

ČESKOSLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA  
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

239933

(11) (B2)

(22) Přihlášeno 20 10 82  
(21) PV 7454-82  
(32) (31)(33) Právo přednosti od 11 11 81  
(P 31 44 828.3) Německá spolková republika

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 12 C 9/02  
B 01 D 11/02

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) Vydáno 15 05 87

(72) Autor vynálezu

(73) Majitel patentu

HALLBERG WILFRIED; JEKAT HERBERT dr. dipl. ing., TROSTBERG;  
SCHÜTZ ERVIN dr. dipl. chem., PALLING; STORK KURT dipl. ing.,  
MÜNCHSMÜNSTER; VOLLBRECHT HEINZ-RÜDIGER dr. dipl. chem.,  
STEIN/TRAUN (NSR)

SKW TROSTBERG AKTIENGESELLSCHAFT, TROSTBERG (NSR)

(54) Způsob extrakce přírodních látek

Vynález se týká způsobu extrakce přírodních látek kyslíčným uhlíčitým, při kterém se přírodní látky, které se mají extrahovat, použijí ve formě pelet, jehož podstata spočívá v tom, že se extrakce provádí s peletami o průměru 1,5 až 4,0 mm, délce 1,5 až 10 mm a sypné hmotnosti 0,4 až 0,6/kg/l.

Způsob podle vynálezu se hodí dobře například pro získávání obsahových látek chmele extrakcí kyslíčným uhlíčitým, přičemž odpadá jinak obvyklé druhé mletí chmele.

Vynález se týká způsobu extrakce přírodních látek, zejména chmele.

Odědávna je známo, že obsahové látky chmele lze získat extrakcí chmele vhodnými extrakčními prostředky, jako například organickými činidly a v dřívější době i kysličníkem uhličitým, v podkritickém a/nebo nadkritickém stavu. S ohledem na velmi nízkou sytnou hmotnost rozemletého surového chmele, která činí 0,15 kg/l a s ohledem na cíl snížit vysoké investiční náklady na tlakové extrakční nádrže a za druhé udržeti náklady na transport a skladování nízké, je již známé surový chmel pro extrakci kysličníkem uhličitým zhutňovat. Toto se provádí tím způsobem, že se surový chmel nejdříve rozele a potom se zpracuje slisováním na pelety o průměru asi 6 mm a délce asi 20 mm. Pomocí tohoto opatření se dá dosáhnout 3 až 4násobné zhutnění.

Tyto obvykle komerčně dodávané chmelové pelety se ale nedají použít přímo pro extrakci kysličníkem uhličitým, neboť výtěžky, zejména požadovaných hořčin, jsou příliš nízké. Z Monatschrift für Brauerei /1980/, str. 107 je nyní známo, že se proto chmelové pelety nejdříve rozele, aby se při tom vznikající prášek mohl extrahovat s dobrými výtěžky. Tento způsob vyžaduje ale s ohledem na doplňkovou potřebu nezbytného mlecího zařízení, vyšší technický náklad. Kromě toho má tento způsob značný nedostatek, projevující se v tom, že se chmel rozemláním pelet znovu zahřívá, čímž dochází ke ztrátám žádoucích  $\alpha$ -kyselin a že se při použití prášku v extrakčních autoklávech napomáhá tvorbě kanálů v extrakčním loži. To má za následek, že jednak kysličník uhličitý proudí těmito kanály, aniž by se dostal do styku s materiálem, který se má extrahovat a jednak, že se kysličník uhličitý nedostává na hustěji vyplněná místa lože, čímž dochází ke značným ztrátám výtěžku obsahových látek chmele.

Podobné problémy se mohou vyskytovat i při získávání obsahových látek z jiných přírodních látek. Pro odstranění kanálů, vyskytujících se v extrakčním loži, se již zkoušelo opatřit extrakční autoklávy míchadly, aby se zaručilo rovnoměrné rozdělení prášku. Toto vyžaduje ale obrovský náklad na zařízení, neboť je nutné, aby se dosáhlo při provozních tlacích až 50 MPa bezvadného utěsnění míchadla.

