



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **224 865 A1**

4(51) C 11 B 1/10

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 11 B / 264 410 7

(22) 22.06.84

(44) 17.07.85

(71) Akademie der Wissenschaften der DDR, 1080 Berlin, Otto-Nuschke-Straße 22/23, DD

(72) Pohl, Joachim, Dr. Dipl.-Lebensmittelchem.; Mieth, Gerhard, Dr. Dipl.-Lebensmittelchem.; Wölfel, Ilse; Weigelt, Ellen, Dipl.-Chem., DD

(54) **Verfahren zur Gewinnung von Ölen aus pflanzlichen Rohstoffen**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Ölen aus pflanzlichen ölhaltigen Rohstoffen durch Direktextraktion unter Vermeidung einer hydrothermischen Konditionierung. Erfindungsgemäß werden die ölhaltigen Rohstoffe, vorzugsweise aus Raps- oder Sonnenblumensamen bei vorgegebener Temperatur mit einer wäßrigen Carbonatlösung chemisch konditioniert und anschließend nach Trocknung einer Extraktion unterworfen. Erfindungswesentlich ist demnach, daß nach der chemischen Konditionierung und Trocknung die Extraktion mit binären Lösungsmittelgemischen von Hexan oder Benzin mit Eisessig erfolgt, und sich dadurch günstig auf das Diffusions- und Perkulationsverhalten des Samenmaterials während der Extraktion auswirkt. Außerdem wird der Restfettgehalt des Schrotes im gewünschten Sinne erniedrigt und die fettspaltenden und -oxydierenden Enzyme weitgehend inaktiviert.

Erfindungsansprüche:

1. Verfahren zur Gewinnung von Ölen aus pflanzlichen ölhaltigen Rohstoffen, vorzugsweise aus Raps- oder Sonnenblumensamen nach chemischer Konditionierung, Trocknung und Flockulierung der Rohstoffe durch Direktextraktion mit binären Lösungsmittelgemischen **dadurch gekennzeichnet**, daß die zunächst in bekannter Weise vorbereiteten Rohstoffe bei Temperaturen von 20 bis 80°C mit wäßrigen Lösungen von Natrium-, Kalium- oder Calciumcarbonaten, chemisch konditioniert werden und aus den Behandlungsprodukten nach Trocknung und Flockulierung mit binären Lösungsmittelgemischen von Hexan oder Benzin mit Eisessig das Öl extrahiert wird.
2. Verfahren nach Punkt 1 **dadurch gekennzeichnet**, daß diese Carbonate in einer Konzentration von 0,1 bis 5%, vorzugsweise 0,5 bis 2,0%, bezogen auf die Rohstoffmasse, zugesetzt werden.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2 **dadurch gekennzeichnet**, daß das Lösungsmittelgemisch zur Extraktion eine mindestens der Carbonatmenge äquivalente Konzentration an Eisessig aufweist.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Ölen aus pflanzlichen ölhaltigen Rohstoffen, z. B. aus ölreichen Samen, vorzugsweise aus Raps- oder Sonnenblumensamen durch Direktextraktion.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Ölgewinnung speziell aus ölreichen Samen durch Direktextraktion stellt bekanntlich im Hinblick auf die Erzielung hoher Diffusions- und Perkulationsgeschwindigkeiten bei gleichzeitig niedrigen Restfettgehalten der Extraktionsschrote spezifische Anforderungen an die Samenaufbereitung, wobei die Konditionierung als eine besonders kritische Prozeßstufe anzusehen ist.

