



CONFEDERAZIONE SVIZZERA

UFFICIO FEDERALE DELLA PROPRIETÀ INTELLETTUALE

Int. Cl.³: B01 D

11/02

Brevetto d'invenzione rilasciato per la Svizzera ed il Liechtenstein
Trattato sui brevetti, del 22 dicembre 1978, fra la Svizzera ed il Liechtenstein



FASCICOLO DEL BREVETTO A5

11

636 772

21 Numero della domanda: 4856/79

22 Data di deposito: 23.05.1979

30 Priorità: 24.05.1978 IT 23720/78

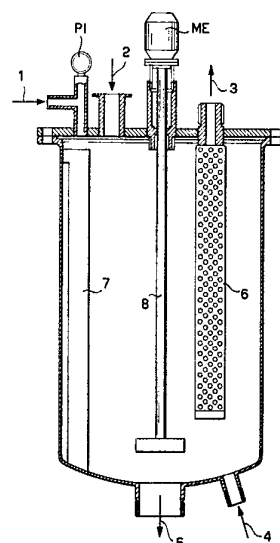
24 Brevetto rilasciato il: 30.06.1983

45 Fascicolo del
brevetto pubblicato il: 30.06.198373 Titolare/Titolari:
ENI-Ente Nazionale Idrocarburi, Roma (IT)72 Inventore/Inventori:
Egidio Emmi, Roma (IT)
Giancarlo Sodini, Roma (IT)74 Mandatario:
Dr. A.R. Egli & Co., Patentanwälte, Zürich

54 Procedimento per l'estrazione solido-liquido trattando tessuti vegetali contenenti sostanze estraibili non proteiche e apparecchiatura adatta allo scopo.

57 Per risolvere il problema tecnico di estrarre componenti indesiderabili da tessuti vegetali, o più particolarmente da semi oleosi deoleati, si propone un procedimento in cui un certo numero di recipienti viene usato in modo tale che i materiali solidi da trattare vengono messi inizialmente a contatto con solvente esausto e man mano con solvente sempre più puro, cosicchè, quando le sostanze solide sono state quasi completamente esaurite, esse vengono lavate con solvente fresco.

L'apparecchiatura per l'esecuzione del procedimento d'estrazione è costituita da recipienti, in ognuno dei quali è previsto alimentazione solvente di estrazione (1), alimentazione solido (2), scarico solvente di estrazione (3), alimentazione solvente pulito (4), scarico solido estratto (5), elemento filtrante (6), setto rompivortice (7) e agitatore (8).



RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per l'estrazione solido-liquido consistente nel trattare tessuti vegetali contenenti sostanze estraibili non proteiche con un solvente o una miscela di più solventi attraverso l'impiego di recipienti in serie, caratterizzato dal fatto che

si invia una carica di tessuti vegetali in uno dei recipienti ed ivi si mantiene per l'intero tempo dell'estrazione agitandola e si invia un flusso di solvente nel recipiente e, prelevato da esso dopo separazione dal solido trascinato si invia detto solvente al recipiente successivo, e del fatto che

L'alimentazione del solvente fresco è spostata dal generico recipiente al successivo ad intervalli di tempo prestabiliti, lo scarico della carica dei tessuti vegetali dal generico recipiente avviene nello stesso tempo che lo spostamento dell'alimentazione del solvente ed il rifornimento di una carica da trattare avviene anch'esso, dopo lo scarico, nello stesso intervallo, cosicché lo spostamento delle alimentazioni del solvente e delle cariche di tessuto vegetale, consente di realizzare un moto apparente del solido rispetto al punto di alimentazione del solvente di estrazione, i tessuti vegetali da trattare essendo infatti, a contatto inizialmente con solvente parzialmente esausto e via via con solvente più pulito fino a quando, quasi completamente estratti, essendo lavati con solvente fresco.

2. Procedimento secondo la rivendicazione 1, nel quale le sostanze estraibili non proteiche rappresentano fattori endogeni tossici e/o indesiderabili come fenoli, lipidi, zuccheri fermentescibili, inibitori della digestione lignina e fattori esogeni derivanti dai trattamenti tecnologici come diminuzione della solubilità delle proteine, reazione di Maillard tra zuccheri e proteine e reazione di condensazione tra fenoli e proteine.

