



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **119859** (13) **C2**
(51) МПК (2019.01)
C07F 9/10 (2006.01)
A23J 7/00

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2016 05700	(72) Винахідник(и):	Стивенс Роберт (NL), ван Дендерен Йос (NL)
(22) Дата подання заявки:	30.10.2014	(73) Власник(и):	КАРГІЛЛ, ІНКОРПОРЕЙТЕД, 15407 McGinty Road West, Mail Stop 24, Wayzata, Minnesota 55391, United States of America (US)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	27.08.2019	(74) Представник:	Мошинська Ніна Миколаївна, реєстр. №115
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	13190800.6	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	WO2009095435, A1, 06.08.2009 CN101016312, A, 15.08.2007 CN102657273, A, 12.09.2012
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	30.10.2013		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	EP		
(41) Публікація відомостей про заявку:	11.07.2016, Бюл.№ 13		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	27.08.2019, Бюл.№ 16		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	PCT/US2014/063053, 30.10.2014		

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ЛЕЦИТИНУ

(57) Реферат:

Цей винахід стосується способу очищення лецитину, який включає наступні стадії: (а) змішування лецитину з активованим вугіллям з отриманням дисперсії; потім (b) підмішування органічного розчинника до дисперсії; потім (с) відокремлення активованого вугілля й домішок від лецитину переважно за допомогою сил тяжіння. Винахід додатково стосується лецитину, який по суті не містить домішок, і харчового або кормового продукту, який містить вказаний лецитин.

UA 119859 C2

ПЕРЕХРЕСНЕ ПОСИЛАННЯ НА СПОРІДНЕНІ ЗАЯВКИ

Ця заявка втребує пріоритет щодо заявки на європейський патент № 13190800.6, поданої 30 жовтня 2013 року, під назвою "СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ЛЕЦИТИНУ", яку в повному обсязі включено в цей документ шляхом посилання.

5 ГАЛУЗЬ ТЕХНІКИ, ДО ЯКОЇ ВІДНОСИТЬСЯ ВІНАХІД

Цей винахід стосується способу очищення лецитину або камедей переважно рослинного походження. Додатково винахід стосується очищеного лецитину, очищених камедей і харчових продуктів, які їх містять.

РІВЕНЬ ТЕХНІКИ

10 Під час процесу екстрагування з насіння олійних культур лецитин може бути забруднений такими домішками, як, наприклад, поліароматичні вуглеводні (ПАВ), пестициди й інші домішки. Деякі з цих домішок, а особливо ПАВ, можуть бути канцерогенними й створювати проблему для використання лецитину в тваринних кормах і харчових продуктах, і особливо в дитячому харчуванні.

15 Способи вилучення домішок з лецитину є добре відомими в цій галузі. Наприклад, у патенті CN 2007/1010356 розкривається спосіб приготування лецитину у формі порошку для медичного застосування, який містить лише сліди розчинника або вугілля. Зазначений вище спосіб передбачає застосування надкритичного CO₂ для екстрагування домішок зі зразка сирого лецитину з подальшим відбілюванням за допомогою активованого вугілля для вилучення

20 небажаних пігментів. Способи вилучення ПАВ з рідин описані у цій галузі. Наприклад, у патенті США 6,270,676 описано процес вилучення етерів і/або поліциклічних ароматичних вуглеводнів з води. Цей процес потребує поглинання домішок адсорбційною смолою співполімеру дивінілбензолу/стиролу з наступною десорбцією адсорбованих домішок парою й наприкінці відновлення адсорбційної смоли. Однак способи відомого рівня техніки не можна застосовувати безпосередньо до лецитину. Причиною цього є надмірна в'язкість лецитину. Фактично дуже

