



УКРАЇНА

(19) UA (11) 29811 (13) U
(51) МПК
C07F 9/10 (2007.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ЗНЕЖИРЕНОГО ФРАКЦІОНОВАНОГО ФОСФОЛІПІДНОГО ПРОДУКТУ

1

(21) u200711367

(22) 15.10.2007

(24) 25.01.2008

(72) ДЕМИДОВ ІГОР МИКОЛАЙОВИЧ, UA, КРА-
МАРЕНКО АНАСТАСІЯ ОЛЕКСАНДРІВНА, UA(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
"ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ", UA(57) Спосіб одержання знежиреного фракціонова-
ного фосфоліпідного продукту з рослинної сир-
вини двократною обробкою екстрагентами, який

2

відрізняється тим, що як екстрагенти використо-
вують спочатку ізопропіловий спирт, що знежирює
фосфатидний концентрат при співвідношенні фо-
сфатидний концентрат:ізопропанол (1:0,5)-(1:3,5)
та температурі 45-70 °С впродовж 5-10 хв, а потім
етиловий спирт, який фракціонує і дезодорує фо-
сфоліпідний продукт та видаляє залишки ізопропі-
лового спирту при співвідношенні фосфатидний
концентрат:етанол (1:0,5)-(1:1,5) і температурі 45-
70 °С впродовж 5-20 хв.

Корисна модель відноситься до харчової, а
саме до олійножирової промисловості та стосуєть-
ся нового способу одержання концентрованого
фракціонованого дезодорованого фосфоліпідного
продукту.

Фосфоліпіди (лецитини) широко
застосовуються у харчовій, фармацевтичній,
шкіряній, текстильній, лакофарбовій, хімічній,
косметичній, парфумерній промисловості, у
сільському господарстві та медицині.

Вимоги до фосфоліпідних продуктів постійно
підвищуються, що пов'язано з високою
конкуренцією на ринку товарів масового
споживання та поінформованістю споживачів.
Тому фосфоліпідні продукти, що виробляються на
цей час вітчизняною олійножировою
промисловістю - фосфатидні концентрати, не зна-
ходять належного попиту. Фосфатидний
концентрат є побічним продуктом виробництва
олій, що утворюється у результаті процесу
гідратації олій і наступного висушування гідрофузу
в вакуумі, та містить, %: фосфоліпідів - 50-55; олій -
35-40; води - 1,0; супутніх речовин - 9.

Існує необхідність розробки нового способу
одержання більш якісних фосфатидних концент-
ратів з підвищеним вмістом фосфоліпідів.

Відомий спосіб одержання лецитину з фосфа-
тидних концентратів бобів сої та соняшника обро-
бкою вуглекислим газом при температурі 31,3-
80°C і тиску 72-600 атм, відділені лецитину від
вуглекислого екстракту при температурі 15-31,3°C
і тиску 30-72 атм та поверненню його в процес [1].
Недоліками цього способу є складність та небез-
печність обладнання, висока вартість виробницт-
ва.

Спосіб одержання концентрованого фосфолі-
підного продукту за допомогою ізопропанолу або
етанолу. Ізопропанол був обраний як найліпший
екстрагент у системі фосфоліпід-олія, так як він
не настільки токсичний, як ацетон і хлороформ та
ліпше етанолу виділяє фосфоліпіди. Фосфоліпіди
одержують за допомогою екстракції фосфатидного
концентрату ізопропіловим спиртом при темпера-
турі 35-75°C та сепарацією отриманих фракцій.
Екстракцію краще вести при температурі 60°C
протягом 60 хвилин при постійному перемішуван-
ні. Охолоджувати отриману систему краще при
25°C [2].

Спосіб одержання фосфоліпідного продукту
високої якості (вміст ацетоннерозчинних речовин -
не менш 68%, нерозчинних у етиловому ефірі -
менш ніж 1%) шляхом двократної екстракції соєво-
го фосфатидного концентрату сумішшю етилового
спирту та води. Цільовою є нерозчинна у етанолі
фракція [3].

Відомий спосіб одержання фракціонованого
лецитинового продукту за допомогою чотирьох-
кратної екстракції фосфатидного концентрату ор-
ганічним розчинником, розділенням рідкої та твер-
дої фаз, для третьої та четвертої екстракції
використовують етиловий спирт у співвідношенні,
відповідно, тверда фаза: етанол (1:2,5)-(1:3,5) та
(1:1)-1:2). Після четвертої екстракції збирають рід-
ку фазу - розчин фосфатиділхолінів та відганяють
розчинник з отриманням цвілевого продукту [4].

Недоліками описаних способів є велика витра-
та екстрагентів - полярних органічних сполук, зна-
чна тривалість процесу та низький вихід цільового
продукту.

Найбільш близьким є спосіб виділення фос-

UA (19) 29811 (11) (13)

фоліпідів із фосфатидного концентрату, що включає обробку фосфатидного концентрату ацетоном. Фосфатидний концентрат екстрагують ацетоном у співвідношенні фосфатидного концентрат: ацетон 1:2 на початковій стадії, а далі - у співвідношенні 1:1, при температурі 50-55°C з наступним охолодженням суміші до кімнатної температури і декантуванням рідинної фази [5].

