



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

(11) 264159

(13) B1

(21) PV 604-86.I
(22) Prihlášené 27 01 86

(40) Zverejnené 17 10 88
(45) Vydané 15 07 89

(51) Int. Cl. 4
A 23 B 4/04

(75)
Autor vynálezu

SMIRNOV VLADIMÍR ing. CSc., DUBRAVICKÝ JOZEF doc. ing. CSc.,
STRMISKOVÁ GABRIELA ing. CSc., SÚROVÁ EVA RNDr., BRATISLAVA,
LÓRINČÍK JÚLIUS ing., HNUŠŤA

(54) Spôsob izolácie dymových látok na výrobu údiacich preparátov.

(57) Riešenie sa týka spôsobu izolácie dymových látok na výrobu údiacich preparátov. Podstata riešenia spočíva v tom, že destilácia sa uskutočňuje prehriatím vodnou parou za tlaku do 0,1 MPa z cyklohexánom rafinovaného drevného dechtu, pričom sa získajú tri frakcie, z ktorých prvá s obsahom prevažne karbonylových zlúčenín a 2-metoxyfenolu tvorí objemove 35 až 40 % počiatočného objemu suroviny, druhá s obsahom prevažne 2,6-metoxyfenolu tvorí 30 až 40 % počiatočného objemu suroviny a tretiu frakciu tvorí destilačný zvyšok po odstránení tuhých častíc a úprave pH na hodnotu 5,8 až 6,2.

Vynález sa týka spôsobu izolácie dymových látok na prípravu údiacich preparátov využívajú rozličné, značne zložité metódy extrakcie a purifikácie, založené na destilačných, adsorpčných a desorpčných princípoch a často za použitia organických rozpúšťadiel náročných na mimoriadne bezpečnostné zabezpečenie. Spôsoby využívané pri uvedených metódach izolácie si často ešte vyžadujú dodatočnú purifikáciu získaných látok údiavej arómy od neželateľných, prípadne zdraviu škodlivých látok.

Podľa pol. pat. č. 166 977 sa decht získava pri suchej destilácii dreva extrahuje 5 až 25 % hmot. vodným roztokom kyseliny sírovej alebo 0,5 až 5 % hmot. roztokom kyseliny ortofosforečnej. Po extrakcii sa extrakt dechtu premyje vodou a vodným roztokom NaHCO_3 alebo nasýteným vodným roztokom NaCl a podrobí dvojitú destiláciu pri zníženom tlaku v atmosfére inertných plynov (dusíka, argónu, oxidu uhličitého) s prídavkom zinkových, hliníkových alebo železných pilín v množstve 1 až 10 % hmot. Na 1. stupni destilácie pri tlaku 2,66 až 3,99 kPa sa odoberajú látky s teplotou varu nižšou ako 100 až 110 °C. Druhý stupeň destilácie sa vykonáva pri tlaku nižšom ako 2,66 kPa s prídavkom 5 hmotnostných častí glycerolu na 1 časť dechtu. Balastné a škodlivé látky typu benzpyrénu, dibenzantracénu a iné aromatické uhľovodíky sa odstraňujú adsorpciou na aktívnom uhlí, pórovitých silikagéloch, syntetických molekulárnych sorbentoch. Po prepusťení kvapaliny cez adsorpčnú kolónu sa odstraňuje rozpúšťadlo pri normálnom alebo zníženom tlaku.

Podľa ďalšieho pol. pat. 49 216 sa decht určený na výrobu údiaceho preparátu získava spaľovaním dreva pri prebytočnom množstve vzduchu zalkalizuje NaOH a extrahuje etyléterom. Vodný roztok dechtu sa okysluje kyselinou sírovou na hodnotu pH 10,8 a znovu sa extrahuje etyléterom. Organické látky rozpustené v etyléteri po alkalickej extrakcii aj po druhej čiastočne okyslenej frakcii sa zahustia oddelene. Takto sa získa frakcia terpénových látok a frakcia fenolov. Z terpénovej frakcie sa po odstránení rozpúšťadla oddestiluje pri teplote 200 °C a tlaku 2,66 kPa zmes prchavých látok. Zmiešané frakcie dvoch častí fenolov a jednej časti terpénov tvorí údiaci preparát.

Tieto nedostatky rieši spôsob izolácie dymových látok na výrobu údiacich preparátov destiláciou z drevných dechtov podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že destilácia sa uskutočňuje prehriatím vodnou parou za tlaku do 0,1 MPa z cyklohexánom rafinovaného drevného dechtu, pričom sa získajú tri frakcie, z ktorých prvá s obsahom prevažne karbonylových zlúčenín a 2-metoxyfenolu tvorí objemove 35 až

40 % počiatočného objemu suroviny a tretiu frakciu tvorí destilačný zvyšok po odstránení tuhých častíc a úprave pH na hodnotu 5,8 až 6,2.

Všetky tri frakcie sú zdravotne bezchybné.

