

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

239904

(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴

B 01 D 11/02

(22) Prihlášeno 23 05 79

(21) PV 3539-79

(32) (31)(33) Právo přednosti od 24 05 78
23720 A/78 Itálie

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) Vydáno 15 05 87

(72) Autor vynálezu EMMI EGIDIO, ŘÍM; SODINI GIANCARLO, ŘÍM (Itálie)

(73) Majitel patentu E.N.I. ENTE NAZIONALE IDROCARBURI, ŘÍM (Itálie)

(54) Způsob extrakce organických složek z rostlinných materiálů

Postup extrakce se provádí v několika nádobách spojených sériově, ve kterých se rostlinný materiál míchá a uvádí do protiproudového styku s rozpouštědlem nebo se směsí rozpouštědel. Rostlinný materiál se uvádí do libovolné z uvedených nádob a je zde udržován po celou dobu extrakce. Čerstvé rozpouštědlo je přiváděno do té nádoby, která obsahuje nejsilněji extrahovaný rostlinný materiál. Rychlost proudění rozpouštědla je 2 až 15 m³ . s⁻¹ na metr čtvereční. Postup je kontinuální, vzhledem k rozpouštědлу a diskontinuální, vzhledem k pohybu pevného materiálu.

Postup je možno využít i pro ostatní případy extrakce pevných látek kapalinou.

Vynález se týká způsobu extrakce organických složek z rostlinných materiálů, při kterém se používá několika nádob spojených sériově. Rostlinný materiál se míchá a uvádí do protiproudového styku s rozpouštědlem nebo se smísí několika rozpouštědel.

Obecně je možno uvést, že postup podle uvedeného vynálezu náleží do oboru extrakcí pevných látek kapalinou. Zejména je tento postup využitelný při extrakcích složek z přírodních materiálů. Z důvodů konkretizace bude popis vynálezu a rozsah ochrany vztažen na extrakci organických složek z rostlinných materiálů. Tento postup bude konkrétně ilustrován na postupu extrakce lipidů a nežádoucích složek z kulturních plodin za účelem získání moučky a koncentrátů.

Je velmi dobře známo, že semen obsahujících olej, ať již semena s vysokým obsahem oleje, jako je například slunečnice, podzemnice olejná, bavlník, a nebo s nízkým obsahem oleje, jako je například sója olejnatá, semena z vinné révy, sezam, se používají v potravinářském průmyslu, hlavně jako zdroje lipidů a získaných extrakčních koláčů se používá v krmivářském průmyslu.

Semena obsahující olej jsou z tohoto důvodu velmi důležitým přírodním zdrojem proteinů, které mají vysokou biologickou hodnotu, a proto mají velkou potenciální užitečnost pro výživu lidstva.

Využití proteinů, které jsou obsaženy v přírodních semenech, pro výživné účely je ovšem přesně omezeno z důvodu přítomnosti toxických a/nebo nežádoucích látek, jako jsou například fenoly, zkvasitelné cukry, inhibitory trávení, lignin a další látky, a dále vynějššími faktory, které mají vliv na technologické zpracovávání daného materiálu, jako je například pokles rozpustnosti proteinů, Mailardova reakce mezi cukry a proteiny, kondenzační reakce mezi fenoly a proteiny a další faktory.

Obecně řečeno, všechna semena, která se používají pro přípravu proteinových produktů nejsou vyloučena z nežádoucích a/nebo toxických látek.

Konkrétně je možno v tomto bodě uvést, že proteinová moučka ze slunečnicových semen (tzn. semen, která mají vysoký obsah oleje), která je získávána v průmyslovém zařízení, ve kterém se provádí oddělování oleje, nemůže být použita pro lidi jako potrava, vzhledem k oběma důvodům uvedeným shora.

V posledních letech byla navržena celá řada postupů pro extrakci toxických a/nebo nežádoucích složek z proteinových mouček, přičemž zvláštní pozornost byla věnována extrakčním metodám, při kterých by byly vyloučeny vnější příčiny, kvůli kterým dochází ke ztrátám základních vlastností extrakčních produktů.

Ve skutečnosti mají extrakční koláče, které se získávají v běžných postupech extrakce oleje z přírodních materiálů, zpravidla vysoký obsah surových vláknin, nízkou hodnotu NSI (index rozpustnosti dusíku) jako výsledek použitých vysokých provozních teplot, a biologické ochuzení proteinové frakce.

K tomu aby mohl být extrakční koláč s vysokým obsahem proteinů, který je získán z olejnatých semen, to znamená materiál citlivý jako surovina pro provedení na produkty vhodné pro výživové účely, použít pro tyto účely, spočívá první problém v tom, jak zbevit tuku semena s nízkým obsahem surových vláknin postupem, který vyžaduje pracovní teploty pod teplotou denaturace proteinů.

V současné době nejsou známy žádné pracovní postupy, které by byly schopny obejít výše uvedené podmínky, přičemž by současně poskytly ekonomicky přijatelný postup.