3. Procedimento secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che il solvente viene alimentato al recipiente nel quale i tessuti vegetali sono agitati, e prelevato dallo stesso, ad una portata specifica compresa fra $2 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$ e $15 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$.

4. Procedimento secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che la separazione del solido dal solvente nel recipiente avviene ad opera di un elemento filtrante.

5. Procedimento secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che la fase liquida è costituita da un solvente organico, inorganico o da una miscela dei due.

6. Dispositivo per eseguire il procedimento solido-liquido secondo la rivendicazione 1, costituito da più recipienti contenenti ciascuno un elemento separatore di geometria variabile a maglie con luci comprese fra 1 e $200 \mu\text{m}$ un agitatore e siti per alimentazione e scarico.

La presente invenzione ha per oggetto un procedimento per l'estrazione solido-liquido consistente nel trattare tessuti vegetali contenenti sostanze estraibili non proteiche con un solvente o una miscela di più solventi attraverso l'impiego di recipienti in serie.

Nel brevetto DD 59774 è descritto un procedimento per l'estrazione di saccarosio, nel quale però il materiale solido è spostato da un recipiente all'altro.

Il procedimento secondo l'invenzione evita questo difetto; esso è caratterizzato nella rivendicazione 1 precedente.

L'apparecchiatura per l'esecuzione di detta estrazione è caratterizzata nella rivendicazione 6.

In pratica, ed in conformità ad una forma speciale d'esecuzione del procedimento, dopo aver caricato ogni recipiente col solido opportunamente suddiviso, si riempie ciascun recipiente di solvente, e si avvia l'agitazione.

Si alimenta poi il solvente fresco nel primo estrattore; il solvente in esso contenuto viene diluito e si attua una estrazione molto efficace.

Il solvente prelevato da questo viene inviato all'estrattore successivo ove si ripete la stessa operazione e così in tutti gli n estrattori.

Quando il solido del primo estrattore è esausto si scarica e si alimenta solido fresco, collegando questo recipiente come ultimo della serie.

L'alimentazione del solvente fresco si sposta dal primo estrattore al successivo, e così di seguito.

Poiché in ogni estrattore circa il 10% del solido (le parti più fini) passa nel flusso del solvente, oltre alla serie di estrattori è richiesto l'uso di un filtro, nel quale si effettua la separazione della parte di solido flussato col solvente e si completa l'estrazione.

La fattibilità e l'efficacia del procedimento sono strettamente legate a molte variabili che vanno correlate l'una all'altra. Come parametro fondamentale si è già indicata la portata specifica del solvente alimentato e prelevato da ogni estrattore: essa deve essere compresa fra 2 e $15 \text{ m}^3/\text{h}/\text{m}^2$.

Altri parametri vanno scelti opportunamente, e cioè: rapporto altezza-diametro del recipiente, geometria dell'elemento filtrante, dimensione delle luci dell'elemento filtrante, materiale costituente l'elemento filtrante, spessore dell'elemento filtrante, viscosità cinematica della torbida, grado di agitazione mantenuto nel recipiente.

Ogni esperto del ramo sarà in grado di scegliere i valori opportuni dei parametri indicati ai fini di ottimizzare il metodo e l'efficienza dell'estrazione a seconda del solido da trattare, delle sue dimensioni, del solvente e di tutte le altre caratteristiche del caso.

Nel proseguo della descrizione ci riferiremo a scopo esemplificativo e dato il grande interesse della richiedente nei confronti dell'argomento alla particolare estrazione di sostanze estraibili lipidi e/o tossiche così da ottenere farine o concentrati proteici da vegetali per uso alimentare.

L'invenzione può anche essere applicata alla estrazione di principi attivi contenuti nei tessuti vegetali usando come mezzo estraente sia solventi organici che acquosi.

È noto che i semi oleaginosi, sia ad alto (girasole, arachide, cotone, ecc.) che a basso contenuto in olio (soia, vinnaiolo, sesamo, ecc.), sono utilizzati dall'industria alimentare principalmente come fonte lipidica e il pannello di estrazione è utilizzato nell'industria mangimistica.

I semi oleaginosi costituiscono comunque una importante fonte proteica vegetale ad alto valore biologico e quindi potenzialmente utile per l'alimentazione dell'uomo.