Vzhledem k tomu se daly až dosud používat pouze dvě alternativy, totiž buď používat pro extrakci rozemletý surový chmel, jehož sytná hmotnost je podobně nepříznivá jako u samotného surového chmele, nebo rozemletých pelot./J. Instr. Brew. Vol. 87 /1981/ 24 až 29, zejména 27, kolona 1,3. odst./ Obě tyto alternativy mají ale shora popsané nedostatky neúplné extrakce v důsledku se tvořících kanálů. Úloha předloženého vynálezu spočívá tedy v tom, že se má dát k dispozici způsob extrakce přírodních látek, zejména chmele, který by umožnil jednoduchým způsobem a bez ovlivnění cenných obsahových látek, co nejdokonalejší získání obsahových látek extrakcí kysličníkem uhličitým. S překvapením se nyní ukázalo, že způsob, při kterém se použijí pelety, které po slisování mají průměr 1,5 až 4,0 mm, délku 1,5 až 10 mm a sytnou hmotnost 0,4 až 0,6 kg/l, splňuje tyto požadavky a umožňuje podstatně lepší výtěžky požadovaných obsahových látek při extrakci kysličníkem uhličitým. Předmětem vynálezu je proto způsob extrakce pelet přírodních látek, jako například rozemlných, s výhodou rozemletých rostlinných nebo zvířecích produktů a zejména chmele, kysličníkem uhličitým, jehož podstata spočívá v tom, že se extrakce provádí s peletami o průměru 1,5 až 4,0 mm, délce 1,5 až 10 mm a sytné hmotnosti 0,4 až 0,6 kg/l.

Pelety chmele jsou zejména pelety vyrobené z prášku surového chmele. Přírodní látky se s výhodou používají v usušené formě. S překvapením se ukázalo, že chmelové pelety, použité podle vynálezu, uvedené velikosti, se mimořádně dobře hodí pro extrakci kysličníkem uhličitým. Toto zjištění je v rozporu s dosavadními zkušenostmi v této oblasti. Tak se totiž až dosud zastával názor, že pelety těchto rozměrů jsou vzhledem k nebezpečí tvorby práškového otěru nevhodné. Proto se až dosud doporučovaly chmelové pelety o průměru 5 až 8 mm /srov. Brauwelt 116, č. 26 /1976/ 1141 až 1145/. Podobné dobré výsledky byly získány s překvapením i s peletami jiných přírodních produktů jako z rostlin, jejichž listy nebo květy mají cenné obsahové látky, jako například surkového jehličí nebo bobulovin, jako například jalovcových bobulek nebo například pepře, olejnatých semen, kardamonu, anon, muškátového oříšku, ingweru atp.

Kromě toho musel odborník očekávat, že při výrobě chmelových pelet odolných proti otěru a s rozměry podle vynálezu, dosáhne se během lisování tak vysokých teplot, že dojde k poškození

obsahových látek chmele. Jako další překvapivý moment se ukázalo, že se vhodnou volbou postupu lisování při peletování, jakož i průměru lisovacích kanálů matric může tepelné namáhání chmele udržeti velmi nízké. Pelety, použité podle vynálezu se s výhodou vyrábějí způsobem výroby pelet peletováním rozmělněných, s výhodou rozemletých přírodních látek, jako například prášku surového chmele, jehož podstata spočívá v tom, že se lisování provádí za použití lisovací dráhy 5 až 20 mm, s výhodou 8 až 10 mm, a matricových lisovacích kanálů o průměru 1,0 až 5,0 mm, s výhodou 2,2 až 2,8 mm, při teplotě ne vyšší než 50 °C.

Podle výhodné formy provedení se lisování provádí tak, že teplota vznikající při peletování nepřekročí 45 °C. Tyto teploty, používané podle vynálezu se mohou popřípadě udržovat vhodnými prostředky, jako chlazením interním plynem, vodou nebo suchým ledem. Výroba pelet se provádí obvyklým způsobem za použití obvyklých peletovacích lisů. Podle obzvláště vhodné formy provedení vynálezu se smísí rozmělněná, s výhodou rozemletá přírodní látka a zejména chmelový prášek před peletováním se směsí kysličníku uhličitého. Tento se stará během peletování o průběžné chlazení pelet. S překvapením se ukázalo, že se při této formě provedení způsobu podle vynálezu, sloužícího pro výrobu pelet, určitá množství kysličníku uhličitého uzavřou ve vznikajících peletách a během peletování a po peletování vystupují opět ve formě kysličníku uhličitého z pelet.

Přitom plyn otevře v peletách jemné kanálky, které napomáhají příznivě při následující extrakci, neboť tímto způsobem se uvolní uvnitř pelet velké povrchy, přístupné ataku kysličníku uhličitého. Tímto způsobem se získají pelety, jako například chmelové pelety, které lze přímo a s dobrými výtěžky a relativně krátkými dobami zdržení extrahovat kysličníkem uhličitým a umožňují dosáhnout vysokých výtěžků neznečištěných obsahových látek, jako například obsahových látek chmele.

