

(19) **DANMARK**



PATENTDIREKTORÅTET
KØBENHAVN

(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT**

(11) **153409 B**

(21) Patentansøgning nr.: **0427/80**

(51) Int.Cl.⁴ **C 11 B 1/10**

(22) Indleveringsdag: **31 jan 1980**

(41) Alm. tilgængelig: **02 aug 1980**

(44) Fremlagt: **11 jul 1988**

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: **01 feb 1979 CH 1000/79**

(71) Ansøger: **ERNST *HAUSSENER; Dorfstrasse 35; CH-3073 Guemlingen; Kanton Bern, CH**

(72) Opfinder: **Fred *Schneider; CH, Wolfgang *Sirti; CH**

(74) Fuldmægtig: **Th. Ostenfeld Patentbureau A/S**

(54) **Fremgangsmåde til udvinding og/eller raffinering af animalske fedtstoffer og anvendelse af fremgangsmåderne**

(56) Fremdragne publikationer

DE off.g. skrift nr. 2127596
DE freml. skrift nr. 2255667, 2363418

(57) Sammendrag:

427-80

Fedtholdigt animalsk udgangsmateriale ekstraheres med en gas i overkritisk tilstand. Ekstraktionen sker i en statisk kolonne uden kredsløb. Fremgangsmåden kan gennemføres ved hjælp af forholdsvis enkle indretninger på enkel og økonomisk måde med forholdsvis ringe tidsforbrug. Gasser anvendt som opløsningsmiddel for ekstraktionen kan efter ekstraktionen regenereres og recirkuleres. Som opløsningsmidler kan der anvendes vilkårlige gasser, hvis kritiske data falder inden for af ekstraktionsråstoffet bestemte tryk- og temperaturområder. Fremgangsmåden muliggør fuldstændig ekstraktion af fedtholdigt animalsk udgangsmateriale uden kemisk forandring af det ekstraherede fedt og ekstraktionsresten, hvis naturlige sammensætning bibeholdes. Som slutprodukt kan der fås animalsk fedt med et vandindhold på mindre end 0,2 vægtprocent. Fremgangsmåden er særlig egnet til udvinding af fedt fra slagtefedt såsom bug-, mave- og nyrefedt, rygspæk, fedt fra partering o.s.v. og fra slagteriaffald.

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til udvinding og/eller raffinering af animalske fedtstoffer ved ekstraktion med en gas i overkritisk tilstand samt fremgangsmådens anvendelse til udvinding af fedt fra slagteriaffald.

05 Det er kendt, at gasser i overkritisk tilstand udgør opløsningsmidler for fedtstoffer og olier. I schweizisk patentskrift nr. 565238 beskrives en fremgangsmåde til udvinding af plantefedtstoffer og -olier, ved hvilken carbondioxid i overkritisk tilstand anvendes som ekstraktionsmiddel ved en kredsløbsekstraktion. Som ekstraktionsmiddel kan der anvendes sundhedsmæssigt, smagsmæssigt og
10 kemisk uskadelige gasser, som ikke giver nogen kemisk rest. Sådanne ekstraktionsfremgangsmåder har den fordel, at de i sammenligning med de industrielle fremgangsmåder, som ellers anvendes, såsom opløsningsmiddelekstraktion, udkogning, udkogning med damp, udsmeltning, alt efter valget af ekstraktionsmiddel, normalt kan gennemføres ved lavere temperaturer. Derved udsættes ekstrakten og ekstraktionsresten ikke for temperaturbehandlinger af længere varighed, hvilket i almindelighed fører til bedre produktkvalitet og kan gennemføres energibesparende. Desuden er produkterne fri for kemiske
15 rester og er således sundhedsmæssigt uskadelige og smagsmæssigt uforandrede.

Ulemperne ved de beskrevne fremgangsmåder er forholdsvis lange ekstraktionscykler, ved hvilke det cirkulerende ekstraktionsmiddel til adskillelse af ekstrakten enten må aflastes og senere igen
25 komprimeres, eller ekstraktadskillelsen må gennemføres ved temperaturforandring, d.v.s. køling og opvarmning.

I USA patentskrift nr. 2 118 454 beskrives en fremgangsmåde til ekstraktion og fraktionering af højmolekulære fedtstoffer ved hjælp af lavmolekulære forbindelser. Ekstraktionen, henholdsvis
30 fraktioneringen, sker ved denne fremgangsmåde i det parakritiske område, d.v.s. ved en temperatur i nærheden af opløsningsmidlets kritiske temperatur, men dog udelukkende i flydende fase. Til fuld udnyttelse af opløsningsevnen foreslås i dette patentskrift såvel tilsætning af yderligere opløsningsmiddel som mekanisk omrøring og
35 bearbejdning under anvendelse af modstrømsprincippet. Hvad der er offentliggjort i dette patentskrift, gør det på ingen måde nærliggende for fagmanden at gennemføre ekstraktionen og fraktioneringen i

det overkritiske område i en fluid fase. Ved forslaget om at forhøje opløsningsevnen ved tilsætning af yderligere opløsningsmiddel, mekanisk omrøring og anvendelse af modstrømsprincippet ledes tanken yderligere bort fra muligheden for at benytte overkritiske betingelser og skaber muligvis endog en fordom med hensyn til disse muligheder.