L'utilizzazione delle proteine presenti nei semi vegetali per uso edule è fortemente ostacolata dalla presenza di fattori endogeni tossici e/o indesiderabili (fenoli, zuccheri fermentescibili, inibitori della digestione, lignina, ecc.), e da fattori esogeni derivanti dai trattamenti tecnologici (diminuzione della solubilità delle proteine, reazione di Maillard tra zuccheri e proteine, reazione di condensazione tra fenoli e proteine, ecc.).

In generale tutti i semi utilizzabili per la preparazione di prodotti proteici non sono esenti da sostanze indesiderabili e/o tossiche.

In particolare le farine proteiche di girasole (seme ad alto contenuto in olio), provenienti dagli impianti industriali di disoleazione non sono attualmente utilizzabili per l'alimentazione umana per entrambi i motivi sopra esposti.

In questi ultimi anni sono stati studiati processi che prevedono l'estrazione delle sostanze tossiche e/o indesiderabili dalle farine proteiche disoleate e si è anche imposta la revisione dei processi estrattivi dell'olio per avviare a

quelle cause esogene responsabili della perdita di alcune caratteristiche fondamentali dei prodotti estratti.

Infatti i pannelli di estrazione provenienti dall'industria olearia tradizionale presentano in generale elevato contenuto in fibra grezza, basso NSI (Nitrogen Solubility Index) in conseguenza delle alte temperature di lavorazione, diminuito valore biologico delle proteine.

Per ottenere pannelli proteici, a partire da semi oleosi, da utilizzare come materia prima per la trasformazione in prodotti ad uso alimentare occorre innanzitutto risolvere il problema di disoleare semi a basso tenore in fibra grezza con un processo che implichi temperature di lavorazione inferiori alla temperatura di denaturazione delle proteine.

Attualmente non vengono applicati schemi di lavorazione in grado di rispettare entrambe le condizioni sopra dette, garantendo contemporaneamente l'economicità del processo.

Il procedimento per l'estrazione solido-liquido secondo l'invenzione è caratterizzato nella rivendicazione 1 precedente.

Il seguente è una descrizione specifica di una forma di esecuzione del procedimento secondo l'invenzione.

Il materiale da trattare è alimentato per esempio sotto forma di slurry preformato mescolandolo con solvente di estrazione parzialmente esausto.

Il solvente percorre in serie tutti i recipienti agitati, mentre l'alimentazione del solvente fresco è spostata dal generico recipiente al successivo ad intervalli di tempo prestabiliti.

Anche gli scarichi del solido trattato avvengono a rotazione, da ciascun recipiente.

Lo spostamento delle alimentazioni e degli scarichi, sia del solido che del solvente, consente di realizzare un moto apparente del solido rispetto al solvente di estrazione.

I materiali da trattare vengono, infatti, a contatto inizialmente con solvente parzialmente esausto e via via con solvente più pulito fino a quando, quasi completamente estratti, vengono lavati con solvente fresco.

Il materiale solido sotto forma di particelle fini è trascinato dal solvente di estrazione in quanto si è scelto di far funzionare l'elemento filtrante da setaccio (assenza di un pannello) al fine di minimizzare le perdite di carico del solvente attraverso il treno di recipienti.

Tale materiale viene recuperato su filtro e lavato dallo stesso solvente di estrazione.

Ciò è possibile in quanto periodicamente la concentrazione del solvente di estrazione diminuisce da valori massimi a valori minimi.

Alla fine di ciascun periodo di accumulo su filtro e lavaggio delle particelle fini il pannello solido formatosi viene riciclato al recipiente che conteneva il materiale solido da cui proveniva.

Questa applicazione del metodo sopra espresso è caratterizzata dai seguenti valori dei parametri critici già annunciati:

- rapporto altezza-diametro del recipiente $0,5 \div 1,5$;
- geometria dell'elemento filtrante;
- diametro delle maglie dell'elemento filtrante $1 \div 200 \mu$;
- materiale costituente l'elemento filtrante: AISI, fibre sintetiche e vegetali;
- spessore dell'elemento filtrante $1 \div 100 \mu$;
- viscosità cinematica della torbida $0,1 \div 100$ CST;
- grado di agitazione mantenuto nel recipiente $0,2 \div 2$ Kw/m³.

Materiali

I semi di girasole, varietà Uniflor 70, erano ottenuti da ISEA (Ancona) e decorticati manualmente e/o secondo procedimento industriale Bühler.

