



DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 149 869

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 29 Absatz 1 des Patentgesetzes

(11)	149 869	(45)	05.08.81	Int. Cl. ³	3(51) C 12 N 1/00
(21)	WP C 12 N / 209 896	(22)	19.12.78		

(71) siehe (73)

(72) Teich, Walter, Dr. Dipl.-Chem.; Triems, Klaus, Dr. Dipl.-Chem.; Peisker, Lothar, Dr. Dipl.-Ing., DD

(73) Akademie der Wissenschaften der DDR, Berlin, DD;
Vsesojusnyj naucno-issledovatel'skij institut biosinteza belkovych vescestv, Moskva, SU

(74) Akademie der Wissenschaften der DDR, Institut für technische Chemie, AG Patentwesen, 7050 Leipzig, Permoserstraße 15

(54) Verfahren zur Entfernung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial, das beispielsweise einem Extraktionsprozeß unterzogen wurde. Das Ziel der Erfindung ist die Verringerung des Aufwandes an Energie zur Entfernung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial sowie die Entfernung der Lösungsmittel unter Bedingungen, die zu keiner thermischen Denaturierung führen. Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, mittels spezieller Verfahrensweisen eine Ablösung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial zu bewirken. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Struktur des Proteinmaterials durch mechanische Behandlung verändert wird. Die mechanische Behandlung wird bei einer Temperatur zwischen 20 und 90 °C, vorzugsweise zwischen 30 und 70 °C, durchgeführt. Eine kurzzeitige mechanische Behandlung, etwa 5 bis 10 min, ist in den meisten Fällen ausreichend. Die Erfindung kann angewandt werden zur Entfernung von Restlösungsmitteln aus Futterhefen, die auf der Basis von flüssigen Kohlenwasserstoffen erhalten wurden.

9 Seiten

Titel:

Verfahren zur Entfernung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial. Sie kann beispielsweise zur Entfernung von Restlösungsmitteln aus extrahierten Futterhefen angewandt werden.

Die Erfindung ist einzuordnen in die IPK A 23 J.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Mit Proteinen treten in der Natur in den meisten Fällen gleichzeitig Lipide auf bzw. wird Proteinmaterial, bedingt durch seine Entstehungsweise, z.B. bei der Massenzüchtung von Mikroorganismen auf der Basis flüssiger Kohlenwasserstoffe, mit öllöslichem Material verunreinigt. Die mit dem Proteinmaterial gleichzeitig vorliegenden Lipide und/oder öllöslichen Substanzen werden vorzugsweise durch eine Lösungsmittelextraktion vom Proteinmaterial abgetrennt. Ein Teil der Lösungsmittel verbleibt im Proteinmaterial. Für eine Weiterverwendung des Proteinmaterials ist es jedoch erforderlich, diese Lösungsmittelreste zu entfernen. Es handelt sich bei den Lösungsmitteln vorzugsweise um aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie z.B. Hexan oder Benzin, und um polare Lösungsmittel, wie z.B. Äthanol.

Zur Entfernung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial ist ein Verfahren bekannt (DD-PS 73 304), nach dem die Lösungsmittel durch Erwärmen bzw. Druckabsenkung entfernt werden, wobei wesentlich ist, daß das Proteinmaterial mindestens 20% Wasser, bezogen auf Trockensubstanz, enthält.

Nach diesem Verfahren wird von Proteinmaterial ausgegangen, das nach dem Extraktionsprozeß noch 60 bis 70% Wasser enthält, wenn als Lösungsmittel ein unpolarer Kohlenwasserstoff, z.B. Hexan oder Benzin, vorliegt.

5 Der Prozeß der Lösungsmittelentfernung ist weiter dadurch gekennzeichnet, daß der Wassergehalt stets größer als 20%, bezogen auf
10 Trockensubstanz, ist, solange noch Lösungsmittel im Proteinmaterial vorhanden ist. Diese Verfahrensweise hat den Nachteil, daß im Proteinmaterial eine große Menge Wasser vorhanden sein bzw. zugemischt
15 und anschließend wieder entfernt werden muß. Zur Entfernung des überschüssigen Wassers (für Futterhefen wird z.B. ein Wassergehalt von 10% angestrebt) ist ein beträchtlicher Energieaufwand erforderlich. Ein weiterer Nachteil der thermischen Behandlung des Proteinmaterials bei Temperaturen um 100 °C besteht darin, daß eine
15 Denaturierung eintreten kann, wodurch Eigenschaften des Proteinmaterials, so z.B. das Wasserbindevermögen, nachteilig beeinflusst werden.

