



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

199603
(11) (B2)

[51] Int. Cl.³
C 11 B 1/04

(22) Přihlášeno 13 11 75
(21) [PV 7683-75]
(32) (31) (33) Právo přednosti od 14 11 74
(P 24 53 911.5)
Německá spolková republika
(40) Zveřejněno 31 10 79
(45) Vydáno 15 07 83

[72]

Autor vynálezu

VOESTE THEODOR dipl.-chem., SCHMIDT HANS-JOACHIM dr.,
PENK GEORG ing., SCHULTZ GUGLIELMO dipl.-ing., FRANKFURT/M.
a KAUPER JOACHIM, MAIN TAL (NSR)

[73]

Majitel patentu

METALLGESELLSCHAFT AKTIENGESELLSCHAFT,
FRANKFURT/M. (NSR)

(54) Způsob získávání oleje z rostlinných surovin s obsahem oleje nad 25 %

1

Vynález se týká způsobu získávání oleje z rostlinných surovin s obsahem oleje nad 25 %, přičemž suroviny jsou podrobovány předběžnému čištění, popřípadě předběžnému drcení a mletí jedno- nebo několikanásobným válcováním a před rozpouštědlovou extrakcí oleje jsou navlhčovány a sušeny.

Při získávání oleje z rostlin, které tento olej obsahují, je snaha, odlučovat olej co možná úplně od ostatního rostlinného materiálu (odpadu). Olej slouží po čištění, resp. dalším zpracování k lidské výživě, zatímco odpad skýtá vysoce hodnotné dobytčí krmivo, bohaté na proteiny.

Získávání oleje s vysokým výtěžkem, respektive výroby odpadu s obsahem zbytku oleje pod 2 % se dosahuje extrakcí rostlinného materiálu pomocí extrakčního činidla, hlavně benzinové frakce, například hexanu nebo heptanu. Před extrakcí se musí materiál, obsahující olej, patřičně předběžně upravovat. Kromě předběžného čištění k odstranění nežádoucích podružných složek je rostlinný materiál rozmělněn a tím se odkrývá olej, nalézající se v buňkách.

V některých případech, například u sójových bobů s obsahem oleje od 17 do 19 %, nejvýše 22 %, postačí rozmělnění mletím na válcovacích stolicích, načež lze materiál ihned přivádět k extrakci.

2

V jiných případech, jako třeba u veškerého rostlinného materiálu s vysokým obsahem oleje, tj. rostlinného materiálu s obsahem oleje nad 25 %, jako například u burškých oříšků (40 až 50 %), kopry (60 až 70 %), řepky (35 až 50 %), lněných semen (35 až 40 %), sezamu (45 až 55 %) a slunečnicových jader (30 až 35 %), je přímá extrakce rozmělněného materiálu s uspokojivým výsledkem nemožná nebo možná jenom se značným a tím i drahým technickým vynaložením. Důvod nesnáze tkví v tom, že při rozmělnění materiálu s vysokým obsahem oleje mechanicky nestálé částice, tj. částice, které se snadno rozpadají a tím vytvářejí ještě jemnější částičky, jsou při extrakci na překážku propustnosti materiálu pro extrakční činidlo. Tím se velmi prodlužuje doba extrakce a velmi se tím rozšiřují zařízení, které třeba instalovat. Jestliže se zabránuje tvoření jemných částíček šetrným mletím, rostlinné buňky se nedostatečně rozkládají a zbytek oleje v extrahovaném odpadu nabývá nepřijatelně vysokých hodnot.

Z těchto důvodů se tedy dnes takového rostlinného materiálu před extrakcí lisují, aby byly zbaveny hlavního množství oleje. Lisování se přitom provádí buďto po várkách v lisech, pracujících většinou s hydraulickými lisovacími prvky.

kým tlakem, nebo plynule, například ve šnekových lisech. Po vylisování se získává koláč, který obsahuje v nejlepší případě ještě 4 % oleje, avšak u produktů, které jsou potom extrahovány, také 14 až 20 % oleje. Vylisovaný koláč se potom zase rozmělní a přivádí k normální rozpouštědlové extrakci, přičemž obsah oleje může klesnout na 1 až 2 %. Aparatury, používané při lisování, jsou podrobeny značnému opotřebení a vyžadují velké náklady na údržbu. Jsou činné pokusy o zmenšení opotřebení tím, že se rostlinný materiál před lisováním ohřívá. Tím klesá viskozita oleje a ten může snadno vytékat. Navíc však lisováním stoupá teplota v extrahovaném materiálu, takže může docházet k teplotám 160 až 180 °C. Ohřívání na tak vysoké hodnoty však již olej poškozuje a jsou spoluuvolňovány nežádoucí průvodní látky, například slizové látky. To má za následek, že za horka vylisovaný olej má špatnou jakost po stránce barvy i chuti a po následující olejové rafinaci vznikají velké ztráty.

