



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 82 07 27 237664

Pierwszeństwo: 81 07 28 Włochy

Zgłoszenie ogłoszono: 83 02 28

Opis patentowy opublikowano: 1986 10 15

Int. Cl.³
A23J 1/14

Twórcy wynalazku: Diassina Di Maggio, Alberto Patricelli, Giancarlo Sodini

Uprawniony z patentu: ENI-ENTE Nazionale Idrocarburi, Rzym (Włochy)

Sposób ekstrakcji nasion oleistych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób ekstrakcji nasion oleistych z wytworzeniem jadalnych mączek białkowych o odpowiedniej czystości mikrobiologicznej. Sposób dotyczy nasion oleistych o wysokiej zawartości oleju, takich jak nasiona słonecznika, orzecha ziemnego i bawełny, jak i nasion o niskiej zawartości oleju, takich jak nasiona soi, winorośli, sezamu, carthamum i innych. Wynalazek dotyczy zwłaszcza sposobu wytwarzania mączki słonecznikowej, przeznaczonej do spożywania przez ludzi, ze zwykłych lub obłuszczonych nasion słonecznika.

Ekstrakcje nasion oleistych prowadzi się na ogół w celu uzyskania oleju jadalnego i wartościowej paszy wysokobiałkowej.

Produkcja składników i półproduktów do sporządzania gotowych produktów spożywczych wymaga zachowania ich odżywczych własności w trakcie obróbki i przetwarzania surowców, a także przestrzegania higienicznych i sanitarnych przepisów dla produktów celem ochrony zdrowia konsumenta.

Jakość pożywienia jest funkcją wielu różnych czynników, takich jak skład chemiczny i jakość surowców, sposoby wytwarzania i tworzywa zastosowane w instalacjach, higieniczne i sanitarne warunki środowiska produkcyjnego oraz sposób konserwacji gotowego produktu spożywczego (Nickerson J. T. i Sinskey A. J., Microbiology of

2

Food and Food Processing American Elsevier Publishing Co., Nowy York, 1972).

W instalacjach przystosowanych do produkcji środków spożywczych przewiduje się jednocześnie operacji sanizacji lub wyjaławiania w końcowych etapach lub nawet w każdym z pośrednich etapów.

Wspomniana powyżej obróbka jest w szczególności niezbędna w przypadku produktów białkowych otrzymywanych z nasion roślinnych, w których początkowa liczba bakterii przewyższa wielokrotnie dopuszczalne normy, ustanowione przez różne przepisy prawne.

Dla spełnienia takich wymagań zachodzi w praktyce przemysłowej potrzeba przeprowadzenia wyjaławiania, które wykonuje się czasami w tak drastycznych warunkach, że powoduje ono zmiany strukturalne lub pogorszenie się biologicznych odżywczych własności końcowego produktu (Tateo F., Detergenza e sanificazione nell' Industria Alimentare, AEB Brescia 1977, Włochy).

Wynalazek dotyczy przemysłowej obróbki zwykłych lub obłuszczonych nasion oleistych w celu wytworzenia mączek białkowych o charakterystyce mikrobiologicznej, zgodnej z wymaganiami stawianymi pożywieniu dla ludzi.

Według wynalazku sposób ekstrakcji nasion oleistych zwłaszcza słonecznika za pomocą mieszaniny rozpuszczalników prowadzący do otrzymywania spożywczych mączek białkowych o dopuszczal-

nej czystości mikrobiologicznej, polega na tym, że stosuje się mieszaninę rozpuszczalników złożoną z rozpuszczalnika węglowodorowego i środka sanityzującego mającego zdolność jednorodnego mieszania się z rozpuszczalnikiem węglowodorowym, takiego jak związek organiczny, mający łańcuch alkiłowy o 1—5 atomach węgla i co najmniej jedną grupę polarną o charakterze alkoholowym, przy czym ekstrakcję prowadzi się w temperaturze 20 i powyżej, jednak nie przekraczającej 60°C przy stosunku ciała stałe-ciecz wynoszącym 1:1—1:40.