5 I semi di soia, varietà ADA, decorticati, erano forniti dalla Soc. Olii e Risi (Aprilia).

I semi oleosi da noi utilizzati per l'estrazione dei lipidi erano laminati con laminatoio Diefenbach modello L2/30/30. L'alcool etilico, «food grade» erano fornito da Orbat, 10 Roma; n-esano della Rudi Pont.

L'acido clorogenico puro ($\geq 97\%$) era della Fluka, AG, Bucks SG, Svizzera.

I reattivi per tutte le analisi chimiche erano di grado puro.

15 Metodi

Le analisi chimiche sulle materie prime da estrarre e sui prodotti finiti erano effettuate in accordo ai metodi standard. I metodi AOAC (Association Official Analytical Chemicals) 12^a Ed., 1975 erano utilizzati per: umidità n. 14 004; 20 azoto secondo Kjeldhal n. 7 017 $\div$ 7 021; fibra grezza n. 7 054; ceneri n. 14 006; zuccheri n. 14 024 $\div$ 14 025. Il dosaggio degli zuccheri totali, ove specificato era effettuato in accordo a Dubois et al., (1956), Anal. Chem. 28, 25 350.

Il contenuto di n-esano ed etanolo residui erano determinati in accordo a Wan et al. (1977), J.A.O.C.S., 54, 542, usando un gas cromatografo HP mod. 5840A.

I metodi AACC (American Association of Cereal Chemists) 1962 erano usati per il dosaggio dei lipidi, n. 30-36.

Il dosaggio della lignina era effettuato secondo gli «Standard Methods of Chemical Analysis» 6^a Ed., Volume II/B, pag. 1737. Il contenuto in cellulosa era determinato per differenza tra il tenore in fibra grezza a quello in lignina.

35 Il contenuto di acido clorogenico, espresso come fenoli, sia su materiali solidi che liquidi era fatto in accordo a Bittoni et al., (1977), Riv. It. Sost. Grasse, 54, 421.

L'indice di solubilità dell'azoto (NSI) sui materiali solidi era effettuato a pH 9,5 (e pH 7,0) secondo il metodo AOCS 40 (Analytical Oil Chemists Society), 1969, Ba 11 + 65. L'indice di dispersibilità delle proteine, PDI (Protein Dispersibility Index) sui materiali solidi era dosato secondo il metodo dell'AOCS, 1969, Ba 10-65.

Il secondo oggetto della presente invenzione è costituito 45 to da un dispositivo per l'estrazione, di cui si rappresenta una forma speciale d'esecuzione segnatamente nella fig. 1.

Nel recipiente si trova un elemento separatore (6) per il solido da estrarre. Tale elemento può avere forma e geometria variabile (a candela, cilindro, a sezione stellare, sferico ecc.) e deve avere dei fori (maglie) di dimensioni variabili, tali da trattenere il più possibile il solido compatibilmente con la libera circolazione del solvente fluido in esso.

In altre parole esso funzionerà come un setaccio e parte 55 del solido potrà attraversarlo passando nel flusso del solvente. All'interno del recipiente sarà posto inoltre un agitatore (8) con una o più pale, a velocità di rotazione variabile.

L'alimentazione del solvente avviene generalmente dal basso, mentre lo scarico avviene in corrispondenza dell'elemento filtrante (o meglio setacciante).

Opportune aperture per l'alimentazione e lo scarico del solido saranno poste rispettivamente nella parte superiore e inferiore del recipiente.

65 Un setto rompivortice viene posto all'interno del recipiente. Il diametro delle maglie del setaccio e il materiale del quale è costituito differiscono a seconda del tipo di estrazione che si deve effettuare, in quanto dipendono principal-

mente dal tipo di solvente usato e dal grado di suddivisione del solido.

Facendo ulteriore riferimento alla fig. 1, nella quale è riportato un particolare schema del reattore, dettagliamo quanto segue:

1. Alimentazione solvente di estrazione
2. Alimentazione solido
3. Scarico solvente di estrazione
4. Alimentazione solvente pulito
5. Scarico ilsodo estratto
6. Elemento filtrante
7. Setto rompivortice
8. Agitatore

PI Indicatore di pressione

ME Motore elettrico.

Esempio 1

Estrazione dei Lipidi da mandorle di girasole, varietà Uniflor 70

Preparazione della farina di mandorle

I semi di girasole, della varietà Uniflor 70, di composizione chimica riportata in tabella 1, erano totalmente decoricati e le mandorle laminate a 0,25 mm con laminatoio Diefenbach. Tale materiale era estratto con solvente senza ulteriori trattamenti.

