



(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)



1-0025281

(51)⁷ C12N 1/00; B01D 19/04

(13) B

(21) 1-2013-03033

(22) 28/03/2012

(86) PCT/JP2012/058071 28/03/2012

(87) WO/2012/133491 04/10/2012

(30) 2011-074936 30/03/2011 JP

(45) 25/08/2020 389

(43) 27/01/2014 310A

(73) NOF CORPORATION (JP)

20-3, Ebisu 4-chome, Shibuya-ku, Tokyo 1506019 (JP)

(72) MATANI Satoko (JP); TANAKA Susumu (JP).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) CHẤT KHỬ BỌT CHO QUÁ TRÌNH LÊN MEN

(57) Sáng chế đề cập đến chất khử bọt cho quá trình lên men mà có khả năng phân tán trong nước tốt và tạo ra hoặc chất kết tụ hoặc giọt dầu khi sự phân tán được làm nóng, và có hiệu quả cao trong việc khử bọt môi trường lên men. Chất khử bọt theo sáng chế chứa sản phẩm phản ứng thu được bằng cách trộn chất béo hoặc dầu có trị số iốt nằm trong khoảng từ 40 đến 130 với glycerin hoặc chất tương tự ở tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 3/2 đến 1/2 để thu được hỗn hợp, bổ sung từng phần 4 đến 17 mol propylen oxit vào 1 mol của hỗn hợp, và sau đó bổ sung 20 đến 40 mol etylen oxit và 70 đến 110 mol propylen oxit vào hỗn hợp. Sản phẩm phản ứng có tỷ lệ mol của etylen oxit/propylen oxit nằm trong khoảng từ 1/4 đến 2/5.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chất khử bọt cho quá trình lên men, cụ thể là đề cập đến chất khử bọt mà giúp cho dung dịch chứa nước có sự ổn định nhiệt độ cao và hiệu quả khử bọt tốt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong công nghệ của quá trình lên men, bọt khí hình thành ở lượng lớn đặc biệt là trong quá trình lên men mà yêu cầu sự khuấy và thông khí, và bọt khí này gây ra những vấn đề liên quan đến vận hành. Trong trường hợp mà phần pha khí của thiết bị lên men được nạp bọt khí, không chỉ hiệu quả về thể tích của thiết bị lên men giảm mà còn có khả năng mà bọt khí có thể tràn ra bình chứa làm ướt đường bên ngoài bình chứa, gây ra sự mất vệ sinh. Để ngăn chặn sự giảm này trong hiệu quả vận hành do bọt, chất khử bọt được bổ sung vào hệ thống lên men. Bởi vì quá trình lên men luôn đi kèm với sự khuấy và thông khí, sự tiến hành lên men yêu cầu chất khử bọt cho quá trình lên men bao gồm: đặc tính phá bọt mà cho phép chất khử bọt thực hiện sự phá bọt từ khi bổ sung chúng; đặc tính ức chế bọt mà ức chế một cách liên tục bọt; và không có tác động ức chế trên vi sinh vật lên men. Đối với chất khử bọt này, chất khử bọt của loại thu được bằng cách bổ sung alkylen oxit vào cả chất béo hoặc dầu và rượu polyhydric làm nguyên liệu khởi đầu đã thường được sử dụng bởi vì những chất khử bọt này có ít tác động ức chế trên vi sinh vật lên men và thể hiện đặc tính phá bọt và đặc tính ức chế bọt tốt.

Chất khử bọt của quá trình lên men được pha loãng trước và nhờ đó được bổ sung vào hệ thống lên men như chất pha loãng mà là dung dịch có nước hoặc huyền phù có nồng độ xác định. Thiết bị lên men thông thường được thiết kế để khi bọt khí được tạo ra trong thiết bị lên men đạt đến độ cao nhất định, trạng thái này được phát hiện bởi cảm biến và chất khử bọt loãng được cấp từ bình chứa và được bổ sung vào thiết bị lên men qua thiết bị nhỏ giọt tự động. Bởi vì chất khử bọt của quá trình lên men phải hoạt động hiệu quả ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 40°C,

là nhiệt độ lên men, nhiều chất khử bọt có điểm đục ở nhiệt độ thấp hơn từ 10 đến 20°C so với khoảng nhiệt độ này. Chất khử bọt này khó hòa tan trong hoặc trộn lẫn với nước ở nhiệt độ không thấp hơn so với điểm đục, và do đó, chất pha loãng của nó được điều chế bằng cách làm nguội hệ thống xuống hoặc dưới điểm đục và khuấy hệ thống được làm nguội. Kết quả là, khả năng phân tán trong nước tại nhiệt độ tối ưu là yêu cầu bắt buộc.

