗ xốp ít nhất bằng $0,1\text{mL/g}$.
10. Nguyên liệu theo điểm 9, trong đó chất mang có thể tích lỗ xốp ít nhất bằng $0,2\text{mL/g}$.

11. Nguyên liệu theo điểm 9, trong đó chất mang có thể tích lỗ xốp ít nhất bằng 0,4mL/g.
12. Nguyên liệu theo điểm 9, trong đó chất mang có thể tích lỗ xốp ít nhất bằng 0,6mL/g.
13. Nguyên liệu theo điểm 9, trong đó chất mang có thể tích lỗ xốp ít nhất bằng 0,75mL/g.
14. Nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất mang có tỷ trọng khối ít nhất bằng 0,1g/mL.
15. Nguyên liệu theo điểm 14, trong đó chất mang có tỷ trọng khối ít nhất bằng 0,2g/mL.
16. Nguyên liệu theo điểm 14, trong đó chất mang có tỷ trọng khối ít nhất bằng 0,35g/mL.
17. Nguyên liệu theo điểm 14, trong đó chất mang có tỷ trọng khối ít nhất bằng 0,45g/mL.
18. Nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất mang là oxit vô cơ dạng xốp.
19. Nguyên liệu theo điểm 18, trong đó chất mang là bột chứa nhôm oxit, silic đioxit, titan đioxit, diatomit, và đất sét.
20. Nguyên liệu theo điểm 19, trong đó đất sét là vecmiculit hoặc sepiolit.
21. Nguyên liệu theo điểm 19, trong đó đất sét là hydrotalxit.
22. Nguyên liệu theo điểm 18, trong đó chất mang là diatomit, sepiolit, hoặc vecmiculit.
23. Nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 17, trong đó chất mang là chất hữu cơ dạng xốp.
24. Nguyên liệu theo điểm 23, trong đó chất mang là bột chứa tinh bột nở.
25. Nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hoạt chất là lactylat có công thức 1 hoặc muối của nó.

26. Nguyên liệu theo điểm 25, trong đó hoạt chất được chọn từ nhóm bao gồm lauroyl lactylat, myristolyl lactylat, và muối natri của chúng.
27. Phương pháp sản xuất nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, bao gồm bước cho hoạt chất ở dạng lỏng tiếp xúc với chất mang.
28. Phương pháp sản xuất nguyên liệu theo điểm 27, trong đó bước cho hoạt chất ở dạng lỏng tiếp xúc với chất mang được thực hiện trong điều kiện áp suất giảm.
29. Chế phẩm dinh dưỡng dùng cho động vật, chứa nguyên liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 26 và ít nhất một thành phần dinh dưỡng khác.

Fig.1

