

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

310 179

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.:

C11B 3/12 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 2024-34
(22) Přihlášeno: 30.01.2024
(40) Zveřejněno: 23.10.2024
(Věstník č. 43/2024)
(47) Uděleno: 12.09.2024
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: 23.10.2024
(Věstník č. 43/2024)

(56) Relevantní dokumenty:
CN 110938490 A; PL 238351 B1; US 2016227809 A1.

(73) Majitel patentu:
Farmet OFT s.r.o., Česká Skalice, Malá Skalice, CZ
Vysoká škola chemicko-technologická v Praze,
Praha 6, Dejvice, CZ
(72) Původce:
Ing. Michal Kaválek, Ph.D., Dolany, CZ
Bc. Veronika Pražáková, Dobré, CZ
Tomáš Petira, Úpice, CZ
doc. Ing. Jan Kyselka, Ph.D., Vlašim, CZ
Ing. Eliška Bečvářová, Janské Lázně, CZ
prof. Ing. Vladimír Filip, CSc., Praha 4, Chodov,
CZ
Ing. Tomáš Kouřimský, Praha 4, Krč, CZ
prof. Ing. Jana Hajšlová, CSc., Praha 10, Záběhlice,
CZ
doc. Ing. Aleš Rajchl, Ph.D., Praha 10, Strašnice,
CZ
doc. Ing. Helena Čížková, Ph.D., Roztoky, CZ
(74) Zástupce:
Ing. Milan Škoda, patentový zástupce, Nahořanská
308, 549 01 Nové Město nad Metují, Krčín

(54) Název vynálezu:
**Způsob odstranění esterů glycidolu z
rafinovaných olejů a tuků**

(57) Anotace:
Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů
a tuků, zejména způsob odstranění esterů glycidolu z plně
rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely,
zejména nasycených, mononenasycených a
polynenasycených acylderivátů glycidolu prováděný v
destilační koloně pro odkyselování a deodoraci obsahující
pre-stripper s náplňovou sekci, podle kterého je nejprve
olej nebo tuk vložen do destilační kolony pro
odkyselování a deodoraci a je postupně zahřát na teplotu
180 až 280 °C, a následně je olej nebo tuk zdržen za
hlubokého vakua 0,05 až 20 hPa po dobu 50 sekund až 60
minut v náplňové sekci pre-stripperu.

Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků, zejména způsob odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely.

10 Dosavadní stav techniky

Jedlé oleje a tuky, které se dělí podle původu na rostlinné, živočišné či získávané z jednobuněčných organismů (SCO), obsahují majoritní triacylglyceroly (TAG), volné mastné kyseliny (vMK), diacylglyceroly (DAG), monoacylglyceroly (MAG) a minoritní doprovodné látky lipidů jako jsou steroly, skvalen, tokochromanoly či lipofilní pigmenty. Estery mastných kyselin s různým stupněm nenasyčenosti se liší reaktivitou uhlovodíkového řetězce, neboť při vysokoteplotním namáhání poskytují geometrické a polohové izomery souhrnně označované jako *trans* mastné kyseliny. Za vysokých teplot či při vystavení potravin γ -záření podléhají karboxylové skupiny a glycerolový zbytek řadě substitučních a/nebo eliminačních reakcí. Aktuálním celosvětovým problémem je tvorba esterů 3-monochlorpropan-1,2-diolu (3-MCPD), esterů 2-monochlorpropan-1,3-diolu (2-MCPD) a esterů glycidolu v rafinovaných olejích a tucích v důsledku S_N2 a E2 reakcí. Procesní kontaminanty, identifikované v roce 2006 (na VŠCHT Praha) a 2009 (v Německu), ovlivnily významným způsobem získávání, rafinaci a modifikaci rostlinných olejů a jejich frakcí. Bez technologických inovací by zpracovatelé nemohli použít značnou část produkce v potravinářském sektoru.

Monoacylglyceroly a zejména diacylglyceroly přítomné v surových olejích jsou spolu s volnými mastnými kyselinami produkty lipolýzy triacylglycerolů. Z těchto sloučenin vznikají estery 3-MCPD, 2-MCPD a estery glycidolu. Surové rostlinné oleje získávané z dužnatých plodů, jako jsou palmový, palmojádrový a olivový a jejich frakce, obsahují 2 až 10 % hmotn. DAG dle rychlosti a technické úrovně zpracování. Důsledkem toho je, že některé oleje, zvláště pak rafinovaný palmový, palmojádrový a olivový olej a jejich frakce obsahují obvykle 0,25 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD (vyjádřeno jako 3-MCPD) a 0,25 až 5,0 mg/kg esterů glycidolu (vyjádřeno jako glycidol). Surové oleje a tuky získávané ze semen, bobů či jednobuněčných organismů jako jsou řepkový, slunečnicový, sójový, bavlníkový, arašídový, kvasinkové oleje a tuky a oleje původem z mikro- a makro-řas, které obsahují menší množství DAG (0,5 až 5,0 % hmotn.), mají po fyzikální rafinaci obvyklý obsah esterů 3-MCPD 0,1 až 3,0 mg/kg a 0,1 až 3,0 mg/kg esterů glycidolu. Deriváty 3-MCPD, 2-MCPD a glycidolu jsou kancerogenní nebo potenciálně kancerogenní, suspektně genotoxické a mají vysoce negativní vliv na mužskou plodnost. Nařízením komise (EU) č. 2018/290 ze dne 26. 2. 2018 (resp. Nařízení Komise (EU) 2023/915 ze dne 25. dubna 2023) byly stanoveny maximální limity kontaminujících esterů glycidolu v tukových výrobcích na 1 mg/kg (jako glycidol), v případě potravin pro malé děti a kojence jsou limity 0,5 mg/kg.

Surové jedlé oleje a tuky obsahují glycerofosfolipidy (20 až 1000 mg/kg fosforu), volné mastné kyseliny (0,2 až 6,0 % hmotn.), barviva (lipochromy, karoteny, xanthofyly a chlorofyly) a těkavé nízkomolekulární sloučeniny (aldehydy, ketony, uhlovodíky, alkoholy, kyseliny a laktony), které je pro další potravinářské využití nutné odstranit rafinací. Výsledným produktem rafinace je senzorycky neutrální rostlinný olej s minimálním obsahem glycerofosfolipidů, volných mastných kyselin, barviv a těkavých sloučenin. V procesu adsorpčního bělení jsou z oleje odstraněny pigmenty a prooxidanty. Bělicí hlinka byla považována za hlavní zdroj chloridových iontů díky aktivaci kyselinou chlorovodíkovou, proto se dnes používají adsorbenty aktivované výhradně kyselinou sírovou. V posledním stupni rafinace (deodorace) je olej temperován na vysokou teplotu (180 až 280 °C), při které se odstraňuje řada nežádoucích a těkavých sloučenin destilací s přehřátou vodní parou za sníženého tlaku (1 až 10 hPa).

Přítomné DAG, MAG, chloridové ionty, vysoká teplota a kyselá (auto)katalýza volnými mastnými kyselinami iniciují vznik nežádoucích sloučenin, tedy acylderivátů 3-MCPD a 2-MCPD. Kromě toho přímo z di- a monoacylglycerolů a hypoteticky i výše zmíněných chlorovaných sloučenin vznikají estery glycidolu. Od roku 2010 probíhal intenzivní průmyslový výzkum s cílem nalézt kritické parametry, které vedou ke vzniku acylderivátů 3-MCPD a 2-MCPD. Vznik esterů MCPD (vyjádřeno jako volný 3-MCPD a 2-MCPD) je lineárně závislý na obsahu diacylglycerolů (DAG) a teplotě, přičemž deodoraci nad 200 °C lze považovat za kritickou. Je prokázáno, že DAG nejsou jedinými prekurzory, neboť při absenci parciálních esterů glycerolu vzniká $\approx 0,5$ mg/kg esterů 3-MCPD. Teplotní závislost tvorby esterů glycidolu je exponenciální, kritický obsah DAG je mezi 2 až 4 %.

