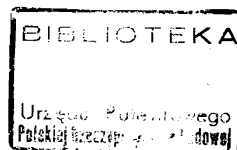


30 sierpnia 1929 r.

URZĄD PATENTOWY



C07d 43/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 10344.

Kl. 12 p 11.

Eberhard v. Ammon
(Budapeszt, Węgry)
i Kálmán Szombathy
(Rákos-Palota, Węgry).

Sposób wytwarzania lupaniny z jednoczesnem odgoryczaniem nasion łubinu.

Zgłoszono 6 kwietnia 1928 r.

Udzielono 24 kwietnia 1929 r.

Pierwszeństwo: 14 kwietnia 1927 r. (Niemcy).

Nasiona łubinu, oprócz dużej ilości proteiny wynoszącej 28 — 36%, a czasem do 45%, zawierają rozmaite glikozydy i alkaloidy, a mianowicie lupaninę, lupininę oraz lupinidynę, zwane krótko substancjami goryczkowemi. Do odgoryczania nasion łubinu stosowano rozmaite sposoby, polegające na wyługowywaniu roztworów solami w wyższej temperaturze. Wszystkie te sposoby mają tę niedogodność, że wymagają dużych ilości cieczy i są kosztowne; również strata protein jest nie tylko ilościowa, gdyż doznają one pewnego jakościowego uszkodzenia. Dotychczas nie kładzio-

no nacisku na otrzymywanie alkaloidów, gdyż nie mogły one znaleźć żadnego zastosowania.

Badania wykazały, że lupanina zawarta w niektórych odmianach łubinu, mianowicie w *Lupinus albus*, stanowi w czystym stanie wartościowy lek przeciwko rozmaitym zwierzęcym chorobom kiszek. Lupanina ma również znaczenie dla przemysłu rzeźnickiego i kiszkowego, gdyż kiszkki zwierząt, karmionych od czasu do czasu lupaniną, były gładkie i bez skaz.

Według niniejszego wynalazku odgoryczanie nasion łubinu odbywa się z jedno-

czesnem otrzymywaniem alkaloidów. Celowo więc odciąganie alkaloidów odbywa się w roztworze możliwie stężonym z tak dobranymi warunkami rozpuszczania, że straty protein, zarówno ilościowo jak i jakościowe, są możliwie zmniejszone.

Należy tu zaznaczyć, że proteina zawarta w łubinie (konglutina) zalicza się do tej grupy roślinnych globulin, które się rozpuszczają w rozcieńczonych alkaliach, zaś rozcieńczone kwasy oraz podpuszczka strącają je z ich roztworów właściwych lub suspensoidalnych w postaci dużych płatków. Konglutina rozpuszcza się również dobrze w rozcieńczonych roztworach obojętnych soli, jednak przy podwyższeniu stężenia znów się strąca.

Ta własność konglutiny jest wykorzystana w niniejszym wynalazku: do wyługowywania używa się roztwory soli o takim stężeniu, przy którym konglutina jest praktycznie nierozpuszczalna. W specjalnych próbach stwierdza się ten stopień stężenia, przy którym sól konglutiny wytrąca się ze swego roztworu suspensoidalnego. Zależnie od wyniku prób używa się roztwory, zawierające na 100 części wagowych wody, np. 18 części wagowych soli kuchennej, albo 32 części wagowe siarczanu sodu, albo 27 części wagowych magnezu lub 8 części wagowych chlorku wapnia, gdyż takie roztwory konglutiny już nie rozpuszczają.

Szczególnie zaleca się użycie roztworu chlorku wapnia, gdyż taki roztwór z jednej strony w niskim stężeniu, wyżej podanem, rozpuszcza bardzo dobrze alkaloidy, a nie rozpuszcza zupełnie konglutiny, z drugiej zaś strony pozostający CaCl_2 daje się lekko usunąć przy dalszych operacjach z wyługowanych nasion.

Do wyługowywania śrutuje się grubo nie podsuszone nasiona łubinu, których hektolitr waży około 90 kg.

Wyługowywanie może się odbywać w sposób następujący.

100 litrów = 90 kg śrutowanych nasion

łubinu oblewa się roztworem 16 kg CaCl_2 w 50 l wody i poddaje pęcznieniu (moczniu) w ciągu 1 — 2 godzin. Następnie dolewa się wody do objętości 300 litrów. Stężenie jonów podnosi się przez dodanie pewnej ilości kwasu solnego np. około 170 g 35% -go kwasu solnego na każde 100 litrów, albo odpowiedniej ilości kwasu octowego lub innego nieszkodliwego kwasu. Przy takim stężeniu kwasu proteiny nie podlegają uszkodzeniu i, jak wykazały badania, rozpuszczalność ich znacznie się zmniejsza wskutek zwiększenia stężenia jonów. Po 5—6 godzinach stałego, wolnego mieszania alkaloidy przechodzą zupełnie do roztworu. Następnie ciecz przesącza się przez prasę filtracyjną. Pozostałe nasiona zawierają dokładnie jeszcze 25% cieczy, to znaczy, że pozostało jeszcze 10% alkaloidów, a 90% przeszło do roztworu. Początkowa zawartość lupaniny w nasionach, wynosząca około 0,5% po jednorazowym wyługowywaniu, spada do 0,5%. W celu usunięcia resztek nasiona wyługowuje się powtórnie świeżym roztworem soli. Aby usunąć ostatnie resztki alkaloidów lub pozostały roztwór soli, wyciśnięte powtórnie nasiona lub masę wymywa się ciepłą wodą o temperaturze 78 — 82°. Występuje tutaj przejściowa, powierzchowna fermentacja konglutiny.