Chất khử bọt loãng được khử trùng bằng cách làm nóng để ngăn ngừa vi sinh vật không đi vào bình lên men, và sau đó được làm nguội xuống quanh nhiệt độ lên men và sau đó được bổ sung vào bình lên men. Do đó, chất khử bọt được tiếp xúc với nhiệt độ không thấp hơn so với điểm đục sau khi làm nóng trong bước khử trùng và giảm độ hòa tan trong nước. Do đó, chất khử bọt này có xu hướng kết tụ trong phần lớp thấp hơn hoặc tạo thành giọt dầu trong phần lớp trên đến lớp giữa.

Đối với chất khử bọt của quá trình lên men mà tạo kết tụ hoặc giọt dầu sau khi khử trùng bằng nhiệt, trong số chất khử bọt của quá trình lên men thông thường của loại đồng sản phẩm alkylen oxit, chất khử bọt loãng có nồng độ chất khử bọt bị giảm bớt trong phần chất lỏng bởi vì chất kết tụ hoặc giọt dầu không xuất hiện thậm chí khi nhiệt độ của nó thấp hơn so với khoảng nhiệt độ từ nhiệt độ khử trùng đến nhiệt độ lên men. Kết quả là, ngay cả khi chất khử bọt loãng ở trạng thái này được bổ sung vào thiết bị lên men, thì vẫn không thu được tác dụng khử bọt. Do đó, cần thiết phải có bước mà trong đó chất khử bọt loãng được làm nguội về bằng hoặc dưới điểm đục và được khuấy để khiến chất pha loãng trở lại thành chất pha loãng đồng nhất. Khi đó, các bước thực hiện trở nên phức tạp.

Ví dụ, chất khử bọt của quá trình lên men được mô tả trong tài liệu patent 1 (JP-A-5-228308) là chất khử bọt thu được bằng cách bổ sung alkylen oxit vào hỗn hợp của chất béo hoặc dầu và rượu polyhydric. Tuy nhiên, nếu lượng etylen oxit được bổ sung vào nguyên liệu khởi đầu thấp hơn so với lượng propylen oxit được bổ sung vào nguyên liệu khởi đầu đó thì, do đó, chất pha loãng của chất khử bọt này sẽ không dễ dàng tạo thành giọt dầu khi được làm nóng. Trong khi đó, chất khử bọt được mô tả trong tài liệu patent 2 (WO 97/00942) là phức hệ bao gồm hỗn hợp của

loại chất khử bọt được mô tả ở trên với axit béo bậc cao hơn, rượu bậc cao hơn, hoặc chất tương tự, và nó cho thấy hiệu quả liên tục trong khoảng thời gian dài mà không ảnh hưởng đến kết quả lên men. Tuy nhiên, axit béo bậc cao hoặc rượu bậc cao, trong thành phần của hỗn hợp, sẽ làm giảm đáng kể độ hòa tan khi chất pha loãng của chất khử bọt được làm nóng. Do đó, chất khử bọt này có xu hướng tạo kết tụ hoặc giọt dầu, khiến cho giảm hiệu quả khử bọt.

Ngược lại, chất khử bọt được mô tả trong tài liệu patent 3 (JP-A-6-54680) có cấu trúc tương tự như chất khử bọt của loại được mô tả ở trên. Tuy nhiên, lượng etylen oxit được bổ sung, so với lượng propylen oxit được bổ sung, là lớn. Do đó, chất khử bọt này ít có xu hướng tạo thành chất kết tụ hoặc giọt dầu trong quá trình khử trùng bằng nhiệt, nhưng lại không có hiệu quả khử bọt. Chất khử bọt được mô tả trong tài liệu patent 4 (JP-A-2001-178446) là chất khử bọt thu được bằng cách bổ sung từ 1 đến 10 mol propylen oxit vào hỗn hợp của chất béo hoặc dầu và rượu polyhydric và sau đó bổ sung ngẫu nhiên etylen oxit và propylen oxit vào hỗn hợp. Chất khử bọt này ít có xu hướng tạo thành chất kết tụ hoặc giọt dầu trong quá trình khử trùng bằng nhiệt, nhưng lại cho thấy đặc tính phá bọt thấp sau khi được bổ sung. Kết quả là, chất khử bọt này cần thời gian để đạt được hiệu quả khử bọt.