Prvé dve získané frakcie sa môžu použiť priamo na aromatizovanie potravín dymovou arómou v dávkach podľa výdatnosti účinných látok vo frakciách a požadovaného aromatizačného účinku alebo sa môžu použiť na ďalšiu prípravu údiacich preparátov vzájomnou kombináciou podľa kvalitatívneho zloženia a koncentrácie organolepticky účinných látok a požadovaných aromatizačných vlastností. Destilačný zvyšok upravený ako tretia frakcia, sa môže použiť na aromatizáciu prostredníctvom obalov alebo priamo povrchu potravín.

Príklad 1

Destilačný kotol zo skla alebo nehrdzavejúceho materiálu sa vyhreje parou na teplote 60 °C parným hadom, pustí sa chladiaca voda do systému chladičov a potom sa zo zásobníka pomaly pripúšťa homogénny cyklohexánom rafinovaný drevný decht v pomere ľahšej a ťažšej fázy ako bol získaný pri rafinácii. Po naplnení 50 % obsahu destilačného kotla sa prívod rafinovaného dechtu zastaví a pomaly sa začne privádzať cez rozbublávač umiestnený pri dne destilačného kotla vodná para o teplote 130 °C a tlaku 0,28 mPa. Keď sa prestane tvoriť pena, opatrne pomocou vývevy a posistného ventilu sa začne znižovať tlak v aparátúre tak, aby sa dosiahol rovnomerný var v celom obsahu destilačného kotla a destilát stačil kondenzovať v chladiacom systéme. Tlak sa znižuje za konštantného prívodu množstva pary postupne až na medzný tlak 1,33 kPa. Týmto spôsobom sa oddestiluje 35 % až 45 % počiatočného objemu suroviny, čo tvorí prvú frakciu destilácie. Na získanie druhej frakcie sa obsah destilačného kotla vyhreje na 80 °C parným hadom, pustí sa prívod destilačnej pary o hore uvedených parametroch a postup sa opakuje potiaľ, kým sa nezíska 30 % až 40 % počiatočného objemu suroviny. Účinnosť destilácie sa kontroluje spektrofotometricky v UV oblasti spektra. Zvyšok po destilácii sa ešte za tepla vypustí do zásobnej nádoby na destilačný zvyšok a nechá sa vychladnúť bez prístupu vzduchu. Destilačné zvyšky z jednej partie surového drevného dechtu sedimentovaného a rovnakých druhov cyklohexánom rafinovaného dechtu sa spoja a nechajú sa v uzavretej nádobe sklenej alebo z nehrdzavejúceho materiálu 48 hodín pri teplote 15 °C až 20 °C sedimentovať. Roztok nad sedimentom sa opatrne zleje, upraví na hodnotu pH 5,8 až 6,2 a prefiltruje, číry filtrát tvorí tretiu frakciu.

Príklad 2

Destilačný kotol sa parou vyhreje na teplotu 60 °C parným hadom, pustí sa chladiaca voda do systému chladičov a potom sa zo zásobníkov pomaly pripúšťa cyklohexánom rafinovaný decht v pomere ťažšej a ľahšej fázy podľa požadovaného kvalitatívneho pomeru organolepticky účinných látok a kvantitatívnej vyťažnosti. Po naplnení 50 % obsahu destilačného kotla sa prívod suroviny zastaví a ďalej sa postupuje ako v príklade 1.

Príklad 3

Destilačný kotol sa parou vyhreje na tep-

lotu 60 °C parným hadom, pustí sa chladiaca voda do systému chladičov a potom sa zo zásobníka pomaly pripúšťa ľahká fáza cyklohexánom rafinovaného dreveného dechtu. Po naplnení 50 % obsahu destilačného kotla sa prívod suroviny zastaví a ďalej sa postupuje ako v príklade 1.

Získané frakcie izolátov dymových látok majú všetky vlastnosti využiteľné pre prípravu údiacich preparátov a možno ich s využitím počítačovej techniky použiť na prípravu údiacich preparátov ľubovoľného zloženia, závislého na podiele a koncentrácii účinných látok. Ďalej získané frakcie môžu slúžiť ako suroviny pre ďalšie spracovanie v chemickom alebo farmaceutickom priemysle.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob izolácie dymových látok na výrobu údiacich preparátov destiláciou z drevených dechtov vyznačujúci sa tým, že destilácia sa uskutočňuje prehriatím vodnou parou za tlaku do 0,1 MPa z cyklohexánu rafinovaného dreveného dechtu, pričom sa získajú tri frakcie, z ktorých prvá s obsahom prevažne karbonylových zlúčenín a 2-

-metoxyfenolu tvorí objemove 35 až 40 % počiatočného objemu suroviny, druhá s obsahom prevažne 2,6-metoxyfenolu tvorí 30 až 40 % počiatočného objemu suroviny a tretiu frakciu tvorí destilačný zvyšok po odstránení tuhých častíc a úprave pH na hodnotu 5,8 až 6,2.