25 важко пропустити лецитин крізь наповнену колонку або фільтр. Лецитин з підвищеним ступенем чистоти, придатний для використання в сумішах для дитячого харчування, і спосіб його виробництва також відомі з патенту WO 2009/095435. Однак відповідно до цієї публікації термін "очищений лецитин" означає лецитин, який має знижені кількості фракцій тригліцериду, наприклад, ω6 поліненасичених жирних кислот з довгим ланцюгом (LCPUFA). Патент WO 2009/095435 не стосується ПАВ, які можуть бути присутніми в лецитині, і не розкриває жодного способу, за допомогою якого можна вилучити ПАВ або

35 принаймні зменшити їхню кількість. Таким чином, метою цього винаходу є запропонувати спосіб очищення лецитину, який може сприяти ефективному й економному вилученню таких домішок, як, наприклад, ПАВ, пестициди, тверді частки тощо. Додатковою метою цього винаходу може бути запропонувати лецитин зі зниженими кількостями домішок, наприклад ПАВ.

СУТЬ ВІНАХОДУ

40 У першому аспекті цей винахід стосується способу очищення лецитину або камедей, причому вказані лецитин або камеді переважно мають рослинне походження. Спосіб включає наступні стадії:

- a. змішування лецитину або камеді з активованим вугіллям з отриманням дисперсії; потім
- b. змішування органічного розчинника до дисперсії; потім
- 45 c. відокремлення активованого вугілля і домішок від лецитину або камеді, переважно за допомогою сил тяжіння.

У другому аспекті цей винахід стосується лецитину або камеді, які по суті не містять поліароматичних вуглеводнів, і переважно також по суті не містять пестицидів, гербіцидів, інсектицидів, важких металів, органічних розчинників і твердих часток.

50 У третьому аспекті цей винахід стосується харчового продукту або корму, які містять очищений лецитин або очищену камедь. Харчовий продукт переважно являють собою дитяче харчування.

ДЕТАЛЬНИЙ ОПИС ВІНАХОДУ

Цей винахід стосується способу очищення лецитину або камедей.

55 Лецитин включає родину полярних ліпідів, у тому числі фосфоліпідів. Зазвичай фосфоліпіди перебувають у структурах клітинних мембран і мають схильність об'єднуватися в структури, такі як, наприклад, багатошарові, шестикутні структури. Фосфоліпід або фосфатид являє собою молекулу, схожу на тригліцерид, за винятком того, що в положенні sn3 прикріплена фосфатна група й функціональна група, а не третій ацильний ланцюг жирної кислоти. До основних фосфатидів, які присутні в рослинних оліях, належать, наприклад, фосфатидилхолін (ФХ),

фосфатидилетаноламін (ФЕ), фосфатидилсерин, фосфатидилгліцерин, фосфатидилінозит (ФІ) і фосфатидилова кислота (ФК). Лецитин також містить нефосфатидні компоненти, включаючи, наприклад, тригліцериди, стероли, токофероли й вуглеводи.

Лецитин або камеді можуть бути побічним продуктом технологічних процесів отримання олії.

5 Лецитин і камеді зазвичай утворюються після екстрагування олії й перед процесом рафінування олії. Оскільки він є побічним продуктом, якість лецитину або камеді може відрізнитися, частково залежно від якості й типу насіння, з якого отримують олію. Лецитин або камеді можна отримувати з будь-якої рослинної олії, включаючи, серед іншого, соєву олію, соняшникову олію, кукурудзяну олію, бавовняну олію, пальмову олію й ріпакову олію. Лецитин або камеді можуть
10 бути також тваринного походження, наприклад, з риби або яєць. Доступні на ринку лецитини можуть бути отримані з соєвих бобів, насіння ріпака й соняшникового насіння, і вони доступні як у формі рідини (наприклад, розчинені в соєвій олії або іншій харчовій олії), так і у вигляді сухого порошку. Багато лецитинів отримують із рослинних олій, змішуючи рослинну олію з водою, яка гідратує лецитин і робить його по суті нерозчинним у рослинній олії, таким чином сприяючи
15 Відокремленню шляхом центрифугування гідратованого лецитину (відомого як камеді) від олії. Відокремлені камеді можна висушувати для отримання лецитину і повторно розчиняти у відповідній харчовій олії для забезпечення лецитину бажаної в'язкості. Переважним лецитином для використання в способі цього винаходу є лецитин у формі рідини.