Procesní kontaminanty, estery 3-MCPD, 2-MCPD a glycidolu, představují velký problém pro zpracovatele jedlých olejů a jejich frakcí. Naším cílem bylo odstranění nežádoucích sloučenin stávající technologií, tedy bez dalších investičních nákladů, nároků na prostory a obsluhu. V roce 2011 bylo zjištěno, že v rostlinných olejích a tukách lze v procesu deodorace či fyzikální rafinace zabránit vzniku esterů 2- a 3-MCPD přidávkou báze (KHCO_3 , NaHCO_3 , K_2CO_3 , Na_2CO_3 , alkoxidy). Takový způsob odstranění procesních kontaminantů se zdál slibný pro průmyslovou praxi, proto byla podána patentová přihláška CZ 303281 B6. Později se ukázalo, že deodorovaný olej není sensoricky neutrální. Účinek báze na chlorderiváty mohl způsobit vznik esterů glycidolu (potenciální genotoxický karcinogen, skupina 2A), proto bylo od realizace patentu a průmyslového řešení ustoupeno. V technologii olejů a tuků byla přijata taková nápravná opatření, která potlačují tvorbu esterů 3-MCPD a esterů 2-MCPD (odstranění chloridových iontů ze surových olejů praním, původce: Showa Sangyo Co., Ltd., EP 2716746 A1, JP 2011123352 A, WO 2012/165397 A1; aktivace bělicí hlinky kyselinou sírovou je v současnosti průmyslovým standardem). Mezi způsoby odstraňování esterů glycidolu je perspektivním technologickým řešením (WO 2011/069028 A1; WO 2012/107230 A1) tzv. post-bělení kombinované se soft deodorací za snížené teploty. Celý proces je však neekonomický, neboť dochází k dvojnásobné produkci použité bělicí hlinky, která je absolutním odpadem. Alternativním technologickým řešením s ochranou duševního vlastnictví je odstraňování esterů 3-MCPD, esterů 2-MCPD a esterů glycidolu vakuovou destilací (US 20160227809 A1; WO 2015/057139 A1) při teplotě 200 až 280 °C za hlubokého vakua 0,0001 až 3,0 hPa či molekulární destilací (EP 3068854 B2; US 20160227809 A1; WO 2019060282 A1; WO 018200777 A1) při teplotě 140 až 280 °C za hlubokého vakua 0,001 až 1,0 hPa. Uvedeným a neselektivním způsobem jsou sice odstraněny estery glycidolu, ale současně dochází k technologickým ztrátám biologicky aktivních sterolů, tokochochromanolů a skvalenu, tudíž není zachována jakost plně rafinovaných olejů a tuků určených pro potravinářské účely.

Nevýhodou známých řešení je to, že nepřinášejí efektivní způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků.

Cílem vynálezu je vytvoření efektivního způsobu odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků, zejména z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely, který bude mít maximálně minimalizované technologické ztráty fytonutrientů.

Podstata vynálezu

Uvedené nedostatky do značné míry odstraňuje a cíle vynálezu způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků, zejména způsob odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely, zejména nasycených, mononenasycených a polynenasycených acylderivátů glycidolu prováděný v destilační koloně pro odkyselování a deodoraci obsahující pre-stripper s náplňovou sekci, podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že na začátku procesu deodorace a odkyselování je nejprve olej nebo tuk vložen do destilační kolony pro odkyselování a deodoraci a je postupně zahřát na teplotu 180 až 280 °C,

a následně je olej nebo tuk zdržen za hlubokého vakua 0,05 až 20 hPa po dobu 50 sekund až 60 minut v náplňové sekci pre-stripperu. Výhodou je to, že je cíleně podporována tvorba esterů glycidolu in situ, vytvoření rovnováhy kapalina-pára v náplňové sekci pre-stripperu a jejich selektivní odstranění destilací z výše uvedených plně rafinovaných olejů a tuků do 1. nebo 2. destilačního kondenzátu. Na rozdíl od stavu techniky popsanému v patentových dokumentech US 20160227809 A1 a WO 2015/057139 A1 nedochází k významným ztrátám cenných biologicky aktivních sterolů, tokochromanolů a skvalenu. Výhodné také je, že při uvedeném procesu dochází k účinnějšímu odkyselování a deodoraci olejů a tuků pro potravinářské účely v porovnání s konvenční technologií.

Výhodné je, když náplňová sekce pre-stripperu obsahuje Pallovy kroužky, a/nebo Raschigovy kroužky, a/nebo Bialeckiho kroužky, a/nebo Lessingovy kroužky, a/nebo Telleretovy elementy, a/nebo Intalox sedělka, a/nebo Berlova sedělka a/nebo prolamované plechy. Výhodou je to, že při průtoku olejů a tuků náplňovou sekci s velkou teplosměnnou plochou dochází k vytvoření tenkého filmu, který umožňuje efektivnější sdílení hmoty a snazší odstranění těkavých sloučenin v přítomnosti přehřáté vodní páry, včetně esterů glycidolu.

Dále je výhodné, když má náplňová sekce specifickou plochu výplně 10 až 1000 m²/m³.

Podle první výhodné varianty je zdržení provedeno tak, že olej nebo tuk náplňovou sekci pre-stripperu cirkuluje. Výhodou je to, že cirkulaci je možné použít u menších objemů výroby a zejména při testování zpracování různých druhů olejů a tuků.

Podle druhé výhodné varianty je zdržení provedeno tak, že je zpomalen tok oleje nebo tuku přes náplňovou sekci pre-stripperu. Výhodou je to, že toto zpomalení lze použít jak u menších, tak i u větších objemů výroby.

Podle třetí výhodné varianty je zdržení provedeno tak, že olej nebo tuk postupně procházejí nejméně dvěma sériově zařazenými pre-strippersy. Výhodou tohoto řešení je to, že ho lze využít u kontinuálního zpracování olejů a tuků.

Podle čtvrté výhodné varianty je zdržení provedeno tak, že olej nebo tuk postupně procházejí nejméně dvěma sériově zařazenými destilačními kolonami osazenými náplňovými pre-strippersy. Výhodou tohoto řešení je to, že ho lze využít u velkoobjemového kontinuálního zpracování olejů a tuků.

Výhodné dále je, když je současně se zdržením oleje nebo tuku náplňovou sekci pre-stripperu do destilační kolony distribuována přehřátá vodní pára. Principem deodorace olejů a tuků je odstranění pachových látek od netěkavých triacylglycerolů s přehřátou parou za hlubokého vakua (2 až 5 hPa). Jedná se o nosný plyn, který usnadňuje odstranění těkavých pachových látek dle Raoultova a Daltonova zákona, neboť i malý molární zlomek odpovídá přijatelnému výtěžku destilace s vodní parou s ohledem na nízkou molární hmotnost vody (18 g/mol) a těkavých látek (100 až 300 g/mol).

Dále je také výhodné, když je současně se zdržením olejů a tuků v náplňové sekci pre-stripperu nejméně jedním kondenzátorem jímán nejméně jeden destilát. V kondenzátech lze nalézt nízkomolekulární sloučeniny, jako jsou aldehydy, ketony, uhlovodíky, alkoholy, kyseliny a laktony o molární hmotnosti 100 až 150 g/mol; doprovázené monoacylglyceroly, steroly, tokoferoly, tokotrienoly, skvalenem a estery glycidolu o molární hmotnosti 300 až 400 g/mol. Pokud by nedošlo ke kondenzaci těchto sloučenin a také stripovací páry ve vymrazovací sekci, nebylo by dosaženo hlubokého vakua, neboť by výše uvedené sloučeniny kondenzovaly až v olejových vývěvách vakuového systému.

Výhodné je, když je olejem nebo tukem rostlinný olej, a/nebo rostlinný tuk, a/nebo jejich frakce ze skupiny tvořené palmoleinem, palmstearinem, palmovým, palmojádrovým, kokosovým,

řepkovým, slunečnicovým, sójovým, olivovým, bavlníkovým a arašídovým olejem či tukem, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekurzory acylderivátů glycidolu. Pro spotřebitele, ale také pro další potravinářské uplatnění je nezbytné surové oleje a tuky rafinovat. Nejsou neutrální z hlediska chuti, vůně a mají nevhodnou barvu. Surové jedlé oleje a tuky obsahují glycerofosfolipidy (20 až 1000 mg/kg fosforu), volné mastné kyseliny (0,2 až 6,0 % hmotn.), barviva (lipochromy, karoteny, xanthofyly a chlorofyly), těkavé nízkomolekulární sloučeniny (aldehydy, ketony, uhlovodíky, alkoholy, kyseliny a laktony), případně kontaminanty z prvovýroby, které je pro další potravinářské využití nutné odstranit rafinací. Výsledným produktem rafinace je plně senzoričky neutrální rostlinný olej/tuk akceptovatelný pro spotřebitele.

Dále je výhodné, když je olejem nebo tukem živočišný olej, a/nebo živočišný tuk, a/nebo jejich frakce ze skupiny tvořené vepřovým sádlem, hovězím lojem, bezvodým mléčným tukem a rybími oleji, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglyceroly, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekurzory acylderivátů glycidolu.

Olej nebo tukem je také s výhodou je olej nebo tuk izolovaný z jednobuněčných organismů anebo jeho frakce ze skupiny tvořené kvasinkovými oleji a tuky, oleji a tuky původem z mikrořas a makrořas, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekurzory acylderivátů glycidolu.

