СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1286621 A1

(51) 4 C 11 B 1/10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3792874/28-13
(22) 27.07.84
(46) 30.01.87. Бюл. № 4
(71) Отдел географии АН МССР и Технологическо-конструкторский институт Научно-производственного агропромышленного объединения "Яловены"
(72) Ф.Г.Лупашку, П.И.Параска, В.М.Ропот, М.И.Русу, В.М.Иожица, Н.Л.Дубосарь и Е.Л.Мычкина
(53) 668.1.3(088.8)
(56) Авторское свидетельство СССР № 667588, кл. С 11 В 1/10, 1968.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭНОТАННИНА ИЗ ШРОТА ВИНОГРАДНЫХ СЕМЯН

(57) Изобретение относится к пищевой промышленности и касается способов получения энотаннина. Целью изобретения является повышение степени очистки и интенсификации процесса. Для получения энотаннина высокой степени очистки из шрота виноградных семян проводят экстракцию спиртом, экстракт сгущают до плотности 1,10-1,12 г/см$^3$, полученный экстракт смешивают с диэтиловым эфиром и выдерживают 10-12 мин до образования осадка и проводят фильтрацию, осадок энотаннина сушат в потоке горячего воздуха с температурой воздуха 40-48°С.
4 табл.

(19) SU (11) 1286621 A1

Изобретение относится к масложировой промышленности, а именно к способам получения масла и энотаннина из виноградных семян.

Целью изобретения является интенсификация процесса и повышение степени очистки энотаннина.

Способ осуществляют следующим образом.

Виноградные семена отделяют от выжимок просеиванием, отделенные семена высушивают при 90-95°С до остаточной влажности 5-7%. Семена дробят, экстрагируют углеводородным растворителем. Экстракт обрабатывают активированным углем, очищенный экстракт упаривают под вакуумом. Углеводородный экстракт повторно используют в технологическом процессе.

Из шрота экстрагируют этиловым спиртом при нормальной температуре таннин. Экстракцию проводят до прекращения процесса извлечения таннина, что определяют по реакции с ванилином. Спиртовой экстракт энотаннина сгущают под вакуумом до достижения плотности 1,10-1,12, затем смешивают с диэтиловым эфиром при перемешивании. Смесь выдерживают до образования осадка. Отделяют осадок энотаннина фильтрованием. Осадок промывают диэтиловым эфиром и сушат в проточном воздухе при 40-48°С.

Пример 1. Сладкие виноградные выжимки сорта Ркацетели взрыхляют, отделяют семена просеиванием через сита с диаметром ячеек 6-7 мм. Отделенные семена сушат при 90°С до остаточной влажности 5%. Повторно доочищают для удаления посторонних примесей. Высушенные и очищенные семена в количестве 1 кг измельчают до 0,2-1,5 мм, помещают в экстракционную колонку. Виноградное масло извлекают экстракцией бензином. Проводят исчерпывающую экстракцию бензином в количестве 3 дм$^3$. Полученный экстракт обрабатывают активированным углем 2 г/дм$^3$ при перемешивании 10 мин. Затем отделяют адсорбент от экстракта фильтрацией.

Элюат нагревают на водяной бане при 85°С до полного удаления бензина. В результате обработки элюата активированным углем коэффициент светопропускания масла повышается на 41%, а кислотность снижается на 54%. Выход масла из виноградных семян 15,6%. Полученное масло по своим показателям соответствует пищевому маслу из подсолнечника.

После испарения всего бензина приступают к экстракции энотаннина спиртом. Экстракцию проводят 4 л спирта. Спиртовой экстракт энотаннина сгущают в вакуум-аппарате при 45°С и разряжении 650 мм рт.ст. до плотности 1,10 нии 650 мм рт.ст. до плотности 1,10 г/см$^3$. Сгущенный экстракт смешивают в соотношении 1:2 с диэтиловым эфиром, перемешивают 5 мин и выдерживают 10 мин до завершения образования осадка бледно-коричневого цвета и его оплотнения. Затем энотаннин разделяют на фильтре. Осадок энотаннина дополнительно промывают свежей порцией диэтилового эфира в соотношении 1: : 0,5. Осадок энотаннина сушат в сушильном шкафу в потоке горячего воздуха с температурой 40°С. Выход энотаннина от веса семян 7,6%, содержание энотаннина в порошке 82,3%.

Пример 2. Получение семян из выжимки того сорта винограда, их очистку, измельчение и извлечение масла бензином осуществляют, как в примере 1. Полученный экстракт обрабатывают активированным углем (АГ-3) 3 г/дм$^3$ при перемешивании 15 мин. Затем отделяют адсорбент от экстракта фильтрацией. Отгоняют бензин с получением масла. В результате очистки экстракта бензина активированным углем коэффициент светопропускания повышается на 43%, а кислотность снижается с 1,68 до 0,76 мг КОН (55%). Выход масла 15,4%. Бензин, очищенный от красящих и фенольных веществ обработкой активированным углем, используется повторно в технологическом цикле.

Из шрота экстрагируют энотаннин 4 л спирта этилового. Спиртовой экстракт сгущают в вакуум-аппарате при 48°С и разряжении 650 мм рт.ст до плотности 1,12 г/см$^3$. Сгущенный экстракт смешивают в соотношении 1:2 с диэтиловым эфиром, перемешивают 5 мин и выдерживают 20 мин, до завершения образования осадка и его уплотнения. Затем декантируют жидкую часть, а осадок энотаннина переносят на фильтр, отсасывают жидкость и помывают еще свежей порцией диэтилового эфира в соотношении 1:0,5. После отсоса жидкости осадок энотаннина

сушат в сушильном шкафу в потоке горячего воздуха при 48°С. Порошок бледно-коричневого цвета содержит 81,9% энотаннина. Выход энотаннина 7,5%.