Extrakce lipidů se obecně provádí následujícím způsobem. Stlačování, extrakce perkolním rozpouštědlem, extrakce rozpouštědlem se současným ponořováním materiálu, stlačování a extrakce rozpouštědlem.

Při postupech odstraňování tuku stlačováním a extrakcí za použití perkolního rozpouštědla dochází k tomu, že v produktu se vyskytne množství inertních složek (tzn. surových vláknin), a z tohoto důvodu se technologicky přijatelné zpracování, kromě jiného, provádí při příliš vysokých teplotách, zvláště v případě uvedeného stlačování.

Cílem uvedeného vynálezu je překonat shora uvedené nedostatky dosavadního stavu techniky a navrhnout ekonomicky přijatelný postup extrakce.

Podstata způsobu extrakce organických složek z rostlinných materiálů při použití několika nádob spojených sériově, ve kterých se pevný rostlinný materiál míchá a uvádí do protiproudového styku s rozpouštědlem nebo se směsí několika rozpouštědel, přičemž pevné podíly, které byly strženy proudem rozpouštědla z poslední nádoby, se oddělí ve filtračním stupni, podle uvedeného vynálezu spočívá v tom, že se rostlinný materiál uvádí do libovolné z uvedených nádob a je zde udržován po celou dobu extrakce, přičemž čerstvé rozpouštědlo je přiváděno do té nádoby, která obsahuje nejsilnější extrahovaný rostlinný materiál a rychlost proudění rozpouštědla činí 2 až 15 m³/s/m².

Výhodou extrakčního postupu podle uvedeného vynálezu je to, že při tomto postupu je možno zbavit tuku rostlinná semena za pomoci rozpouštědla nebo rozpouštědel, přičemž tato extrakční rozpouštědla jsou srovnatelná co do účinku s obdobnými postupy, při kterých se odstraňuje zbytkový olej z moučky. Daná semena mohou být buďto částečně, nebo úplně zbavena slupek. Postup podle uvedeného vynálezu může být rovněž použit pro extrakci toxických a/nebo nežádoucích složek za pomoci rozpouštědel, přičemž se vychází jednak ze semen a jednak z moučky zbavené tuku. Kromě toho je třeba uvést, že tento postup podle vynálezu umožňuje současně extrahovat olej a toxické a/nebo nežádoucí složky použitím vhodné rozpouštědlové směsi, přičemž se vychází dokonce i ze semen, která nejsou zbavena slupek.

Při provádění postupu podle vynálezu se rozpouštědlo nebo rozpouštědla přivádí nebo odvádí z uvedených nádob nebo do uvedených nádob za specifické hodnoty průtokové rychlosti, která je vybrána z předem stanoveného rozmezí, a toto rozmezí je definováno hodnotami od 2 do 15 m³ za hodinu na metr čtvereční; přičemž průtok $\underline{n}$ nádobami je kontinuální.

Při praktickém provádění postupu podle uvedeného vynálezu se po naplnění každé extrakční nádoby vhodně rozmělněným materiálem každá nádoba plní rozpouštědlem a potom se zahájí míchání.

V dalším postupu se do první extrakční nádoby zavede čerstvé rozpouštědlo, takže rozpouštědlo přítomné v této extrakční nádobě se zředí a tím se dosáhne velmi účinného průběhu extrakce.

Rozpouštědlo odváděné z této extrakční nádoby se zavádí do další extrakční nádoby, přičemž se opakuje stejný postup, a tento postup se dále opakuje v dalších následujících $\underline{n}$ extrakčních nádobách.

Poté, co se pevná hmota v prvním extraktoru vyčerpá, provede se zvlhčení a přivede se čerstvé rozpouštědlo, přičemž se tato extrakční nádoba zapojí jako poslední v uvedené sérii. Přívod čerstvého rozpouštědla je veden z prvního reaktoru do dalšího, a tak dále.

V případě, kdy se z každé extrakční nádoby odvádí asi 10 % pevného materiálu (kterým se míní nejjemnější složky (prostřednictvím rozpouštědlového proudu, je nutno do řady extrakčních nádob zařadit filtr, ve kterém se provede oddělení podílu pevného materiálu, který postupuje s proudem rozpouštědla, a tím se provede dokončení tohoto postupu.

Praktické provádění postupu podle vynálezu a účinnost tohoto postupu jsou přísně omezeny počtem proměnných parametrů, které musí být navzájem vhodně upraveny.

Základním parametrem postupu podle uvedeného vynálezu, jako již bylo výše uvedeno, je specifická průtoková rychlost rozpouštědla, které je přiváděno a odváděno z extrakční nádoby, přičemž tato hodnota se musí pohybovat v rozmezí od 2 do 15 metrů krychlových za hodinu a metr čtvereční.

I ostatní parametry je nutno vhodně zvolit, jako jsou například poměr výšky k průměru nádoby, geometrické uspořádání filtračního členu, velikost otvorů ve filtračním členu, materiál, který tvoří filtrační člen, tloušťka filtračního členu, kinematická viskozita zpracovávané kaše a intenzita míchání, udržovanému v uvedených extrakčních nádobách.