Do đó, hiện không có chất khử bọt cho quá trình lên men mà vừa có khả năng phân tán trong nước tốt và vừa có hiệu quả khử bọt cao.

Tài liệu kỹ thuật

Tài liệu patent

Tài liệu patent 1: JP-A-5-228308

Tài liệu patent 2: WO 97/00942

Tài liệu patent 3: JP-A-6-54680

Tài liệu patent 4: JP-A-2001-178446

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Sáng chế đề cập đến, dựa trên vấn đề được mô tả ở trên, chất khử bọt cho quá

trình lên men mà thể hiện khả năng phân tán trong nước tốt trong việc điều chế chất khử bọt loãng và tạo ra hoặc chất kết tụ hoặc giọt dầu trong chất khử bọt loãng trong bước khử trùng bằng nhiệt và có hiệu quả trong việc khử bọt môi trường lên men khi chất pha loãng được bổ sung vào hỗn hợp.

Cách thức giải quyết vấn đề

Tác giả sáng chế nghiên cứu kỹ để khắc phục vấn đề. Kết quả là, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng có thể thu được chất khử bọt của quá trình lên men có khả năng phân tán trong nước cao và đặc tính khử bọt tốt thu được bằng cách bổ sung propylen oxit, theo tỷ lệ xác định, vào hỗn hợp của chất béo hoặc dầu với glyxerin hoặc sản phẩm cộng propylen oxit của glyxerin (số mol propylen oxit đã được bổ sung, nằm trong khoảng từ 1 đến 4 mol) và sau đó cho etylen oxit và propylen oxit bổ sung từng phần vào hỗn hợp. Do đó, sáng chế đã được hoàn thành.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chất béo hoặc dầu được sử dụng theo sáng chế là chất béo hoặc dầu mà có trị số iốt nằm trong khoảng từ 40 đến 130. Trị số iốt được xác định bằng phương pháp thử nghiệm đối với phân tích chất béo tham khảo (2,3.4.1-1996; Phương pháp Wijs). Ví dụ về chất béo hoặc dầu này bao gồm dầu hướng dương, dầu ngô, dầu hạt bông, dầu vừng, dầu cải dầu, dầu gạo, dầu lạc và dầu ô liu. Được ưu tiên đặc biệt là dầu cọ và mỡ bò. Trong trường hợp mà chất béo hoặc dầu có trị số iốt thấp hơn 40, thì không thu được hiệu quả khử bọt triệt để. Trong trường hợp mà chất béo hoặc dầu có trị số iốt vượt quá 130, thì ức chế vi sinh vật lên men khiến hiệu quả lên men giảm. Từ những đánh giá này, được ưu tiên hơn là trị số iốt của chất béo hoặc dầu nên là 70 hoặc thấp hơn.

Sản phẩm cộng propylen oxit của glyxerin có thể sử dụng trong sáng chế là sản phẩm cộng thu được bằng cách cho 1 đến 4 mol propylen oxit vào glyxerin. Trong trường hợp mà propylen oxit được đưa vào với lượng vượt quá 4 mol, thì không thu được hiệu quả khử bọt triệt để.

Theo sáng chế, chất béo hoặc dầu được trộn với một hoặc nhiều hợp chất được

chọn từ nhóm bao gồm glyxerin và sản phẩm cộng propylen oxit của glyxerin. Tỷ lệ trong đó chất béo hoặc dầu được trộn với một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm glyxerin và sản phẩm cộng propylen oxit của glyxerin (khi hai hợp chất được sử dụng, tổng của nó) nằm trong khoảng từ $3/2$ đến $1/2$ tính theo tỷ lệ mol ($[\text{chất béo hoặc dầu}]/[\text{một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm glyxerin và sản phẩm cộng propylen oxit của glyxerin}]$). Trong trường hợp tỷ lệ mol của chúng lớn hơn $3/2$, thì hỗn hợp này có mức độ este hóa quá cao và khả năng phản ứng với alkylen oxit bị giảm và, do đó, cần nhiều thời gian để phản ứng. Kết quả là, hỗn hợp này không thích hợp cho sản xuất công nghiệp. Ngoài ra, khi sản phẩm phản ứng thu được này được pha loãng và làm nóng, thì sản phẩm phản ứng có xu hướng tạo thành giọt dầu hoặc chất kết tụ, khiến giảm hiệu quả khử bọt. Trong trường hợp mà tỷ lệ mol của nó nhỏ hơn $1/2$, thì hỗn hợp này có mức độ este hóa giảm và, do đó, sản phẩm phản ứng không chỉ thể hiện khả năng phân tán kém trong nước khi dung dịch có nước và huyền phù của nó được điều chế mà hiệu quả khử bọt còn bị giảm đi. Từ quan điểm theo sáng chế, tỷ lệ mol ($[\text{chất béo hoặc dầu}]/[\text{một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm glyxerin và sản phẩm cộng propylen oxit của glyxerin}]$) tốt hơn, bằng $1/1$ hoặc thấp hơn, và tốt hơn, lớn hơn hoặc bằng $4/7$, tốt hơn, lớn hơn hoặc bằng $2/3$, thậm chí tốt hơn, nếu lớn hơn hoặc bằng $9/11$.