Pelety podle vynálezu se hodí proto velmi dobře pro způsob získávání obsahových látek přírodních látek, zejména obsahových látek chmele, extrakcí pelet kysličníkem uhličitým. Tímto způsobem je možné vynechat až dosud obvyklé druhé mletí, kterým se až dosud pelety upravovaly na formu vhodnou pro extrakci.

Následující příklady slouží k bližšímu objasnění vynálezu.

#### P ř í k l a d 1

Hallertauer Northern Brewerské hlávky chmele se rozemelou v kladivovém mlýně a poté se peletováním slisují v pelety. Přitom se použije matrice s průměrem děr 2,5 mm a pracuje se s lisovací dráhou 10 mm. Po peletování se získají pelety teplé 50 °C a s průměrným průměrem 2,8 mm a průměrnou délkou 3,5 mm. Sypaná hmotnost chmelových pelet činí 0,50 kg/l.

#### P ř í k l a d 2

Hallertauer Northern Brewerské hlávky chmele se rozemelou v kladivovém mlýně a slisují v pelety. Po přivedení prášku chmele na peletovací lis se přidá sníh kysličníku uhličitého. Pracuje se za použití matrice s průměrem děr 2,5 mm a za použití lisovací dráhy 10 mm. Po peletování činí teplota pelet 43 °C. Přitom získané chmelové pelety mají průměrný průměr 3,0 mm a průměrnou délku 3,5 mm a vykazují sypanou hmotnost 0,48 kg/l.

Stejným způsobem jako byl způsob popsán v příkladech 1 a 2 mohou se zpracovávat na pelety i jiné přírodní látky jako například sušený černý nebo zelený čaj nebo estragon.

#### P ř í k l a d 3

Pro objasnění extrahovatelnosti chmelových pelet podle vynálezu a tradičních chmelových pelet popřípadě rozemletých chmelových pelet byly provedeny následující extrakční pokusy:

## a) způsob podle vynálezu

Extrahuje se 6,0 kg chmelových pelet o průměru 2,5 mm a průměrné délce 3,5 mm, kysličníkem uhličitým. Výtěžek  $\alpha$ -kyselin se pohybuje okolo 96,7 % vsazeného množství.

## b) srovnávací příklad

Extrahuje se 20 kg chmelových pelet o průměru 6 mm a s průměrnou délkou 20 mm, kysličníkem uhličitým. Tímto způsobem dosažený výtěžek  $\alpha$ -kyselin se pohybuje okolo 90,1 % vsazeného množství.

## c) srovnávací příklad

Extrahuje se 13,0 kg rozemletých chmelových pelet kysličníkem uhličitým. Výtěžek  $\alpha$ -kyselin činí 93,9 % vsazeného množství.

Ze shora uvedených srovnávacích příkladů je tedy zřejmé, že chmelové pelety podle vynálezu umožňují nejen lepší výtěžek obsahových látek, obsažených ve chmelu než tradiční chmelové pelety, ale i tradiční rozemleté chmelové pelety, a tyto umožňují lepší extrakci vlastně na základě volného povrchu chmelového materiálu.

## P ř í k l a d 4

V kladivovém mlýně se rozemele celé smrkové jehličí a potom se slisuje na pelety, přičemž se použije matrice s průměrem děr 2,8 mm a lisovací dráha 10 mm. Po peletování se získají pelety s teplotou 47 °C a průměrným průměrem 2,9 mm a průměrnou délkou 3,5 mm. Sypná hmotnost pelet smrkového jehličí činí 0,45 kg/l. Tyto pelety se extrahují kysličníkem uhličitým. Extrakt má oproti výchozímu materiálu nezměněné aroma, zatím co extrakční zbytek je prakticky bez zápachu.

## P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob extrakce přírodních látek kysličníkem uhličitým, při kterém se přírodní látky, které se mají extrahovat, použijí ve formě pelet, vyznačující se tím, že se extrakce provádí s peletami o průměru 1,5 až 4,0 mm, délce 1,5 až 10 mm a sypné hmotnosti 0,4 až 0,6 kg/l.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se použijí pelety o průměru 2,0 až 3,0 mm a délce 2,0 až 4,0 mm.