Недоліками цього способу є:

- значна витрата ізопропилового спирту (співвідношення фосфатидний концентрат: ізопропиловий спирт 1:5);

- необхідність проводити 4 стадії обробки фосфатидного концентрату ізопропиловим спиртом, що обумовлює наявність значної кількості апаратів, великі енерговитрати на підтримання температури екстракції та регенерацію спирту;

- ізопропанол не є харчовим продуктом, його вміст у кінцевому продукті лімітується у вузьких межах, тому при відгонці залишків ізопропанолу треба застосовувати жорсткі умови, що спричиняє часткове зміння нативних властивостей фосфоліпідів.

В основу запропонованої корисної моделі поставлена задача розробки нового способу одержання фосфоліпідного продукту високої якості з вітчизняної рослинної сировини, який відрізнявся б низькою собівартістю завдяки економії екстрагентів, простотою апаратного оформлення та високим виходом цільового продукту. Отриманий лецитин має задовольняти вимогам до харчових та біологічно активних домішок.

Технічна задача вирішується розробкою способу одержання знежиреного фракціонованого фосфоліпідного продукту з рослинної сировини двократною обробкою екстрагентами, який відрізняється тим, що у якості екстрагентів використовують спочатку ізопропиловий спирт, що знежирює фосфатидний концентрат при співвідношенні фосфатидний концентрат: ізопропанол (1:0,5)-(1:3,5) та температурі 45-70°C впродовж 5-10хв, а потім етиловий спирт, який фракціонує і дезодорує фосфоліпідний продукт та видаляє залишки ізопропилового спирту при співвідношенні фосфатидний концентрат: етанол (1:0,5)-(1:1,5) і температурі 45-70°C впродовж 5-20хв.

В результаті отримуємо два фосфоліпідних продукта:

- продукт, збагачений фракцією фосфатиділхолінів, який доцільно використовувати у харчовій промисловості у якості емульгатора або добавки до емульгаторів, бо фосфатиділхолін володіє найліпшою емульгуючою здатністю серед усіх фракцій фосфоліпідів та отриманий продукт не володіє характерним для олій запахом, бо етиловий спирт має здатність до дезодорації (відсутність запаху є однією з найважливіших вимог при виробництві маргаринів та майонезів);

- продукт, збагачений іншими фракціями фосфоліпідів (цільовий), що характеризується підвищеним вмістом фосфоліпідів, відсутністю залишків токсичних екстрагентів (залишковий етиловий спирт є харчовим продуктом) та відсутністю запаху.

При проведенні процесу екстрагування ізопропиловим та етиловим спиртами за температурою,

меншою ніж 45°C погіршується контактування фосфатидного концентрату зі спиртом та не досягається необхідна швидкості екстракції. При підвищенні температури вище 65°C при екстрагуванні ізопропанолом та 60°C при обробці етанолом погіршується якість фосфоліпідного продукту (спостерігається ріст пероксидних, кислотних чисел). При тривалості екстракції меншій ніж 5хв з фосфатидного концентрату вилучається недостатня кількість речовин. При проведенні процесу обробки фосфатидного концентрату ізопропиловим спиртом протягом більш ніж 10хв у ізопропиловий спирт починають переходити фосфоліпіди, що зменшує вихід кінцевого продукту, при обробці етиловим спиртом довше 20хв вміст фосфоліпідів у спирторозчинній фракції починає зменшуватися. За умов проведення способу при співвідношенні фосфатидний концентрат: ізопропиловий спирт/етиловий спирт меншому ніж 1:0,5 вихід спирторозчинних продуктів значно зменшується, що погіршує склад та якість кінцевого продукту, при підвищенні співвідношення більш ніж 1:3,5 та 1:1,5 відповідно спостерігається незначне підвищення вилучення спирторозчинних сполук, така витрата екстрагентів недоцільна.

Заявлений спосіб пояснюється прикладами:

Приклад 1

Беруть рослинні фосфоліпіди (фосфатидний концентрат) наступного складу, %: фосфоліпіди 56,2, олії 41,3, вологи 0,74 %, нерозчинних у етиловому ефірі речовин 1,7. До 100г фосфатидного концентрату додають 200г ізопропилового спирту (співвідношення фосфатидний концентрат: ізопропиловий спирт як 1:2). Суміш нагрівають до 55°C та витримують впродовж 7хв при постійному перемішуванні. Потім суміш охолоджують до кімнатної температури та розділяють фази, що утворилися декантуванням, центрифугуванням чи іншим способом. З верхньої фази (спирторозчинної) регенерують ізопропиловий спирт. У спирт переходить 80% олії та 18% фосфоліпідів. З нижньої фази (спиртонерозчинної) що є знежиреними фосфоліпідами видаляють залишки ізопропилового спирту при кімнатній температурі і застосуванні вакууму. Вміст фосфоліпідів у отриманому продукті - 73%. До 74г одержаних знежирених фосфоліпідів додають 74г етилового спирту 96%-го (співвідношення фосфатидний концентрат етиловий спирт як 1:2). Суміш нагрівають до 55°C та витримують впродовж 10хв при постійному перемішуванні. Потім суміш охолоджують до кімнатної температури та розділяють фази, що утворилися декантуванням, центрифугуванням чи іншим способом. З верхньої фази (спирторозчинної) регенерують етиловий спирт. Кількість спирторозчинних речовин - 10,8% зі вмістом фосфоліпідів, що переважно представлені фосфатиділхолінами - 35,6%. Фракційний склад отриманих продуктів представлений у таблиці 2. З фосфатидного концентрату, що не розчинився в спирті відгоняють залишки етанолу, причому ретельний відгін не обов'язковий, бо допускається вміст етанолу у харчових продуктах у кількості 1 %, до того ж етиловий спирт є консервує кінцевий продукт, що підвищує його стабільність при зберіганні. Отримуємо 67г