Rozpuszczalnik, którego należy użyć, jest zatem mieszaniną, składającą się ze związku węglowodorowego dobraneo wybiórczo z produktów petrochemicznych, którym jest zazwyczaj heksan, i ze związku organicznego o łańcuchu alkiłowym zawierającym 1—5 atomów węgla i co najmniej jedną grupę polarną o charakterze alkoholowym, takiego na przykład jak etanol, który cechuje się całkowitą mieszalnością ze wspomnianym uprzednio wybranym rozpuszczalnikiem.

Użycie na przykład etanolu jest uzasadnione jego sanityzacyjnymi właściwościami, które tłumaczą się rozrywaniem ścian komórek skutkiem dehydracyjnego działania alkoholu (Verona O. i Picci G., *Microbiologia degli Alimenti*, 1968, UTET).

Ekstrakcję prowadzi się za pomocą mieszaniny, składającej się z węglowodorowego rozpuszczalnika, heksanu, i z organicznego polarnego rozpuszczalnika, etanolu, którego udział procentowy wynosi 1—50% objętościowych, korzystnie 1—5% objętościowych.

Ekstrakcję ciała stałe—ciecz prowadzi się korzystnie wielostopniowo, przy czym każdy etap trwa od pół godziny do 4 godzin. Wagowo-objętościowy stosunek ciała stałe—ciecz wynosi od 1:1 do 1:40, zaś temperatura robocza wynosi od 20—60°C, korzystnie 20—25°. Fazę stałą suszy się następnie w ciągu 1—60 godzin.

W przypadku ekstrakcji nasion słonecznika korzystne warunki obejmują temperaturę w zakresie 20—22°C, stężenie etanolu w heksanie 3—5% i stosunek ciała stałe — ciecz w zakresie 1—5 i 1:20.

Przykłady odnoszą się do sposobu wytwarzania jadalnych mączek białkowych z nasion słonecznika przy użyciu mieszaniny rozpuszczalników. Przykłady te nie mogą być jednak interpretowane jako ograniczenia wynalazku, który można stosować do wszystkich nasion oleistych.

W poniższych przykładach stosowano etanol i n-heksan, firmy Carlo Erba, Mediolan, Włochy, jako rozpuszczalnik RPE (Erba Pure Reagent).

Jako pożywki hodowlane, użyte do analiz mikrobiologicznych, stosowano Plate Count Agar, Mycological Agar, E. E. Mossel Broth, Tryptic Soy Broth, Violet Red Bilem Bacto Brilliant Green Bile Broth, i McConkey Agar, dostarczone przez DIFCO, oraz *Clostridium perfringens* Selective Agar, dostarczony przez Mercka.

Oznaczenia składników chemicznych, wilgoci, lipidów, popiołu, protein i surowego włókna wykonywano metodami A. O. A. C. (Association Official Analytical Chemists, wyd. 11, 1970).

Zawartość fenoli mierzono chromatografem gazowym metodą silylacji bezpośrednio.

Rozpuszczalne cukry oznaczono metodą kolorymetryczną M. Dubois i in. (*Anal. Chem.* 28, nr 8), 350 (1956).

Analizy mikrobiologiczne przeprowadzano zgodnie z procedurami, opisanymi przez D. A. A. Mosseła, J. Brecheta i R. Lambiona w „La prevention des infections et des toxi-infections alimentaires”, CEPIA, Bruksela 1962.

Przykład I. Przykład ten dotyczy przygotowania odolejowanej mączki o odpowiedniej czystości mikrobiologicznej przez ekstrakcję oleju z obłuszczonych nasion słonecznika za pomocą n-heksanu, zawierającego etanol w różnych stężeniach objętościowych w granicach 1—5%, przy wagowo-objętościowym stosunku ciała stałe-ciecz wynoszącym 1:20 i w temperaturze 22°C. Czas suszenia wynosił 48 godzin w temperaturze otoczenia.

