Wydano 27 lutego 1943

URZĄD PATENTOWY
w WARSCHAU

OPIS PATENTOWY

Nr 31064 Kl. 12 p, 17/02

MKP ~~607g 11/00~~ A61k 15/10

Knoll A.-G. Chemische Fabriken, Ludwigshafen n. R.

Sposób otrzymywania preparatów zawierających witaminę *E*

Zgłoszono 26 czerwca 1940
Udzielono 23 października 1942
Pierwszeństwo: 8 sierpnia 1939 (Niemcy)

Próbowano już wzbogacać naturalne oleje z kiełków pszennych w witaminę *E*, poddając olej destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem, jednakże nie ma w ogóle danych, czy i do jakiego stopnia osiąga się według tego sposobu wzbogacenie w witaminę *E*.

Nie zadowalniające wyniki tego sposobu postępowania doprowadziły do dalszych badań, przy czym próbowano wzbogacać naturalne oleje z kiełków pszennych w witaminę *E* poddając olej destylacji cząsteczkowej, to znaczy destylacji krótkobieżnej w wysokiej próżni.

Te sposoby destylacji wymagają do pracy przyrządów do destylacji cząstkowej, które są w swej budowie bardzo skomplikowane, a sposób w wykonaniu na skalę techniczną jest bardzo uciążliwy i drogi.

Obecnie stwierdzono, że z naturalnego oleju z kiełków pszennych, przez zwykłą destylację w próżni, wydzielić można w wydajności prawie ilościowej mieszaninę tocoferolu, z której po odprowadzeniu prawie wolnej od witamin frakcji początkowej pobiera się wąską frakcję, która wynosi najwyżej 5% zastosowanego naturalnego oleju z kiełków pszennych. Na tej drodze można uzyskać 70-cio krotne i jeszcze większe wzbogacenie w składnik witaminy *E*. Destylację przeprowadza się w tym celu pod ciśnieniem poniżej 1 mm słupa rtęci, gdyż wysoki stopień wzbogacenia nie jest osiągalny w temperaturach zbyt wysokich. Poza tym celowym jest

przedestylowanie frakcji zawierającej witaminę w możliwie krótkim czasie.

Nadspodziewany był fakt, iż zdołano otrzymać witaminę *E* z naturalnego oleju z kiełków pszennych w tak wielkiej wydajności w jednym jedynym przebiegu destylacji bez skomplikowanej aparatury.

Sposób niniejszy odróżnia się krańcowo od sposobu stosującego destylację krótkobieżną tym, iż według definicji E. W. Fawcetta w jego pracy „Destylacja cząsteczkowa" Kolloidzeitschrift t. 86, (L939) str. 43—51 stosuje się destylację przez wyparowanie, to znaczy destylację bez stosowania wrzenia, a sposób według wynalazku stosuje zwykły sposób destylacji przy określonym punkcie wrzenia. Stosowane urządzenie do destylacji składa się w tym celu z naczynia podobnego do retorty, w którym średnica części składającej się z rury między zbiornikiem retorty a rozszerzoną szyjką rury o kształcie worka wynosi od ½ do ⅓ wielkości średnicy zbiornika. Ze znajdującego się w zbiorniku materiału do destylowania oddestylowuje się odnośne frakcje do szyjki retorty, przy czym jak to zwykle przy takich urządzeniach retort zachodzi, między częścią ogrzewaną a komorą skraplającą istnieje znaczna różnica ciśnień, w odróżnieniu od warunków ciśnienia przy destylacji cząsteczkowej.

Jest rzeczą znaną, że destylacja cząsteczkowa jako główną wadę ma to, iż pozwala na rozdzielanie zwłaszcza w jednym przebiegu jedynie ograniczonej objętości surowca. W przeciwieństwie do tego sposób zwykłej destylacji z retorty posiada tę korzyść, że pozwala na rozdzielenie mieszaniny w wysokim stopniu.

Ze względu na tą korzyść udało się, przy jednym postępowaniu uzyskać dotychczas nie osiągnięte duże wzbogacenie w witaminę *E* z naturalnego oleju z kiełków pszennych, przez wybranie wąskiej frakcji.

Przykład I. Jako naczynie do destylacji służy zbiornik w kształcie retorty o rozszerzonej podobnej do worka szyjce. Retorta jest zaopatrzona w otwór szlifowany w celu wprowadzenia termometru ze szlifem, który jest zanurzony w oleju poddawanym destylacji. Ogrzewanie zbiornika odbywa się na łaźni, która obejmuje naczynie tak, że krótka część szyjki retorty znajduje się jeszcze w przestrzeni ogrzewającej.

15 g oleju z kiełków pszennych o zawartości 0,3% witaminy *E* po ustaniu pienienia i zniknięciu piany poddaje się destylacji pod ciśnieniem 0,84 mm słupa rtęci w naczyniu destylacyjnym. W ciągu godziny w temperaturze 180—200°C zbiera się oleisto krystaliczny przedgon i trochę żółtego oleju o łącznej wadze 0,18 g i o zawartości 1 mg witaminy *E*. Główną frakcję otrzymuje się przez dalsze ogrzewanie oleju z kiełków pszennych do temperatury 245—250°C w ciągu trzech godzin. Ciężar tej frakcji wynosi 0,569 g (3,8% zastosowanego materiału), a jej zawartość w witaminę *E* wynosi 6%, co odpowiada wydajności 74,2% tej witaminy zawartej w oleju wyjściowym.

Przykład II. 700 g naturalnego oleju z kiełków pszennych o zawartości witaminy *E* wynoszącej 0,22%, ogrzewa się w zbiorniku pod ciśnieniem 10 mm do temperatury 80—90°C, aż do zakończenia pienienia. Z tego w próżni pod ciśnieniem 10^{-3} mm słupa rtęci, ogrzewając stopniowo do temperatury 130—150°C przedestylowuje się przedgon wynoszący 14 g o zawartości witaminy 0,6%. Zakończenie przechodzenia przedgonu rozpoznać można przez to, iż po przechodzącej z początku części krystalicznej przechodzi mała ilość żółto zabarwionego oleju, którą zbiera się albo razem z częścią krystaliczną albo oddzielnie.

Po oddzieleniu tego przedgonu z urządzenia, otrzymuje się frakcję główną w temperaturze 170—180°C, jako substan-

cję olejno krystaliczną w ilości 8,4 g o zawartości 14,0% witaminy *E*.

Frakcja zawiera w tym przypadku 77% witaminy zawartej w oleju wyjściowym.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania preparatów zawierających witaminę *E* przez destylację w próżni olejów naturalnych z kiełków pszennych, znamienny tym, że oddestylowuje się prawie wolny od witaminy *E* przedgon stosując próżnię poniżej 1 mm, a następnie zbiera się frakcję tworzącą najwyżej 5% materiału wyjściowego.

Knoll A.-G.
Chemische Fabriken
Zastępca: inż. F. Winnicki
rzecznik patentowy