У деяких варіантах втілення лецитин або камедь може являти собою модифіковані лецитин
20 або камедь. До прикладів модифікованого лецитину відносяться, серед іншого, гідролізований лецитин, ацетильований лецитин і гідроксильований лецитин. Лецитин містить функціональні групи (наприклад, подвійні зв'язки), які роблять його хімічно активним у ряді хімічних реакцій. У контексті цього документа термін «модифікований лецитин» стосується молекул лецитину, модифікованих в результаті реакції однієї або більше функціональних груп (наприклад,
25 подвійних зв'язків) фосфатидів з одним або більше реагентами або ензимами, які модифікують хімічний склад фосфатидів.

У деяких варіантах втілення лецитин є збагаченим фосфатидилхоліном (ФХ). У деяких варіантах втілення лецитин, збагачений ФХ, - це лецитин, який пройшов процес фракціонування і є поділеним на фракції фосфатидилхоліну. Типовим способом фракціонування лецитину є
30 додавання спирту до лецитину для його розділення на фракції з великим і малим вмістом ФХ. Лецитин, збагачений ФХ, отриманий таким чином, являтиме собою збагачений ФХ лецитин із фракціями спирту. У деяких варіантах втілення лецитин, збагачений ФХ, є лецитином, який містить певну кількість фосфатидилхоліну (ФХ), але не є фракціонованим. У деяких варіантах втілення концентрація ФХ у збагаченому ФХ лецитині складає принаймні приблизно 30 % мас.
35 Як буде докладніше описано далі, концентрація ФХ у лецитині базується на фракції лецитину, нерозчинній в ацетоні. Загальновизнано, що лецитин, збагачений ФХ, можна отримувати іншими способами, наприклад, регулюванням рівня рН.

Лецитин може характеризуватися наявною в ньому кількістю фосфатидів, яку можна визначити методом "нерозчинності в ацетоні" (AI). Цей метод визначається Американським
40 об'єднанням хіміків олійножирової промисловості (AOCS) як метод Ja 4-46. Отже, всі типи лецитину можна виразити через відсоткове відношення речовин, нерозчинних в ацетоні. Наприклад, стандартний лецитин на основі сої зазвичай містить приблизно від 62 до 64 % мас. AI; пластичний соєвий лецитин містить щонайменше приблизно від 65 % мас. до 69 % мас. AI. Соевий лецитин із вмістом AI на рівні 62 % зазвичай складається з 12-18 % фосфатидилхоліну
45 (ФХ), 10-15 % фосфатидилетаноламіну (ФЕ), 8-11 % фосфатидилінозиту (ФІ), 3-8 % фосфатидної кислоти, 5-7 % гліколіпідів, 2-3 % стеролів, 5 % вуглеводнів, 36 % тригліцеридів і 1 % води. Фракція AI є теж саме, що й полярна фракція лецитину, і містить фосфоліпіди, гліколіпіди й стероли, і вуглеводні.

У деяких варіантах втілення відсоткове відношення нерозчинних в ацетоні речовин у складі
50 лецитину коливається приблизно від 50 % мас. до 98 % мас. Зазвичай модифікований лецитин містить нерозчинні в ацетоні речовини на рівні приблизно 50 % мас. або вище, наприклад, приблизно 52 % мас. або вище, приблизно 54 % мас. або вище, приблизно 56 % мас. або вище, приблизно 58 % мас. або вище або приблизно 60 % мас. або вище. У деяких варіантах втілення збагаченого ФХ лецитину концентрація ФХ складає принаймні приблизно 30 % мас. від
55 загальної кількості нерозчинних в ацетоні речовин; в інших варіантах втілення концентрація ФХ складає принаймні приблизно 40 % мас. від загальної кількості нерозчинних в ацетоні речовин; принаймні приблизно 50 % мас. від загальної кількості нерозчинних в ацетоні речовин; принаймні приблизно 60 % мас. від загальної кількості нерозчинних в ацетоні речовин; і принаймні приблизно 70 % мас. від загальної кількості нерозчинних в ацетоні речовин. Винахід
60 також стосується камедей із відсотковим відношенням нерозчинних в ацетоні речовин, як було