Nechyběly tudíž pokusy o vyvinutí způsobu, které by umožňovaly, resp. usnadňovaly přímou extrakci rostlinných materiálů s vysokým obsahem oleje. Tak se například navrhuje [Journal American Oil Chemists' Soc. 49 (1972), s. 364 A] extrahovat semena s vysokým obsahem oleje ve dvoustupňovém pochodu. Po prvním stupni extrakce, jenž pracuje jako tradiční způsoby sperkolací, je odpad zbavován rozpouštědla, podruhé se rozemílá na jemnou moučku a potom se materiál extrahuje s rozpouštědlem v extrakční věži inertním způsobem. Tímto způsobem dosahovaný zbytek oleje v odpadu, resp. moučce, je sice dostatečně malý, ale náklady na aparaturu a provozní prostředky jsou velmi vysoké.

Jiný způsob vychází z práškovitého materiálu, například z rýžových otrub, kakaa aj. a podrobí se prášek před následující extrakcí zvětšení zrnitosti (podle NSR DE-PS 970 855). Tento způsob se však zpravidla nehodí pro popsané rostlinné materiály s vysokým obsahem oleje.

V novější době vešel ve známost způsob mletí pro materiál s obsahem oleje (firemní prospekt firmy Bauermeister, Hamburg). K tomu je však zapotřebí ochlazování materiálu tekutým dusíkem na nízké teploty (–196 °C). Tento pracovní postup je však pracný a drahý.

Mletí rostlinného materiálu s vysokým obsahem oleje na válcích nevede sice k práškovitému produktu. Na druhé straně se však také nezískává vyložená a především stabilní plátková struktura, jak je toho třeba pro správný způsob extrakce a jak jí lze získat například při mletí materiálu s malým obsahem oleje, jako třeba sójových bobů.

Obzvláštní nesnáze při extrakci působí materiál s vysokým obsahem oleje, který byl několikrát přemlet mezi válci. Několik

kerého mletí bývá často zapotřebí právě tehdy, když má být odpad extrahován až na nepatrný zbytek oleje.

Vynález vychází z úkolu překonat popsané nesnáze při extrakci rostlinných surovin s obsahem oleje nad 25 % vhodnou předběžnou úpravou mleté suroviny tak, aby se daly suroviny v jednostupňovém pracovním postupu a v krátkých dobách extrakce uvádět na uspokojivý obsah zbytku oleje.

Úkol je řešen tím, že mletá surovina se navlhčuje 1 až 10 % tekutiny, zejména vody, mísí se a potom suší na optimální obsah vlhkosti mezi 4 až 15 %, což závisí na druhu použité suroviny, dříve než je extrahována pomocí rozpouštědla.

Podle jednoho dalšího provedení vynálezu se do mleté suroviny přidává před navlhčením, během něho nebo po něm již extrahovaný a oleje zbavený odpad v množstvích 2 až 15 %, zejména 3 až 8 %, což vede k dalšímu zlepšení postupu. Bylo shledáno, že přimíchávání extrahovaného odpadu, jenž vykazuje jen nepatrný zbytek oleje ve výši 1 až 2 %, se projevilo jako obzvláště příznivé pro propustnost extrahované vrstvy. Přidáváním výše udaných množství mění se obsah oleje u surovin s jeho vysokým obsahem, například u burských oříšků s obsahem 40 % oleje, jenom nepatrně. Dále bylo shledáno, že navlhčování materiálu na optimální vlhkost a následující sušení, resp. ochlazování na teplotu v blízkosti varu u rozpouštědla má obzvláště příznivý účinek na propustnost a extrakci.

Podle jednoho přednostního provedení vynálezu se část přidávaného odpadu rozplavuje v tekutině a tekutina s 8 až 12 % rozplaveného odpadu se přidává k navlhčování mleté suroviny, jež může také ještě navíc obsahovat vratný odpad. Tímto rozplavením se z extrahovaného odpadu uvolňuje škrob a bílkoviny, jež se projevují při předběžné úpravě obzvláště příznivě jako pojidla pro práškovité jemné částičky v mleté surovině. Tím se zlepšuje propustnost extrahované suroviny.