Wymytą masę suszy się i, w miarę potrzeby, śrutuje. Proteina zawarta w tej masie uwolnionej w sposób podany wyżej od alkaloidów, wskutek delikatności operacji jakościowo praktycznie nie zmienia się, zaś ilościowo straty proteiny wynoszą najwyżej 2 — 4%.

Do ługów, zawierających około 90% wszystkich alkaloidów, dodaje się kwas siarkowy tak długo, aż nowy dodatek nie wywoła zmętnienia. Kwas siarkowy nie działa zupełnie na lupaninę, a proteina, która w małej ilości znajduje się w roztworze, strąca się całkowicie. Po przesączeniu roztwór zubojeśnia się, alkalizuje następnie, a lupaninę ekstrahuje się z roztworu

benzenem. Łupanina wykryształizowuje z roztworu benzenowego. Czyści się ją przez przekryształizowanie z benzenu.

Otrzymana w ten sposób czysta łupania topi się w 99°. Po przemianie jej w chlorowodorek można prawoskrętny chlorowodorek łupaniny rozpuścić w chloroformie; lewoskrętny pozostaje nierozpuszczony. Rozdzielone chlorowodorki można następnie znów zamienić w zasadę i na nowo przekryształizować z benzenu. Próby dowiodły, że lewoskrętna zasada jest o wiele czynniejsza od prawoskrętnej.

Łupaninę można wydzielić z roztworu benzenowego zapomocą kwasu solnego, gdyż chlorowodorek łupaniny jest w benzenie nierozpuszczalny.

Jeżeli ługowanie odbywa się drogą dyfuzji, to można zalecić dodawanie kwasu solnego od śrutowanego nasienia odrazu w odpowiednim stężeniu. W opisanym bowiem sposobie wykonania w niektórych miejscach zbyt rozcieńczony roztwór soli mógłby rozpuścić pewne ilości konglutiny.

Oprócz soli wyżej wymienionych można użyć również i inne sole obojętne. Odpowiedni stopień stężenia należałoby wtedy określić na podstawie prób.

Do wydzielania protein z alkaliów można użyć zamiast kwasu siarkowego inne kwasy. Używanie kwasu siarkowego daje tę korzyść, że zupełnie nie działa na łupaninę.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania łupaniny z jednoczesnem odgoryczaniem nasion łubinu, znamienny tem, że odpowiednio śrutowane nasiona wyługowuje się roztworem o-

bojętnej soli o takim stężeniu, że konglutina strąca się ze swego roztworu suspensoidalnego; z ługów macierzystych wytrąca się rozpuszczone proteiny kwasem np. siarkowym, przesącz alkalizuje, ekstrahuje benzenem i wykryształizowuje łupaninę z roztworu benzenowego.

2. Wykonanie sposobu według zastrz. 1, znamienne tem, że do śrutowanych nasion dodaje się obliczoną ilość soli w stężonym roztworze, odstawia na 1 — 2 godziny, następnie, stale mieszając, dodaje się wody, odpowiednio do obliczonego stężenia, a następnie ekstrahuje 5 — 6 godzin i ług oddziela od nasion.

3. Wykonanie sposobu według zastrz. 1 i 2, znamienne tem, że nasiona wyekstrahowane po wyciśnięciu powtórnie ekstrahuje ługiem, a pozostałe resztki ługu wymywa wodą o 78 — 82°C.

4. Wykonanie sposobu według zastrz. 1—3, znamienne tem, że podnosi się stężenie jonów ługu solnego przez dodanie pewnej ilości kwasu (np. 170 g 35% -go HCl na każde 100 l cieczy).

5. Wykonanie sposobu według zastrz. 1, rozdzielania prawo i lewoskrętnych odmian łupaniny, znamienne tem, że przekryształizowaną łupaninę zamienia się kwasem solnym na chlorowodorki, miesza je z chloroformem, odsacza odmianę prawoskrętną rozpuszczalną, a po odparowaniu chloroformu chlorowodorek zamienia się znów w zasadę.

Eberhard v. Ammon.

Kálmán Szombathy.

Zastępca: Inż S. Pawlikowski,
rzecznik patentowy.