Hlavní výhodou způsobu podle vynálezu je to, že lze jednoduše bez velkých dodatečných investic dosáhnout odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků, které jsou zejména určeny pro potravinářské účely. Tento způsob lze po drobné úpravě realizovat na stávajících zařízeních pro deodoraci či odkyselování rostlinných olejů, tuků a jejich frakcí, živočišných tuků a olejů či tuků z jednobuněčných organismů obsahujících monoacylglyceroly, diacylglyceroly, estery 3-MCPD a estery 2-MCPD. Další výhodou je to, že estery glycidolu vzniklé v náplňové sekci pre-stripperu in situ jsou selektivně oddestilovány. Uvedeným způsobem je dosaženo maximální retence biologicky aktivních sterolů, tokochromanolů a skvalenu, současně je zachována vysoká jakost plně rafinovaných olejů a tuků určených pro potravinářské účely. Dále chceme ještě uvést, že během experimentů, využívajících způsob podle vynálezu, bylo s překvapením zjištěno, že v jedlých olejích a tucích, např. palmoleinu, palmstearinu, palmovém, palmojádrovém, kokosovém, řepkovém, slunečnicovém, sójovém, olivovém, bavlníkovém a arašídovém oleji, vepřovém sádle, hovězím loji, bezvodém mléčném tuku, rybích olejích, kvasinkových olejích a tucích a olejích původem z mikro- a makro-řas, které obsahují monoacylglyceroly (0,1 až 5 % hmotn.), diacylglyceroly (0,2 až 10 % hmotn.), estery 3-MCPD (0,1 až 5,0 mg/kg), estery 2-MCPD (0,05 až 2,5 mg/kg), lze jednoduše v procesu jejich modifikované fyzikální rafinace, zejména v průběhu deodorace a odkyselování odstranit vznikající nasycené (glycidyl laurát, glycidyl myristát, glycidyl palmitát, glycidyl stearát, glycidyl ikosanoát), mononenasycené (glycidyl palmitoleát, glycidyl oleát, glycidyl eikosenoát) a olynenasycené (glycidyl linoleát, glycidyl linolenát, glycidyl eikosapentaenoát, glycidyl dokosaheptaenoát, glycidyl arachidonát) acylderiváty glycidolu.

Objasnění výkresů

Předložený vynález bude blíže osvětlen pomocí výkresů, ve kterých:

obr. 1 představuje tabulku se složením hluboce odsliženého a adsorpčně běleného řepkového oleje před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace podle příkladu 1;

- obr. 2 představuje tabulku se složením hluboce odslizeného a adsorpčně běleného řepkového oleje před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace podle příkladu 2;
- 5 obr. 3 představuje tabulku se složením hluboce odslizeného a adsorpčně běleného řepkového oleje před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace podle příkladu 3;
- obr. 4 představuje tabulku se složením hluboce odslizeného a adsorpčně běleného řepkového oleje před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace podle příkladu 4;
- 10 obr. 5 představuje tabulku se složením hluboce odslizeného a adsorpčně běleného kvasinkového oleje izolovaného z biomasy mikroorganismu *Cutaneotrichosporon oleaginosus* před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace podle příkladu 5;
- 15 obr. 6 představuje tabulku se složením hluboce odslizeného a adsorpčně běleného bezvodého mléčného tuku před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace podle příkladu 6;
- obr. 7 představuje graf zastoupení esterů glycidolu v plně rafinovaném řepkovém oleji podle příkladu 1;
- 20 obr. 8 představuje graf zastoupení esterů glycidolu v plně rafinovaném řepkovém oleji podle příkladu 2;
- obr. 9 představuje graf zastoupení esterů glycidolu v plně rafinovaném řepkovém oleji podle příkladu 3;
- 25 obr. 10 představuje graf zastoupení esterů glycidolu v plně rafinovaném řepkovém oleji podle příkladu 4;
- obr. 11 představuje graf zastoupení esterů glycidolu v plně rafinovaném kvasinkovém oleji podle příkladu 5;
- 30 obr. 12 představuje graf zastoupení esterů glycidolu v plně rafinovaném bezvodém mléčném tuku oleji podle příkladu 6; a
- 35 obr. 13 schematicky zobrazuje zařízení k provádění způsobu podle vynálezu, tedy destilační kolonu pro odkyselování a deodoraci, která obsahuje pre-stripper s náplňovou sekci.

Příklady uskutečnění vynálezu

40 Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků je prováděn v destilační koloně 1 (obr. 13) pro odkyselování a deodoraci, která obsahuje pre-stripper 2 s náplňovou sekci. Destilační kolona 1 dále obsahuje potrubní systém 3 s čerpadlem pro cirkulaci oleje přes náplň pre-stripperu a vyvíječ páry 6 pro stripování s přehřívacím výměníkem. Na destilační kolonu 1 navazují deflegmační kondenzátor 4 a kondenzátor 5 úplné kondenzace. Na ně navazuje vymrazovač 7 stripovací páry se zdrojem chladu a vakuový systém 8 složený ze soustavy olejových vývěv.

45

50 Destilační kolona 1 je dále osazená mamutkovým čerpadlem, které přivádí a distribuuje přehřátou vodní páru, která unáší těkavé látky. Pára prochází přes vlastní pre-stripper 2. Takto oddestilované sloučeniny kondenzují v deflegmačním kondenzátoru 4 a kondenzátoru 5 úplné kondenzace.

Příklad 1

Složení hluboce odsliženého a adsorpčně běleného řepkového oleje před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace je uvedeno v tabulce na obr. 1. Odkyselování a deodorace 82,2 kg řepkového oleje byly provedeny ve vsádkové destilační koloně, v jejíž středu se nacházelo ústí stripovacího zařízení (mamutky) pro přívod přehřáté vodní páry. Vsádková destilační komora byla navíc opatřena náplňovou pre-stripovací sekci osazenou Pallovými kroužky o $\varnothing$ 25 mm a čerpadlem pro cirkulaci oleje přes náplň pre-stripperu. Náplňová sekce má specifickou plochu výplně 209 m²/m³.

Podle způsobu odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely byl nejprve olej nebo tuk vložen do destilační kolony pro odkyselování a deodoraci. Teplota řepkového oleje v aparatuře byla postupně zvyšována, po 80 minutách bylo dosaženo 225 °C (nárůst 2,81 °C/min). Současně bylo olejovými vývěvami s vymrazovací sekci dosaženo stabilního vakua 1,5 hPa.

Jakmile byla vsádková destilační kolona evakuována, byla zahájena cirkulace řepkového oleje přes Pallovy kroužky o $\varnothing$ 25 mm a současně bylo zahájeno dávkování 0,62 kg přehřáté vodní páry/h (1,5 % hmotn.). Po 10 minutách zdržení řepkového oleje v náplňové sekci pre-stripperu byla cirkulace ukončena. Destilát byl jímán ve dvou kondenzátorech s vnucenou teplotou, jednalo se o kombinaci 1. skrubru (deflegmace) a 2. skrubru (úplná kondenzace).

Doba zdržení řepkového oleje ve vsádkové aparatuře při vlastní deodoraci byla 120 minut (nezahrnuje přehřev a evakuaci aparatury). V pravidelných intervalech byly odebírány vzorky pro potřeby analytických stanovení uvedených v tabulce na obr. 1. V plně rafinovaném řepkovém oleji bylo stanoveno zastoupení esterů glycidolu zobrazené na grafu na obr. 7, kde je zobrazené složení plně rafinovaného řepkového oleje v RBD kvalitě, složení 1. kondenzátu z deflegmace a složení 2. kondenzátu z úplné kondenzace (Gly-P – glycidyl palmitát; Gly-Ln – glycidyl linolenát; Gly-L – glycidyl linoleát, Gly-O – glycidyl oleát, GE – glycidylestery).

Náplňová sekce pre-stripperu může variantně obsahovat Raschigovy kroužky, a/nebo Bialeckiho kroužky, a/nebo Lessingovy kroužky, a/nebo Telleretovy elementy, a/nebo Berlova sedélka.

Variantně může být zdržení oleje nebo tuku provedeno tak, že je zpomalen tok oleje nebo tuku přes náplňovou sekci pre-stripperu.

Variantně může být podobných výsledků dosaženo i u jiného rostlinného oleje, a/nebo rostlinného tuku, a/nebo jejich frakcí ze skupiny tvořené palmoleinem, palmstearinem, palmovým, palmojádrovým, kokosovým, slunečnicovým, sójovým, olivovým, bavlníkovým a arašídovým olejem či tukem, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekursorů acylderivátů glycidolu.

Příklad 2

Složení hluboce odsliženého a adsorpčně běleného řepkového oleje před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace je uvedeno v tabulce na obr. 2. Odkyselování a deodorace 82,2 kg řepkového oleje byly provedeny ve vsádkové destilační koloně, v jejíž středu se nacházelo ústí stripovacího zařízení (mamutky) pro přívod přehřáté vodní páry. Aparatura byla navíc opatřena náplňovou pre-stripovací sekci osazenou Pallovými kroužky o $\varnothing$ 10 mm a čerpadlem pro cirkulaci oleje přes náplň pre-stripperu. Náplňová sekce má specifickou plochu výplně 482 m²/m³.

Podle způsobu odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely byl nejprve olej nebo tuk vložen do destilační kolony pro odkyselování a deodoraci. Teplota řepkového oleje v aparatuře byla postupně zvyšována, po 80 minutách bylo dosaženo 225 °C (nárůst 2,56 °C/min). Současně bylo olejovými vývěvami s vymrazovací sekci dosaženo stabilního vakua 1,5 hPa.

Jakmile byla aparatura evakuována, byla zahájena cirkulace řepkového oleje přes Pallovy kroužky o $\varnothing$ 10 mm a současně bylo zahájeno dávkování 0,62 kg přehřáté vodní páry/h (1,5 % hmotn.). Po 10 minutách zdržení řepkového oleje v náplňové sekci pre-stripperu byla cirkulace ukončena. Destilát byl jímán ve dvou kondenzátorech s vnucenou teplotou, jednalo se o kombinaci 1. skrubru (deflegmace) a 2. skrubru (úplná kondenzace).

