



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209042
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 12 N 1/32

(22) Přihlášeno 05 03 80
(21) (PV 1531-80)

(40) Zveřejněno 30 01 81

(45) Vydáno 01 02 84

(75)
Autor vynálezu

ZACHARYČEV ALEXANDR PAVLOVIČ, NIKITIN VITALIJ
METVĚJEVIČ, NEŠADIM ANATOLIJ GRIGORIJEVIČ, BAJEVA OLGA
PAVLOVNA, VOLČEK ANATOLIJ MICHAJLOVIČ a FEXON ABRAM
MARKOVIČ, MOSKVA (SSSR)

(54) Způsob předběžné úpravy suché biomasy mikroorganismů pro extrakci

Vynález se týká technologie výroby produktů bílkovin mikrobiologickým způsobem, zejména technologie extrakčního čištění biomasy mikroorganismů od zbytkových lipidů nebo zbytkových uhlovodíků a lipidů. Přesněji řečeno vynález se týká předběžné úpravy suché biomasy mikroorganismů pro extrakci.

Způsob spočívá v tom, že se suchá biomasa zpracovává zvlhčovací směsí, která sestává při nejmenším z jednoho organického rozpouštědla a vody, za vypuzování organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi, které se provádí při snížení tlaku z atmosferického tlaku na zbytkový tlak 0,05 až 0,01 MPa.

Vynález může najít použití ve výrobě potravinových a krmných proteinů.

Vynález se týká technologie výroby produktů bílkovin mikrobiologickým způsobem, zejména technologie extrakčního čištění biomasy mikroorganismů od zbytkových lipidů nebo zbytkových uhlovodíků a lipidů (složení zbytkových látek závisí na živném prostředí, které se používá při výrobě biomasy). Přesněji řečeno vynález se týká způsobu předběžné úpravy suché biomasy mikroorganismů pro extrakci (obsah vody v suché biomase nepřesahuje 30 % hmot.).

V dnešní době jsou známy způsoby extrakce uhlovodíků a lipidů z biomasy mikroorganismů založené na jejich extrakci organickými rozpouštědly.

Účinnost extrakce uhlovodíků a lipidů z biomasy mikroorganismů organickými rozpouštědly se v mnohém určuje podle vnitřní struktury částic biomasy s ohledem na velký difúzní odpor, vyvolávaný pevnou fází. Pro zlepšení struktury částic se provádí předběžná úprava pevné fáze pro extrakci.

V této době existují dva hlavní směry v technologii extrakčního čištění suché biomasy mikroorganismů:

extrakční čištění biomasy za použití mechanické předběžné úpravy vlhkosti a teploty biomasy pro extrakci a za použití benzínu jako extrakčního činidla;

extrakční čištění práškové biomasy za použití mnohasložkového extrakčního činidla.

Uskutečnění prvního směru je spojeno s granulováním biomasy a následujícím zplošťováním granulátu (forma „okvětních lístků“). Tak například způsob extrakce lipidů ze suché biomasy mikroorganismů kultivovaných na ropných uhlovodících podle SSSR autorského osvědčení č. 207 309 spočívá v tom, že se suchá prášková biomasa před extrakcí válcuje po sobě následujícím průchodem vícechodými válcovacími stolicemi (kde se rozmělní), rozmělněný materiál se ovlhčí, podrobí se tepelnému zpracování a granulaci, načež se z granulátu vytvoří „okvětní lístky“. Po uvedené předběžné úpravě biomasy se z „okvětních lístků“ extrahují lipidy, tím že se jako extrakční činidlo použije benzin. Bezprostřední rozmělnění suché biomasy nevede však vzhledem k nízkým koeficientům tření mezi biomasou a povrchem válců k žádnému podstatnému zlepšení vnitřní struktury částic biomasy. Při způsobu extrakčního čištění biomasy podle SSSR autorského osvědčení č. 461 641 se biomasa na rozdíl od shora vylíčeného postupu zvlhčuje před rozmělněním, což zlepšuje předběžnou úpravu biomasy pro extrakci.

Avšak popsány způsoby mají podstatné nedostatky. Při jejich použití jsou nezbytné dosti komplikovaná a energeticky intenzivní zařízení (tepelné pánve, válcovací stolice, granulární zařízení). Kromě toho není možné použít vysoce účinná extrakční činidla obsahující vodu, neboť se „okvětní lístky“ biomasy v tomto případě rozrušují.

