

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

135 809

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

Zgłoszono: 82 10 11 /P. 238586/

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 84 04 24

Opis patentowy opublikowano: 1986 08 30

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Państwa Republikańskiego (Ludowej)

Int. Cl.³ A23J 7/00

Twórcy wynalazku: Aleksandra Minorska, Janina Cygańska, Marek Druri,
Barbara Perkowska

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa /Polska/

SPOSÓB OTRZYMYWANIA SPROSZKOWANEJ LECYTINY ROŚLINNEJ, ZWIĄSZCZA RZEPAKOWEJ

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania sproszkowanej lecytyny roślinnej, stosowanej jako emulgator pomocniczy i stabilizator emulsji do produkcji kremów, mleczek i emulsji płynnych, jako dyspergator barwnika w kredkach do warg oraz jako substancja nawilżająca i odżywcza preparatów do kąpieli i szamponów. Sproszkowana lecytyna otrzymana sposobem według wynalazku jest wzbogacona w fosfatydy. Nazwę lecytyny nadano grupie substancji towarzyszących produktom tłuszczowym w nasionach roślin oleistych i wyodrębnianych z nich w procesie rafinacji. Substancją czynną w lecytynie są fosfatydy, stanowiące około 50% jej składu. Resztę stanowią olej macierzysty zanieczyszczony oraz niewielkie ilości wody. Handlowe postaci lecytyny są dostępne w formie sproszkowanej, zawieszanej w oleju oraz modyfikowane drogą zmian chemicznych, takich jak uwodornienie, sulfonacja, etoksylacja. Pochodne te charakteryzują się lepszymi własnościami emulgującymi, zwilżającymi i dyspergującymi, mają podwyższoną stabilność oraz niekiedy lepszą rozpuszczalność w wodzie.

Proces wydzielania fosfatydów z lecytyny technicznej oparty jest na wykorzystaniu różnicy rozpuszczalności fosfatydów właściwych i substancji towarzyszących, głównie oleju. Spośród wielu znanych sposobów wyodrębniania fosfatydów z lecytyny roślinnej opis patentowy Wielkiej Brytanii nr 412 224 podaje, że lecytyny pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego, jeśli to pożądane, po wstępnym bieleniu, są mechanicznie uwalniane według znanego sposobu od znacznej ilości towarzyszącego oleju i następnie poddawane ekstrakcji rozpuszczalnikiem, usuwającym olej np. acetonem. Potem fosfatydy są mieszane z olejem rafinowanym lub tłuszczem, a pozostałość acetonu jest usuwana pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze nie przekraczającej 50°C. Sposób ten z technologicznego punktu widzenia jest wysoce niedogodny ze względu na zbrylanie się fosfatydów w trakcie ekstrakcji rozpuszczalnikiem, co powoduje duże trudności w mieszanii.

Według opisu patentowego Stanów Zjednoczonych nr 2 371 476 oczyszczanie lecytyny prowadzi się przez traktowanie technicznej lecytyny dwuchloroetylenem w obecności wody. W procesie ekstrakcji dwuchloroetylenem wodnych emulsji uzyskuje się odolejone fosfatydy w fazie wodnej. Istotną cechą wynalazku jest zachowanie określonego stosunku dwuchloroetylenu do wody, aby fosfatydy zostały w fazie wodnej, a pozostałe składniki lecytyny technicznej przeszły do warstwy dwuchloroetylenowej. Dużą wadą tego sposobu jest trudność wynikająca z osuszenia fosfatydów, uzyskanych w środowisku wodnym, wynikająca ze skłonności fosfatydów do rozkładu w podwyższonej temperaturze.

Celem wynalazku jest uniknięcie wad dotychczasowych metod otrzymywania sproszkowanej lecytyny roślinnej, zawierającej około 4 % oleju macierzystego, znajdującej zastosowanie w wyrobach przemysłu kosmetycznego.