Od takového rozplavení lze však upustit, jestliže se podle vynálezu přidává vodný výtažek extrahovaného odpadu jako tekutina. Vodný výtažek obsahuje škrob a bílkoviny, rovněž vhodné jako pojidla pro práškovité jemné částičky. Jestliže se upustí od rozplavování odpadu nebo jeho výtažků, lze podle vynálezu tekutiny, zejména vody, uhlohydrátů, jako například škrobu, přidávat v množstvích až do 10 váhových procent. Uhlohydráty mají rovněž tu vlastnost, že aglomerují zejména nejjemnější částičky.

Podstatné je to, že se po přidání tekutiny podle jednoho dalšího provedení vynálezu provádí sušení navlhčených a mletých surovin v proudu plynu, zejména vzduchu, s teplotou 50 až 150 °C. Výhoda tohoto způsobu záleží v tom, že v tomto teplotním rozmezí dochází k šetrnému sušení směsi, která se má extrahovat, u níž se samotná su-

rovina nezahřeje nad 90 °C. Tyto teploty nemají škodlivý vliv na olej.

Podle jednoho dalšího provedení vynálezu se provádí ochlazování sušené suroviny v proudu plynu, zejména vzduchu. Takového chlazení je zapotřebí jenom tehdy, jestliže se při sušení na optimální obsah vlhkosti mezi 4 až 15 % maximální teplota materiálu nachází nad teplotou varu u extrakčního činidla.

Podle jednoho přednostního provedení vynálezu se mísení a navlhčování mletého materiálu s extrahovaným odpadem provádí na šikmých otočných talířích nebo na otáčivých bubnech.

Podle vynálezu se provádějí jednotlivé stupně způsobu, jako mletí, přimíchávání odpadu, navlhčování a mísení, jakož i sušení a chlazení a extrahování plynule v přechodu z jednoho na druhý.

Podle jednoho dalšího provedení vynálezu se používá jako rostlinných surovin zejména řepkových semen, slunečnicových jader, kopry, burských oříšků aj.

V tomto vynálezu je popisován způsob, podle něhož je rostlinný materiál s vysokým obsahem oleje uváděn zvláštní úpravou do takového stavu, že se dá potom snadno extrahovat pomocí rozpouštědla v extrakčním zařízení. Způsob se vyznačuje zejména tím, že s materiálem je zacházeno velmi šetrně. Tímto způsobem se získávají jakostně vysoce hodnotné rostlinné oleje a zároveň i odpad, v němž zbývá jen nepatrné množství oleje.

V následujícím bude nyní způsob podrobněji popsán a doplněn příklady.

Rostlinný materiál s vysokým obsahem oleje, jako například burské oříšky, lněná semena, řepka, sezam nebo slunečnicová jádérka, se po obvyklém předběžném čištění, tj. prosévání a třídění k odstranění cizích průvodních látek, rozmělnuje.

Rozmělnění zahrnuje v sobě při hrubém rostlinném materiálu, například kopře, burských oříškách, slunečnicových jádérkách, předběžné drcení. Toto předběžné rozmělnění se provádí obvykle na ježkových a/nebo rýhovaných válcích. Potom následuje vlastní rozmělnění na hladkých válcích. Přitom se ničí rostlinné buňky, obsahující olej, a olej se uvolňuje. Tento postup lze, pokud je toho třeba, opakovat. Rozmělnění a ničení rostlinných buněk je podporováno tím, že válce se otáčejí s rozdílným počtem otáček a melivo není pouze drceno, ale navíc ještě podrobováno také namáhání stříhem.

Potom se rozmělněný materiál navlhčuje a přivádí do mísicího zařízení. Navlhčování tekutinou, zejména vodou nebo vodným roztokem či vodnou rozplaveninou, se děje účelným způsobem v samotném mísicím zařízení.

Jako mísicího zařízení lze používat v technice obvyklých aparatur, například mísicích bubnů, šneků nebo otáčivých talířů. Právě

tak se používá k navlhčování tekutinou obvyklých zařízení, například rozprašovacích trysek.

Pro extrakci oleje z rostlinného materiálu existuje optimální obsah vody v extrahovaném materiálu, při němž lze olej získávat zvláště snadno a s vysokým výtěžkem. Podle druhu materiálu se tento obsah vody pohybuje mezi 4 a 15 %, ve většině případů mezi 5 až 10 %, například u řepky mezi 5 a 8 %.