Doba zdržení řepkového oleje ve vsádkové aparatuře při vlastní deodoraci byla 120 minut (nezahrnuje přehřev a evakuaci aparatury). V pravidelných intervalech byly odebírány vzorky pro potřeby analytických stanovení uvedených v tabulce na obr. 2. V plně rafinovaném řepkovém oleji bylo stanoveno zastoupení esterů glycidolu zobrazené na grafu na obr. 8, kde je zobrazené složení plně rafinovaného řepkového oleje v RBD kvalitě, složení 1. kondenzátu z deflegmace a složení 2. kondenzátu z úplné kondenzace (Gly-P – glycidyl palmitát; Gly-Ln – glycidyl linolenát; Gly-L – glycidyl linoleát, Gly-O – glycidyl oleát, GE – glycidylestery).

Náplňová sekce pre-stripperu může variantně obsahovat Raschigovy kroužky, a/nebo Bialeckiho kroužky, a/nebo Lessingovy kroužky, a/nebo Telleretovy elementy, a/nebo Berlova sedělka.

Variantně může být zdržení oleje nebo tuku provedeno tak, že olej nebo tuk postupně procházejí nejméně dvěma sériově zařazenými pre-strippersy.

Variantně může být podobných výsledků dosaženo i u jiného rostlinného oleje, a/nebo rostlinného tuku, a/nebo jejich frakcí ze skupiny tvořené palmoleinem, palmstearinem, palmovým, palmojádrovým, kokosovým, slunečnicovým, sójovým, olivovým, bavlníkovým a arašídovým olejem či tukem, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekurzory acylderivátů glycidolu.

Příklad 3

Složení hluboce odsliženého a adsorpčně běleného řepkového oleje před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace je uvedeno v tabulce na obr. 3. Odkyselování a deodorace 82,2 kg řepkového oleje byly provedeny ve vsádkové destilační koloně, v jejíž středu se nacházelo ústí stripovacího zařízení (mamutky) pro přívod přehřáté vodní páry. Aparatura byla navíc opatřena náplňovou pre-stripovací sekci osazenou prolamovaným plechem a čerpadlem pro cirkulaci oleje přes náplň pre-stripperu. Náplňová sekce má specifickou plochu výplně 10 m²/m³.

Podle způsob odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely byl nejprve olej nebo tuk vložen do destilační kolony pro odkyselování a deodoraci. Teplota řepkového oleje v aparatuře byla postupně zvyšována, po 80 minutách bylo dosaženo 225 °C (nárůst 2,56 °C/min). Současně bylo olejovými vývěvami s vymrazovací sekci dosaženo stabilního vakua 1,5 hPa.

Jakmile byla aparatura evakuována, byla zahájena cirkulace řepkového oleje přes prolamovaný plech a současně bylo zahájeno dávkování 0,62 kg přehřáté vodní páry/h (1,5 % hmotn.). Po 10 minutách zdržení řepkového oleje v náplňové sekci pre-stripperu byla cirkulace ukončena. Destilát byl jímán ve dvou kondenzátorech s vnucenou teplotou, jednalo se o kombinaci 1. skrubru (deflegmace) a 2. skrubru (úplná kondenzace).

Doba zdržení řepkového oleje ve vsádkové aparatuře při vlastní deodoraci byla 120 minut (nezahrnuje přehřev a evakuaci aparatury). V pravidelných intervalech byly odebírány vzorky pro potřeby analytických stanovení uvedených v tabulce na obr. 3. V plně rafinovaném řepkovém oleji bylo stanoveno zastoupení esterů glycidolu zobrazené na grafu na obr. 9, kde je zobrazené složení plně rafinovaného řepkového oleje v RBD kvalitě, složení 1. kondenzátu z deflegmace a složení 2. kondenzátu z úplné kondenzace (Gly-P – glycidyl palmitát; Gly-Ln – glycidyl linolenát; Gly-L – glycidyl linoleát, Gly-O – glycidyl oleát, GE – glycidylestery).

Náplňová sekce pre-stripperu může variantně obsahovat Raschigovy kroužky, a/nebo Bialeckiho kroužky, a/nebo Lessingovy kroužky, a/nebo Telleretovy elementy, a/nebo Berlova sedělka.

Variantně může být zdržení oleje nebo tuku provedeno tak, že olej nebo tuk postupně procházejí nejméně dvěma sériově zařazenými destilačními kolonami osazenými náplňovými pre-strippersy.

Variantně může být podobných výsledků dosaženo i u jiného rostlinného oleje, a/nebo rostlinného tuku, a/nebo jejich frakcí ze skupiny tvořené palmoleinem, palmstearinem, palmovým, palmojádrovým, kokosovým, slunečnicovým, sójovým, olivovým, bavlníkovým a arašídovým olejem či tukem, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekursorů acylderivátů glycidolu.

Příklad 4

Složení hluboce odsliženého a adsorpčně běleného řepkového oleje před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace je uvedeno v tabulce na obr. 4. Odkyselování a deodorace 82,2 kg řepkového oleje byly provedeny ve vsádkové destilační koloně, v jejíž středu se nacházelo ústí stripovacího zařízení (mamutky) pro přívod přehřáté vodní páry. Aparatura byla navíc opatřena náplňovou pre-stripovací sekcí osazenou Pallovými kroužky o $\varnothing$ 10 mm a čerpadlem pro cirkulaci oleje přes náplň pre-stripperu.

Náplňová sekce má specifickou plochu výplně 482 m²/m³.

Podle způsob odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely byl nejprve olej nebo tuk vložen do destilační kolony pro odkyselování a deodoraci. Teplota řepkového oleje v aparatuře byla postupně zvyšována, po 80 minutách bylo dosaženo 225 °C (nárůst 2,56 °C/min). Současně bylo olejovými vývěvami s vymrazovací sekcí dosaženo stabilního vakua 1,5 hPa.

Jakmile byla aparatura evakuována, byla zahájena cirkulace řepkového oleje přes Pallovy kroužky o $\varnothing$ 10 mm a současně bylo zahájeno dávkování 0,62 kg přehřáté vodní páry/h (1,5 % hmotn.). Po 20 minutách zdržení řepkového oleje v náplňové sekci pre-stripperu byla cirkulace ukončena. Destilát byl jímán ve dvou kondenzátorech s vnucenou teplotou, jednalo se o kombinaci 1. skrubru (deflegmace) a 2. skrubru (úplná kondenzace).

Doba zdržení řepkového oleje ve vsádkové aparatuře při vlastní deodoraci byla 120 minut (nezahrnuje přehřev a evakuaci aparatury). V pravidelných intervalech byly odebírány vzorky pro potřeby analytických stanovení uvedených v tabulce na obr. 4. V plně rafinovaném řepkovém oleji bylo stanoveno zastoupení esterů glycidolu zobrazené na grafu na obr. 10, kde je zobrazené složení plně rafinovaného řepkového oleje v RBD kvalitě, složení 1. kondenzátu z deflegmace a složení 2. kondenzátu z úplné kondenzace (Gly-P – glycidyl palmitát; Gly-Ln – glycidyl linolenát; Gly-L – glycidyl linoleát, Gly-O – glycidyl oleát, GE – glycidylestery).

Náplňová sekce pre-stripperu může variantně obsahovat Raschigovy kroužky, a/nebo Bialeckiho kroužky, a/nebo Lessingovy kroužky, a/nebo Telleretovy elementy, a/nebo Berlova sedělka.

Variantně může být zdržení oleje nebo tuku provedeno tak, že olej nebo tuk postupně procházejí nejméně dvěma sériově zařazenými destilačními kolonami osazenými náplňovými pre-strippersy.

Variantně může být podobných výsledků dosaženo i u jiného rostlinného oleje, a/nebo rostlinného tuku, a/nebo jejich frakcí ze skupiny tvořené palmoleinem, palmstearinem, palmovým, palmojádrovým, kokosovým, slunečnicovým, sójovým, olivovým, bavlníkovým a arašídovým olejem či tukem, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekurzory acylderivátů glycidolu.

Příklad 5

Složení hluboce odsliženého a adsorpčně běleného kvasinkového oleje izolovaného z biomasy mikroorganismu *Cutaneotrichosporon oleaginosus* před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace je uvedeno v tabulce na obr. 5. Odkyselování a deodorace 82,2 kg kvasinkového oleje byly provedeny ve vsádkové destilační koloně, v jejíž středu se nacházelo ústí stripovacího zařízení (mamutky) pro přívod přehřáté vodní páry. Aparatura byla navíc opatřena náplňovou pre-stripovací sekci osazenou keramickými Intalox sedélky o $\varnothing$ 12,5 mm a čerpadlem pro cirkulaci oleje přes náplň pre-stripperu. Náplňová sekce má specifickou plochu výplně 1000 m²/m³.

