



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

235965

(11) (B2)

(22) Přihlášeno 15 10 82
(21) (PV 7363-82)
(32) (31)(33) Právo přednosti od 19 11 81
(25175A/81) Itálie

(40) Zveřejněno 31 08 84

(45) Vydáno 15 12 86

(51) Int. Cl.³
C 11 B 1/10,
A 23 J 1/14

(72) Autor vynálezu

CONSTANTINO ROCCO, Řím, ASSOGNA AMALIA, RIANO, SODINI GIANCARLO, Řím
(ITÁLIE)

(73) Majitel patentu

E.N.I.-ENTE NAZIONALE IDROCARBURI, Řím (ITÁLIE)

(54) Rozpouštědlová směs pro extrakci lipidů a polyfenolů z loupáných
slunečnicových semen ve formě vloček

Rozpouštědlová směs vhodná pro extrakci lipidů a polyfenolů z loupáných slunečnicových semen ve formě vloček technikou extrakce pevné látky kapalinou, skládající se z 40 až 70 % objemových, vztaženo na celkový objem směsi, uhlovodíkového rozpouštědla, s výhodou n-hexanu, a 60 až 30 % objemových, vztaženo na celkový objem směsi, kombinace etanolu a vody při vzájemném objemovém poměru etanolu k vodě v rozmezí od 95:5 do 50:50. Ze použití rozpouštědlové směsi podle vynálezu je možno ve vysokém výtěžku získat bílkovinné koncentráty.

Vynález se týká nové rozpouštědlové směsi, které se může použít pro extrakci typu kapalina - pevná látka, prováděnou s výhodou v jednom stupni, kterou se extrahují lipidy a polyfenoly ze slunečnicových semen ve formě vloček za účelem získání bílkovinných koncentrátů.

Extrakce pevné látky kapalinou se může provádět četnými postupy známými z literatury. Jako obzvláště výhodný se ukázal být postup, který je popsán v československém patentu č. (PV 3539-79).

Metoda extrakce pevné látky kapalinou popsaná v citovaném čs. patentu se vyznačuje tím, že se čerstvé rozpouštědlo nebo rozpouštědlová směs uvádí do jedné z většího počtu extrakčních nádob uspořádaných do série, přičemž každá z těchto nádob obsahuje pevnou látku a je vybavena přívodem rozpouštědla, odvodem rozpouštědla, spuštěným míchacím zařízením a filtračním prvkem pro zabránění úniku pevné látky s částicemi o průměru, který je větší než průměr předem stanovený, prostřednictvím odváděného rozpouštědla, přičemž filtrační prvek je v nádobě uspořádán v blízkosti míchacího zařízení, aby míchání rozpouštědla nebo rozpouštědlové směsi míchacím zařízením snižovalo tendenci pevné látky ucpávat filtrační prvek; rozpouštědlo s obsaženou extrahovanou látkou nebo látkami se odvádí z této jedné extrakční nádoby a vede se ostatními extrakčními nádobami v sérii; a pak, když jsou extrahovatelná látka nebo látky z pevné látky v této jedné extrakční nádobě vyextrahovány, přepne se přívod čerstvého rozpouštědla nebo rozpouštědlové směsi na vedlejší extrakční nádobu ležící dále ve směru toku, pevná látka se z této jedné extrakční nádoby vyprázdní a nádoba se naplní čerstvou pevnou látkou a pak se tato jedná extrakční nádoba zapojí do série ve směru toku za extrakční nádobu, která byla před tím umístěna ve směru toku na nejposlednějším místě.

Tento postup umožňuje extrahovat několik složek rozpouštědlem nebo směsí dvou nebo více rozpouštědel. v n sériově zapojených extraktorech, přičemž kapalný obsah těchto extraktorů se v průběhu celé extrakce udržuje za neustálého míchání.

Rozpouštědlo nebo rozpouštědla se uvádějí a odvádějí z těchto několika nádob průtokovou rychlostí, jejíž hodnota leží v dobře definovaném rozmezí, obvykle od 2 do 15 $\text{m}^3/\text{h}/\text{m}^2$, přičemž tok sériově uspořádanými nádobami je kontinuální.

V praxi se postupuje tak, že se do každé nádoby předloží vhodně rozmělněná pevná látka, doplní se rozpouštědlo a zahájí se míchání.