Pro každého odborníka, jenž pracuje v daném oboru bude snadné zvolit vhodné parametry a hodnoty z výše uvedeného výpočtu proměnných tak, aby bylo dosaženo optimálního průběhu postupu a účinnosti extrakce v závislosti na druhu zpracovávané pevné hmoty, velikosti částíček, rozpouštědla a dalších proměnných veličinách, které se mohou vyskytnout.

Uvedené detaily provedení pracovního postupu neomezují níže uvedeného vynálezu, přičemž jak již bylo uvedeno postup extrakce může být použit i na ostatní případy extrakce pevných látek kapalinou. Postup podle uvedeného vynálezu může být aplikován na extrakci základních složek obsažených v přírodních materiálech, přičemž se jako extrakčních činidel použije jak organických, tak vodných rozpouštědel.

Postup extrakce organických složek z rostlinných materiálů podle vynálezu je možno provádět v zařízení, které jako příkladně zobrazeno na přiloženém obrázku.

Toto zařízení sestává z extrakční nádoby, ve které je upraven přívod 1 extrakčního rozpouštědla, přívod 2 pevného zpracovávaného materiálu, odvod 3 extrakčního rozpouštědla, dále přívod 4 čistého rozpouštědla a odvod 5 extrahovaných pevných látek. Uvnitř extrakční nádoby je upraven filtrační element 6, vlnolamová diafragma 7 a míchadlo 8. Ke sledování průběhu extrakce je na extrakční nádobě upraven tlakový měřák 9 a elektrický motor 10.

V extrakční nádobě je upraven filtrační element 6 pro pevný materiál, který je extrahován postupem podle vynálezu. Tento element může mít různý tvar a velikost (např. svíčkový tvar, válcovitý tvar, tvar hvězdy, kulový tvar a podobně), přičemž musí mít perforaci (otvory) různého rozměru tak aby docházelo k zadržení maximálně možného množství pevných látek a současně aby byl zajištěn volný tok kapalného rozpouštědla tímto zařízením.

Jinými slovy řečeno, tento člen působí jako síto, přičemž určitá frakce pevného materiálu proudí tímto sítem a je unášena rozpouštědlovým proudem. Ve vnitřním prostoru uvedené extrakční nádoby je rovněž umístěno jedolopátkové nebo vícelopátkové míchadlo 8, přičemž otáčky za minutu tohoto míchadla je možno měnit.

Rozpouštědlo se obvykle přivádí do extrakční nádoby zdola, přičemž odvádění tohoto rozpouštědla se provádí v závislosti na filtračním členu nebo lépe řečeno na prosévacím členu. Vhodné otvory pro přivádění a odvádění pevných látek jsou vytvořeny v horní části a u dna uvedené extrakční nádoby. Ve vnitřním prostoru uvedené extrakční nádoby je rovněž umístěna vlnolamová diafragma. Průměr otvorů síta a materiál, který je použit pro toto síto se mění v závislosti na typu extrakce, která se provádí, přičemž tyto parametry závisí obvykle na typu použitého rozpouštědla a na stupni rozemlnění pevného materiálu.

Celkový extrakční systém je tvořen n extrakčními nádobami, ve kterých jsou upraveny míchací prostředky, přičemž v uvedených nádobách jsou rovněž upraveny filtrační členy, které jsou během provádění postupu extrakce udržovány na přijatelném stavu čistoty vyvoláváním vířivého pohybu pomocí míchání.

Tyto uvedené filtrační členy tedy fungují spíše jako filtrační clony kapalně fáze, než jako filtrační síta v obvyklém smyslu.

Materiál, který je určen ke zpracování se zavádí v předem stanovených časových intervalech do každé nádoby, ve které zůstávají po dobu potřebnou k provedení extrakce. Tento materiál se přivádí do extrakční nádoby ve formě kaše, která se předem připraví smísením materiálu a částečně vyčerpaným extrakčním rozpouštědlem.

Rozpouštědlo prochází sériově uspořádanými extrakčními nádobami, ve kterých se provádí míchání, přičemž nástřík čerstvého rozpouštědla je veden z kterékoliv nádoby do následující extrakční nádoby v předem zvolených časových intervalech.

Rovněž odvádění zpracovaného pevného materiálu z každé extrakční nádoby se provádí v pravidelných intervalech. Pohyb jednotlivých nástříků a odvádění jak pevných látek tak rozpouštědla, umožňuje dosažení zjevného pohybu materiálu, vzhledem k extrakčnímu rozpouštědлу.

Ve skutečnosti se při provádění postupu podle uvedeného vynálezu materiál, který je určen ke zpracování, uvádí do styku nejdříve s částečně vyčerpaným rozpouštědlem a potom v dalším postupu dochází ke styku se stále čistějším a čistějším rozpouštědlem, až do stavu, kdy je téměř úplně extrahovaný materiál promyt čerstvým rozpouštědlem. Postup podle vynálezu je kontinuální, vzhledem k rozpouštědлу a diskontinuální vzhledem k pohybu pevného materiálu.