Technologie extrakčního čištění práškové bio-

masy za použití mnohasložkového extrakčního činidla (druhý směr) umožňuje odstranit uvedené nedostatky. Předběžná úprava biomasy pro extrakci se v tomto případě provádí zpracováním suché práškovité biomasy ovlhčovací směsí, která se skládá z organických rozpouštědel a vody.

Tak například způsob extrakčního čištění suché biomasy mikroorganismů kultivovaných na ropných uhlovodících podle SSSR autorského osvědčení č. 581 700 pamatuje na zpracování biomasy ovlhčovací směsí, která se skládá z vody, isopropylalkoholu a hexanu v množství 5 až 60 % hmot., 30 až 90 % hmot., popřípadě 5 až 40 % hmot., extrakce se při tom provádí směsí těchto rozpouštědel, použitých v množství 0,5 až 10 % hmot., 8 až 80 % hmot., popřípadě 10 až 90 % hmot.

Kromě toho je znám způsob předběžné úpravy suché biomasy mikroorganismů, kultivovaných na ropných uhlovodících, pro extrakci (SSSR autorské osvědčení č. 591 501), který se provádí následovně:

Suchá práškovitá biomasa s průměrnou velikostí částic 30 až 80 μm a vlhkostí 4 až 6 % se podrobí suspendování za intenzivního míchání v nepolárním rozpouštědle, například v extrakčním benzínu, hexanu, petroléteru nebo ve směsi uvedených nepolárních rozpouštědel s polárním rozpouštědlem, například etanolem, isopropanolem nebo jiným libovolným polárním rozpouštědlem. Kromě toho se suspendování může uskutečnit v miscele (extrakční činidlo, ve kterém jsou rozpuštěna extrakční činidla). Hmotnostní poměr pevné a kapalné fáze může při suspendování biomasy činit 1 : 3 až 1 : 10. K suspendované biomase se přidává voda, nasycená vodní pára nebo zvlhčující směs rozpouštědel včetně vody, až obsah vlhkosti v biomase dosáhne 15 až 50 % hmot. a současně teplota biomasy dosáhne 45 až 65 °C. Doba suspendování, počínaje přívodem vody, nasycené vodní páry nebo zvlhčovací směsí, činí 10 až 15 min.

Biomasa, která má lyofilní vlastnosti, se adsorbuje na povrchu dispergovaných vodních kapek a tím se zvlhčí. Částice biomasy se nabobtnají a tvoří kypřé vločkovité agregáty, které umožňují snadný přístup extrakčního činidla dovnitř pórů částic. Při dalším zpracování během extrakce takto předem upravené biomasy různými extrakčními činidly se získá produkt vysoké kvality, který obsahuje maximálně 0,1 % zbytkových uhlovodíků a maximálně 1 až 2 % lipidů.

Popsané způsoby předběžné úpravy biomasy mikroorganismů pro extrakci (SSSR autorské osvědčení č. 581.700 a 591.501) mají však podstatné nedostatky.

Výchozí biomasa, která se dostává k extrakčnímu čištění po sušení v rozprašovací sušárně, obsahuje asi 2 kg vzduchu na 1 tunu biomasy. Vzduch ztěžuje pronikání rozpouštědla dovnitř pórů pevných částic, což vede ke snížení stupně extrakce extrakčního materiálu (lipidů a uhlovodíků). Přítomnost vzduchu v biomase přispívá také ke flotaci částic biomasy v rozpouštědle, což vede

ke zvýšenému odnášení pevné fáze s miscelou z extrakčního zařízení; v důsledku toho se snižuje výkon zařízení.

Jiný nedostatek popsání způsobu předběžné úpravy biomasy pro extrakci spočívá v nutnosti zavádět přebytečné množství vody (asi 0,8 tuny vody na 1 tunu biomasy) do rozpouštědla, směsi rozpouštědel nebo do miscely, což je podmíněno nerovnoměrností styku vodních kapek s částicemi biomasy. Zavádění velkého množství vody ztěžuje proces regenerace rozpouštědla, přičemž spotřeba tepla je vyšší, kvalita biomasy je nižší.

Cílem vynálezu je odstranit uvedené nedostatky.