Cel ten osiągnięto przez zastosowanie do ekstrakcji acetonem roztworu lecytyny roślinnej w rozpuszczalnikach chlorowcopochodnych węglowodorów, co powoduje, że olej macierzysty wraz z zanieczyszczeniami oddziela się od fosfatydów w układzie jednofazowym. W sposobie według wynalazku ekstrakcji acetonem poddaje się roztwór lecytyny w rozpuszczalnikach chlorowcowęglowodorów korzystnie trójchloroetylenie i 1,2 - dwuchloropropanie. Proces ekstrakcji prowadzi się w temperaturze 15 - 100°C w czasie od 1 - 10 godzin, przy zachowaniu stosunku wagowego rozpuszczalnika lecytyny typu chlorowcopochodnych węglowodorów do acetonu od 1 : 5 do 1 : 15 kg/kg, korzystnie 1:13 kg/kg, a stosunku wagowego lecytyny do rozpuszczalnika chlorowcopochodnej węglowodoru od 1:0,25 do 1:0,50 kg/kg, korzystnie 1:0,30 kg/kg, po czym z mieszaniny ekstrakcyjnej wydziela się fosfatydy w postaci osadu przez odwirowanie i wysuszenie pod obniżonym ciśnieniem w granicach 100 - 400 mmHg i temperaturze nie przekraczającej 40°C. Parametry suszenia lecytyny uwarunkowane są temperaturą rozkładu lecytyny.

Sposoben według wynalazku dzięki zastosowaniu odpowiednich rozpuszczalników i ich określonego stosunku względem ilości oczyszczanej lecytyny osiąga się efekt usunięcia oleju i większości zanieczyszczeń przy jednoczesnym pominięciu trudności technologicznych związanych z mieszaniami występujących w przypadku znanej metody ekstrakcji lecytyny acetonem. W sposobie według wynalazku korzystnie stosuje się 2 - 4 krotnie ekstrakcję acetonem. Zużycie rozpuszczalników jest zminimalizowane przez zastosowanie regeneracji i powtórnego stosowania ich w kolejnym procesie ekstrakcji.

P r z y k ł a d I. 2 części wagowe lecytyny rzepakowej technicznej o zawartości około 40 % oleju macierzystego rozpuszcza się w 0,5 części wagowych trójchloroetyleny. Do ekstraktora wprowadza się 6,5 części wagowych acetonu, ogrzewa ekstraktor do temperatury wrzenia acetonu przy jednoczesnym mieszaniu i wkrapla roztwór lecytyny w trójchloroetylenie. Po zakończeniu wkraplania prowadzi się ekstrakcję przy włączonym mieszadle w temperaturze wrzenia przez 3 godziny i po wyłączeniu ogrzewania przez 2 godziny. Pozostawia się do odstania na 2 godziny, lewaruje roztwór rozpuszczalników z nad pozostałości, po czym wprowadza do ekstraktora 3,2 części wagowe acetonu i przy włączonym mieszaniu prowadzi się powtórna ekstrakcję przez 3 godziny w temperaturze wrzenia acetonu i 2 godziny bez ogrzewania. Po zlewarowaniu roztworu prowadzi się trzecią ekstrakcję stosując 3,2 części wagowe acetonu, mieszając przez 3 godziny w temperaturze podwyższonej /nie wyższej niż 45°C/. Zawartość ekstraktora schładza się do temperatury otoczenia /15°C/, osad oddziela się na wirówce i suszy pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze nie wyższej niż 40°C, uzyskując 1 część wagową sproszkowanej lecytyny o zawartości substancji nierozpuszczalnych w acetonie 95%, zawartości oleju rzędu 3%, liczbie kwasowej niższej od 35. Z roztworów poekstrakcyjnych po regeneracji uzyskuje się 0,8 części wagowych zanieczyszczonego oleju macierzystego i około 10 części wagowych rozpuszczalników. Dzięki rozpuszczeniu lecytyny w rozpuszczalniku chlorowcopochodnym nie wystąpiły trudności z mieszaniami surowca w procesie ekstrakcji. Ponadto zastosowanie środowiska bezwodnego pozwoliło na uniknięcie problemów występujących przy suszeniu lecytyny otrzymywanej w środowisku wodnym.