практично зазначено вище.

Лецитин або камеді все ж таки можуть містити домішки, наприклад, поліароматичні вуглеводні (ПАВ), пестициди, гербіциди, фунгіциди, інсектициди, важкі метали й тверді частки, які треба вилучити. Процес за цим винаходом дозволяє вилучити ці домішки.

Перша стадія процесу за цим винаходом включає перемішування лецитину або камеді з активованим вугіллем для створення дисперсії. Активоване вугілля може адсорбувати домішки, такі як поліароматичні вуглеводні (ПАВ), пестициди, гербіциди, фунгіциди, інсектициди, важкі метали. Активоване вугілля слід перемішувати таким чином, щоб воно ефективно розподілилося в лецитині або камеді протягом достатнього часу, щоб активоване вугілля ввійшло в контакт із домішками й абсорбувало їх. Умови перемішування повинні бути такими, щоб активоване вугілля переважно рівномірно розповсюджувалося у лецитині або камеді й залишилося у дисперсії (не осаджувалося). В одному варіанті втілення на стадії (а) процесу за цим винаходом активоване вугілля змішують із лецитином або камеддю протягом проміжку часу від приблизно 1 години до приблизно 120 годин, переважно від приблизно 2 годин до приблизно 100 годин, навіть більш переважно від приблизно 12 годин до приблизно 72 годин і найбільш переважно від приблизно 24 годин до приблизно 48 годин. Рівномірну дисперсію можна отримати, використовуючи для перемішування, наприклад, лопатеву мішалку за швидкості, наприклад, 100 об/хв.

В одному варіанті втілення активоване вугілля є вугілля у формі порошку. Середній діаметр частки порошку активованого вугілля переважно складає від приблизно 1 мкм до приблизно 100 мкм, більш переважно від приблизно 1 мкм до приблизно 25 мкм. Переважно активоване вугілля у формі порошку містить частки, об'ємний середній діаметр яких складає переважно від 1 мкм до 50 мкм, більш переважно від 10 мкм до 45 мкм, найбільш переважно від 20 мкм до 40 мкм. Під об'ємним середнім діаметром часток розуміється розмір часток, нижче якого міститься 50 % часток (середній розмір часток D50) у сукупному гранулометричному складі (за середнім діаметром часток), що вимірюється лазерним дифракційним аналізатором розміру часток. В іншій конфігурації використовується активоване вугілля у вигляді гранул. Переважно приблизно 90 % гранульованого активованого вугілля за масою містить частки з середнім діаметром від приблизно 0,2 мм до приблизно 4 мм, більш переважно від приблизно 0,3 мм до приблизно 3 мм і найбільш переважно від приблизно 0,4 мм до приблизно 2 мм. Ще в одному варіанті втілення активоване вугілля може мати комбіновану форму - порошкоподібну й гранульовану. Середній діаметр часток активованого вугілля можна встановити за допомогою відомого метода візуалізації з використанням сканувального електронного мікроскопа. Такий мікроскоп дозволяє виміряти найбільшу вимірну відстань між двома точками на зовнішній поверхні частки. Переважно вимірюють принаймні 100 часток. Для підрахунку і виміру діаметра великої кількості часток можна скористатися програмним забезпеченням для аналізу зображень, наприклад Image-Pro Plus від Media Cybernetics.