Tablica 1

Skład chemiczny obłuszczonych nasion słonecznika, w przeliczeniu na suchą masę, w procentach.

Wilgoć	6,0
Lipidy	60,0
Proteiny (Nx6,25)	22,0
Popiół	2,9
Surowe włókno	3,5
Cukry rozpuszczalne	4,4
Fenole (chrom. gaz.)	1,5
Ekstrakt bezazotowy	5,7 (z różnicy)

Obłuszczone nasiona słonecznika, o składzie chemicznym podanym w tablicy 1, splątkowano i odolejono w sposób okresowy, mieszając w temperaturze 22°C przy stosunku wagowo-objętościowym ciała stałe-ciecz 1:20 w dwóch jednogodzinnych szarżach z n-heksanem oraz w jednym etapie z n-heksanem i etanolem, przy różnych stężeniach i przy czasie kontaktu wynoszącym 1 godzinę.

W tablicy 2 podano wyniki analiz mikrobiologicznych dla różnych stężeń etanolu. Wyniki te wykazują różne zachowanie się drobnoustrojów względem tego samego czynnika sanityzującego: ten ostatni jest bardzo aktywny wobec wegetatywnych szczepów bakteryjnych, drożdży i pleśni, podczas gdy szczepy tworzące zarodniki są silnie odporne. Przed poddaniem analizie mączkę suszono w temperaturze otoczenia przez 48 godzin.

Przykład II. Przykład ten dotyczy przygotowania odolejonej mączki o odpowiedniej czystości mikrobiologicznej przez ekstrakcję oleju z obłuszczonych nasion słonecznika za pomocą n-heksanu, zawierającego 5% objętościowych etanolu, przy wagowo-objętościowym stosunku ciała stałe-ciecz wynoszącym 1:20, w temperaturze 22°C. Mączkę suszono w temperaturze otoczenia w ciągu 12 godzin lub 48 godzin.

Obłuszczone nasiona słonecznika, których stopień zanieczyszczenia był znany i które miały skład

chemiczny typu podanego w tabelicy 1, poddano odolejaniu mieszaniną n-heksanu i etanolu (5% obj. tego ostatniego) przy różnych czasach kontaktu po splatkowaniu i po dwóch etapach periodycznej ekstrakcji n-heksanem trwającym 1 godzinę każdy. Temperatura wynosiła 22°C, wagowo-objętościowy stosunek ciała stałe-ciecz wynosił 1:20. Czasy suszenia w temperaturze otoczenia wynosiły od 12 do 48 godzin.

Wyniki zebrane w tabelicy 3 pokazują, że sanitaryczne działanie 5% etanolu jest znaczne już po pierwszych 30 minutach kontaktu. Suszenie mączki w temperaturze otoczenia przy różnych czasach kontaktu okazało się nie mieć wpływu na zawartość bakterii w produktach poddanych badaniom.

Przykład III. Przykład ten dotyczy przygotowania odolejonej mączki o odpowiedniej czystości mikrobiologicznej przez ekstrakowanie oleju z obłuszczonych nasion słonecznika za pomocą n-heksanu, zawierającego 5% objętościowych etanolu, przy wagowo-objętościowym stosunku ciała stałe-ciecz 1:5 i w temperaturze 22°C.

Skład chemiczny był taki, jak podano w tabelicy 1. Ekstrakcję oleju z obłuszczonych nasion przeprowadzono w dwóch szarżach ekstrakcyjnych ciała stałe-ciecz w stosunku 1:20 z n-heksanem, po których następował trzeci etap ekstrakcyjny z użyciem 5% etanolu w n-heksanie przy wagowo-objętościowym stosunku ciała stałe-ciecz wynoszącym 1:5 i przy różnych czasach kontaktu w temperaturze 22°C. W ten sposób otrzymanej mączce pozwolono schnąć pod osłoną w temperaturze otoczenia przez 48 godzin.