Verfahren der Wahl zur Beeinflussung der morphologischen Mikrostruktur der Samen ist eine thermische oder hydrothermische Behandlung der vorzerkleinerten Rohstoffe, die einen physikochemischen Aufschluß der ölführenden Zellen und eine Veränderung von Sameninhaltsstoffen, insbesondere eine partielle Denaturierung von Proteinen und Freisetzung von Phosphatiden bewirkt, wodurch Mikrokanäle gebildet und oberflächenaktive Effekte ausgelöst werden, die einen besseren Stoffaustausch zwischen den zu extrahierenden Lipiden und dem Extraktionsmittel ermöglichen. Die Diffusionsgeschwindigkeit des Lösungsmittels wie auch eine Beeinflussung der Makrostruktur der Samen über eine Flockulierung, Pelletierung oder Agglomeration erhöht, indem ein mechanischer Zellaufschluß und eine Reduzierung des Feinanteils erfolgt.

Praxisrelevante technische Lösungen für eine Direktextraktion stellen das Direx-Verfahren (DE-OS 2411906) und das Storkverfahren (DE-OS 2641143) dar. Bei erstgenanntem Verfahren werden die Samen nach thermischer Konditionierung durch Perkulation im Spüleimerextrakteur vorentfettet und nach Desolventisierung und erneuter Zerkleinerung im Immersionsextrakteur nachentfettet. Bei letztgenanntem Verfahren erfolgt die hydrothermische Konditionierung der Samen in einer Schüttelvorrichtung unter gleichzeitiger Agglomeration, der sich eine Entfettung im Wechsellagerextrakteur anschließt.

Neben der hydrothermischen Aufbereitung der Samen wird auch eine chemische Konditionierung mit verschiedenen Agentien betrieben. So wird in einem Verfahren eine Benetzung flockulierter Samen mit Alkoholen zwecks Verdrängung von kapillargebundenem Wasser vorgeschlagen. Die SU-EB 759582 beinhaltet ein Verfahren zur Aufbereitung von Samenmehlen durch Zusatz einer Bikarbonatlösung und Behandlung im magnetischen Feld vor der Pressung. Dadurch soll infolge Freisetzung von Kohlendioxyd unter Einwirkung freier Fettsäuren ein Aufschluß der Zellwände und eine Herabsetzung der Bindungsenergie zwischen Öl und Protein bewirkt werden. Eine Erhöhung der Perkulationsfähigkeit durch hydrothermische Konditionierung aufbereiteter Samen wird nach der SU-EB 950755 auch durch Zusatz von Natriumcarbonat oder Calciumchlorid erreicht. Ein speziell auf Baumwollsamensamen ausgerichtetes Verfahren nach der GB-PS 2030441 bezieht sich auf den Zusatz von Essigsäure zum Extraktionsmittel Hexan, damit wird durch Proteinkoagulation im Zytoplasma bedingt die Dränage der Samenpartikel während der Extraktion verbessert.

Gravierende Nachteile einer thermischen, insbesondere hydrothermischen Konditionierung von Ölsamen sind eine mehr oder weniger drastische irreversible Proteindenaturierung mit negativen Auswirkungen auf den Nährwert des Extraktionsschrotes und eine Qualitätsbeeinträchtigung der Rohöle. Demgegenüber führt eine chemische Konditionierung in der Regel nur zu einer unvollständigen Entfettung, oder es resultiert ein erhöhter Lösungsmittelbedarf bei der Extraktion.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist daher, ölreiche pflanzliche Rohstoffe, vorzugsweise Ölsamen, einer Direktextraktion unter Vermeidung einer hydrothermischen Konditionierung zugänglich zu machen.