Podle způsob odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely byl nejprve olej nebo tuk vložen do destilační kolony pro odkyselování a deodoraci. Teplota kvasinkového oleje v aparatuře byla postupně zvyšována, po 80 minutách bylo dosaženo 280 °C (nárůst 3,25 °C/min). Současně bylo olejovými vývěvami s vymrazovací sekci dosaženo stabilního vakua 0,05 hPa.

Jakmile byla aparatura evakuována, byla zahájena cirkulace kvasinkového oleje přes keramická Intalox sedélka o $\varnothing$ 12,5 mm a současně bylo zahájeno dávkování 0,62 kg přehřáté vodní páry/h (1,5 % hmotn.). Po 50 sekundách zdržení kvasinkového oleje v náplňové sekci pre-stripperu byla cirkulace ukončena. Destilát byl jímán ve dvou kondenzátorech s vnucenou teplotou, jednalo se o kombinaci 1. skrubru (deflegmace) a 2. skrubru (úplná kondenzace).

Doba zdržení kvasinkového oleje ve vsádkové aparatuře při vlastní deodoraci byla 120 minut (nezahrnuje přehřev a evakuaci aparatury). V pravidelných intervalech byly odebírány vzorky pro potřeby analytických stanovení uvedených v tabulce na obr. 5. V plně rafinovaném kvasinkovém oleji bylo stanoveno zastoupení esterů glycidolu zobrazené na grafu na obr. 11, kde je zobrazené složení plně rafinovaného kvasinkového oleje SCO v RBD kvalitě, složení 1. kondenzátu z deflegmace a složení 2. kondenzátu z úplné kondenzace (Gly-P – glycidyl palmitát; Gly-Ln – glycidyl linolenát; Gly-L – glycidyl linoleát; Gly-O – glycidyl oleát, GE – glycidylestery).

Náplňová sekce pre-stripperu může variantně obsahovat Raschigovy kroužky, a/nebo Bialeckiho kroužky, a/nebo Lessingovy kroužky, a/nebo Telleretovy elementy, a/nebo Berlova sedélka.

Variantně může být podobných výsledků dosaženo i u jiného oleje nebo tuku izolovaného z jednobuněčných organismů anebo jeho frakce ze skupiny tvořené oleji a tuky původem z mikrořas a makrořas, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekurzory acylderivátů glycidolu.

Příklad 6

Složení hluboce odsliženého a adsorpčně běleného bezvodého mléčného tuku před vstupem do závěrečné fáze fyzikální rafinace je uvedeno v tabulce na obr. 6. Odkyselování a deodorace

82,2 kg bezvodého mléčného tuku byly provedeny v destilační koloně, v jejíž středu se nacházelo ústí stripovacího zařízení (mamutky) pro přívod přehřáté vodní páry. Aparatura byla navíc opatřena náplňovou pre-stripovací sekci osazenou Lessingovými kroužky o $\varnothing$ 10 mm a čerpadlem pro cirkulaci oleje přes náplň pre-stripperu. Náplňová sekce má specifickou plochu výplně 420 m²/m³.

Podle způsob odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely byl nejprve olej nebo tuk vložen do destilační kolony pro odkyselování a deodoraci. Teplota bezvodého mléčného tuku v aparatuře byla postupně zvyšována, po 80 minutách bylo dosaženo 180 °C (nárůst 2,00 °C/min). Současně bylo olejovými vývěvami s vymrazovací sekci dosaženo stabilního vakua 20 hPa.

Jakmile byla aparatura evakuována, byla zahájena cirkulace bezvodého mléčného tuku přes Lessingovy kroužky o $\varnothing$ 10 mm a současně bylo zahájeno dávkování 0,62 kg přehřáté vodní páry/h (1,5 % hmotn.). Po 60 minutách zdržení bezvodého mléčného tuku v náplňové sekci pre-stripperu byla cirkulace ukončena. Destilát byl jímán ve dvou kondenzátorech s vnucenou teplotou, jednalo se o kombinaci 1. skrubru (deflegmace) a 2. skrubru (úplná kondenzace).

Doba zdržení bezvodého mléčného tuku ve vsádkové aparatuře při vlastní deodoraci byla 120 minut (nezahrnuje přehřev a evakuaci aparatury). V pravidelných intervalech byly odebrány vzorky pro potřeby analytických stanovení uvedených v tabulce na obr. 6. V plně rafinovaném bezvodém mléčném tuku bylo stanoveno zastoupení esterů glycidolu zobrazené na grafu na obr. 12, kde je zobrazené složení plně rafinovaného bezvodého mléčného tuku (BMT) v RBD kvalitě, složení 1. kondenzátu z deflegmace a složení 2. kondenzátu z úplné kondenzace (Gly-P – glycidyl palmitát; Gly-Ln – glycidyl linolenát; Gly-L – glycidyl linoleát, Gly-O – glycidyl oleát, GE – glycidylestery).

Náplňová sekce pre-stripperu může variantně obsahovat Raschigovy kroužky, a/nebo Bialeckiho kroužky, a/nebo Lessingovy kroužky, a/nebo Telleretovy elementy, a/nebo Berlova sedělka.

Variantně může být podobných výsledků dosaženo i u jiného živočišného oleje, a/nebo živočišného tuku, a/nebo jejich frakce ze skupiny tvořené vepřovým sádlem, hovězím lojem a rybími oleji, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekurzory acylderivátů glycidolu.

Průmyslová využitelnost

Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků, podle vynálezu, lze využít k odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské a krmivářské účely, zejména nasycených (glycidyl laurát, glycidyl myristát, glycidyl palmitát, glycidyl stearát, glycidyl ikosanoát), mononenasycených (glycidyl palmitoleát, glycidyl oleát, glycidyl eikosenoát) a polynenasycených (glycidyl linoleát, glycidyl linolenát, glycidyl eikosapentaenoát, glycidyl dokosaheptaenoát, glycidyl arachidonát) esterů glycidolu z plně rafinovaných jedlých olejů a tuků, např. palmoleinu, palmstearinu, palmového, palmojádrového, kokosového, řepkového, slunečnicového, sójového, olivového, bavlníkového a arašídového oleje, vepřového sádla, hovězího loje, bezvodého mléčného tuku, rybích olejů, kvasinkových olejů a tuků a olejů původem z mikro- a makro-řas.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků, zejména způsob odstranění esterů glycidolu z plně rafinovaných olejů a tuků pro potravinářské účely, zejména nasycených, mononenasycených a polynenasycených acylderivátů glycidolu, prováděný v destilační koloně pro odkyselování a deodoraci obsahující prestripper s náplňovou sekci, **vyznačující se tím**, že nejprve je olej nebo tuk vložen do destilační kolony pro odkyselování a deodoraci a postupně je zahřát na teplotu 180 až 280 °C, a následně je olej nebo tuk zdržen za hlubokého vakua 0,05 až 20 hPa po dobu 50 sekund až 60 minut v náplňové sekci prestripperu.
2. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že náplňová sekce pre-stripperu obsahuje Pallovy kroužky, a/nebo Raschigovy kroužky, a/nebo Bialeckiho kroužky, a/nebo Lessingovy kroužky, a/nebo Telleretovy elementy, a/nebo Intalox sedélka, a/nebo Berlova sedélka a/nebo prolamované plechy.
3. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 a 2, **vyznačující se tím**, že náplňová sekce má specifickou plochu výplně 10 až 1000 m²/m³.
4. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že zdržení oleje nebo tuku je provedeno tak, že olej nebo tuk náplňovou sekci prestripperu cirkuluje.
5. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že zdržení oleje nebo tuku je provedeno tak, že je tok oleje nebo tuku zpomalen přes náplňovou sekci prestripperu,
6. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že zdržení oleje nebo tuku je provedeno tak, že olej nebo tuk postupně procházejí nejméně dvěma sériově zařazenými pre-strippersy.
7. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že zdržení oleje nebo tuku je provedeno tak, že olej nebo tuk postupně procházejí nejméně dvěma sériově zařazenými destilačními kolonami osazenými náplňovými pre-strippersy.
8. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 až 7, **vyznačující se tím**, že současně se zdržením oleje nebo tuku v náplňové sekci prestripperu je do destilační kolony distribuována přehřátá vodní pára.
9. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 až 8, **vyznačující se tím**, že současně se zdržením oleje nebo tuku v náplňové sekci prestripperu je nejméně jedním kondenzátorem jímán nejméně jeden destilát.
10. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 až 9, **vyznačující se tím**, že olejem nebo tukem je rostlinný olej, a/nebo rostlinný tuk, a/nebo jejich frakce ze skupiny tvořené palmoleinem, palmstearinem, palmovým, palmojádrovým, kokosovým, řepkovým, slunečnicovým, sójovým, olivovým, bavlníkovým a arašídovým olejem či tukem, které obsahují 0,1 až 5 hmot. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekurzory acylderivátů glycidolu.
11. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 až 9, **vyznačující se tím**, že olejem nebo tukem je živočišný olej, a/nebo živočišný tuk, a/nebo jejich frakce ze skupiny tvořené vepřovým sádlem, hovězím lojem, bezvodým mléčným tukem a rybími oleji, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn.

diacylglyceroly, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekursorů acylderivátů glycidolu.