Pevný materiál ve formě jemného částečkového materiálu je veden společně s rozpouštědlem na extrakci, aniž by byl oddělován, přičemž filtrační člen zde působí jako clona (tzn. nepřítomnost filtračního koláče) za účelem udržení minimálního poklesu tlaku rozpouštědla v uspořádání extrakčních nádob. Tento materiál se oddělí na filtru a potom se promyje stejným extrakčním rozpouštědlem. Toto může být provedeno z toho důvodu, že koncentrace extrakčního rozpouštědla periodicky klesá z maximální hodnoty na minimální hodnotu.

Při dokončování každé periody, při které se materiál odděluje na filtru a částečkovitý materiál se promývá, se takto vytvořený pevný filtrační koláč recykluje do nádoby, která obsahuje přiváděný pevný materiál.

Aplikace postupu podle uvedeného vynálezu, který je detailně popsán výše, je charakterizována následujícími hodnotami kritických parametrů, které byly již uvedeny výše:

- poměr výšky k průměru nádoby se pohybuje v rozmezí od 0,5 do 1,5,
- geometrické charakteristiky filtračního členu: průměr otvoru filtračního členu se pohybuje v rozmezí od 1 do 200 μm ,
- materiál, ze kterého je zhotoven filtrační člen: syntetická a přírodní vlákna,
- tloušťka filtračního členu se pohybuje v rozmezí od 1 do 100 μm ,
- kinematická viskozita zpracovávané kaše se pohybuje v rozmezí od $0,1 \cdot 10^{-6}$ do $100 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$,
- intenzita míchání, které je udržováno v extrakční nádobě: 0,2 až 2 kilowaty na metr krychlový.

V následujícím budou uvedeny praktické příklady provedení postupu extrakce organických složek z rostlinných materiálů podle uvedeného vynálezu, které dále detailněji objasňují některé znaky tohoto postupu. Ještě před uvedením těchto příkladů budou specifikovány, některé podmínky, které jsou ve všech příkladech stejné.

Jako příklad zpracovávaných materiálů je možno uvést následující suroviny: slunečnicová semena, která byla ručně zpracována za účelem odstranění slupek, nebo byl tento materiál zbaven slupek průmyslovým postupem podle Buhlera, dále semena sóji olejnaté, která byla rovněž zbavena slupek.

Olejnatá semena, použitá v tomto postupu k extrakci lipidů, byla rozmělněna v Dieffenbachově mlýnu.

V dále uvedených příkladech provedení bylo použito následujících chemických analytických metod.

Chemické analýzy surového materiálu, který je určen ke zpracování extrakcí postupem podle vynálezu, a konečných produktů, byly provedeny postupy podle standardních metod. AOAC metody (Association Official Analytical Chemists) 12. vydání, 1975, byly použity pro následující:

obsah vlhkosti: č. 14 004,
Kjeldahlův dusík: č. 7 017-7021,
surové vlákniny: č. 7054,
popeloviny: č. 14 006,
cukry: č. 14024-14025.

Zjišťování celkového obsahu cukrů bylo provedeno podle Duboise a kol., 1956, Anal. Chem. 28, 350.

Pro provedení chemických analýz bylo použito reakčních činidel v čistém stavu.

Obsah normálního hexanu a etanolu, jako zbytků, byl stanoven podle Wana a kol., 1977, J. A. C. C. S., 54, 542.

Metoda AACC č. 30-36 (American Association of Cereals Chemists), 1962, byla použita pro stanovení lipidů.

Zjišťování obsahu ligninu bylo provedeno podle Standard Methods of Chemical Analysis, 6. vydání, Volume II/B, str. 1 737.

Obsah celulózy byl stanoven z rozdílu mezi surovými vlákninami a obsahem celulózy, obsah chlorogenové kyseliny, vyjádřeno jako obsah fenolů, jednak v pevném materiálu a jednak v kapalném materiálu, byl zjišťován metodou podle Bittoniho a kol., 1977, Rivista Italiana Sostanze Grasse, 54, 421. Index rozpustnosti dusíku pH 9,5 a při pH 7,0 byl zjišťován podle AOCS (Analytical Oil Chemists Society), 1969, Ba 11-65.

Příklad 1

Extrakce lipidů ze slunečnicových semen zbavených slupek.

Příprava moučky ze semen zbavených slupek:

Semena slunečnice zbavená slupek, o chemickém složení uvedeném v tabulce 1, se získají z procesu úplného zbavování slupek, a potom se rozemelou na tloušťku 0,25 ml v Diefenbachově mlýně. Tyto materiály se extrahují rozpouštědlem bez jakéhokoliv dalšího zpracovávání.

Extrakce lipidů:

Tato extrakce se provádí v extraktoru zobrazeném na přiloženém obr., přičemž provozní podmínky jsou následující:

- přiváděný materiál, 2,5 kg slunečnicových semen ve formě vloček, bylo přivezeno do extraktoru, konstruovaného v podstatě stejným způsobem jako viz výše, o objemu 15 litrů,
- extrakční rozpouštědlo - nor. hexan,
- intenzita míchání - 0,8 kW/m³
- teplota - 35 °C,
- doba extrakce - 6 hodin,
- průtoková rychlost extrakčního rozpouštědla - 12,5 litrů na hodinu,
- filtrační element - ocelové korozivzdorné pletivo o průměru ok 25 μm.