Wyniki zebrane w tabelicy 4 pokazują sanitaryczne działanie mieszaniny etanol-heksan, także i dla wagowo-objętościowych stosunków ciała stałe-ciecz wynoszących 1:20 i poniżej, przy czym efekt tego działania jest nieco słabszy w porównaniu z danymi tabelicy 3 dla przykładu II.

Przykład IV. Przykład ten dotyczy przygotowania odolejonej mączki o odpowiedniej czystości mikrobiologicznej z obłuszczonych nasion sło-

necznika za pomocą ekstrakcji oleju n-heksanem, zawierającym odpowiednio 2 lub 3% etanolu, przy wagowo-objętościowym stosunku ciała stałe-ciecz 1:20 i w temperaturze 22°C.

Skład chemiczny obłuszczonych nasion słonecznika był taki, jak podano w tabelicy 1.

Ekstrakcję oleju z obłuszczonych nasion przeprowadzono w dwóch szarżach ekstrakcyjnych z n-heksanem 1:20 (ciało stałe:ciecz), po których następował trzeci etap ekstrakcji z użyciem 2% etanolu w n-heksanie lub 3% obj. etanolu w n-heksanie przy wagowo-objętościowym stosunku ciała stałe-ciecz 1:20 i w temperaturze 22°C. Tak otrzymaną mączkę suszono w temperaturze otoczenia w ciągu 48 godzin.

Wyniki zebrane w tabelicy 5 pokazują, że sanitaryczne działanie mieszaniny etanol-n-heksan jest znaczne przy stężeniu wynoszącym 3% etanolu w n-heksanie przy czasie kontaktu 3 godzin.

Przykład V. Przykład ten dotyczy przygotowania odolejonej mączki o odpowiedniej czystości mikrobiologicznej przez ekstrakcję oleju z obłuszczonych nasion słonecznika za pomocą n-heksanu, zawierającego 3% obj. etanolu, przy wagowo-objętościowym stosunku ciała stałe-ciecz wynoszącym 1:20, przy czasach kontaktu wynoszących 1, 2 lub 3 godziny i w temperaturze 60°C.

Skład chemiczny obłuszczonych nasion był taki, jak podano w tabelicy 1.

Ekstrakcję oleju z obłuszczonych nasion przeprowadzono w dwóch szarżach ekstrakcyjnych z n-heksanem 1:20 (ciało stałe:ciecz), po których następowała trzecia szarża ekstrakcyjna z użyciem 3% obj. etanolu w n-heksanie przy wagowo-objętościowym stosunku ciała stałe-ciecz wynoszącym 1:20, w temperaturze 60°C i przy czasach kontaktu wynoszących 1, 2 lub 3 godziny. Tak otrzymaną mączkę suszono w temperaturze pokojowej w ciągu 48 godzin. Jak można zaobserwować z danych, zastosowanych w tabelicy 6, zastosowanie wyższej temperatury, to jest temperatury 60°C nie polepszyło sanitarycznego efektu działania mieszaniny etanol-n-heksan.

Tabela 2

Wpływ stężenia etanolu w n-heksanie na zawartość bakterii w odolejonej mączce słonecznikowej.

Testy mikrobiologiczne	Płatki	Mączka odolejona za pomocą				
		n-heksanu	n-heksanu z 1% etanolu	n-heksanu z 3% etanolu	n-heksanu z 4% etanolu	n-heksanu z 5% etanolu
Liczba bakterii na 1 gram	$7 \cdot 10^5$	$6 \cdot 10^5$	$7 \cdot 10^5$	$3 \cdot 10^5$	$5 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^5$
Tworzące zarodniki na 1 gram	10^5	$6 \cdot 10^5$	$8 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^5$	$5 \cdot 10^5$	10^5
Drożdże na 1 gram	$8 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^3$	$< 10^2$	< 10	< 10	$< 10^2$
Pleśnie na 1 gram	$6 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^5$	$6 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^2$	$3 \cdot 10^2$	$2 \cdot 10^2$
Enterobacteriaceae w 1 gramie	+	+	+	—	—	—
0,1 gram	+	+	+	—	—	—
0,01 gram	+	+	—	—	—	—
Escherichia coli w 1 gramie	—	—	—	—	—	—
0,1 gram	—	—	—	—	—	—
0,01 gram	—	—	—	—	—	—