Estrazione dei lipidi

È stata effettuata utilizzando l'estrattore di fig. 1, e operando nelle condizioni sotto riportate:

- Alimentazione del materiale: 2,5 kg di flakes di mandorle di girasole erano alimentati nel generico estrattore della capacità di 15 litri;
- Solvente di estrazione: n-esano;
- 5 — Agitazione: 0,8 Kw/m³;
- Temperatura: 35°C;
- Tempo di estrazione: 6 ore;
- Portata di solvente di estrazione: 12,5 litri/h;
- Portata filtrante: luce delle maglie della rete di acciaio
- 10 — inox pari a 25 µ.

I quantitativi di sospensione di flakes da estrarre preparati come sopra descritto, erano alimentati ad intervalli di tempo di 1 ora a rotazione in ciascun estrattore.

- 15 Il numero degli estrattori utilizzati era pari a 6.

In condizioni di regime 1 kg di flakes di mandorle di girasole era estratto con 5 litri di solvente.

Circa il 10% del materiale da estrarre, avente dimensione delle particelle inferiori a 25 micron, veniva trascinato dal solvente di estrazione attraverso le maglie dell'elemento filtrante.

Tale materiale proveniente dal generico estrattore era riciclato nel recipiente di accumulo insieme alla corrispondente farina complementare disoleata.

- 25 Le farine di girasole disoleate recuperate dagli scarichi di ciascun estrattore erano desolventizzate in stufa sotto vuoto a 25°C.

La determinazione relativa a proteine, lipidi, umidità, acido clorogenico espresso come fenoli, lignina, cellulosa, zuccheri e ceneri era effettuata in duplicato, secondo i metodi in precedenza riportati, su campioni di farina disoleata prelevati durante una marcia di lavorazione di 48 ore.

- I risultati delle analisi riportate in tabella 1, forniscono un contenuto in lipidi residui inferiore al 2% ed un valore 35 di NSI (Nitrogen solubility index) a pH 9,5 di 77,5%.

TABELLA 1

Estrazione dei lipidi da mandorle di girasole

Composizione chimica	Materiali		Semi		Solvente		Farina disoleata priva di esano		Solvente esausto	
	Kg/h	Peso secco %	Kg/h	Peso %	Kg/h	Peso %	Kg/h	Peso secco %	Kg/h	Peso %
Proteine (Nx6,25)	0,517	21,28					0,517	58,75		
Lipidi	1,564	64,42					0,016	1,80	1,55	15,8
Fenoli	0,057	2,34					0,057	6,46		
Cellulosa	0,044	1,83					0,044	5,06		
Lignina	0,005	0,19					0,005	0,52		
Zuccheri	0,079	3,26					0,079	9,00		
Ceneri	0,065	2,68					0,065	7,40		
Esano					8,25	100			8,25	84,2
Estr. inazotati	0,099	4,00					0,112	11,01		
Totale sul secco	2,430	100,00			8,25	100	0,880	100,00	9,80	100,0
H ₂ O							0,082	9,28		
NSI (pH 9.5)	0,070	2,79						77,50		

*Esempio 2**Estrazione dei lipidi da seme di soia parzialmente decorticato**Preparazione seme*

Semi di soia, della varietà ADA parzialmente decorticati, erano forniti dalla Olii e Risi S.p.A. Aprilia; la composizione chimica è riportata in tabella 2.

Tale seme prima dell'estrazione dei lipidi era condizionato a 70°C in stufa per 30 min. e quindi laminato con laminatoio Diefenbach a 0,25 mm.

Estrazione dei lipidi

È stata condotta utilizzando l'estrattore e lo schema di processo relativi all'esempio 1 nelle seguenti condizioni:

- Alimentazione materiale: 5 kg di flakes di soia, preparati come sopra, erano alimentati nel generico estrattore della capacità di 15 litri;
- Solvente di estrazione: n-esano;
- Agitazione: 1,0 Kw/m³;
- Temperatura: 35°C;
- Tempo di estrazione: 3 ore;
- Portata di solvente di estrazione: 20 litri/h;
- Portata di solvente di riciclo: 22 litri/h;

— Elemento filtrante: luce delle maglie della rete di acciaio inox pari a 125 µ.