Celkové množství zpracovávaného materiálu ve formě kaše z uvedených vloček, připravených shora uvedeným postupem, se zavádí v časových intervalech, představovaných jednou hodinou, v pravidelném střídání do každého extraktoru. Počet použitých extrakčních nádob je v tomto případě 6.

Potom se za stálých podmínek 1 kg těchto slunečnicových semen extrahuje 5 l rozpouštědla. Asi 10 % materiálu, který se extrahuje podle tohoto příkladu provedení, o rozměru částic menším než 25 μm, se odvede extrakčním rozpouštědlem otvory filtračního členu. Tento materiál, který odchází z uvedené extrakční nádoby se recykluje do skladovací nádrže, společně s odpovídajícím podílem dodané moučky.

Takto získaná slunečnicová moučka zbavená tuku, odvedená z každého extraktoru se zpracuje stripováním za účelem odstranění rozpouštědla, ve vakuové peci při teplotě 25 °C. Stanovení týkající se obsahu proteinů, lipidů, vlhkosti, chlorogenové kyseliny (ve formě fenolů), ligninu, celulózy, cukrů, a popelovin bylo provedeno dvakrát, pomocí metod, které jsou uvedeny již výše, přičemž byly analyzovány vzorky moučky zbavené tuku po zpracovávání trvajícím 48 hodin.

Výsledky analýz jsou uvedeny v následující tabulce č. 1, kde je uvedeno, že obsah zbytkových lipidů je menší než 2 % a hodnota NSI (index rozpustnosti dusíku) při hodnotě pH 9,5 je 77,5 %.

239904

8

T a b u l k a 1

Extrakce lipidů ze slunečnicových semen zbavených slupek

Složky, chemické složení	Semena		Rozpouštědlo		Moučka zbavená tuku a hexanu		Vyčerpané roz- pouštědlo	
	kg/h	sušina (hmot. %)	kg/h	hmot. %	kg/h	sušina (hmot. %)	kg/h	hmot. %
Proteiny (Nx6,25)	0,517	21,28			0,517	58,75		
Lipidy	1,564	64,42			0,016	1,80	1,55	15,8
Fenoly	0,057	2,34			0,057	6,46		
Celulózy	0,044	1,83			0,044	5,06		
Lignin	0,005	0,19			0,005	0,52		
Cukry	0,079	3,26			0,079	9,00		
Popeloviny	0,065	2,68			0,065	7,40		
Hexan			8,25	100			8,25	84,2
Nedusíkaté extrakty	0,099	4,00			0,112	11,01		
Celkem na sušinu	2,430	100,00	8,25	100	0,880	100,00	9,80	100,0
Voda	0,070	2,79			0,082	9,28		
NSI (při pH 9,5)						77,50		

Příklad 2

Extrakce lipidů ze semen sóji, částečně zbavených slupek.

Příprava semen:

Semena sóji, částečně zbavená slupek, jejichž chemické složení je uvedeno v tabulce 2. Tyto semena, byly před provedením samotné extrakce lipidů zpracovány při teplotě 70 °C v peci po dobu 30 minut a potom byly rozmělněny v Diefenbachově mlýnu na vločky o tloušťce 0,25 mm.

Extrakce lipidů:

V tomto postupu bylo použito postupu extrakce provedené v extraktoru zobrazeném na přiloženém obr., přičemž podmínky postupu byly následující:

- přiváděný materiál: 5 kg sóji ve formě vloček, připravených viz výše, se přivede do extraktoru o objemu 15 litrů,
- extrakční rozpouštědlo: nor. hexan,
- intenzita míchání: 1,0 kW/m³,
- teplota: 35 °C,
- doba extrakce: 3 hodiny,
- průtoková rychlost extrakčního rozpouštědla: 20 l/l.
- průtoková rychlost recyklovaného rozpouštědla: 22 l/h,
- filtrační člen: ocelové korozivzdorné pletivo s otvory mesh 125 μm.

Celkové množství materiálu, které se má extrahovat, ve formě vloček, který byl připraven shora uvedeným postupem, se přivádí ve 30 minutových intervalech v pravidelném střídání do každého extraktoru. Počet extraktorů je v tomto případě 6.

Podle tohoto provedení se 1 kg uvedených vloček sóji extrahuje za stálých podmínek 2 l rozpouštědla. Asi 10 % materiálu, který se extrahuje o velikosti částecek menší, než je 125 μm, je odvedeno rozpouštědlem filtračními otvory.

Tento materiál, který odchází z extraktoru se recykluje do zásobní nádoby, přičemž do této nádoby se zavádí současně s odpovídajícím dalším podílem moučky zbavené tuku.

Moučka sóji zbavená tukového podílu, odváděná z každého extraktoru se podrobí strippingu rozpouštědla ve vakuové peci při teplotě 25 °C.