Ví dụ về alkylen oxit được sử dụng theo sáng chế bao gồm etylen oxit và propylen oxit. Đầu tiên, propylen oxit được đưa vào hỗn hợp gồm chất béo hoặc dầu với glyxerin hoặc sản phẩm cộng propylen oxit (1 đến 4 mol) của glyxerin, lượng propylen oxit ban đầu là 4 đến 17 mol (L mol) trên mol của hỗn hợp tổng. Trong trường hợp mà L nhỏ hơn 4, thì chất kết tụ hoặc giọt dầu sẽ được tạo ra trong quá trình khử trùng bằng nhiệt. Trong trường hợp mà L lớn hơn 17, thì không thu được hiệu quả khử bọt nhanh. Theo đó, L tốt hơn, nếu lớn hơn hoặc bằng 6 mol, tốt hơn, nếu lớn hơn hoặc bằng 10 mol. Đồng thời, L tốt hơn, nhỏ hơn hoặc bằng 15 mol, tốt hơn, nếu nhỏ hơn hoặc bằng 14 mol.

Sau đó, etylen oxit được đưa vào với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 40

mol (M mol). Trong trường hợp mà M nhỏ hơn 20 mol, thì sản phẩm phản ứng thu được có khả năng thấm nước giảm và, do đó, tạo kết tụ trong quá trình khử trùng bằng nhiệt với chất pha loãng của nó. Trong trường hợp mà M lớn hơn 40 mol, thì cho thấy hiệu quả khử bọt giảm. Từ quan điểm theo sáng chế, số mol của etylen oxit được bổ sung, M, tốt hơn, nếu lớn hơn hoặc bằng 25 mol, tốt hơn, nếu lớn hơn hoặc bằng 30 mol. Đồng thời, M tốt hơn, nếu nhỏ hơn hoặc bằng 38 mol, tốt hơn, nếu nhỏ hơn hoặc bằng 35 mol.

Hơn nữa, propylen oxit được đưa vào với lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 110 mol (N mol). Nếu N nhỏ hơn 70 mol, thì cho thấy hiệu quả khử bọt giảm. Nếu N lớn hơn 110 mol, thì sản phẩm phản ứng có độ nhớt tăng và do đó khả năng phân tán trong nước giảm. Từ quan điểm theo sáng chế, N tốt hơn, nếu lớn hơn hoặc bằng 75 mol, tốt hơn, nếu lớn hơn hoặc bằng 80 mol. Đồng thời, N tốt hơn, nếu nhỏ hơn hoặc bằng 100 mol, tốt hơn, nếu nhỏ hơn hoặc bằng 95 mol.

Được ưu tiên rằng việc bổ sung etylen oxit và propylen oxit tốt hơn là bổ sung từng phần. Trong trường hợp tiến hành bổ sung ngẫu nhiên, thì chất khử bọt thu được có đặc tính phá bọt giảm ngay sau khi được bổ sung.

$M/(L+N)$ nằm trong khoảng từ $1/5$ đến $1/2$. Trong trường hợp mà $M/(L+N)$ nhỏ hơn $1/5$, thì chất khử bọt thu được có tính không ưa nước cao và tạo kết tụ hoặc giọt dầu sau khi khử trùng. Trong trường hợp mà $M/(L+N)$ lớn hơn $1/2$, thì không thu được hiệu quả khử bọt triệt để. Theo đó, $M/(L+N)$ tốt hơn, nếu lớn hơn hoặc bằng $1/4$, tốt hơn, nếu lớn hơn hoặc bằng $5/16$. Đồng thời, $M/(L+N)$ tốt hơn, nếu nhỏ hơn hoặc bằng $2/5$, tốt hơn, nếu nhỏ hơn hoặc bằng $30/83$.