Der Erfindung liegt demzufolge die Aufgabe zugrunde, Verfahrensbedingungen für eine chemische Samenaufbereitung aufzuzeigen und diese so mit dem Extraktionsprozeß zu verknüpfen, daß sowohl hohe Diffusions- und Perkulationsgeschwindigkeiten, als auch niedrige Restfettgehalte in den Extraktionsschroten resultieren.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Erfindungsgemäß werden zunächst in traditioneller Weise vorbereitete, d. h. gereinigte, geschälte und vorzerkleinerte, pflanzliche ölhaltige Rohstoffe, vorzugsweise Raps- und Sonnenblumensamen, einer chemischen Konditionierung bei Temperaturen von 20 bis 80°C durch Behandlung mit wäßrigen Lösungen von Natrium-, Kalium- oder Calciumcarbonat in Konzentrationen von 0,1 bis 5,0%, vorzugsweise 0,5 bis 2,0%, bezogen auf die Rohstoffmasse, unterworfen und die Behandlungsprodukte nach Trocknung und Flockulierung zur Ölgewinnung mit binären Lösungsmittelgemischen von Hexan oder Benzin mit Eisessig extrahiert, wobei das Extraktionsmittel eine mindestens der Karbonatmenge äquivalente Konzentration an Essigsäure aufweist.

Der besondere Effekt der erfindungsgemäßen Arbeitsweise ist darin zu sehen, daß sich einmal eine durch das saure Extraktionsmedium bewirkte vollständige Freisetzung von Kohlendioxyd in Kombination mit einer durch das resultierende saure Milieu bedingten reversiblen Proteindenaturierung besonders günstig auf das Diffusions- und Perkulationsverhalten des Samenmaterials während der Extraktion auswirkt. Zum anderen wird der Restfettgehalt des Schrotes infolge einer durch Eisessig verursachten Polaritätserhöhung des Extraktionsmediums im gewünschten Sinne erniedrigt, und es werden positive Effekte auf den Anteil an extrahierbaren und hydratisierbaren Anteilen von Phosphatiden im Rohöl erzielt. Darüber hinaus

werden unter den genannten Verfahrensbedingungen fettsplattende und -oxydierende Enzyme, wie Lipasen und Lipoxygenasen, weitgehend inaktiviert, was auch auf Proteinaseinhibitoren und Phenoloxidasen zutrifft.

Aus verfahrenstechnischer Sicht als vorteilhaft ist auch anzusehen, daß die erforderlichen Prozeßstufen mittels verfügbarer Ausrüstungen der ölsaatenverarbeitenden Industrie bewerkstelligt werden können, und sich der ökonomische Aufwand in vertretbaren Grenzen hält.

Die Erfindung wird anhand nachstehender Ausführungsbeispiele näher erläutert.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

100 kg in üblicher Weise gereinigte, geschälte und vorzerkleinerte Sonnenblumensamen mit einem Schalenanteil von ca. 10% und einem Wassergehalt von 6% werden in einem Schneckenmischer mit 6,5 l vorgewärmter 15%iger Natriumcarbonatlösung bei 50°C besprüht und durchmischt. Das so konditionierte Samenmaterial wird nach einer Einwirkungszeit von 15 min in einer Wirbelrinne bis auf einen Wassergehalt von ca. 7% getrocknet und flockuliert, und in einem Karusselextrakteur mittels 0,4 Gew.-% Eisessig enthaltenem Hexan das Öl extrahiert, wobei das Masseverhältnis von Extraktionsgut zu Extraktionsmittel sich auf 1:1,5 beläuft. Das anfallende Extraktionsschrot weist einen Restfettgehalt von 0,9% auf, und die Perkulationsrate während der Extraktion beträgt 375 l/dm² h.

Beispiel 2

100 kg in üblicher Weise vorbehandelte grob vorzerkleinerte Rapssamen mit einem Wassergehalt von 8% werden wie in Beispiel 1 mit 10 l 15%iger Calciumcarbonatsuspension behandelt. Die konditionierten Samen werden im Wirbelbett auf ca. 8% Wasser getrocknet, flockuliert und in einem Immersionsextrakteur (Typ Hildebrandt) mittels 1,5 Gew.-% Eisessig enthaltenem Benzin extrahiert, wobei das Masseverhältnis von Extraktionsgut und Extraktionsmittel sich auf 1:1,3 beläuft. Das anfallende Extraktionsschrot weist einen Restfettgehalt von 1,2% auf.