Tablica 3

Wpływ czasu kontaktu na zawartość bakterii w odolejonej mączce słonecznikowej dla 5% etanolu w n-heksanie

Testy mikrobiologiczne	Płatki	Mączka odolejona za pomocą	Mączka odolejona za pomocą 5% etanolu w n-heksanie					
		n-heksanu	Czas suszenia 48 godzin				Próbka A	
			Czas kontaktu 3 godziny (próbka A)	Czas kontaktu 1 godzina	Czas kontaktu 45 min.	Czas kontaktu 30 min.	Suszone przez 12 godz.	Suszone przez 48 godz.
Liczba bakterii na 1 gram	$7 \cdot 10^5$	$6 \cdot 10^6$	$2 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^5$	$3 \cdot 10^6$	10^6	$5 \cdot 10^5$	$7 \cdot 10^5$
Tworzące zarodniki na 1 gram	10^5	$6 \cdot 10^5$	10^5	10^6	$3 \cdot 10^6$	10^6	$3 \cdot 10^5$	$3 \cdot 10^5$
Drożdże na 1 gram	$8 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^3$	$<10^2$	$<10^2$	$<10^2$	$<10^2$	2·10	10
Pleśnie na 1 gram	$6 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^2$	$2 \cdot 10^3$	$4 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^3$	10^2	10^2
Enterobacteriaceae w 1 gramie	+	+	—	—	—	—	—	—
0,1 grama	+	+	—	—	—	—	—	—
0,01 grama	+	+	—	—	—	—	—	—
Escherichia coli w 1 gramie	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1 grama	—	—	—	—	—	—	—	—
0,01 grama	—	—	—	—	—	—	—	—

Tablica 4

Wpływ czasu kontaktu na zawartość bakterii w odolejonej mączce z nasion słonecznika dla 5% etanolu w n-heksanie przy wagowo-objętościowym stosunku ciało stałe:ciecz wynoszącym 1:5

Testy mikrobiologiczne	Płatki	Mączka odolejona za pomocą			
		n-heksanu	n-heksanu z 5% etanolu stosunek (c. stałe: ciec 1:5) 1 godz.	n-heksanu z 5% etanolu stosunek (c. stałe: ciec 1:5) 2 godz.	n-heksanu z 5% etanolu stosunek (c. stałe: ciec 1:5) 3 godz.
Liczba bakterii na 1 gram	$7 \cdot 10^5$	$6 \cdot 10^6$	$3 \cdot 10^4$	$4 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^4$
Tworzące zarodniki na 1 gram	10^5	$6 \cdot 10^5$	$3 \cdot 10^4$	$4 \cdot 10^4$	$4 \cdot 10^4$
Drożdże na 1 gram	$8 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^3$	<10	<10	<10
Pleśnie na 1 gram	$6 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^5$	$3 \cdot 10^3$	10^3	$3 \cdot 10^3$
Enterobacteriaceae w 1 gramie	+	+	+	+	—
0,1 gram	+	+	+	—	—
0,01 gram	+	+	—	—	—
Escherichia coli w 1 gramie	—	—	—	—	—
0,1 gram	—	—	—	—	—
0,01 gram	—	—	—	—	—

Tablica 5

Wpływ czasu kontaktu na zawartość bakterii w odolejonej mączce z nasion słonecznika dla stężeń 2 i 3% etanolu w n-heksanie