Đối với số mol của PO mà được bổ sung, tốt hơn là L/N nên nằm trong khoảng từ $2/35$ đến $2/5$. Khi điều chỉnh L/N lớn hơn hoặc bằng $2/35$ thì hiệu quả khử bọt duy trì được cải thiện. Khi điều chỉnh L/N nhỏ hơn hoặc bằng $2/5$ thì thu được hiệu quả khử bọt nhanh. Theo đó, L/N tốt hơn, nếu nằm trong khoảng từ $3/50$ đến $17/70$, tốt nhất là nằm trong khoảng từ $7/76$ đến $12/85$.

Được ưu tiên rằng $L+M+N$ nên nằm trong khoảng từ 94 đến 167. Khi điều chỉnh $L+M+N$ lớn hơn hoặc bằng 94, thì hiệu quả khử bọt được cải thiện. Khi điều

chính $L+M+N$ nhỏ hơn hoặc bằng 167, thì chất khử bọt được tạo ra có độ nhớt giảm và cho thấy khả năng phân tán được cải thiện khi chất pha loãng của nó được điều chế. Từ những đánh giá này, $L+M+N$ tốt hơn, nếu nằm trong khoảng từ 110 đến 150, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 120 đến 145.

Khi chất khử bọt theo sáng chế được tạo ra, thì nhiệt độ phản ứng phù hợp nằm trong khoảng từ 80 đến 160°C. Xúc tác được sử dụng có thể là hợp chất kiềm bất kỳ, hydroxit hoặc carbonat của kim loại kiềm, và kim loại tương tự thường được sử dụng trong những phản ứng này. Ví dụ về chất xúc tác bao gồm natri metylat, natri hydroxit, kali hydroxit, kali carbonat, natri axetat và t-kali butoxit. Những chất xúc tác này có thể được đưa vào trực tiếp hoặc có thể được đưa vào sau khi được pha loãng với nước. Theo đó, để tăng cường khả năng phản ứng của alkylen oxit, thì ưu tiên sử dụng chất xúc tác với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5% theo trọng lượng tính theo sản phẩm phản ứng. Đối với áp suất trong quá trình phản ứng, ưu tiên hơn thực hiện phản ứng ở áp suất cao hơn 1 MPa hoặc thấp hơn. Sau phản ứng, chất hấp thụ tổng hợp có đặc tính hấp thụ kiềm được bổ sung vào và được phối trộn với hỗn hợp phản ứng và hỗn hợp này được lọc, để loại bỏ chất xúc tác. Chất xúc tác có thể được trung hòa bằng muối vô cơ hoặc hữu cơ, ví dụ, axit axetic, axit phosphoric, hoặc axit hydrochloric, hoặc bằng chất hấp thụ, và hỗn hợp thu được này có thể được sử dụng như sản phẩm hoặc có thể được sử dụng như sản phẩm sau khi được lọc hoặc sau khi được dehydrat và sau đó được lọc.

Chất khử bọt theo sáng chế được pha loãng với nước và được phân tán hoặc được tạo nhũ tương trong đó, và chất khử bọt loãng này được đưa sang bước khử trùng bằng nhiệt rồi được bổ sung (làm chất khử bọt của quá trình lên men) vào thiết bị lên men.

Chất khử bọt của quá trình lên men theo sáng chế có thể được áp dụng cho quá trình lên men để sản xuất nhiều loại vật chất khác nhau. Ví dụ, chất khử bọt này có thể sử dụng trong quá trình lên men axit amino. Ví dụ cụ thể của quá trình lên men axit amino bao gồm quá trình lên men của axit glutamic, axit aspartic, lysin, threonin, tryptophan, alanin, glyxin, và các chất tương tự.

Được ưu tiên rằng chất khử bọt theo sáng chế nên được sử dụng bằng cách bổ sung chất khử bọt trước khi bắt đầu ủ hoặc trong quá trình ủ với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 1% theo khối lượng, tốt hơn là từ 0,0005 đến 0,5% theo khối lượng, theo lượng môi trường nuôi cấy. Quá trình ủ mà có sử dụng chất khử bọt của quá trình lên men theo sáng chế có nhiệt độ tối ưu nằm trong khoảng từ 30 đến 40°C, và ví dụ, có thể bao gồm việc thông khí, khuấy, hoặc ủ trong điều kiện lắc và biện pháp tương tự, mà tạo ra nhiều bọt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