- 5 12. Způsob odstranění esterů glycidolu z rafinovaných olejů a tuků podle některého z nároků 1 až 9, **vyznačující se tím**, že olejem nebo tukem je olej nebo tuk izolovaný z jednobuněčných organismů anebo jeho frakce ze skupiny tvořené kvasinkovými oleji a tuky, oleji a tuky původem z mikrořas a makrořas, které obsahují 0,1 až 5 % hmotn. monoacylglycerolů, a/nebo 0,2 až 10 % hmotn. diacylglycerolů, a/nebo 0,1 až 5,0 mg/kg esterů 3-MCPD, a/nebo 0,05 až 2,5 mg/kg esterů 2-MCPD, jako prekursorů acylderivátů glycidolu.

10

9 výkresů

Seznam vztahových značek:

- 1 destilační kolona pro odkyselování a deodoraci
- 2 prestripper s náplňovou sekci
- 3 potrubní systém s čerpadlem
- 4 kondenzátor defragmentace
- 5 kondenzátor úplné kondenzace
- 6 vyvíječ páry
- 7 vymrazovač stripovací páry
- 8 vakuový systém

Provedení fyzikální rafinace	Původní RO	Finální RO (R&D)	1. Kondenzát	2. Kondenzát
Číslo kyselosti [mg KOH/g]	3,58 ± 0,11	0,07 ± 0,01	199,48 ± 0,74	194,19 ± 0,89
Kyselost jako vC18:1 [% hm.]	1,79 ± 0,06	0,03 ± 0,00	99,74 ± 0,37	97,09 ± 0,44
Obsah hexanalu (C6) [μg/kg]	2114,4 ± 25,3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Peroxidové č. [mekv.akt.O/kg]	1,07 ± 0,03	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Obsah karotenů [mg/kg]	3,27 ± 0,37	0,80 ± 0,07	< LOQ	< LOQ
Obsah feofytinů [mg/kg]	10,67 ± 0,69	1,61 ± 0,30	< LOQ	< LOQ
Obsah trans MK [% hm.]	0,36	0,84	Tlaková ztráta pre-stripperu: 0,04 hPa	
C18:1 trans geom. [% hm.]	0,05	0,06		
C18:2 trans geom. [% hm.]	0,07	0,11		
C18:2 trans poloh. [% hm.]	0,06	0,07		
C18:3 trans geom. [% hm.]	0,12	0,13		
C18:3 trans poloh. [% hm.]	0,06	0,47		
Konjugované dieny [% hm.]	0,17 ± 0,00	0,26 ± 0,01		
Indukční perioda při 120 °C [h]	3,52 ± 0,10	3,41 ± 0,12		
Nezmýdelnitelný podíl [mg/kg]	6939,8	6114,1	Tlaková ztráta pre-stripperu: 0,04 hPa	
Čelkové fytoosteroly [mg/kg]	6111,6	5691,7		
Sitosterol [mg/kg]	3041,1	2795,1		
Kampesterol [mg/kg]	2085,5	1889,7		
Brassicasterol [mg/kg]	601,5	509,6		
Ster-3,5-dieny [mg/kg]	9,8	21,2		
Skvalen [mg/kg]	180,3	93,1		
Čelkové tokoferoly [mg/kg]	828,2	422,4		
α-Tokoferol [mg/kg]	400,0	206,1		
β-Tokoferol [mg/kg]	42,9	29,4		
γ-Tokoferol [mg/kg]	373,4	181,9		
δ-Tokoferol [mg/kg]	12,0	5,0		
Nonakosan-15-on [mg/kg]	77,5	44,8		

Obr. 1

Provedení fyzikální refinace	Původní RO	Finální RO (RBD)	1. Kondenzát	2. Kondenzát
Číslo kyselosti [mg KOH/g]	158 ± 0.11	0.08 ± 0.01	195.94 ± 0.28	195.43 ± 0.65
Kyselost jako VC18.1 [% hm.]	1.79 ± 0.06	0.04 ± 0.00	99.47 ± 0.14	97.73 ± 0.32
Obsah hexanatu (C6) [mg/kg]	2116.4 ± 23.3	< 100	< 100	< 100
Peroxidové č. (methyl O ₂ g)	1.07 ± 0.03	< 100	< 100	< 100
Obsah karotenů [mg/kg]	3.37 ± 0.37	0.92 ± 0.14	< 100	< 100
Obsah lipofinu [mg/kg]	10.5 ± 0.69	2.04 ± 0.26	< 100	< 100
Obsah trans MA [% hm.]	0.34	0.66		
C18.1 trans-olein [% hm.]	0.16	0.34		
C18.2 trans-olein [% hm.]	0.07	0.13		
C18.3 trans-olein [% hm.]	0.06	0.08		
C18.4 trans-olein [% hm.]	0.05	0.02		
C18.5 trans-olein [% hm.]	0.06	0.17		
Konjugované oleje [% hm.]	0.17 ± 0.00	0.26 ± 0.01		
Indukční perioda při 120 °C [h]	3.52 ± 0.10	4.43 ± 0.25		
Nezmydlitelný podíl [mg/kg]	6039.8	4576.4	Tlaková ztráta pro- stripperu: 0.15 hPa	
Celkové fytosteroly [mg/kg]	6111.6	5041.4		
Stigmasterol [mg/kg]	1441.1	2024.3		
Kampesterol [mg/kg]	2041.7	2175.2		
Ergosterol [mg/kg]	607.5	501.4		
Stigmasterol [mg/kg]	1.8	1.4		
Skvalen [mg/kg]	100.3	98.6		
Celkové tokoterony [mg/kg]	628.2	635.0		
α-Tokoteron [mg/kg]	40.1	54.8		
β-Tokoteron [mg/kg]	42.3	37.8		
γ-Tokoteron [mg/kg]	173.4	251.0		
δ-Tokoteron [mg/kg]	172.4	191.4		
Nonakosan-18-on [mg/kg]	77.3	34.6		

Obr. 2

Provedení fyzikální refinace	Původní RO	Finální RO (RSD)	1. Kondenzát	2. Kondenzát
Cislo kyselosti [mg KOH/g]	3,58 ± 0,11	0,08 ± 0,01	197,08 ± 0,99	196,75 ± 0,81
Kyselost jako vC18:1 [% hm.]	1,79 ± 0,06	0,04 ± 0,00	96,54 ± 0,45	96,38 ± 0,40
Obsah hexanů (C6) [µg/kg]	2114,4 ± 25,3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Peroxidové č. [mekv.kt O ₂ /g]	1,07 ± 0,03	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Obsah karotenu [mg/kg]	3,27 ± 0,37	0,99 ± 0,14	< LOQ	< LOQ
Obsah luteinu [mg/kg]	10,67 ± 0,68	2,04 ± 0,06	< LOQ	< LOQ
Obsah trans MČ [% hm.]	0,36	0,90	Tlaková zátěž pro- stripperu: 0,11 MPa	
C18:1 trans geom [% hm.]	0,05	0,09		
C18:2 trans geom [% hm.]	0,07	0,12		
C18:2 trans poloh. [% hm.]	0,06	0,08		
C18:3 trans geom [% hm.]	0,12	0,13		
C18:3 trans poloh. [% hm.]	0,06	0,47		
Konjugované oleje [% hm.]	0,17 ± 0,00	0,24 ± 0,00		
Indukční perioda při 120 °C [h]	3,52 ± 0,10	3,38 ± 0,06		
Nezmydlitelný podíl [mg/kg]	6039,5	6300,5		
Cellkové fytoosteroly [mg/kg]	6111,6	6627,3		
Sitosterol [mg/kg]	3041,1	2699,3		
Kampesterol [mg/kg]	2065,5	1965,9		
Ikasastosterol [mg/kg]	601,5	536,6		
Sterol-3 5-dieny [mg/kg]	9,8	22,0		
Sitosterol [mg/kg]	166,3	96,9		
Cellkové tokoferoly [mg/kg]	628,2	413,2		
α-Tokoferol [mg/kg]	400,0	208,0		
β-Tokoferol [mg/kg]	42,9	29,8		
γ-Tokoferol [mg/kg]	373,4	170,7		
δ-Tokoferol [mg/kg]	12,0	4,9		
Nonakosan-15-on [mg/kg]	77,5	44,6		