Testy mikrobiologiczne	Płatki	Mączka odolejona za pomocą							
		n-heksanu	n-heksanu z 2% etanolu (objęt.)				n-heksanu z 3% etanolu (objęt.)		
			1 godz. kontaktu	2 godz. kontaktu	3 godz. kontaktu	6 godz. kontaktu	30 min. kontaktu	1 godz. kontaktu	3 godz. kontaktu
Liczba bakterii na 1 gram	$7 \cdot 10^5$	$6 \cdot 10^6$	$7 \cdot 10^5$	10^6	$7 \cdot 10^5$	$6 \cdot 10^5$	$7 \cdot 10^5$	$4 \cdot 10^5$	$3 \cdot 10^5$
Tworzące zarodniki na 1 gram	10^5	$6 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^5$	10^5	$2 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^5$	$5 \cdot 10^5$	$4 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^5$
Drożdże na 1 gram	$8 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^3$	10^2	10^2	10^2	10^2	$<10^2$	$<10^2$	<10
Pleśnie na 1 gram	$6 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^5$	$3 \cdot 10^4$	$3 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^4$	$3 \cdot 10^3$	$3 \cdot 10^2$
Enterobacteriaceae w 1 gramie	+	+	+	+	+	+	+	+	—
0,1 gram	+	+	+	+	+	+	+	—	—
0,01 gram	+	+	+	+	—	—	—	—	—
Escherichia coli w 1 gramie	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1 gram	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,01 gram	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Tablica 6

Wpływ czasu kontaktu na zawartość bakterii w mączce z nasion słonecznika dla stężenia 3% obj. etanolu w n-heksanie w temperaturze 60°C

Testy mikrobiologiczne	Płatki	Mączka odolejona za pomocą			
		n-heksanu	n-heksanu z 3% etanolu w 60°C		
			1 godzina	2 godziny	3 godziny
Liczba bakterii na 1 gram	$7 \cdot 10^5$	$6 \cdot 10^6$	$5 \cdot 10^4$	$7 \cdot 10^4$	$4 \cdot 10^4$
Tworzące zarodniki na 1 gram	10^5	$6 \cdot 10^5$	$5 \cdot 10^4$	$7 \cdot 10^4$	$3 \cdot 10^4$
Drożdże na 1 gram	$8 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^3$	<10	<10	<10
Pleśnie na 1 gram	$6 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^3$	$4 \cdot 10^2$	$2 \cdot 10^2$
Enterobacteriaceae w 1 gramie	+	+	+	+	—
0,1 gram	+	+	—	—	—
0,01 gram	+	+	—	—	—
Escherichia coli w 1 gramie	—	—	—	—	—
0,1 gram	—	—	—	—	—
0,01 gram	—	—	—	—	—

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ekstrakcji nasion oleistych, zwłaszcza słonecznika, za pomocą mieszaniny rozpuszczalników, prowadzący do otrzymania spożywczych mączek białkowych o dopuszczalnej czystości mikrobiologicznej, **znamienny tym**, że stosuje się mieszaninę rozpuszczalników złożoną z rozpuszczalnika węglowodorowego i środka sanityzującego mającego zdolność jednorodnego mieszania się z rozpuszczalnikiem węglowodorowym, takiego jak związek organiczny mający łańcuch alkilowy o 1—5 atomach węgla i co najmniej jedną grupę polarną o charakterze alkoholowym, przy czym

ekstrakcję prowadzi się w temperaturze około 20°C lub wyższej, jednak nie przekraczającej 60°C przy stosunku ciało stałe:ciecz wynoszącym 1:1—1:40.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako środek sanityzujący stosuje się etanol.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako rozpuszczalnik węglowodorowy stosuje się n-heksan.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ekstrakcję nasion słonecznika prowadzi się w temperaturze 20—22°C przy stężeniu etanolu w heksanie 3—5% przy stosunku ciało stałe:ciecz wynoszącym 1:5—1:20.