Ziel der Erfindung:

Ziel der Erfindung ist die Verringerung des Aufwandes an Energie
20 zur Entfernung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial sowie die Entfernung der Lösungsmittel unter Bedingungen, die zu keiner thermischen Denaturierung führen.

Wesen der Erfindung:

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, mittels spezieller
25 Verfahrensweisen eine Ablösung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial zu bewirken.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß eine mechanische Behandlung des Proteinmaterials zu einer Abreicherung von Lösungsmitteln führt. Die mechanische Behandlung des Proteinmaterials ist dadurch
30 charakterisiert, daß sie eine Strukturzerstörung bewirkt. Der Grad der Zerstörung äußert sich in der Verringerung der Teilchengröße. Unter der mechanischen Behandlung werden alle bekannten Möglichkeiten, wie z.B. Reiben, Drücken, Pressen, Quetschen, Mahlen usw., verstanden.

Das zu behandelnde Proteinmaterial wird in eine entsprechende Vorrichtung zur mechanischen Behandlung, z.B. eine Mühle, gegeben und eine entsprechende Zeit lang behandelt. Die mechanische Behandlung wird so lange durchgeführt, bis eine zufriedenstellende Entfernung der Lösungsmittel festgestellt wird. Eine kurzzeitige mechanische Behandlung, etwa 5 bis 10 min, ist in den meisten Fällen ausreichend. Der Wassergehalt des Proteinmaterials wird vor oder während der mechanischen Behandlung so eingestellt, daß anschließend keine weiteren Maßnahmen zur Einstellung eines bestimmten Wassergehaltes erforderlich sind. Aus diesem Grund kann es daher zweckmäßig sein, während der mechanischen Behandlung dem System Wasser zuzufügen. Wichtig ist nur, daß die Wasserkonzentration des Proteinmaterials 50%, bezogen auf Trockensubstanz, nicht überschreitet, da man sonst schmieriges Material erhält, das für eine mechanische Behandlung nicht geeignet ist. Im allgemeinen ist ein Wassergehalt von 20 bis 30% ausreichend.

Die dargelegte erfindungsgemäße Verfahrensweise zur Abtrennung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial wird bei einer Temperatur zwischen 20 und 90 °C, vorzugsweise zwischen 30 und 70 °C, durchgeführt. Die optimale Temperatur ist abhängig von den speziell vorliegenden Lösungsmitteln und dem Proteinmaterial.

Die nachfolgenden Beispiele sollen das erfindungsgemäße Verfahren näher erläutern.

Beispiel 1:

Als Proteinmaterial wurde ein Hefeprodukt (*Candida guilliermondii*), das man durch Kultivierung der Hefe auf der Basis flüssiger Kohlenwasserstoffe nach bekannten Verfahren erhält, eingesetzt. Nach der Extraktion hatte das Hefeprodukt folgende Zusammensetzung:

Wasser	15,1%	(entspricht 20,8% bezogen auf Trockensubstanz)
Äthanol	12,3%	
Trockensubstanz	72,6%	

Dieses Produkt wurde in einem üblichen Porzellanmörser behandelt. Die Ergebnisse der mechanischen Behandlung enthält Tabelle 1.

Tabelle 1:

Dauer der mechanischen Behandlung (min)	% Äthanol
0	12,3
5 1	6,8
2	3,8
3	0,9
4	0,3
5	0,1
10 6	0,1
7	0,1

Eine mikroskopische Untersuchung des Hefe-Produktes vor und nach der mechanischen Behandlung zeigte, daß eine beträchtliche Strukturzerstörung eingetreten war. Das Ausgangsmaterial besaß Kugelstruktur mit einem Korndurchmesser zwischen 100 und 30 μ m. Nach 15 der mechanischen Behandlung war die Kugelstruktur völlig zerstört. Die Teilchengröße der nun vorliegenden Partikel lag zwischen 30 und 10 μ m.