Активоване вугілля можна змішувати з лецитином або камеддю на рівні від приблизно 0,01 % до приблизно 3 %, переважно від приблизно 0,05 % до приблизно 2 %, ще більш переважно від приблизно 1 % до приблизно 1,5 % від маси лецитину або камеді, відповідно.

В одній модифікації на стадії (а) процесу за цим винаходом температура лецитину або камеді становить від приблизно 10 °C до приблизно 100 °C, переважно від приблизно 10 °C до приблизно 90 °C, більш переважно від приблизно 15 °C до приблизно 80 °C, ще більш переважно від приблизно 30 °C до приблизно 70 °C, найбільш переважно від приблизно 40 °C до приблизно 60 °C.

На стадії (б) процесу органічний розчинник перемішують із дисперсією, отриманою на стадії (а). Переважними органічними розчинниками є гексан, етанол, гептан і толуол. Найбільш переважним органічним розчинником є гексан. Температура органічного розчинника переважно становить від приблизно 1 °C вище температури плавлення до приблизно 1 °C нижче температури кипіння; переважно від приблизно 10 °C до приблизно 60 °C, більш переважно від приблизно 10 °C до приблизно 40 °C, і ще більш переважно це приблизно температура навколишнього середовища.

Органічний розчинник перемішується з дисперсією за масовим співвідношенням лецитину (або камеді) до органічного розчинника від приблизно 6:1 до приблизно 1:30, більш переважно від приблизно 3:1 до приблизно 1:20, ще більш переважно від приблизно 3:2 до приблизно 1:10, найбільш переважно від 1:1 до 1:4. Якщо органічним розчинником є гексан, масове співвідношення лецитину (або камеді) до гексану переважно становить від 2:1 до 1:8, більш переважно від 1:1 до 1:6, найбільш переважно від 1:2 до 1:4. Якщо органічним розчинником є етанол, співвідношення лецитину (або камеді) до етанолу становить переважно від 6:1 до 3:1, більш переважно від 5:1 до 3:1, найбільш переважно приблизно 4:1.

На третій стадії процесу за цим винаходом активоване вугілля (з адсорбованими домішками) й іншими домішками, особливо, твердими частками, нерозчинними в органічному розчиннику, переважно відділяються від лецитину або камеді за одну стадію. Активоване вугілля й домішки переважно вилучають з лецитину або камеді під дією сил тяжіння. До

5 відповідних приладів для сепарації відносяться декантатори (наприклад, GEA Westfalia, модель CA 225, Ельде, Німеччина) і тарілчасті центрифуги/сепаратори (наприклад, GEA Westfalia, модель SC 6, Ельде, Німеччина).

У переважному варіанті втілення активоване вугілля й інші домішки разом з лецитином або камеддю й органічним розчинником подаються до сепараційного приладу на швидкості, яка становить принаймні 10 % від пропускної здатності цього приладу, більш переважно принаймні 30 %, ще більш переважно принаймні 45 %, найбільш переважно принаймні 60 %. Як це не

10 дивно, найкращі результати спостерігалися в умовах підвищених швидкостей подачі. Швидкість подачі переважно становить від 20 до 80 % від пропускної здатності приладу, більш переважно від 30 до 75 %, найбільш переважно від 65 до 70 %.

15 Після цього органічний розчинник переважно вилучають із лецитину, наприклад, способом випарювання, в результаті чого відновлюється лецитин. За бажанням лецитин можна піддати подальшій фільтрації.

У переважному варіанті втілення спосіб очищення лецитину або камеді відповідно до цього винаходу включає наступні стадії:

20 а) змішування лецитину або камеді з активованим вугіллем з отриманням дисперсії;
 б) змішування органічного розчинника, переважно гексану, з дисперсією; потім
 в) відокремлення активованого вугілля й домішок від лецитину або камеді переважно під дією сил тяжіння, внаслідок чого утворюється осад, який містить активоване вугілля й домішки, з подальшим отриманням першого потоку, що містить лецитин або камедь і органічний розчинник; і

25 д) вилучення органічного розчинника з першого потоку в процесі, який включає стадію відганання, переважно з парою, в результаті чого отримуються лецитин або камедь без розчинника, а також потік відходів, який містить воду й органічний розчинник.