V případě, že materiál, který má být extrahován, vykazuje vlivem transportu nebo skladování malý obsah vody, přidává se chybějící nebo přebytná voda při navlhčování tekutinou. Množství tekutiny, přidávané nad optimální množství vody, činí podle vynálezu až 15 %, zejména 1 až 10 %. Jako tekutiny k navlhčování se používá zejména vody, může to však být i alkohol, metanol aj. Také roztoky uhlohydrátů, kromě jiného s obsahem pevných látek až do 10 % jsou vhodné právě tak jako roztoky, resp. rozplaveniny extrahovaného odpadu. Prostřednictvím mísicího zařízení je pečováno o to, aby se tekutina s rostlinným materiálem, který má být extrahován, rovnoměrně promísila.

Hned po navlhčení tekutinou a promísění se sušením odstraňuje množství tekutiny, překračující optimální obsah vlhkosti. Toto se děje účelným způsobem pomocí proudu plynu, jenž není nasycen párou tekutiny k odstranění. Ve většině případů lze k tomu používat vzduchu jako sušicího plynu. Proud plynu je za tím účelem veden v nějaké samo o sobě známé aparatuře, například ve vibrační sušárně, skrze materiálem k sušení. K urychlení sušení lze proud plynu zahřívat, ale teplota plynu vstupujícího do sušárny se udržuje zejména pod 150 °C. Po procesu sušení může se jevit nezbytným chlazení rostlinného materiálu. Je tomu tak tehdy, jestliže materiál při sušení nabyl teploty, která je vyšší než 10 °C nad teplotu varu u rozpouštědla používaného při extrakci. Chlazení se provádí obdobně jako sušení, zejména proudem plynu.

Tímto zpracováním se dosahuje nikoliv nezbytně měřitelného zvětšení maximální zrnitosti částic rozmělněného rostlinného materiálu. Ukázalo se totiž, že popsanou předběžnou úpravou jsou zejména vázány jemné částičky a při následující extrakci nezpůsobují ucpání ani nejsou na překážku pronikání a průtoku rozpouštědla.

Při sušení rostlinného materiálu na optimální obsah vlhkosti se získává produkt, který je mechanicky dostatečně stabilní a vlivem transportu se již nemění.

Takovýmto způsobem zpracovaný materiál se přivádí přímo k rozpouštědlové extrakci, v níž je olej získáván za stejných podmínek jako u olejovitých rostlin s nepatrným obsahem oleje, například u sójových bobů.

Podstatného zlepšení v průběhu extrakce

rostlinného materiálu s vysokým obsahem oleje se dosahuje tím, že se do výchozího materiálu s vysokým obsahem oleje přimíchává část oleje zbaveného odpadu s obsahem zbytku oleje od 0,5 do 2 % před navlhčováním tekutinou, během něho nebo po něm. K tomuto účelu zcela postačuje, jestliže se redukuje maximálně 15 %, zejména dokonce i méně než 10 % ve vztahu k použitému množství materiálu s obsahem oleje.

Příklad 1

Podzemnicová semena byla předběžně drce na rýhovaném válci a potom mleta v hladké válcovací stoli. Část materiálu s obsahem oleje 50,3 % a obsahem vlhkosti 5,6 % byla bez přídavného zpracování zkoumána v pokusné aparatuře za účelem posouzení chování při extrakci. Jiná část rozmělněného materiálu byla na otáčivém talíři postříkována vodou a potom sušena na vibračním sušiči proudem vzduchu při vstupní teplotě 100 °C a výstupní teplotě 62 °C, dříve než byla zkoumána co do chování při extrakci.

Extrakční aparatura k posouzení chování při extrakci pozůstávala z nádrže, v níž byl na síťovém roštu navrstven materiál s obsahem oleje ke zkoumání. Násypná výška vrstvy činila ve všech případech 300 mm. Nádrž byla termostátovaná a udržována na stálé teplotě 50 °C. V jejím dně byl výtokový otvor pro rozpouštědlo s obsahem oleje, v tomto případě hexan. Materiál s obsahem oleje byl podle přesného časového plánu poléván určitým množstvím hexanu o teplotě 50 °C a přitom byl měřen čas, který potřebovalo rozpouštědlo k proniknutí (průběžný čas), resp. čas, jehož bylo zapotřebí, dokud z vrstvy nevyteklo rozpouštědlo na 90 % (výtokový čas). Po pětinasobné extrakci hexanem byl extrahovaný materiál z aparatury odstraněn a stanoven obsah zbytku oleje. Byly měřeny tyto hodnoty:

1. Nezpracovaný podzemnicový materiál

průběžný čas	26 s
výtokový čas	600 s
obsah zbytku oleje	1,1 %

Redukované množství odpadu	0 %	2 %	5 %	10 %
Obsah vody po navlhčení	11,3 %	10,5 %	11,3 %	11,2 %
Obsah vody po sušení	5,3 %	5,6 %	5,8 %	5,6 %
Průběžný čas	32 s	15 s	11 s	15 s
Výtokový čas	300 s	150 s	90 s	120 s
Obsah zbytku oleje	1,1 %	0,9 %	0,9 %	0,9 %

2. Zpracovaný podzemnicový materiál

obsah vody po navlhčení	10,4 %
obsah vody po sušení	5,3 %
průběžný čas	9 s
výtokový čas	120 s
obsah zbytku oleje	1,0 %

Při zhruba stejném obsahu zbytku oleje se tudíž výtokový čas zkrátil o faktor 5.