Stanovení proteinů, lipidů, vlhkosti, obsahu ligninu, celulózy, cukrů a popelovin se provede dvakrát postupem, který je uveden výše, přičemž tato analýza se provede se vzorky moučky zbavené tukového podílu po zpracování trvajícím 72 hodin.

Výsledky analýz jsou uvedeny v tabulce 2, kde je uvedeno, že obsah zbytkových lipidů je menší než 1,3 % a hodnota NSI (index rozpustnosti dusíku) při hodnotě oH 9,5 je 86,7 %.

T a b u l k a 2

Extrakce lipidů ze sójových semen částečně zbavených slupek

Složky, chemické složení	Semena		Rozpouštědlo		Moučka zbavená tuku a hexanu		Vyčerpané roz- pouštědlo	
	kg/h	sušina (hmot. %)	kg/h	hmot. %	kg/h	sušina (hmot. %)	kg/h	hmot. %
Proteiny (Nx6,25)	3,668	41,55			3,668	53,06		
Lipidy	2,004	22,70			0,090	1,29	1,92	15,5
Celulóza	0,290	3,29			0,286	4,20		
Lignin	0,028	0,31			0,028	0,40		
Cukry	0,822	9,32			0,822	11,90		
Popeloviny	0,484	5,48			0,484	7,00		
Hexen			10,50	100			10,50	84,5
Nežsíkaté extrakty	1,534	17,35			1,532	22,15		
Celkem na sušinu	8,830	100,00	10,50	100	6,910	100,00	12,42	100,00
Voda	1,170	11,70			0,930	11,85		
NSI (při pH 9,5)						86,69		

P ř í k l a d 3

Extrakce kyseliny chlorogenové a rozpustných cukrů z moučky slunečnicových semen, zbavených tuků, pro přípravu proteionového koncentráту

Příprava moučky ze slunečnicových semen, zbavené tuků:

Moučka ze slunečnicových semen, zbavená tuků, byla připravena stejným způsobem jako je to uvedeno v příkladu 1, přičemž bylo použito semen zbavených slupek, které byly získány průmyslovým postupem podle Buhlera.

Chemické složení moučky je uvedeno v tabulce 3.

Extrakce nežádoucích složek:

Extrakce byla provedena stejným způsobem jako je to popsáno v souvislosti s obr., na stejném zařízení, za následujících podmínek:

- přiváděný materiál: 1,0 kg moučky ze slunečnicových semen, zbavené tuků, se přivádě do extraktoru o kapacitě 15 l,
- extrakční rozpouštědlo: etanol-voda v poměru 72:28 obj.,
- intenzita míchání: 1,0 kW/m³,
- teplota 25 °C,
- extrakční doba: 3 hodiny,
- průtoková rychlost extrakčního rozpouštědla: 15 l/h,
- průtoková rychlost recyklovaného rozpouštědla: 20 l/h,
- filtrační člen: ocelové korozivzdorné pletivo s otvory mesh 44 µm,

Podíly moučky, která se extrahuje, se přivádí v časových intervalech půl hodiny za pravidelného střídání do každého extraktoru.

Počet extraktorů je v tomto příkladu provedení 6. Za stálých podmínek se jeden kg moučky ze slunečnicových semen extrahuje 7,5 litry rozpouštědla. Asi 10 % materiálu, který se extrahuje, o velikosti částic menší než 44 mikrony, je unášeno extrakčním rozpouštědlem otvory filtračního členu.

Tento materiál, který přichází z extraktoru, se recykluje do zásobní nádoby společně s odpovídajícím přídavným podílem moučky, podrobené stripování za účelem odstranění nežádoucích složek. Takto získaný produkt (proteinový koncentrát z hlediska obsahu proteinů) se potom suší ve vakuové peci při teplotě 25 °C.

Obsah chemických složek, to znamená proteinů, kyseliny chlorogenové (vyjádřeno obsahem fenolů), surových vláknin, cukrů a zjištěná hodnota NSI při hodnotě pH 9,5, byly zjišťovány dvakrát pomocí metod popsaných výše, přičemž analýzy byly provedeny se vzorky proteinového koncentráту odebraného po 48hodinovém zpracování.

Získané výsledky jsou uvedeny v tabulce č. 3, přičemž obsah kyseliny chlorogenové činil 0,29 % (vyjádřeno obsahem fenolů) a obsah proteinů (N x 6,25) 67 %, a hodnota NSI zjištěná při hodnotě pH 9,5 odpovídala 71,5 %. Extrakce lipidů a nežádoucích složek byla provedena rovněž u semen jiných druhů, jako jsou například: semena bavlny, sezamové semena, jádérka hroznů, semena burských ořechů, semena světlice barvířské, a semena řepky.