Do první nádoby se pak uvádí čerstvé rozpouštědlo, aby se rozpouštědlo, které je v této nádobě již obsaženo, zředilo. Tím se stává extrakce vysoce účinnou.

Rozpouštědlo odváděné z první nádoby se pak uvádí do následujícího extraktoru a opakuje se stejný postup v celé sérii n do série zapojených extrakčních nádob.

Když se pevná složka obsažená v první extrakční nádobě vyčerpá, (tj. když je extrahovatelná látka vyextrahována) vyprázdní se, a do nádoby se uvádí čerstvé rozpouštědlo, přičemž se tato nádoba posune na poslední místo v sérii. Dávkování čerstvého rozpouštědla se přepojí z první extrakční nádoby do následující a tak postupně dále.

Poněvadž asi 10 % pevné látky z každé nádoby (nejjemnější podíly) přechází do proudu rozpouštědla, je za potřeby kromě sériově uspořádaných extraktorů použít filtru. Filtrem se oddělí pevná látka stržená do proudu rozpouštědla z kapalné fáze a extrakce je skončena.

Praktičnost a účinnost popsané metody je značně závislá na četných proměnných a tyto proměnné musí být spolu vzájemně korelovány.

Jak již bylo uvedeno, je základním parametrem postupu specifický (jednotný) průtok rozpouštědla, které se uvádí do každé extrakční nádoby apak se z ní odvádí, a který musí normálně být v rozmezí od 2 do 15 m³/h/m².

Z dalších parametrů, které je nutno vhodně zvolit, je možno uvést poměr výšky a průměru nádoby, geometrickou charakteristiku filtračního členu, velikost otvorů ve filtračním členu, materiál, ze kterého je filtrační člen vytvořen, tloušťku filtračního členu, kinematickou viskozitu suspenze a intenzitu míchání udržovaného v nádobě.

V popise shora uvedeného přihlášky vynálezu je uvedeno, že každý odborník v tomto oboru je schopen zvolit vhodné hodnoty uvedených parametrů tak, aby metoda a účinnost extrakce byly optimální v každém konkrétním případě zahrnujícím použití konkrétní pevné látky s konkrétní velikostí částic, konkrétního rozpouštědla a všech ostatních charakteristik.

Ve shora uvedené přihlášce vynálezu však není uveden žádný údaj, který by navozoval možnost použití několikařázkové ternární rozpouštědlové směsi, naopak se zdá, že se předpokládalo, že postup zveřejněný v této přihlášce se omezuje na použití pouze jediného rozpouštědla nebo směsi vzájemně mísitelných a vzájemně kompatibilních rozpouštědel.

S překvapením se nyní zjistilo, a toto zjištění tvoří podstatu předloženého vynálezu, že k simultánní extrakci více než jedné nežádoucí složky ze slunečnicových semen je možno použít směsi tvořené třemi rozpouštědly, která jsou rozdělena v různých fázích.

Předmětem vynálezu je rozpouštědlová směs vhodná pro extrakci lipidů a polyfenolů z loupaných slunečnicových semen ve formě vloček technikou extrakce pevné látky kapalinou, která se vyznačuje tím, že se skládá z 40 až 70 % objemových, vztaženo na celkový objem směsi, uhlovodíkového rozpouštědla, s výhodem n-hexanu, a 60 až 30 % objemových, vztaženo na celkový objem směsi, kombinace ethanolu a vody při vzájemném objemovém poměru ethanolu k vodě v rozmezí od 95 : 5 do 50 : 50.

Nová rozpouštědlová směs podle vynálezu, skládající se z uhlovodíkového rozpouštědla, ethanolu a vody představuje dvoufázovou trojsložkovou směs rozpouštědel.

Uhlovodíkovým rozpouštědlem je přednostně alkan, obvykle alifatický alkan, který přednostně obsahuje poměrně nízký počet atomů uhlíku, jako n-hexan.

Použití takové směsi umožňuje dosažení vysokého výtěžku extrakce a když se této směsi používá ve spojení s postupem uvedeným shora, je tento výsledek kombinován s jednoduchostí a spolehlivostí tohoto postupu.

Extrakce pevné látky kapalinou se přednostně provádí v teplotním rozmezí od 20 do 50 °C, po dobu od 30 min do 6 hodin a při poměru hmotnost/objem semen ve formě vloček k rozpouštědlové směsi v rozmezí od 1 : 1 do 1 : 10, t.j. od 1 kg na 1 litr do 1 kg na 10 litrů.