Vynález si položil za základní úlohu vyvinout takový způsob předběžné úpravy suché biomasy mikroorganismů, založený na zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí složenou při nejmenším z jednoho organického rozpouštědla a vody, který by dovolil vytvořit strukturu biomasy, jež by zabezpečovala zvýšení stupně extrakce extrakčního materiálu z biomasy, snížil strhávání biomasy spolu s miscelou z extrakčního zařízení, jakož i zintenzivnil zvlhčování biomasy.

Tato úloha je vyřešena tím, že je navržen způsob předběžné úpravy suché biomasy mikroorganismů pro extrakci, založený na zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí, která se skládá minimálně z jednoho organického rozpouštědla a vody, přičemž se zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí provádí podle vynálezu za vypuzování organického rozpouštědla ze zvlhčovací směsi, prováděného snížením tlaku z atmosférického na zbytkový tlak 0,05 až 0,01 MPa.

Přítom vynález navrhuje pro uskutečnění uvedených pochodů (zpracování suché biomasy a vypuzení organického rozpouštědla) následující varianty:

- zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí a vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi se uskuteční po sobě;

- zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí se provede za snížení tlaku z atmosférického na zbytkový tlak 0,05 až 0,01 MPa za současného vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi.

Způsob podle vynálezu zabezpečuje rovnoměrné zvlhčování biomasy při minimálním (až 5 %) obsahu vody ve zvlhčovací směsi. To lze odvodit z toho, že při vakuovém odhánění dochází hlavně k odpařování organického rozpouštědla ze zvlhčovací směsi a směs se obohacuje vodou a zabezpečuje se intenzifikace zvlhčování biomasy.

Při vakuové destilaci organických rozpouštědel probíhá intenzivní odstraňování vzduchu z vnitřku pórů částic biomasy a dochází k tvorbě dodatečných kanálů a pórů pro jeho odnášení k povrchu částic spolu se směsí extrakčních látek ve fázi plyn-kapalina, což zajišťuje tvorbu struktury biomasy, která je příznivá pro extrakci uhlovodíků a lipidů. Odstranění vzduchu z biomasy při evakuování zlepšuje přístup rozpouštědla (během ex-

trakce) do vnitřku pórů, což dovoluje zvýšit extrakční stupeň uhlovodíků a lipidů. Při tom se zlepší také srážení pevných částic v rozpouštědle a tím se sníží odnášení biomasy spolu s miscelou z extrakčního zařízení.

Způsob předběžné úpravy biomasy mikroorganismů pro extrakci podle vynálezu se provádí následovně.

Biomasa mikroorganismů (kvasinky, houby, bakterie), která se kultivuje na různých živných prostředích, například na bázi ropných uhlovodíků nebo etanolu nebo metanolu nebo zemního plynu, se suší až na obsah zbytkové vlhkosti maximálně 30 % hmot., s výhodou 5 až 10 % hmot. Průměrná velikost částic biomasy činí 70 až 200 μm . Potom se biomasa zpracovává za intenzivního míchání při teplotě 10 až 50 °C se zvlhčovací směsí. Zvlhčovací směs může být jednofázová nebo i dvofázová a může být směsí polárního, nepolárního organického rozpouštědla a vody nebo nepolárního organického rozpouštědla a vody nebo polárního organického rozpouštědla a vody. Jako příklady zvlhčovacích směsí lze uvést následující kompozice: hexan–isopropanol–voda, benzin–etanol–voda, benzin–voda, hexan–voda, etanol–voda, isopropanol–voda.

Obsah vody ve zvlhčovacím systému složeném ze tří látek činí obvykle 1 až 5 % hmot., nepolárního rozpouštědla 40 až 80 % hmot., zbytek činí polární organické rozpouštědlo. Ve zvlhčovací směsi ze dvou látek činí obsah nepolárního organického rozpouštědla a polárního organického rozpouštědla 50 až 95 % hmot., zbytek činí voda. Hmotnostní poměr kapalné a pevné fáze, tj. zvlhčovací směsi a biomasy, činí 2 : 1 až 4 : 1.

Voda se může za intenzivního míchání zavést do předběžně získané suspence, která se skládá z biomasy a ze shora uvedených organických rozpouštědel, nebo do suspence, která se skládá z biomasy, shora uvedených organických rozpouštědel a určitého množství vody.

Zpracování biomasy se zvlhčovací směsí se provede během 10 až 20 minut za vypuzení par organického rozpouštědla a snížení tlaku z atmosférického na zbytkový tlak 0,05 až 0,01 MPa.