P r z y k ł a d II. 2 części wagowe lecytyny rzepakowej technicznej o zawartości około 40 % oleju macierzystego rozpuszcza się w 0,5 części wagowych trójchloroetyleniu. Do ekstraktora wprowadza się 6,5 części wagowych acetonu i po włączeniu mieszadła wkrapla roztwór lecytyny w trójchloroetylenie. Po zakończeniu wkraplania prowadzi się ekstrakcję przy jednoczesnym mieszaniu w temperaturze 15°C przez 10 godzin. Pozostawia się do odstania na 2 godziny, lewaruje roztwór rozpuszczalników z nad pozostałości, po czym wprowadza do ekstraktora 3,2 części wagowe acetonu i prowadzi powtórna ekstrakcję przez 10 godzin. Po zlewarowaniu roztworu prowadzi się trzecią ekstrakcję stosując 3,2 części wagowe acetonu w temperaturze otoczenia przez 10 godzin. Po zakończeniu ekstrakcji osad oddziela się na wirówce i suszy pod obniżonym ciśnieniem jak w przykładzie I uzyskując 1 część wagową sproszkowanej lecytyny o zawartości substancji nierozpuszczalnych w acetonie rzędu 87 - 89 %, zawartości oleju rzędu 6 %, liczbie kwasowej niższej niż 35. Z osadów poekstrakcyjnych po regeneracji uzyskuje się 0,7 części wagowych zanieczyszczonego oleju macierzystego i około 10 części wagowych rozpuszczalników.

P r z y k ł a d III. 2 części wagowe lecytyny rzepakowej technicznej o zawartości około 40 % oleju macierzystego rozpuszcza się w 0,5 części wagowych 1,2 - dwuchloropropanu. Do autoklawu wprowadza się 6,5 części wagowych acetonu oraz roztwór lecytyny w 1,2 - dwuchloropropanie. Ekstrakcję prowadzi się w temperaturze 100°C przy podwyższonym ciśnieniu przez 1 godzinę. Następnie lewaruje się rozpuszczalniki z nad pozostałości, wprowadza do autoklawu 6,5 części wagowych acetonu i powtarza ekstrakcję dwukrotnie w temperaturze 100°C w ciągu godziny. Osad oddziela się na wirówce i suszy pod obniżonym ciśnieniem jak w przykładzie I, uzyskując 0,9 części wagowych sproszkowanej lecytyny o zawartości substancji nierozpuszczalnych w acetonie rzędu 88 %, zawartości oleju rzędu 5 %, liczbie kwasowej niższej niż 35.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób otrzymywania sproszkowanej lecytyny roślinnej, zwłaszcza rzepakowej z lecytyny technicznej na drodze kilkukrotnej ekstrakcji acetonem, wydzielania lecytyny przez usunięcie rozpuszczalników poprzez wirowanie i suszenie lecytyny w temperaturze do 40°C pod obniżonym ciśnieniem 100-400 mmHg, z n a m i e n n y t y m, że ekstrakcji poddaje się roztwór lecytyny w rozpuszczalnikach chlorowcopochodnych węglowodorów w temperaturze od 15-100°C w czasie od 1-10 godzin, przy czym stosunek wagowy rozpuszczalnika lecytyny typu chlorowcopochodnych węglowodorów do acetonu wynosi 1:5 do 1:15 kg/kg, korzystnie 1:13 kg/kg a stosunek wagowy lecytyna-rozpuszczalnik chlorowcopochodny węglowodoru wynosi od 1:0,25 do 1:0,50 kg/kg, korzystnie 1:0,30 kg/kg, po czym z mieszaniny ekstrakcyjnej wydziela się lecytynę.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako chlorowcopochodną węglowodorów stosuje się trójchloroetylen.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako chlorowcopochodną węglowodorów stosuje się 1,2-dwuchloropropan.

4. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że stosuje się 2 do 4 krotną ekstrakcję acetonem.