Analytické metody použité pro charakterizaci slunečnicových semen a produktů z nich získaných.

Obsah vlhkosti, popele a surové buničiny se stanovuje standardními metodami podle A.O.A.C (Association Official Analytical Chemists, 12. vydání, 1975).

Obsah bílkovin je vyjádřen jako obsah dusíku stanovený makrokjeldahlizací násobený koeficientem 5,70. Celkový obsah lipidů se stanovuje petroletherovou metodou popsanou v A.A.C.C. č. 30-26. Polyfenolické sloučeniny se stanovují kolorimetrickou metodou popsanou Bittenim a dalšími (Riv. Ital. Sost. Grasse, 54, 421, 1977).

Celkový obsah cukrů se stanovuje metodou, kterou popsal M. Dubois a další (Analytical Chemistry, 28, 350-356, 1968), modifikovanou v tom smyslu, že se vypustí separace jednotlivých cukrů a uvažuje se jen celkový obsah cukrů přítomných v produktu.

Hodnota P.D.I. (Protein Dispersibility Index) používaná pro určení množství dusíku, které je schopno se dispergovat ve vodě za podmínek přírodního pH, je v souladu s metodou uvedenou v A.O.C.S. (metoda Ba 10 až 65, revidováno 1969).

Vynález je blíže popsán v následujících příkladech provedení. Příklady mají pouze ilustrativní charakter a rozsah vynálezu v žádném směru neomezují.

Příklad 1

Slunečnicová semena o složení uvedeném v tabulce 1 se zcela zbaví slupek v zařízení Hydromécanique et Frottement a loupaná semena se zpracují na vločky o tloušťce 0,25 mm v Diefenbachově mlýně L2/30/30. Na takto získaný produkt se působí směsí následujícího složení:

n-hexan	60 % objemových
ethanol	35 % objemových
voda	5 % objemových

Pracuje se za těchto podmínek extrakce pevné látky kapalinou:

Plnicí koeficient extrakčních nádob

(hmotnost : objem)	1 : 4
Doba extrakce	6 hodin
Teplota extrakce	45 °C
Extrakční poměr (hmotnost : objem)	1 : 7,5

Tabulka 1

Chemické složení vzorku slunečnicových semen

Vlhkost	6 %
Vztaženo na sušinu:	
Lipidy	60,0 %
Proteiny	22,0 %
Popel	2,9 %
Surová buničina	3,5 %
Cukry	4,4 %
Fenoly	2,4 %
Jiné estery neobsahující dusík	4,8 %

Konečný produkt má následující chemické složení:

vlhkost	6,5 %
Vztaženo na sušinu:	
Lipidy	0,5 %
Fenoly	0,8 %
Proteiny (Nx5,7)	65,1 %
Cukry	1,9 %
P.D.I. (Protein Dispers. Index)	8,9 %

Příklad 2

Slunečnicová semena podobného složení, jako jsou semena použita v příkladě 1 se podrobí analogickému zpracování, jako v příkladě 1 a pak se extrahují rozpouštědlovou směsí, která se skládá z

n-hexanu	60 % objemových
ethanolu	30 % objemových
vody	10 % objemových

za těchto podmínek extrakce pevné látky kapalinou:

Plnicí koeficient extrakčních nádob

(hmotnost : objem)	1 : 4
Extrakční doba	6 hodin
Extrakční teplota	45 °C
Extrakční poměr	1 : 7,5

Extrahovaný produkt má následující chemické složení:

Vlhkost	7,3 %
---------	-------

Vztaženo na sušinu:

Lipidy	2,1 %
Fenoly	0,17 %
Proteiny (Nx5,7)	59,6 %
Cukry	0,6 %
P.D.I.	5,3 %

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Rozpouštědlová směs pro extrakci lipidů a polyfenolů z loupaných slunečnicových semen ve formě vloček technikou extrakce pevné látky kapalinou, vyznačující se tím, že se skládá z 40 až 70 % objemových, vztaženo na celkový objem směsi, uhlovodíkového rozpouštědla, s výhodou n-hexanu, a 60 až 30 % objemových vztaženo na celkový objem směsi, kombinace ethanolu a vody při vzájemném objemovém poměru ethanolu k vodě v rozmezí od 95 : 5 do 50 : 50.