Při tom se organická rozpouštědla vypudí až na zbytkový obsah v biomase maximálně 1 % hmot.

Zpracování suché biomasy se zvlhčovací směsí a vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi se podle vynálezu může provést následovně:

- zpracování suché biomasy se zvlhčovací směsí a vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi se může provést po sobě. V uvedeném případě se jmenované zpracování zvlhčovací směsí provede při atmosférickém tlaku vzduchu a vypuzení – za snížení tlaku z atmosférického na zbytkový tlak 0,05 až 0,01 MPa;

- zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí a vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi se provádí současně za snížení tlaku vzduchu

z atmosférického na zbytkový tlak 0,05 až 0,01 MPa.

Biomasa předem upravená způsobem podle vynálezu se potom podrobí extrakčnímu čištění organickými rozpouštědly nebo jejich směsmi libovolným známým způsobem.

Pro lepší porozumění vynálezu jsou uvedeny následující příklady konkrétního provedení. Výsledky extrakce extrahovaných látek (lipidů nebo uhlovodíků a lipidů) z biomasy po její předběžné úpravě pro extrakci jsou demonstrovány v tabulce následující za příklady.

Příklad 1

Biomasa práškových kvasinek *Candida quilliermondii*, kultivovaných na čistých tekutých parafinech, s velikostí částic 70 až 200 μm a zbytkovou vlhkostí 8,1 % hmot., s celkovým obsahem extrakčních látek (uhlovodíků a lipidů) 3,6 % hmot. se v množství 120 g, při teplotě 50 °C a za míchání, zpracovává 10 minut se směsí benzínu a etanolu v poměru (% hmot.) 80 : 20. K získané suspensi se během 10 minut přidá voda v množství 2 %, vztaženo na hmotnost směsi uvedeného složení. Jako výsledek se získá suspence biomasy ve zvlhčovací směsi při hmotnostním poměru kapalné a pevné fáze 2 : 1. Za přídavku vody se provede evakuace a vypuzování organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi. Zbytkový tlak činí 0,05 až 0,04 MPa. Zbytkový obsah organických rozpouštědel v biomase po vypuzení činí asi 1 % hmot.

Po zpracování biomasy zvlhčovací směsí a vypuzení organických rozpouštědel se suspence zfiltruje, potom se biomasa podrobí třístupňovému extrakčnímu čištění při teplotě 50 °C a době trvání každého stupně 20 min. Jako extrakční činidlo se použije směs následujícího složení (% hmot.): benzin 80, etanol 19, voda 1. Hmotnostní poměr extrakčních činidel a biomasy činí 2 : 1.

Po každém stupni se suspence zfiltruje a analyzuje se celkový obsah extrakčních látek (uhlovodíků a lipidů) v miscele.

Příklad 2

Podmínky pokusu a metodika jsou obdobné jako v příkladu 1. Rozdíl spočívá v tom, že se tlak z atmosférického sníží na zbytkový tlak 0,03 až 0,02 MPa.

Příklad 3

Podmínky pokusu a metodika jsou podobné jako v příkladu 2. Rozdíl spočívá v tom, že se použije biomasa kvasinek kultivovaných na destilátech zemního oleje. Výchozí celkový obsah extrakčních látek (uhlovodíků a lipidů) v biomase činí 22,3 % hmot.

Příklad 4

Podmínky pokusu a metodika jsou obdobné podmínkám a metodice popsaným v příkladu 1. Rozdíl spočívá v tom, že se použije biomasa

suchých práškových hub B1. *Trisporo*, které byly kultivovány na živném prostředí na bázi etanolu. Vlhkost biomasy činí 5 % hmot. Výchozí obsah extrakčních látek (lipidů) v biomase činí 18 % hmot. Tlak se sníží z atmosférického na zbytkový tlak 0,02 až 0,01 MPa.

Příklad 5

Podmínky pokusu a metodika jsou podobné jako v příkladu 1. Rozdíl spočívá v tom, že se použije biomasa suchých práškových kvasinek *Rhodotula aurantica*, které byly kultivovány na živné půdě na bázi etanolu. Vlhkost biomasy činí 2,9 % hmot. Výchozí obsah extrakčních látek (lipidů) v biomase činí 39,3 % hmot. Jako zvlhčovací směs se použije směs, která sestává ze 60 % hmot, etanolu a 40 % hmot. vody. Tlak se sníží z atmosférického na zbytkový tlak 0,05 až 0,03 MPa.