T a b u l k a 3

Extrakce kyseliny chlorogenové a rozpustných cukrů ze slunečnicových semen zbavených tuku
pro přípravu proteinového koncentrátu

Složky, chemické složení	Slunečnicové semena		Vyčerpané rozpouštědlo		Proteinový koncentrát		Rozpouštědlo	
	kg/h	sušina	kg/h	hmot. %	kg/h	sušina	kg/h	hmot. %
Proteiny (Nx0,25)	0,964	53,60	0,062		0,902	67,00		
Lipidy	0,027	1,50	0,027					
Fenoly	0,100	5,54	0,096		0,004	0,29		
Surové vlákniny	0,097	5,40			0,097	7,20		
Cukry	0,117	6,52	0,110		0,007	0,55		
Popeloviny	0,135	7,53	0,033		0,102	7,56		
Etenol			7,680				7,68	67
Voda			3,780				3,78	33
Nežusíkaté extrakty	0,358	19,91	0,124		0,234	17,40		
Celkově na sušinu	1,798	100,00			1,346	100,00		
Celkově na kapalnou složku			11,912				11,46	100
NSI (ph 9,5)					71,50			

P ř í k l a d 4

Extrakce oligosacharidů z moučky ze sójových semen zbavené tuků, pro přípravu proteinového koncentráту.

Příprava moučky zbavené tuků:

Moučka ze sójových semen, zbavených tuků se připraví stejným způsobem jako je to uvedeno v příkladu 2. Chemické složení moučky zbavené tuků je uvedeno v tabulce 4.

Extrakce nežádoucích složek:

Tento postup byl proveden za pomoci extraktoru, který je zobrazen na obr., za následujících podmínek:

- přiváděný materiál - 1,5 kg moučky ze sójových semen, zbavené tuků, bylo přivezeno do extraktoru o objemu 15 l,
- extrakční rozpouštědlo - směs etanolu a vody v objemovém poměru 75:25,
- intenzita míchání - 1,0 kW/m³,
- teplota - 25 °C,
- doba extrakce - 6 hodin,
- průtoková rychlost extrakčního rozpouštědla - 15 l/h,
- průtoková rychlost recyklovaného rozpouštědla - 13 l/h,
- filtrační člen - ocelové korozivzdorné pletivo s otvory o průměru ok 125 μm.

Podíly moučky, která má být extrahována, se zavádí v časovém intervalu jedné hodiny do každého reaktoru v pravidelném střídání. Počet extraktorů byl 6.

Ze stálých podmínek se v tomto příkladném provedení extrahuje jeden kg moučky ze sójových semen 10 l rozpouštědla.

Asi 10 % materiálu, který se extrahuje o rozměr částeczek menší než 125 μm, je uneseno proudem extrakčního rozpouštědla otvory filtračního členu. Tento materiál, odváděný z extraktoru, se recykluje do zásobní nádrže, kam se zavádí současně i odpovídající přídavný podíl moučky, zbavené stripováním nežádoucích složek. Tímto postupem se získá produkt (proteinový koncentrát, vzhledem k vysokému obsahu proteinů), který se suší v sušárně.

Obsah jednotlivých složek, to znamená lipidů, proteinů, vlhkosti, ligninu, celulózy, popelovin, cukrů (stanoveno podle metody Duboise a kol., viz výše) a hodnota NSI hodnotě pH 9,5 a při hodnotě pH 7,0 byly stanovovány dvakrát pomocí metod výše uvedených, přičemž byly analyzovány vzorky proteinového koncentráту odebrané během 32hodinového zpracovávání.

Výsledky analýz jsou uvedeny v tabulce 4, přičemž je zde uveden celkový obsah cukrů (podle metody Duboise a kol.) a tato hodnota činí 0,95 % a obsah proteinů (N x 6,25), přičemž tato hodnota je 70,5 %, a současně hodnoty NSI při hodnotě pH 9,5, která je v tomto případě 66,0 %, a hodnota NSI při pH 7,0, která je 43,6 %.

T a b u l k a 4

Extrakce oligosacharidů z moučky sójových semen, zbavená tuků, pro přípravu proteinového koncentráту

Složky, chemické složení	Moučka ze sójo- vých semen		Vyčerpání roz- pouštědlo		Proteinový koncentrát		Rozpouštědlo	
	kg/h	sušina (hmot. %)	kg/h	hmot. %	kg/h	sušina (hmot. %)	kg/h	hmot. %
Proteiny Nx6,25)	0,701	53,06	0,021	0,24	0,680	70,49		
Lipidy	0,017	1,29	0,010	0,11	0,007	0,68		
Celulóza	0,055	4,20	0,016	0,18	0,039	4,07		
Lignin	0,005	0,40	0,000	0,00	0,005	0,52		
Cukry +	0,229	17,30	0,22	2,51	0,009	0,95		
Popeloviny	0,092	7,00	0,044	0,50	0,048	5,03		
Etenol			5,900	67,38			5,9	70
Voda			2,500	28,56			2,5	30
Nedusíkaté extrakty	0,223	16,75	0,046	0,52	0,177	18,26		
Celkově na sušinu	1,322	100,00			0,965	100,00		
Celkově na kepslnou složku			8,757				8,4	100
NSI pH 9,5		86,69				66,00		
NSI pH 7,0		82,37				43,58		
PDI		95,15				44,58		

+ Stanoveno podle Duboise a kol., 1956, Anal. Chem. 28, 350

Příklad 5

Extrakce kyseliny chlorogenové a cukrů z moučky ze slunečnicových semen, zbavené tuků, ve vodném roztoku při kyselém pH.