Окрім ПАВ, домішки можуть включати інші осад, нерозчинні в органічному розчиннику.

30 У переважному варіанті втілення стадія d) також включає стадію випарювання органічного розчинника з першого потоку. Переважно згадана стадія випарювання включає кілька стадій, а саме випарювання органічного розчинника з першого потоку виконується в дві стадії. Стадія випарювання здійснюється у вакуумі. Стадія відганання може здійснюватися між стадіями випарювання або до або після них.

35 Стадія відганання з парою - відомий спосіб вилучення розчинників із суміші, де пара здебільшого використовується для розрідження паровмісту органічного розчинника на поверхні лецитину або камеді для мінімізації повторної конденсації пари органічного розчинника в лецитині або камеді. Зазвичай для стадії відганання з парою використовують відганальні колонки, наприклад, колонки із структурними або неструктурними насадками, ковпачковими тарілками, а також тарілчастими або кільцевими насадками. Переважно використовують масове співвідношення лецитин (або камедь):пара від 1 до 50, більш переважно від 1,5 до 30, ще більш переважно від 2 до 10, найбільш переважно від 2 до 5. Відганання переважно здійснюють у вакуумі, переважно в умовах тиску від 1 до 15 кПа (від 10 до 150 мбар), ще більш переважно від 2,5 до 10 кПа (від 25 до 100 мбар), найбільш переважно від 5 до 7,5 кПа (від 50 до 75 мбар).

40 Протягом відганання з парою органічний розчинник випаровується, а його пари вловлюються і конденсуються в потік відновленого розчинника, який можна використовувати повторно. Інший потік відходів з'являється в процесі відганання з парою і містить воду й органічний розчинник. Для того, щоб безпечно вивести цей потік відходів у навколишнє середовище, переважним є вилучити органічний розчинник з води в достатній кількості принаймні для того, щоб потік

45 відповідав нормативним вимогам законодавства у сфері охорони навколишнього середовища. Проте процеси обробки відходів зазвичай потребують великих витрат енергії й можуть бути складними в плані реалізації, бо вони зазвичай включають декілька стадій обробки відходів і довгий процес витримки. Однак автори цього винаходу розробили новий спосіб обробки відходів, що можна легко реалізувати як додаткову стадію способу очищення лецитину згідно

50 цього винаходу.

55 Переважно потік відходів, що утворився на згаданій вище стадії d) цього винаходу, і містить воду й органічний розчинник, змішується на наступній стадії e) з парою для нагрівання цього потоку відходів і підвищення його тиску з наступним миттєвим випаровуванням органічного розчинника для отримання потоку стічних вод. Стадію e) можна повторювати, поки концентрація органічного розчинника у стічних водах не буде доведена до бажаного рівня. Переважно стадія

60

е) повторюється принаймні один раз, більш переважно принаймні двічі. Було визначено, що стадія обробки стічних вод дозволяє досягти значного зменшення концентрації органічного розчинника в стічних водах, та, у той же час, цю стадію можна легко додати в спосіб очищення лецитину або камеді цього винаходу в оптимальний спосіб.

Миттєве випаровування органічного розчинника в цьому винаході означає спосіб, у якому потік відходів під тиском зазнає зменшення тиску, наприклад, внаслідок походження через дросельний клапан або інший дросельний пристрій. Миттєве випаровування зазвичай здійснюється в резервуарі, який у цьому документі називається випарним барабаном. Протягом вказаного зменшення тиску у випарному барабані, хоча б частково, а переважно весь потік відходів перетворюється на пару (миттєво випаровується), а потім охолоджується до температури нижче температури конденсації води, але переважно до температури вищої, ніж температура конденсації органічного розчинника. Для збору й конденсації парів органічного розчинника в потік розчинника для повторного використання останнього може бути використаний конденсатор, приєднаний до випарного барабану.