I quantitativi di sospensione di flakes da estrarre, preparati come sopra descritto, erano alimentati ad intervalli di 5 tempo di 30 min. a rotazione in ciascun estrattore.

Il numero degli estrattori utilizzati era pari a 6.

In condizioni di regime 1 kg di flakes di soia era estratto con 2 litri di solvente.

Circa il 10% del materiale da estrarre, avente dimensione delle particelle inferiore a 125 micron, veniva trascinato dal solvente di estrazione attraverso le maglie dell'elemento filtrante.

Tale materiale proveniente dal generico estrattore era riciclato nel recipiente di accumulo insieme alla corrispondente farina completamente disoleata.

Le farine di soia disoleate recuperate dagli scarichi di ciascun estrattore erano desolventizzate in stufa sotto vuoto a 25°C.

La determinazione relativa a proteine, lipidi, umidità, lignina, cellulosa, zuccheri e ceneri era effettuata in duplicato, secondo i metodi in precedenza riportati, su campioni di farina disoleata prelevati durante una marcia di 72 ore.

I risultati delle analisi riportati in tabella 2, forniscono un contenuto in lipidi residui inferiore all'1,3% ed un valore di NSI (Nitrogen Solubility Index) a pH 9,5 di 86,7%.

TABELLA 2

Estrazione dei lipidi da seme di soia parzialmente decorticato

Composizione chimica	Materiali		Semi		Solvente		Farina disoleata priva di esano		Solvente esausto	
	Kg/h	Peso secco %	Kg/h		Kg/h		Kg/h	Peso secco %	Kg/h	
Proteine (Nx6,25)	3,668	41,55					3,668	53,06		
Lipidi	2,004	22,70					0,090	1,29	1,92	15,5
Cellulosa	0,290	3,29					0,286	4,20		
Lignina	0,028	0,31					0,028	0,40		
Zuccheri	0,822	9,32					0,822	11,90		
Ceneri	0,484	5,48					0,484	7,00		
Esano					10,50	100			10,50	84,5
Estr. inazotati	1,534	17,35					1,532	22,15		
Totale sul secco	8,830	100,00			10,50	100	6,910	100,00	12,42	100,0
H ₂ O	1,170	11,70					0,930	11,85		
NSI pH 9.5								86,69		

Esempio 3

60 *Estrazione dell'acido clorogenico e zuccheri solubili da farina disoleata di girasole per la preparazione di concentrato proteico*

Preparazione della farina di girasole disoleata

La farina disoleata di girasole, era preparata come descritto nell'esempio 1 e utilizzando la corrente 9 del seme decorticato secondo procedimento industriale Bühler.

La composizione chimica della farina disoleata è riportata in tabella 3.

Estrazione dei costituenti indesiderabili

È stata condotta mediante l'estrattore di fig. 1 nelle seguenti condizioni:

- Alimentazione del materiale: 1,0 kg di farina disoleata di girasole era alimentato nel generico estrattore della capacità di 15 litri;
- Solvente di estrazione: etanolo-acqua nel rapporto 72-28 espresso come % in volume;
- Agitazione: 1,0 kw/m³;
- Temperatura: 25°C;
- Tempo di estrazione: 3 h;
- Portata di solvente di estrazione: 15 litri/h;
- Portata di solvente di riciclo: 20 litri/h;
- Elemento filtrante: luce delle maglie della rete di acciaio inox pari a 44 micron.

I quantitativi di farina da estrarre erano alimentati ad intervalli di tempo di mezz'ora a rotazione in ciascun estrattore. Il numero degli estrattori era pari a 6.

In condizioni di regime 1 kg di farina di girasole era estratto con 7,5 litri di solvente.

Circa il 10% del materiale da estrarre, avente dimensioni delle particelle inferiore a 44 micron, era trascinato dal solvente di estrazione attraverso le mavlie dell'elemento filtrante.

Tale materiale, proveniente dal generico estrattore era riciclato nel recipiente di accumulo insieme alla corrispondente farina complementare estratta dei costituenti indesiderabili. Il prodotto ottenuto (concentrato proteico per il suo tenore in proteine) era essiccato in stufa sotto vuoto a 25°C.

Il tenore dei costituenti chimici relativo a proteine, acido clorogenico (espresso come fenoli), fibra grezza, zuccheri, ed NSI a pH 9,5 era effettuato in duplicato secondo i metodi avanti riportati, su campioni di concentrato proteico prelevato durante una marcia di lavorazione di 48 ore.