Příklad 2

Letní řepka s obsahem oleje 38,5 % a obsahem vlhkosti 5,7 % byla několikrát mleta na hladké válcové stoli. Jako u příkladu 1 byla i zde část materiálu zkoumána přímo co do chování při extrakci a druhá část byla navlhčována vodou, sušena a potom zkoumána.

Přitom bylo dosaženo těchto výsledků:

1. Nezpracovaná letní řepka

průběžný čas	590 s
výtokový čas	4900 s
obsah zbytku oleje	3,9 %

2. Zpracovaná letní řepka

obsah vody po navlhčení	11,3 %
obsah vody po sušení	5,3 %
průběžný čas	32 s
výtokový čas	300 s
obsah zbytku oleje	1,1 %

Také zde byl předběžným zpracováním snížen obsah zbytku oleje z 3,9 % na 1,1 % a výtokový čas se zkrátil přibližně o faktor 16.

Příklad 3

V tomto příkladě bylo použito stejného materiálu jako v příkladě 2 s cílem zkoumat vliv redukce extrahovaného odpadu. Odpad byl před navlhčením vodou smíchán s mletou letní řepkou.

Při tomto pokusu byly zjištěny následující hodnoty:

Z tohoto příkladu lze seznat, že asi při 5 % redukováného množství odpadu mohlo dojít oproti příkladu 2, bod 2, jak ke zkrácení výtokového času, tak i ke snížení obsahu zbytku oleje u zpracované letní řepky.

Příklad 4

Stejný materiál, jak je popsán v příkladě 2, byl několikrát mlet na hladké válcové stolici. Tento materiál byl navlhčován vodnatým výtažkem z extrahovaného šrotu, potom sušen a zkoumán co do chování při extrakci.

Byly získány tyto výsledky:

obsah vody po navlhčení	
vodnatým výtažkem	11,5 %
obsah vody po sušení	5,6 %
průběžný čas	25 s
výtokový čas	220 s
obsah zbytku oleje	1,1 %

Příklad 5

V tomto příkladě byl zkoumán stejný materiál jako v příkladě 2. Navlhčování se provádělo 5% vodnatým roztokem z hydrolizovaného škrobu. Potom následovalo opět sušení a zkoumání co do chování při extrakci.

Bylo dosaženo těchto výsledků:

obsah vody po navlhčení	
vodnatým roztokem	
z hydrolizovaného škrobu	11,1 %
obsah vody po sušení	5,2 %
průběžný čas	28 s
výtokový čas	270 s
obsah zbytku oleje	1,0 %

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob získávání oleje z rostlinných surovin s obsahem oleje nad 25 %, zejména z řepkových semen, slunečnicových jader, kopry a burských oříšků, přičemž se tyto suroviny podrobují předběžnému čištění, popřípadě předběžnému drcení a mletí jedním nebo několikerým válcováním, a před extrakcí oleje se s pomocí rozpouštědla vlhčí a suší, vyznačující se tím, že se mletá surovina vlhčí a mísí s 1 až 10 % hmot. kapaliny, zejména vody nebo vodných roztoků, a suší na optimální obsah vlhkosti, závislý na druhu použité suroviny, mezi 4 a 15 % v proudě plynu, zejména vzduchu, s teplotou 50 až 150 °C, dříve, než se extrahuje s pomocí rozpouštědla.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se do mleté suroviny před vlhčením, během něho nebo po něm přivádí již extrahovaná a odolejovaná odpadní drť v dávkách od 2 do 15 %, zejména od 3 do 8 %.

3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se přidává jako kapalina vodnatý výtažek extrahované odpadní drti.

4. Způsob podle jednoho nebo několika z bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že se do kapaliny přidávají uhlohydráty v dávkách pod 10 % hmot.

5. Způsob podle jednoho nebo několika z bodů 1 až 4, vyznačující se tím, že se provádí chlazení sušené suroviny v proudě plynu, zejména vzduchu.