1) Tổng hợp của chất khử bọt

Ví dụ 1

Cho 169,6 g (0,2 mol) dầu cọ và 18,4 g (0,2 mol glycerin vào bình được lắp máy khuấy dung tích 5L, có cảm biến nhiệt độ và đồng hồ đo áp suất. Sau đó bổ sung vào hỗn hợp 9g kali hydroxit làm xúc tác. Sau khi môi trường khí trong hệ thống được thay bằng khí nitơ, hỗn hợp được làm nóng đến 110°C và khử nước trong vòng 2 giờ tại áp suất giảm ở 0,04 MPa hoặc thấp hơn đồng thời tạo bong bóng khí nitơ trong bình. Sau đó, 278,4 g (4,8 mol) propylen oxit được cấp dần vào bình ở nhiệt độ 120°C và áp suất đạt 0,6 MPa hoặc thấp hơn, và để hỗn hợp phản ứng trong cùng điều kiện trong vòng 1 giờ. Sau đó, 545,6 g (12,4 mol) etylen oxit được cấp dần vào bình và hỗn hợp này được tiếp tục phản ứng trong cùng điều kiện trong vòng 1 giờ. Ngoài ra, bổ sung 1,972 g (34 mol) propylen oxit vào bình, và hỗn hợp này tiếp tục được phản ứng trong cùng điều kiện trong vòng 2 giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, alkylen oxit dư được loại bỏ bằng cách sục khí nitơ, và kali hydroxit làm xúc tác được khử hoạt tính bằng cách sử dụng axit hydrochloric. Hỗn hợp thu được này được khử nước và sau đó được lọc để thu được 2745,3 g (hiệu suất, 92%) chất khử bọt theo sáng chế.

2) Ví dụ 2 đến Ví dụ 4 và Ví dụ so sánh 1 đến Ví dụ so sánh 5

Sử dụng nguyên liệu khởi đầu nêu trong Bảng 1, chất khử bọt 2 đến 4 theo sáng chế và chất khử bọt của Ví dụ so sánh thu được bằng cách tương tự như nêu

trong Ví dụ 1.

Trong Bảng 1, "(EO)/(PO)" thể hiện sự bổ sung ngẫu nhiên, và "(EO)-(PO)" thể hiện sự bổ sung từng phần.

Thử nghiệm khả năng phân tán

Cho nước trao đổi ion thể tích 99mL vào trong xy lanh đo có thể tích 100mL. Bổ sung 1 g chất khử bọt vào hỗn hợp. Sau đó, đưa máy khuấy ($\Phi 5\text{mm} \times 20\text{mm}$) vào, và tiến hành khuấy ở tốc độ 1.000 vòng/phút. Đo khoảng thời gian từ khi bắt đầu khuấy đến chất khử bọt hòa tan hoặc tạo thành huyền phù, và khoảng thời gian này được đánh giá trong Bảng 2 như chỉ số về khả năng phân tán. Tất cả các bước thử nghiệm khả năng phân tán được thực hiện ở nhiệt độ phòng.

Thử nghiệm sự ổn định ở nhiệt độ cao

Cho 95g nước trao đổi ion và 5g mẫu chất khử bọt vào chai mẫu có nắp có thể tích 100mL. Hỗn hợp được khuấy cho đến khi thu được chất pha loãng. Sau đó, chất pha loãng này được khử trùng bằng nhiệt trong thiết bị khử trùng áp suất nhiệt độ cao (120°C , 2 kPa, 20 phút) và được đánh giá ngay sau đó. Ngoài ra, chất pha loãng sau khi khử trùng được làm nguội xuống 25°C và được đánh giá lại. Kết quả thu được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 1

Mẫu số	Chất béo hoặc dầu thô	Giá trị iốt	Glycerin hoặc sản phẩm cộng propylen oxit của glycerin	Tỷ lệ mol của nguyên liệu khởi đầu		Cách bổ sung EO/PO và số mol của EO/PO mà bổ sung trên mol của tổng hàm lượng chất béo hoặc dầu và hoặc glycerin hoặc sản phẩm cộng propylen oxit của glycerin	Tỷ lệ mol của EO/PO bổ sung
				Chất béo hoặc dầu	Glycerin hoặc sản phẩm cộng propylen oxit của glycerin		
1	dầu cọ	52	glycerin	1	1	$(PO)_{12}-(EO)_{31}-(PO)_{85}$	31/97
2	mỡ bò	53	glycerin	2	3	$(PO)_7-(EO)_{30}-(PO)_{76}$	30/83
3	dầu cọ	52	sản phẩm cộng propylen oxit (3 mol) của glycerin	1	1	$(PO)_{10}-(EO)_{31}-(PO)_{85}$	31/95
4	dầu cọ	52	sản phẩm cộng propylen oxit (3 mol) của glycerin	1	1	$(PO)_{11}-(EO)_{34}-(PO)_{94}$	34/105
1	mỡ bò	53	glycerin	2	3	$(PO)_{10}-[(EO)_{20}/(PO)_{80}]$	2/9
2	dầu dừa	9	glycerin	5	1	$(PO)_{120}-(EO)_{36}$	1/4
3	dầu nhân cọ	18	glycerin	3	2	$(EO)_{15}-(PO)_{50}$	3/10
4	dầu dừa	9	glycerin	1	1	$(PO)_{60}-(EO)_{45}-(PO)_{30}$	1/2
5	dầu cọ	52	glycerin	63	37	$(EO)_{31}-(PO)_{97}$	31/97