I risultati delle analisi sono riportati in tabella 3 e forniscono un contenuto di acido clorogenico (espresso come fenoli) di 0,29%, ed un tenore in proteine (N x 6,25) del 67% con NSI a pH 9,5 pari al 71,5%. Sono state inoltre eseguite estrazioni di lipidi e sostanze indesiderabili a partire da altri semi quali cotone, sesamo, vinacciolo, jojoba, arachide, cartamo e colza.

TABELLA 3

Estrazione dell'acido clorogenico e zuccheri solubili da farina disoleata di girasole per la preparazione di concentrato proteico

Materiali Composizione chimica	Farina di girasole		Solvente esausto		Concentrato proteico		Solvente	
	Kg/h	peso secco %	Kg/h	peso %	Kg/h	peso secco %	Kg/h	peso %
Proteine (N x 6,25)	0,964	53,60	0,062		0,902	67,00		
Lipidi	0,027	1,50	0,027					
Fenoli	0,100	5,54	0,096		0,004	0,29		
Fibra grezza	0,097	5,40			0,097	7,20		
Zuccheri	0,117	6,52	0,110		0,007	0,55		
Ceneri	0,135	7,53	0,033		0,102	7,56		
Etanolo			7,680				7,68	67
H ₂ O			3,780				3,78	33
Estr. inazotati	0,358	19,91	0,124		0,234	17,40		
Totale sul secco	1,798	100,00			1,346	100,00		
Totale sul liquido			11,912				11,46	100
NSI (pH 9.5)						71,50		

Esempio 4

Estrazione degli oligosaccaridi da farina disoleata di soia per la preparazione di concentrato proteico

Preparazione della farina disoleata

La farina disoleata di soia, era preparata come descritto nell'esempio 2; la composizione chimica della farina disoleata è riportata in tabella 4.

Estrazione dei costituenti indesiderabili

È stata effettuata mediante l'estrattore di fig. 1 nelle seguenti condizioni:

- Alimentazione del materiale: 1,5 kg di farina disoleata di soia era alimentato nel generico estrattore della capacità di 15 litri;
- Solvente di estrazione: etanolo-acqua nel rapporto 75-25 espresso come % in volume;
- Agitazione: 1,0 kw/m³;
- Temperatura: 25°C;
- Tempo di estrazione: 6 ore;
- Portata di solvente di estrazione: 15 litri/h;
- Portata di solvente di riciclo: 13 litri/h;
- Elemento filtrante: luce delle maglie della rete di acciaio inox pari a 125 micron.

I quantitativi di farina da estrarre erano alimentati ad intervalli di tempo di un'ora a rotazione in ciascun estrattore. Il numero degli estrattori utilizzati era pari a 6.

In condizioni di regime 1 kg di farina di soia era estratto con 10 litri di solvente.

Circa il 10% del materiale da estrarre, avente dimensioni delle particelle inferiori a 125 micron, era trascinato dal solvente di estrazione attraverso le maglie dell'elemento filtrante.

- 5 Tale materiale, proveniente dal generico estrattore era riciclato nel recipiente di accumulo insieme alla corrispondente farina completamente estratta dei costituenti indesiderabili. Il prodotto ottenuto (concentrato proteico per il suo tenore in proteine) era essiccato in essiccatore Viani
10 mod. «DEVI 4VE 01».

- Il tenore dei costituenti chimici relativo a proteine, lipidi, umidità, lignina, cellulosa, ceneri, zuccheri (determinati secondo il metodo di Dubois et al.) ed NSI a pH 9,5 e pH 7,0 era effettuato in duplicato secondo i metodi in precedenza
15 riportati, su campioni di concentrato proteico prelevati durante una marcia di 32 ore.

- I risultati delle analisi sono riportati in tabella 4 e forniscono un contenuto in zuccheri totali (secondo Dubois) di 0,95% ed un tenore in proteine (N x 6,25) del 70,5%
20 con NSI a pH 9,5 pari al 66,0% ed a pH 7,0 pari al 43,6%.