Пример 3. Получение семян из выжимки сорта винограда Фетяски, их очистку, сушку и экстракцию масла осуществляют как в примере 1. Экстракт бензина с маслом обрабатывают активированным углем 3 г/дм$^3$, затем отделяют адсорбент от экстракта фильтрацией, отгоняют экстрагент-бензин с получением масла. В результате очистки экстракта бензина активированным углем коэффициент светопропускания повышается на 53%, а кислотность снижается на 59%. Выход масла 14,9%.

После испарения всего бензина приступают к экстракции энотаннина. Экстракцию проводят 4 л спирта. Спиртовой экстракт энотаннина сгущают в вакуум-аппарате при 48°С и разряжении 650 мм рт.ст. до плотности 1,12 г/см$^3$. Сгущенный экстракт смешивают в соотношении 1:2 с диэтиловым эфиром, перемешивают 5 мин и выдерживают 15 мин. После образования и уплотнения осадка декантируют жидкую часть, а осадок энотаннина переносят на фильтр и отсасывают жидкость, дополнительно промывают еще осадок свежей порцией диэтилового эфира в соотношении 1: : 0,5. Осадок энотаннина сушат в сушильном шкафу в потоке горячего воздуха при 45°С. Выход энотаннина 8,1%, а его содержание в порошке 84,7. При сгущении экстракта до плотности ниже 1,10 г/см$^3$ происходит перерасход диэтилового эфира при очистке и процесс образования осадка идет медленно.

Данные представлены в табл. 1.

Таблица 1

| Относительная плотность, г/см$^3$ | Соотношение диэтилового эфира к экстракту | Время образования осадка, мин | Выход энотаннина, % |
|---|---|---|---|
| 1,06 | 5 : 1 | 86 | 6,7 |
| 1,08 | 3 : 1 | 45 | 7,1 |
| 1,10 | 2 : 1 | 20 | 7,6 |
| 1,12 | 2 : 1 | 10 | 7,6 |
| 1,14 | 2 : 1 | 10 | 7,3 |

При сгущении экстракта до плотности выше 1,12 г/см$^3$ наблюдаются прилипание продукта к подогреваемой поверхности и частичное его пригорание, что снижает его выход и качество энотаннина. Кроме того, при сгущении экстракта выше 1,12 г/см$^3$ не ускоряется время образования осадка и не уменьшается количество диэтилового эфира для его образования.

При времени выдержки смеси выше 20 мин не происходит уплотнения осадка и сокращения времени фильтрации. При времени выдержки меньше 10 мин не происходит полного образования осадка. Последний - рыхлый и увеличиваются потери продукта в процессе фильтрации.

Данные, отражающие влияние времени на степень очистки, представлены в табл. 2.

Таблица 2

| Объем осадка, мл/дм$^3$ | Время выдержки смеси, мин | Энотаннин в фильтрате, г/дм$^3$ (степень очистки) |
|---|---|---|
| 83 | 3 | 3,5 |
| 77 | 5 | 2,4 |
| 56 | 7 | 1,1 |
| 48 | 10 | 0,6 |
| 47 | 15 | 0,6 |
| 46 | 20 | 0,6 |
| 46 | 30 | 0,8 |

При сушке продукта в потоке горячего воздуха с температурой выше 48°С наблюдается изменение цвета энотаннина и частичные потери. Кроме того, при растворении высушенного продукта образуются мутные растворы, нуждающиеся в дополнительной фильтрации.

При температуре меньше 40°С увеличивается время сушки энотаннина, а содержание энотаннина в высушенном продукте остается постоянным.

Данные, отражающие влияние температуры на степень очистки, представлены в табл. 3.

Таблица 3

| Температура сушки, °С | Время сушки, ч | Степень очистки, % |
|---|---|---|
| 60 | 0,5 | 74,3 |
| 55 | 1,0 | 77,5 |
| 50 | 1,5 | 79,3 |
| 48 | 2,0 | 80,4 |
| 45 | 3,0 | 80,4 |
| 40 | 4,0 | 80,4 |
| 35 | 8,0 | 70,4 |
| 30 | 22,0 | 70,4 |

Показатели экстракта энотаннина, полученного по прототипу и предлагаемому способу, представлены в табл. 4

Таблица 4

| Показатели | Исходный экстракт | Способ | |
|---|---|---|---|
| | | Прототип | Предлагаемый |
| Содержание общего азота г/л | 0,62 | 0,28 | 0,09 |
| зола, % | 0,89 | 0,47 | 0,16 |

Таким образом, предлагаемый способ повышает степень очистки энотаннина (от белков, аминокислот, и других сопутствующих веществ).

Процесс получения энотаннина интенсифицируется в 8-10 раз.

## Формула изобретения

Способ получения энотаннина из шрота виноградных семян, включающий обработку шрота этиловым спиртом с получением экстракта, сгущение экстракта, фильтрацию и воздушную сушку, отличающийся тем, что, с целью повышения степени очистки и интенсификации процесса, сгущение экстракта ведут до его относительной плотности 1,10-1,12 г/см$^3$, перед фильтрацией в экстракт вводят диэтиловый эфир и эту смесь выдерживают 10-20 мин, а сушку проводят при температуре воздуха 40-48°С.

Составитель Е.Буданцева
Редактор Н.Горват Техред И.Попович Корректор Е.Сирохман

Заказ 7682/25 Тираж 380 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г.Ужгород, ул.Проектная, 4