Příklad 6

Podmínky pokusu a metodika jsou podobné jako v příkladu 1. Rozdíl spočívá v tom, že zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí při atmosférickém tlaku vzduchu a vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi se provádí 4 minuty po uvedeném zpracování za snížení tlaku z atmosférického na zbytkový tlak 0,05 až 0,04 MPa.

Příklad 7

Podmínky pokusu a metodika jsou podobné jako v příkladu 1. Rozdíl spočívá v tom, že se zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí a vypuzení organických rozpouštědel z uvedené směsi provádí za snížení tlaku z atmosférického na zbytkový tlak 0,03 až 0,01 MPa.

Příklad 8

Podmínky pokusu a metodika jsou podobné jako v příkladu 1. Rozdíl spočívá v tom, že zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí se provádí při teplotě 15 °C. Uvedené zpracování a vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi se provádí za snížení tlaku z atmosférického na zbytkový tlak 0,02 až 0,01 MPa.

Příklad 9 (kontrola)

Podmínky pokusu a metodika jsou podobné jako v příkladu 1 s tou výjimkou, že se zpracování biomasy zvlhčovací směsí provádí při atmosférickém tlaku vzduchu a bez vypuzení organických rozpouštědel (podle známého způsobu).

Struktura biomasy, která byla získána v důsledku předběžné úpravy biomasy pro extrakci podle příkladů 1 až 9, byla zhodnocena podle stupně celkové extrakce extrakčních látek, kterého bylo dosaženo při třístupňovém extrakčním čištění.

V tabulce jsou uvedeny srovnávací výsledky extrakce extrakčních látek z biomasy, která byla pro extrakci předem upravena podle vynálezu (příklad 1 až 8) a známého způsobu (příklad 9).

Tabulka

Číslo příkladu	Složení zvlhčovací směsi % hmot.	Zbytkový tlak MPa	Složení extrakčního činidla % hmot.	Extrakční stupeň extrakčních látek podle extrakčních stupňů, % hmot.			Celkový extrakční stupeň extrakčních látek, % hmot.
				1. stupeň	2. stupeň	3. stupeň	
1	2	3	4	5	6	7	8
1	benzin-80 etanol-20 voda, která se přidává k suspensi v množství 2 % hmotnosti uvedených organických rozpouštědel	0,05–0,04	benzin-80 etanol-19	51,2	9,1	2,3	62,6
2	—	0,03–0,02	—	63,1	8,3	4,9	76,3
3	—	—	—	45,0	30,5	12,4	87,9
4	—	0,02–0,01	—	61,2	12,1	5,0	78,3
5	etanol-60 voda 40	0,05–0,03	—	45,8	9,7	5,7	59,2
6	podobně jako v příkl. 1	0,05–0,04	—	51,3	10,3	5,8	67,4
7	podobně jako v příkl. 1	0,03–0,01	benzin-80 etanol-19 voda 1	69,1	9,0	3,1	81,2
8	podobně jako v příkladu 1	0,05–0,04	benzin-80 etanol-19 voda 1	48,2	8,3	2,9	59,4
9 (kontrola)	—	atmosférický tlak vzduchu bez vypuzování organických rozpouštědel	—	41,5	10,5	3,3	52,3

Jak je zřejmé z tabulky, zvyšuje zvlhčení biomasy za vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi ve srovnání se známým způsobem podstatně extrakční stupeň extrakčních látek (lipidů nebo

uhlovodíků a lipidů). Po extrakčním čištění neobsahuje miscela prakticky žádné pevné částice, což svědčí o tom, že biomasa není vynášena spolu s miscelou z extrakčního zařízení.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob předběžné úpravy suché biomasy mikroorganismů pro extrakci, při kterém se suchá biomasa zpracovává zvlhčovací směsí, která se skládá při nejmenším z jednoho organického rozpouštědla a vody, vyznačující se tím, že se zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí provádí za vypuzování organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi, které se provádí za snížení tlaku z atmosférického na zbytkový tlak 0,05 až 0,01 MPa.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí a vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi provádí po sobě.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se zpracování suché biomasy zvlhčovací směsí provádí za snížení tlaku z atmosférického na zbytkový tlak 0,05 až 0,01 MPa a současného vypuzení organických rozpouštědel ze zvlhčovací směsi.