Beispiel 2:

20 Um den Einfluß der mechanischen Behandlung hinsichtlich einer Denaturierung des Proteinmaterials zu untersuchen, wurde als Proteinmaterial schonend extrahiertes Sojabohnenprotein folgender Zusammensetzung eingesetzt:

Wasser	16,2% (entspricht 23,2% bezogen auf Trockensubstanz)
25 Äthanol	14,1%
Trockensubstanz	69,7%

Es wurde analog Beispiel 1 verfahren. Der Äthanolgehalt sank nach 5 min mechanischer Behandlung auf 0,2%. Das Sojabohnenprotein zeigte nach dieser Behandlung keine Denaturierungserscheinungen.

Beispiel 3:

Es wurde wieder Proteinmaterial nach Beispiel 1 eingesetzt, nur mit dem Unterschied, daß gleichzeitig als Lösungsmittel Hexan vorlag. Das Hefe-Produkt hatte folgende Zusammensetzung:

5	Wasser	17,2%	(entspricht 27,1% bezogen auf Trockenprodukt)
	Äthanol	12,8%	
	Hexan	6,2%	
	Trockensubstanz	63,8%	

Anschließend erfolgte eine mechanische Behandlung in einer üblichen Laborkugelmühle. Nach 5 min mechanischer Behandlung hatte das Ausgangsprodukt folgende Zusammensetzung:
15,3% Wasser; 0,2% Äthanol; 1,2% Hexan und 83,3% Trockensubstanz.

Beispiel 4:

Folgendes Beispiel soll den vorteilhaften Effekt der mechanischen Behandlung eines Hefe-Produktes bei gleichzeitiger Temperaturerhöhung aufzeigen.

Zu diesem Zweck wurde Hefe-Produkt nach Beispiel 1 mit folgender Zusammensetzung verwendet:

	Wasser	18,1%	(entspricht 22,5% bezogen auf Trockensubstanz)
20	Äthanol	10,3%	
	Hexan	5,8%	(entspricht 8,8% bezogen auf Trockensubstanz)
	Trockensubstanz	65,8%	

Dieses Hefe-Produkt wurde nun bei 60 °C mechanisch in einem Porzellanmörser 10 min behandelt. Der Wassergehalt des Hefe-Produktes wurde durch Zutropfen von Wasser annähernd konstant gehalten. Die Analyse des so behandelten Produktes ergab folgende Werte:

	Wasser	20,9%	
	Äthanol	0,1%	
30	Hexan	0,5%	(bezogen auf Trockensubstanz 0,64%)
	Trockensubstanz	78,5%	

Im Vergleich zum Beispiel 3 wirkt sich die Temperaturerhöhung besonders auf den Hexangehalt aus. Dieser beträgt dort 1,4% (bezogen auf Trockensubstanz) gegenüber 0,64% in diesem Beispiel.

Eine alleinige thermische Behandlung des oben beschriebenen Hefeproduktes bei 60 °C (10 min) führte zu einer relativen Abreicherung des Hexans von 8,8% auf 6,2%.

Beispiel 5

Ein Hefeprodukt, das durch Kultivierung eines Stammes der Art *Candida guilliermondii* auf einer Dieselkraftstoff-Fraktion erhalten wurde, wurde mit einem Benzin-Äthanol-Wasser-Gemisch extraktiv gereinigt und wies nach der Extraktion folgende Zusammensetzung auf:

Trockensubstanz: 57,8%
Benzin : 9,2%
Äthanol : 20,7%
Wasser : 12,3% (entspricht 21,3%, bezogen auf Trockensubstanz)

Dieses Produkt wird mit Wasserdampf auf eine Temperatur von 50 °C erwärmt, dabei steigt der Wassergehalt auf 23,5% an. Das Gemisch wird einem Preßvorgang in einer Strangpresse bei etwa 400 atm unterworfen und die mit etwa 80 °C erhaltenen Preßlinge werden anschließend in einem Luftstrom getrocknet. Nach der Trocknung besitzt das Hefeprodukt folgende Zusammensetzung:

Trockensubstanz: 88,46%
Benzingehalt: 0,04%
Äthanolgehalt: 0,10%
Wassergehalt: 11,40% (entspricht 12,9%, bezogen auf Trockensubstanz)

Patentanspruch

Verfahren zur Entfernung von Lösungsmitteln aus Proteinmaterial, das mindestens 20% Wasser, bezogen auf die Trockensubstanz, enthält, dadurch gekennzeichnet, daß das Proteinmaterial bei einer Temperatur von 20 bis 90 °C, vorzugsweise 30 bis 70 °C, durch eine mechanische Behandlung in seiner Struktur verändert wird.