Příprava moučky ze slunečnicových semen, zbavené tuků:

Moučka ze slunečnicových semen, zbavená tuků, se připraví stejným způsobem jako je to uvedeno v příkladu 1, viz výše, přičemž se použije semen zbavených slupek, které se získají průmyslovým postupem podle Buhlera.

Chemické složení moučky zbavené tuků je uvedeno v tabulce 5.

Extrakce nežádoucích složek:

- tento postup se provede v zařízení, extraktoru, které je zobrazeno na přiloženém obr. za následujících podmínek:
- přiváděný materiál - 1,0 kg moučky ze slunečnicových semen zbavené tuků, se přivede do extraktoru o objemu 15 litrů,
- extrakční rozpouštědlo - voda upravená na hodnotu pH 3,5 přísadkou 4N kyseliny mravenčí,
- intenzita míchání - $1,0 \text{ kW/m}^3$,
- teplota - 25°C ,
- doba extrakce - 3 hodiny,
- průtoková rychlost recyklovaného rozpouštědla - 20 litrů za hodinu,
- filtrační člen - ocelové korozivodné pletivo s otvory ok $44 \mu\text{m}$.

Podíl moučky, který se podrobí extrahování se zavádí v časovém intervalu půl hodiny do každého extraktoru. Počet použitých extraktorů byl v tomto příkladu provedení 6. Za stálých podmínek se jeden kg moučky ze slunečnicových semen extrahuje 7,5 kg vody. Asi 10 % materiálu, který je zpracováván extrakcí o rozměru částic menším než 44 mikronů, je unášeno extrakčním rozpouštědlem otvory filtračního členu.

Tento materiál, který je odváděn z jednoho z extraktorů, se recykluje do zásobní nádoby současně s odpovídajícím podílem přídavné moučky, zbavené nežádoucích složek stripováním, a v dalším postupu se hodnota pH upraví na 5,0 2N hydroxidem sodným. Tento získaný produkt (proteinový koncentrát vzhledem k vysokému obsahu proteinů), se rozmílá v koloidním mlýnu a potom se suší.

Obsah jednotlivých chemických složek, to znamená proteinů, lipidů, vlhkosti, surových vláknin, popelovin, cukrů a hodnota NSI při hodnotě pH 9,5, byly stanoveny dvakrát použitím metod uvedených výše, přičemž analyzované vzorky proteinového koncentráту byly odebrány po 32hodinovém zpracování.

Výsledky analýz jsou uvedeny v tabulce 5, kde je uveden obsah chlorogenové kyseliny (vyjádřeno jako obsah fenolů), který činí 0,45 %, a obsah proteinů ($N \times 6,25$) který činí 64 %, přičemž hodnota NSI při pH 7,0 je 58 %.

T a b u l k a 5

Extrakce kyseliny chlorogenové a cukrá z moučky ze slunečnicových semen, zbavené tuků,
ve vodném roztoku při pH v kyselé oblasti

Složky chemické složení	Moučka ze slunečnicových semen		Vyčerpané rozpouštědlo		Proteinový koncentrát		Rozpouštědlo	
	kg/h	sušina (hmot. %)	kg/h	hmot. %	kg/h	sušina (hmot. %)	kg/h	hmot. %
Proteiny (nx6,25)	0,964	53,60	0,253	1,61	0,711	63,90		
Lipidy	0,027	1,50	0,018	0,11	0,009	0,85		
Fenoly	0,100	5,54	0,095	0,60	0,005	0,45		
Surové vlákniny	0,097	5,40	0,012	0,08	0,085	7,64		
Cukry	0,117	6,52	0,113	0,73	0,004	0,36		
Popeloviny	0,135	7,53	0,062	0,39	0,073	6,52		
Voda			15,000	95,63			15,0	100
Nedusíkaté extrakty	0,358	19,91	0,132	0,85	0,226	20,28		
Celkově na sušinu	1,798	100,00			1,113	100,00		
Celkově na kapalnou složku			15,685	100,00			15,0	100
NSI při pH 7,0					58,0			

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob extrakce organických složek z rostlinných materiálů při použití několika nádob spojených sériově, ve kterých se pevný rostlinný materiál míchá a uvádí do protiproudého styku s rozpouštědlem nebo se směsí několika rozpouštědel, přičemž pevné podíly, které byly strženy proudem rozpouštědla z poslední nádoby, se oddělí ve filtračním stupni, vyznačující se tím, že se rostlinný materiál uvádí do libovolné z uvedených nádob a je zde udržován po celou dobu extrakce, přičemž čerstvé rozpouštědlo je přiváděno do té nádoby, která obsahuje nejsilněji extrahovaný rostlinný materiál a rychlost proudění rozpouštědla činí 2 až 15 m³.s⁻¹ na metr čtvereční.

1 výkres

239904