Obr. 3

Provedení fyzikální rafinace	Původní RO	Finální RO (RBD)	1. Kondenzát	2. Kondenzát
Číslo kyselosti [mg KOH/g]	3.58 ± 0.11	0.05 ± 0.00	198.01 ± 1.03	198.55 ± 0.42
Kyselost jako vC18:1 [% hm.]	1.79 ± 0.06	0.03 ± 0.00	99.00 ± 0.56	99.28 ± 0.21
Obsah hexanalu (C6) [μg/kg]	2114.4 ± 25.3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Peroxidové č [mekv.akt.O/kg]	1.07 ± 0.03	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Obsah karotenu [mg/kg]	3.27 ± 0.37	1.19 ± 0.08	< LOQ	< LOQ
Obsah felytinu [mg/kg]	10.57 ± 0.89	2.92 ± 0.18	< LOQ	< LOQ
Obsah trans MK [% hm.]	0.38	0.84	Tlaková ztráta pre-stripperu: 0,18 hPa	
C18:1 trans geom. [% hm.]	0.05	0.08		
C18:2 trans geom. [% hm.]	0.07	0.10		
C18:2 trans polch. [% hm.]	0.06	0.07		
C18:3 trans geom. [% hm.]	0.12	0.14		
C18:3 trans polch. [% hm.]	0.08	0.44		
Konjugované dieny [% hm.]	0.17 ± 0.00	0.22 ± 0.00		
Indukční perioda při 120 °C [h]	3.52 ± 0.10	4.16 ± 0.08		
Názmydelnitelný podíl [mg/kg]	6639,6	6535,6		
Celkové tylostery [mg/kg]	6111,6	6008,7		
Sitosterol [mg/kg]	3041,1	2922,8		
Kampesterol [mg/kg]	2085,5	1980,2		
Brasikasterol [mg/kg]	601,5	536,2		
Stera-3,5-dieny [mg/kg]	9,8	22,7		
Skvalen [mg/kg]	180,3	94,4		
Celkové tokoferoly [mg/kg]	828,2	526,8		
α-Tokoferol [mg/kg]	400,0	250,0		
β-Tokoferol [mg/kg]	42,9	35,0		
γ-Tokoferol [mg/kg]	373,4	231,8		
δ-Tokoferol [mg/kg]	12,0	10,1		
Nonakosan-15-on [mg/kg]	77,5	53,8		

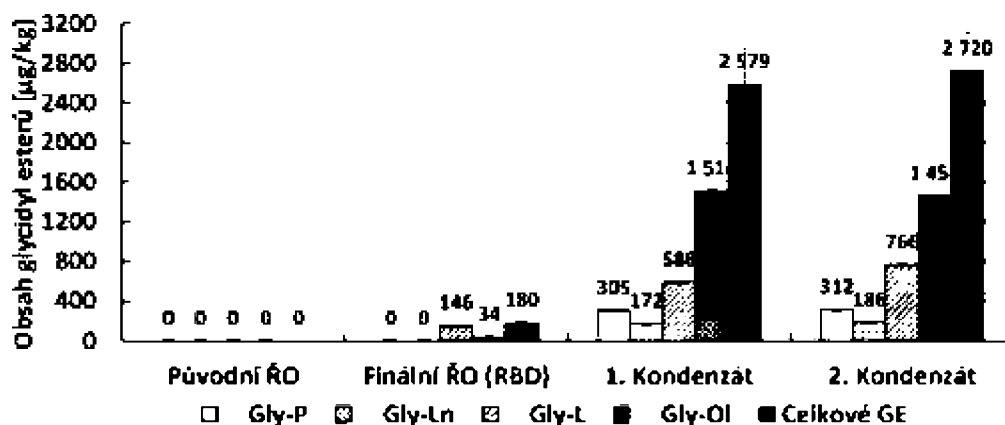
Obr. 4

Provedení fyzikální refinace	Původní SCO	Finální SCO (RSD)	1. Kondenzát	2. Kondenzát
Číslo kyselosti [mg KOH/g]	3.62 ± 0.05	0.12 ± 0.00	196.40 ± 0.51	195.22 ± 0.33
Kyselost jako vC18:1 [% hm.]	1.51 ± 0.02	0.06 ± 0.00	98.20 ± 0.25	97.61 ± 0.16
Obsah hexanu (C6) [μg/kg]	663.2 ± 7.3	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Peroxisové c [molv akt.O/kg]	4.90 ± 0.20	0.50 ± 0.02	< LOQ	< LOQ
Obsah karbenu [mg/kg]	2.57 ± 0.22	0.63 ± 0.07	< LOQ	< LOQ
Obsah feofytinu [mg/kg]	ND	ND	< LOQ	< LOQ
Obsah trans MK [% hm.]	0.05	0.31	Tisková ztráta prestripperu 0.21 ± 0.2	
C18:1 trans geometrie [hm.]	0.03	0.07		
C18:2 trans geometrie [hm.]	0.02	0.13		
C18:3 trans geometrie [hm.]	0.02	0.04		
C18:3 trans geometrie [hm.]	0.00	0.07		
C18:3 trans geometrie [hm.]	0.03	0.00		
Konjugované dieny [% hm.]	0.03 ± 0.00	0.17 ± 0.00		
Indukční perioda při 120 °C [h]	2.55 ± 0.25	2.41 ± 0.06		
Nežmydelitelný podíl [mg/kg]	1963.4	1200.0		
Čekové steroly [mg/kg]	1943.4	1187.4		
β-sitosterol [mg/kg]	1474.2	761.1		
β-sitosterol-3-O-acetát [mg/kg]	0.00	75.2		
Kampestrol-3-O-acetát [mg/kg]	0.00	72.1		
Stigmasterol-3-O-acetát [mg/kg]	0.00	33.1		
Stigmasterol [mg/kg]	0.00	64.9		
Skvalen [mg/kg]	166.3	162.0		
Čekové triterpeny [mg/kg]	29.4	12.6		
α-Tokodiolol [mg/kg]	15.4	10.1		
α-Tokodiolenol [mg/kg]	5.0	2.5		

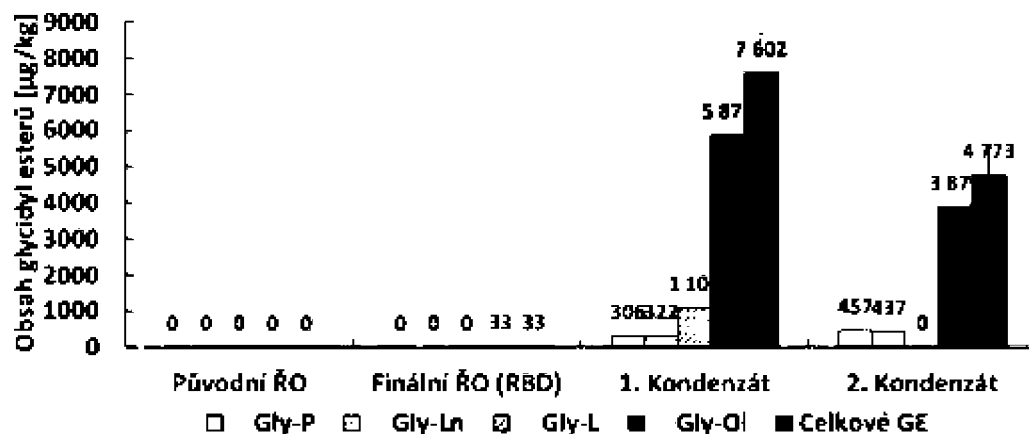
Obr. 5

Provedení fyzikální rafinace	Původní BMT	Finální BMT (RBD)	1. Kondenzát	2. Kondenzát
Číslo kyselosti [mg KOH/g]	0,86 ± 0,10	0,06 ± 0,00	197,56 ± 0,22	196,99 ± 0,60
Kyselost jako vC18:1 [% hm.]	0,43 ± 0,05	0,03 ± 0,00	96,78 ± 0,11	96,50 ± 0,30
Obsah hexanu (C6) [µg/kg]	205,1 ± 10,0	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Peroxidové č [mekv.kt./kg]	2,12 ± 0,05	< LOQ	< LOQ	< LOQ
Obsah karotenu [mg/kg]	7,01 ± 0,14	0,89 ± 0,05	< LOQ	< LOQ
Obsah fecofytnu [mg/kg]	N.D.	N.D.	< LOQ	< LOQ
Obsah trans MXX [% hm.]	4,67	4,79		
C18:1 trans geom. [% hm.]	0,31	0,33		
C18:2 trans geom. [% hm.]	2,65	2,69		
C18:2 trans poloh. [% hm.]	1,71	1,70		
C18:3 trans geom. [% hm.]	0,00	0,07		
C18:3 trans poloh. [% hm.]	0,00	0,00		
Indukční perioda při 120 °C [h]	9,95 ± 0,43	9,40 ± 0,36	Tlaková ztrata přestripperu: 0,19 %	
Nězmydelnitelný podíl [mg/kg]	2647,8	1701,3		
Celkové steroly [mg/kg]	2602,8	1671,5		
Cholesterol [mg/kg]	2463,3	1599,8		
Cholest-7-en-3β-ol [mg/kg]	30,9	22,1		
Lanosterol [mg/kg]	44,9	28,3		
Skvalen [mg/kg]	63,7	21,3		
Celkové tokoferoly [mg/kg]	45,0	29,8		
α-Tokopherol [mg/kg]	45,0	29,8		