Bảng 2

	Mẫu số	Khả năng phân tán (lưu ý 1)	Thử nghiệm sự ổn định ở nhiệt độ cao (lưu ý 2)	
			ngay sau khi khử trùng	Sau khi làm nguội
Sản phẩm theo sáng chế	1	○	○	○
	2	○	○	○
	3	○	○	○
	4	○	○	○
Sản phẩm so sánh	1	○	○	○
	2	×	×	×
	3	○	Δ	×
	4	○	○	○
	5	○	Δ	×

Lưu ý 1

○: trở thành dung dịch có nước hoặc huyền phù trong 1 phút.

Δ: trở thành dung dịch có nước hoặc huyền phù sau khoảng thời gian 1 đến 3 phút.

×: không phân tán đồng nhất.

Lưu ý 2

○: dung dịch có nước đồng nhất hoặc huyền phù

Δ: huyền phù không đồng nhất

×: dung dịch có nước hoặc huyền phù trong đó chất kết tụ hoặc giọt dầu được tạo thành

Như vậy, theo Bảng 2, chất khử bọt của quá trình lên men từ Ví dụ 1 đến Ví dụ 4 theo sáng chế làm cho chất pha loãng ổn định hơn khi so với một số chất khử bọt thông thường. Trong khi đó, chất khử bọt mà có chất béo nguyên liệu khởi đầu hoặc dầu được hợp nhất ở tỷ lệ cao và có mạch alkylen oxit dài, giống như Ví dụ so sánh 2, thì không chỉ khó phân tán trong nước ở nhiệt độ bình thường mà còn tạo thành giọt dầu qua bước khử trùng; thì không thể hòa tan lại giọt dầu. Chất khử bọt trong đó hàm lượng etylen oxit thấp hơn nhiều so với hàm lượng propylen oxit, giống như Ví dụ so sánh 3, thì có xu hướng tạo thành giọt dầu. Ví dụ so sánh 5 tạo thành giọt dầu

khi chất pha loãng của nó được khử trùng bằng nhiệt và, do đó, có hiệu quả khử bọt kém.

Đánh giá đặc tính khử bọt

Cho 200mL của môi trường nuôi cấy vào xy lanh đo có thể tích 1.000mL. Chất khử bọt mà đã được pha loãng và được khử trùng nhiệt bằng phương pháp được thể hiện trong [Thử nghiệm sự ổn định nhiệt độ cao] được khuấy bằng máy khuấy ($\Phi 5\text{mm} \times 20\text{mm}$) ở tốc độ 1.000 vòng/phút và sau đó được tạo mẫu, và mẫu này được pha loãng 50 lần bằng nước trao đổi ion. Chất khử bọt loãng thu được được bổ sung ở lượng nằm trong khoảng từ 1 hoặc 2mL vào môi trường nuôi cấy để hệ thống được đánh giá có nồng độ chất khử bọt nằm trong khoảng từ 0,0005 đến 0,001%. Khử khí trong xy lanh đo và giữ ở nhiệt độ không đổi là 38°C, thông qua việc khuấy tán ở tốc độ dòng khí 1.000mL/phút, và độ cao (mL) của bọt khí được đo sau 10 phút. Kết quả được thể hiện trong Bảng 3.

Một cách ngẫu nhiên, mẫu trong đó giọt dầu hoặc chất kết tụ được quan sát trong [Thử nghiệm sự ổn định nhiệt độ cao] được loại bỏ khỏi thử nghiệm này.