кінцевого продукту зі вмістом фосфоліпідів - 80%.

Приклад 2

До фосфатидного концентрату того ж самого складу, що й в прикладі 1 додають 100г ізопропилового спирту (співвідношення фосфатидний концентрат: ізопропиловий спирт як 1:1). Умови знежирення аналогічні прикладу 1. фракціонування відбувалось при наступних умовах: співвідношення фосфатидний концентрат: етиловий спирт як 1:1, температура - 55°C, тривалість фракціонування - 15. Кількість отриманих продуктів та вміст у них фосфоліпідів за прикладами 1-4 наведений у таблиці 1.

Приклад 3

Умови проведення процесу аналогічні прикладу 1, але фракціонування відбувається при співвідношенні фосфатидний концентрат: етиловий спирт як 1:0,5 при температурі 60°C впродовж 20хв.

Приклад 4

Умови проведення процесу аналогічні прикладу 1, але знежирення відбувається при співвідношенні фосфатидний концентрат: пропаном-2 як 1:3 при температурі 60°C впродовж 10хв. Фракціонування відбувалось при температурі 50°C впродовж 10хв зі співвідношенням фосфатидний концентрат до етилового спирту як 1:2.

Оптимальними умовами одержання концентрованих фракціонованих фосфоліпідних продуктів (як видно з таблиць 1, 2) є співвідношення фосфатидний концентрат: ізопропиловий спирт як 1:2,

знежирений фосфатидний концентрат: етиловий спирт як 1:2, тривалість знежирення 7хв, фракціонування - 10хв, температура процесів - 55°C.

Джерела інформації:

1. Патент СССР 833977, МПК С07F9/10. Научно-производственное объединение «Биохимреактив»; Зилберс Ю.А., Тамсон А.А. Заявл. 06.02.79., опубл. 30.05.81, № заявки 2721761/23-04. Способ извлечения лецитина из растительного фосфатидного сырья.

2. Патент Канада CA2553671, МПК С07С1/00. Abril Jesus Ruben. Заявл. 20050126; опубл. 2005-08-11. Method for the separation of phospholipids from phospholipids-containing materials.

3. Патент США US2004161520, МПК А23J7/00. Mayes Jonathan. Заявл. 20030723, опубл. 2004-08-19, № заявки 20030625820. Process for removing oil and/or sugar from lecithin.

4. Патент РФ 2134985, МПК А23D9/00. Общество с ограниченной ответственностью Учебно-научно-производственная фирма "Липиды". Заявл. 1998.01.05; опубл. 1999.08.27; № заявки 98100118/13. Фосфолипидный пищевой продукт «Витол-Холин» и способ его получения.

5. Патент України 66685, МПК С07F9/10. Дніпропетровський орден Трудового Червоного Прапора державний аграрний університет. Заявл. 15.09.2003; опубл. 17.05.2004 Бюл. №5/2004; № заявки 2003098480. Спосіб виділення лецитину із знежиреного фосфатидного концентрату.

Таблиця 1

№ прикладу	Кількість отриманих знежирених фосфоліпідів, г	Вміст фосфоліпідів у знежиреному продукті, % (у перерах. на стеаролеолецитин)	Кількість отриманої розчинної у етанолі фракції, г	Вміст фосфоліпідів у спирторозчинному продукті, % (у перерах. на стеаролеолецитин)	Кількість отриманої нерозчинної у етанолі фракції, г (кінцевий продукт)	Вміст фосфоліпідів у спиронерозчинному продукті, % (у перерах. на стеаролеолецитин)
1	74	73	8	35	67	80
2	87	63	9	25	78	67
3	74	73	5	20	69	74
4	67	75	8	36	59	81

Таблиця 2

Найменування фракції	Вміст, %, у кінцевому продукті (приклади)			
	1	2	3	4
Фосфатидилхолін	20,2	19,1	22,5	20,9
Фосфатидилетаноламін	24,3	24,8	22,3	24,5
Фосфатиділсерін	14,5	14,9	14,3	14,0
Фосфатиділінозитол	12,0	12,1	11,9	12,2
Діфосфатиділгліцерини	14,8	15,1	14,0	14,9
Фосфатидні кислоти	14,2	14,0	15,0	14,3