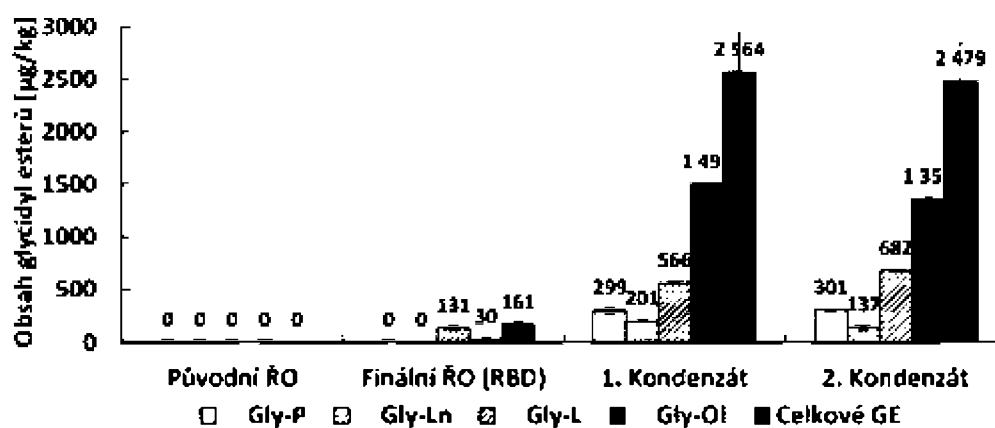
Obr. 6



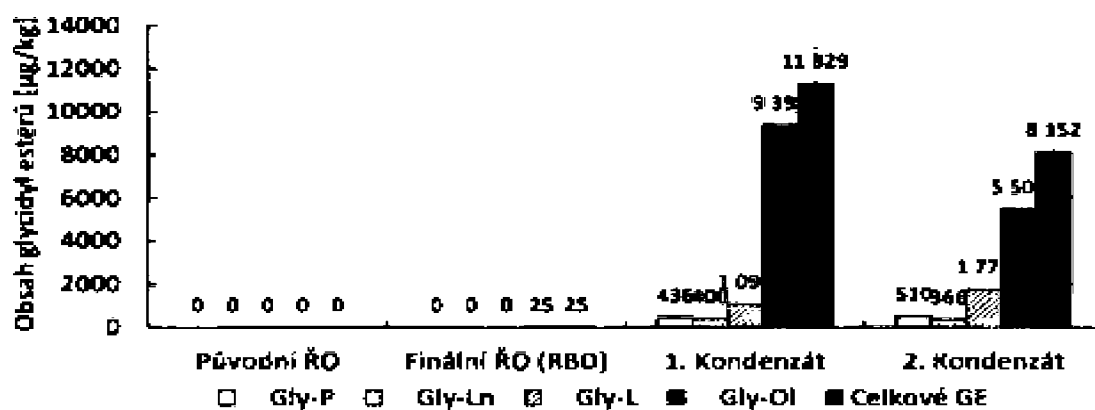
Obr. 7



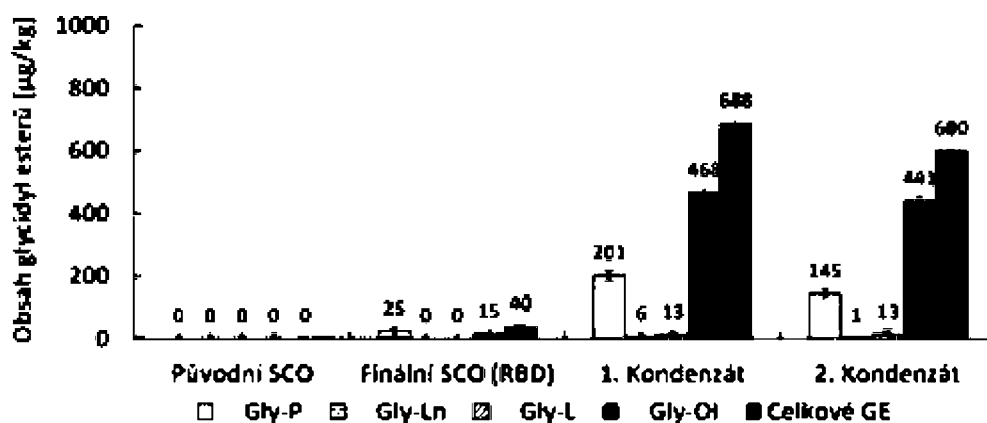
Obr. 8



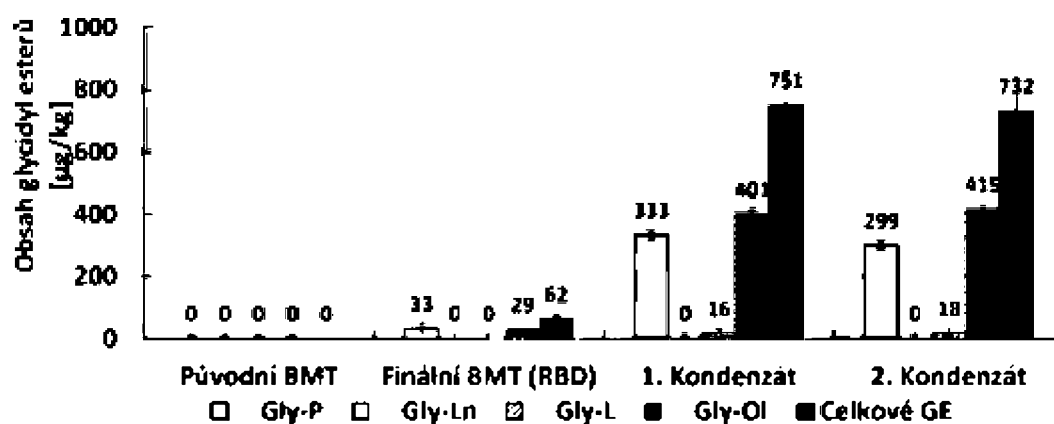
Obr. 9



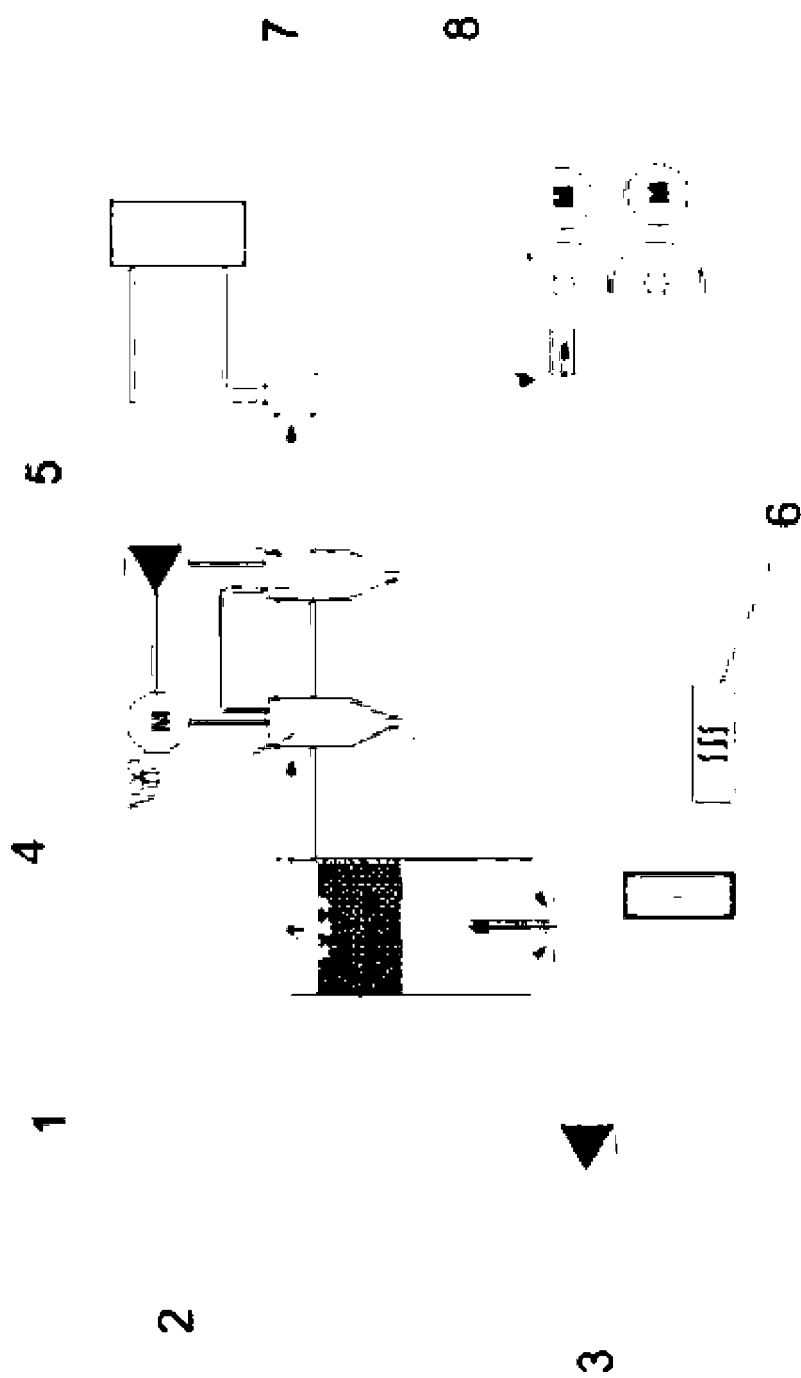
Obr. 10



Obr. 11



Obr. 12



Obr. 13