TABELLA 4

Composizione chimica	Materiali		Farina di soia		Solvente esausto		Concentrato proteico		Solvente	
	Kg/h	peso secco %	Kg/h	peso %	Kg/h	peso %	Kg/h	peso secco %	Kg/h	peso %
Proteine (Nx6,25)	0,701	53,06	0,021	0,24	0,680	70,49				
Lipidi	0,017	1,29	0,010	0,11	0,007	0,68				
Cellulosa	0,055	4,20	0,016	0,18	0,039	4,07				
Lignina	0,005	0,40	0,000	0,00	0,005	0,52				
Zuccheri ¹⁾	0,229	17,30	0,22	2,51	0,009	0,95				
Ceneri	0,092	7,00	0,044	0,50						
Etanolo			5,900	67,38					5,9	70
H ₂ O			2,500	28,56	0,048	5,03			2,5	30
Estr. inazotati	0,223	16,75	0,046	0,52	0,177	18,26				
Totale sul secco	1,322	100,00			0,965	100,00				
Totale sul liquido			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				

¹⁾ Determinati secondo metodi di Dubois

55

Esempio 5

Estrazione dell'acido clorogenico e zuccheri da farina disoleata di girasole in soluzione acquosa a pH acido

Preparazione della farina di girasole disoleata

- 60 La farina disoleata di girasole era preparata come descritto nell'esempio 1 utilizzando la corrente 9 del seme decorticato secondo procedimento industriale Bühler.

La composizione chimica della farina disoleata è riportata in tabella 5.

65

Estrazione dei costituenti indesiderabili

È stata effettuata mediante l'estrattore di fig. 1 nelle seguenti condizioni:

- Alimentazione del materiale: 1,0 kg di farina disoleata di girasole era alimentato nel generico estrattore della capacità di 15 litri;
- Solvente di estrazione: acqua a pH 3,5 con acido formico 4N;
- Agitazione: 1,0 kw/m³;
- Temperatura: 25°C;
- Tempo di estrazione: 3 h;
- Portata di solvente di estrazione: 15 litri/h;
- Portata di solvente di riciclo: 20 litri/h;
- Elemento filtrante: luce delle maglie della rete di acciaio inox pari a 44 micron.

I quantitativi di farina da estrarre erano alimentati in intervalli di tempo di mezz'ora in ciascun estrattore.

Il numero degli estrattori utilizzati era pari a 6.

In condizioni di regime un kg di farina di girasole era estratto con 7,5 litri di acqua.

Circa il 10% del materiale da estrarre, avente dimensioni delle particelle inferiori a 44 micron, era trascinato dal solvente di estrazione attraverso le maglie dell'elemento filtrante.

- 5 Tale materiale, proveniente dal generico estrattore era riciclato nel recipiente di accumulo insieme alla corrispondente farina completamente estratta dei costituenti indesiderabili e il pH era portato a 5,0 con NaOH 2N. Il prodotto ottenuto (concentrato proteico per il suo contenuto in
- 10 proteine) era macinato con mulino colloidale Fryma ed essiccato con spraydryer minor della Niro Atomizer. Il tenore dei costituenti chimici relativo a proteine, lipidi, umidità, fibra grezza, ceneri, zuccheri ed NSI a pH 9,5 era effettuato in duplicato secondo i metodi in precedenza riportati,
- 15 su campioni di concentrato proteico, prelevati durante una marcia di 32 ore.

I risultati delle analisi sono riportati in tabella 5 e forniscono un contenuto di acido clorogenico (espresso come fenoli) di 0,45% ed un tenore in proteine (N x 6,25) del

20 64% con NSI a pH 7,0 pari al 58%.

TABELLA 5

Materiali Composizione chimica	Farina di girasole		Solvente esausto		Concentrato proteico		Solvente	
	Kg/h	peso secco %	Kg/h	peso %	Kg/h	peso secco %	Kg/h	peso %
Proteine (Nx6,25)	0,964	53,60	0,253	1,61	0,711	63,90		
Lipidi	0,027	1,50	0,018	0,11	0,009	0,85		
Fenoli	0,100	5,54	0,095	0,60	0,005	0,45		
Fibra grezza	0,097	5,40	0,012	0,08	0,085	7,64		
Zuccheri	0,117	6,52	0,113	0,73	0,004	0,36		
Ceneri	0,135	7,53	0,062	0,39	0,073	6,52		
H ₂ O			15,000	95,63			15,0	100
Estr. inazotati	0,358	19,91	0,132	0,85	0,226	20,28		
Totale sul secco	1,798	100,00			1,113	100,00		
Totale sul liquido			15,685	100,00			15,0	100
NSI pH 7,0						58,0		

Fig.1