Ved overgangen til den overkritiske tilstand ændrer opløsnings-
evnen sig imidlertid i et spring, og den er væsentligt større i den
fluide fase, således at der helt kan gives afkald på de i det nævnte
patentskrift foreslåede yderligere foranstaltninger. Herved forenk-
les det apparatmæssige forbrug væsentligt. I den fluide fase kan
en fraktionering styres ved udelukkende at ændre tryk- og tempera-
turparameteren.

Den her anvendte betegnelse "fluide fase" henfører til gassen i
overkritisk tilstand.

Det er en opgave for den foreliggende opfindelse at tilvejebringe en fremgangsmåde, som ikke har de tidligere anførte ulemper, og som kan gennemføres ved hjælp af en forholdsvis simpel indretning af enkel og økonomisk art med forholdsvis ringe forbrug af tid.

Opfindelsen angår en fremgangsmåde, ved hvilken ekstraktionen gennemføres i en statisk kolonne uden kredsløb.

Opfindelsen angår desuden anvendelse af den beskrevne fremgangsmåde til udvinding af fedt af slagteriaffald.

Som opløsningsmiddel til ekstraktionen er kuldioxid, dinitrogen-
oxid og eventuelt halogenerede carbonhydrider såsom ethan, ethylen
og fluorerede carbonhydrider særligt egnede og foretrukne gasser.
Der kan imidlertid også anvendes andre sundhedsmæssigt og kemisk
uskadelige gasser, såfremt deres kritiske data, som er kendt fra
litteraturen, falder inden for de af ekstraktionsråstoffet bestemte
tryk- og temperaturområder.

Den beskrevne fremgangsmåde muliggør ekstraktion af animal-
ske fedtstoffer fra animalsk udgangsmateriale, hvorved fedtstoffernes
naturlige sammensætning bibeholdes fuldstændigt, og hverken det
ekstraherede fedt eller ekstraktionsresten forandres kemisk.

Den beskrevne fremgangsmåde gør det muligt at udtrække mere
end 95 vægtprocent af det ekstraherbare fedtindhold af animalske
produkter, hvorhos parametrene kan vælges således, at der opnås
næsten vandfrit fedt.

Kombinationen af parametrene tryk (p) og temperatur (t) er bestemmende for opløsnings- og adskillelsesegenskaberne. Opløseligheden af et tungtflygtigt stof kan tiltage så stærkt i en fluid gas, at koncentrationen af den opløste komponent ligger langt over den værdi, man i kraft af damptrykket ville vente. Med variation af disse parametre bliver det således muligt at styre vandandelens overgang fra ekstrakten til resten eller omvendt fra resten til ekstrakten. I hvert tilfælde er det dog hensigtsmæssigt at overholde parametrene $p > p_{\text{krit.}}$ og $t > t_{\text{krit.}}$

I det efterfølgende beskrives som eksempel en foretrukket udførelsesform for opfindelsen under henvisning til tegningen.

Tegningen viser en til udførelse af den beskrevne fremgangsmåde egnet indretning i skematisk fremstilling.

I den viste indretning fyldes beholderen A_1 i form af en autoklav med groft neddelt slagtefedt, idet det ikke er nødvendigt med nogen speciel formgivning af det ifyldte materiale, og beholderen kan fyldes tæt. Luftens ilt fjernes fra beholderen ved spuling med carbondioxid. Derefter lukkes beholderen A_1 , fyldes med carbondioxid i overkritisk tilstand, og den henstår i ekstraktionstidsrummet.

I løbet af dette ekstraktionstidsrum fyldes den analoge beholder A_2 i form af en autoklav af samme art med udgangsmateriale og befries for luftens ilt.

Efter afslutning af ekstraktionen overføres carbondioxiden i overkritisk tilstand fra beholderen A_1 til beholderen A_2 , og beholderen A_1 aflastes fuldstændigt.

I beholderen A_2 opbygges den overkritiske tilstand nu igen, og der gås frem på samme måde som med beholderen A_1 , hvilket muliggør en intermitterende udførelse af fremgangsmåden under økonomiske driftsbetingelser.

Ekstraktionsvarigheden varierer i afhængighed af det til enhver tid anvendte udgangsmateriale og ligger i almindelighed fra 10 til 60 minutter.

Beholderne A_1 og A_2 i form af autoklaver er forsynet med varmekappe og finporede metalfilterplader. Under ekstraktionen samler det ekstraherede animalske fedt sig på bunden af de kolonneformede autoklaver, mens resten koncentrerer ved autoklavens top. Adskillelsen af det ekstraherede fedt fra ekstraktionsresten kan enten ske

efter mekanisk udstødning af det samlede kolonneindhold eller ved afsmeltning ved hjælp af varmekappen og borttagning af den ekstraerede fedtfraktion ved autoklavens bund.