Thành phần của môi trường nuôi cấy

Polypepton	1,0% theo khối lượng
Mật đường đen	5,0% theo khối lượng
Urea	0,1% theo khối lượng
KH_2PO_4	0,1% theo khối lượng
$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0,05% theo khối lượng
Nước	lượng còn lại
Tổng trọng lượng	100,0% theo khối lượng

Thử nghiệm xác định đặc tính phá bọt

Cho 4 mL dung dịch A chứa chất khử bọt vào ống thử nghiệm có nắp có thể tích 10mL. Ống thử nghiệm này được lắc ở 38°C trong vòng 5 phút. Đưa 1ml dung dịch B vào hỗn hợp và đo khoảng thời gian cần để cho bọt khí biến mất. Kết quả của được thể hiện trong Bảng 3.

Thành phần của chất lỏng A

Polypepton	5,0% theo khối lượng
Natri hydrogen carbonat	10,0% theo khối lượng
Chất khử bọt	0,001% theo khối lượng
Nước	lượng còn lại
Tổng trọng lượng	100,0% theo khối lượng

Thành phần của dung dịch B

Polypepton	5,0% theo khối lượng
Axit xitric	10,0% theo khối lượng
Chất khử bọt	0,001% theo khối lượng
Nước	lượng còn lại
Tổng trọng lượng	100,0% theo khối lượng

Bảng 3

	Ví dụ số	Đánh giá đặc tính khử bọt (mL)		Đặc tính phá bọt (giây)
		5 ppm	10 ppm	
Sản phẩm theo sáng chế	1	60	30	24
	2	80	50	28
	3	70	40	26
	4	60	40	25
Sản phẩm so sánh	4	220	140	200
	7	250	140	180

Theo Bảng 3, chất khử bọt của quá trình lên men của Ví dụ 1 đến Ví dụ 4 theo sáng chế cho thấy có khả năng khử bọt triệt để so với chất khử bọt thông thường. Trong khi đó, Ví dụ so sánh 1 thiếu đặc tính hoạt động nhanh vì mạch alkylen oxit là mạch được tạo thành bởi sự polyme hóa ngẫu nhiên, và không thể hiện hiệu quả khử bọt triệt để do tỷ lệ của số mol etylen oxit bổ sung thấp. Ví dụ so sánh 4 không có hiệu quả khử bọt triệt để mặc dù thỏa mãn khả năng phân tán trong nước. Ngoài ra, chất khử bọt so sánh không thể hiện hiệu quả khử bọt nhanh bởi vì lượng propylen

oxit mà trải qua phản ứng bổ sung giai đoạn thứ nhất là lớn.

Mặc dù sáng chế được mô tả chi tiết và tham khảo đến các phương án thực hiện cụ thể, nhưng rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này rằng, có thể thực hiện những sự thay đổi và biến đổi mà vẫn nằm trong phạm vi của sáng chế.

Đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế này dựa trên đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản nộp ngày 30/03/2011 (Đơn số 2011-74936), toàn bộ nội dung của đơn Nhật Bản này được hợp nhất bằng cách viện dẫn. Tất cả tài liệu tham khảo được trích dẫn cũng được hợp nhất bằng cách viện dẫn.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Khi chất khử bọt của quá trình lên men theo sáng chế được sử dụng, chất pha loãng của nó không tạo kết tủa trong quá trình khử trùng bằng nhiệt và, bằng cách làm giảm nhiệt độ của nó xuống nhiệt độ lên men và bổ sung chất pha loãng này vào thiết bị lên men, bọt có thể bị ngăn chặn nhanh chóng và liên tục. Kết quả là, tăng được sản phẩm lên men được tạo ra trên đơn vị thiết bị lên men và cải thiện được sản lượng lên men.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất khử bọt cho quá trình lên men, trong đó chất khử bọt này bao gồm copolyme khối và một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm sản phẩm cộng propylen oxit của glyxerin, trong đó số mol của propylen oxit được bổ sung nằm trong khoảng từ 1 đến 4 mol và glyxerin có tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 3/2 đến 1/2, propylen oxit/etylen oxit/propylen oxit được bổ sung một cách liên tục vào hỗn hợp chứa chất béo hoặc dầu có trị số iốt nằm trong khoảng từ 40 đến 130, trong đó, trong copolyme khối này số mol của propylen oxit/etylen oxit/propylen oxit được bổ sung vào 1 mol của hỗn hợp là từ 4 đến 17 mol/20 đến 40 mol/70 đến 110 mol, và tỷ lệ mol của etylen oxit và propylen oxit nằm trong khoảng từ 1/4 đến 2/5.