05 I den viste indretning tilføres carbondioxid fra forrådsbeholderen T og overføres via kompressoren K og varmeveksleren W til den kritiske tilstand. Den i varmeveksleren W bortførte kompressionsvarme kan direkte udnyttes i varmekappen, hvilket med hensyn til energibehov udgør en økonomisk driftsmulighed.

10 Den til ekstraktionen som opløsningsmiddel anvendte gas kan dernæst regenereres og recirkuleres på kendt måde, hvilket giver en yderligere fordel med hensyn til fremgangsmådens økonomi.

Eksempel 1

15 Efter den i det forudgående beskrevne metode blev der i den viste indretning for hver af beholderne A_1 og A_2 presset 800 g af i slagteriet tiloversblevet nyrefedt med tør carbondioxid under et tryk på 320 bar ved 45°C i et tidsrum på 60 minutter. Indholdet fra hver autoklav blev derefter udstøbt i form af en fast stang. Den ekstraerede fedtandel havde samlet sig på bunden af hver kolonne og adskiltes rent fra ekstraktionsresten ved kolonnens top. Begge andele kunne adskilles mekanisk fra hinanden med en kniv.

20 For hver 800 g udgangsmateriale opnåedes der 623 g fast, hvidt nyrefedt med et vandindhold på mindre end 0,2 vægtprocent og et flydesmeltepunkt på 60°C. Den som "fedtegrever" betegnede ekstraktionsrest var en rødligt brun masse, som i forhold til den samlede vægt indeholdt 56,4 vægtprocent vand og 22,8 vægtprocent råprotein, beregnet som fugtigt materiale.

Eksempel 2

30 Eksempel 1 blev gentaget med den undtagelse, at autoklavindholdet ikke blev udstøbt efter afslutning af ekstraktionen. I stedet blev autoklavens nedre del opvarmet til 65°C ved hjælp af varmekappen, og det ekstraherede fedt blev i smeltet form udtaget ved autoklavens bund.

35 De opnåede slutprodukter udviste et vandindhold på mindre end 0,2 vægtprocent, et flydesmeltepunkt på 60°C, samt forsæbnings-tal 176, jodtal 40 og syretal 1,15.

Det er åbenbart for fagmanden, at det ekstraherede fedt kan koncentreres i og udtages fra kolonnens nedre eller øvre del i afhængig-

hed af den til ekstraktionen anvendte indretning og den valgte styring af fremgangsmåden, eksempelvis indføørsstedet for den som opløsningsmiddel til ekstraktionen tilsatte gas. I begge de foregående eksempler skete koncentrationen af det ekstraherede fedt i kolonnens nedre del, idet det som udgangsmateriale anvendte nyrefedt, som 05 skulle ekstraheres, blev fyldt i på de på tegningen ved stiplede linier antydende finporede metalfilterplader i beholderne A_1 og A_2 , og det som opløsningsmiddel for ekstraktionen anvendte carbondioxid blev ledt ind ved beholderens top. Ved anvendelse af beholderne A_1 10 og A_2 uden indsætning af metalfilterpladerne synker ekstraktionsresten på grund af dens højere specifikke vægt til beholderens bund, og det ovenover stående ekstraherede fedt kan enten udtages på dette sted, d.v.s. i kolonnens øvre del eller efter i smeltet tilstand at være løbet igennem ekstraktionsresten, ved kolonnens bund.

15

20

25

30

35

PATENTKRAV

05 1. Fremgangsmåde til udvinding og/eller raffinering af animalske fedtstoffer ved ekstraktion med en gas i overkritisk tilstand, KENDETEGNET ved, at man gennemfører ekstraktionen i en statisk kolonne uden kredsløb.

10 2. Fremgangsmåde til udvinding og/eller raffinering af animalske fedtstoffer ved ekstraktion med en gas i overkritisk tilstand, KENDETEGNET ved, at man gennemfører ekstraktionen i en statisk kolonne uden kredsløb og koncentrerer det ekstraherede fedt i kolonnens nedre del.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 1 eller 2 KENDETEGNET ved, at man som gas anvender carbondioxid.

15 4. Fremgangsmåde ifølge krav 1 eller 2 KENDETEGNET ved, at man som gas anvender dinitrogenoxid.

5. Fremgangsmåde ifølge krav 1 eller 2 KENDETEGNET ved, at man som gas anvender et eventuelt halogeneret carbonhydrid.

6. Fremgangsmåde ifølge krav 5 KENDETEGNET ved, at man anvender ethan, ethylen og/eller et fluoreret carbonhydrid.

20 7. Fremgangsmåde ifølge krav 1 KENDETEGNET ved, at man fraskiller den ekstraherede fedtfraktion mekanisk eller ved afsmeltning.

25 8. Fremgangsmåde ifølge krav 2 KENDETEGNET ved, at man fraskiller den i kolonnens nedre del koncentrerede ekstraherede fedtfraktion mekanisk eller ved afsmeltning.

9. Anvendelse af fremgangsmåden ifølge krav 1 eller 2 til udvinding af fedt fra slagteriaffald.

30

35

DK 153409 B