Переважно потік відходів підігрівають за допомогою пари до температури принаймні 100 °C, більш переважно принаймні до 120 °C, найбільш переважно принаймні до 130 °C. Переважно вказана температура не перевищує 150 °C.

Переважно на стадії е) для потоку відходів створюють тиск більший за 0,1 МПа (1 атм.), більш переважно принаймні 0,2 МПа (2 атм.), найбільш переважно 0,3 МПа (3 атм.). Тиск у випарному барабані нижчий, ніж вказаний тиск потоку, і переважно по суті рівний атмосферному тиску.

Температура у випарному барабані, за якої вказаний потік може розширятися (миттєво випаровуватись), складає переважно принаймні 75 °C, більш переважно принаймні 85 °C, найбільш переважно принаймні 95 °C. Переважно вказана температура нижча за 100 °C. У разі, якщо стадія е) повторюється, температура у випарному барабані в другий раз (і наступні рази) повинна бути принаймні 95 °C, більш переважно приблизно 100 °C.

Було встановлено, що, коли в якості органічного розчинника використовувався гексан, було отримане зменшення залишкової концентрації гексану у потоці відходів з 10 000 ч./млн. до не більш ніж 120 ч./млн. Повторення стадії е) дозволяє досягнути залишкової концентрації гексану у потоці стічних вод, меншої ніж 10 ч./млн. Винахід також стосується способу вилучення органічних розчинників, переважно гексану, з води, у ході якого потік води й органічного розчинника змішується з парою для нагрівання й підвищення тиску потоку з наступним миттєвим випаровуванням органічного розчинника для отримання стічних вод, що практично не мають у своєму складі розчинника, і з можливістю повторення процесу для досягнення бажаної залишкової концентрації вказаного розчинника у воді. Вираз "практично вільний від розчинника" у цьому документі означає залишкову концентрацію розчинника, меншу ніж 150 ч./млн., більш переважно меншу, ніж 100 ч./млн., ще більш переважно меншу, ніж 50 ч./млн., найбільш переважно меншу, ніж 10 ч./млн. Переважно цей спосіб вилучення органічного розчинника із води реалізується у межах параметрів і умов, що наведені в цьому документі.

Отримані в ході реалізації способу, описаного в цьому винаході, лецитин або камедь є очищеними й по суті не містять забруднюючих речовин. Зокрема, очищений лецитин по суті не містить ПАВ. "По суті не містить" означає концентрацію вологої маси ПАВ4 у лецитині не більш 10 мкг/кг. "ПАВ4" означає комбінацію наступних хімічних речовин: бензо(а)пірену, бензо(а)антрацену, бензо(б)фторантену й хризену.

У ході реалізації способу, описаного в цьому винаході, також можливо отримувати очищений лецитин або очищену камедь зі вмістом ПАВ4 не більше ніж 1,0 мкг/кг вологої маси, переважно навіть менше ніж 0,5 мкг/кг вологої маси, більш переважно навіть менше ніж 0,3 мкг/кг вологої маси. Переважно рівень бензо(а)пірену в очищеному лецитині менший, ніж 2 мкг/кг вологої маси, більш переважно менший, ніж 1 мкг/кг вологої маси, і ще більш переважно менший, ніж 0,05 мкг/кг вологої маси.

Очищений лецитин або очищена камедь також по суті не містять твердих часток.

Спосіб, що запропонований у цьому винаході, дозволяє вилучити інші забруднюючі речовини, а не тільки ПАВ. Зокрема, очищений лецитин і очищена камедь також переважно по суті не містять пестицидів, гербіцидів, інсектицидів, важких металів і твердих часток.

Очищений лецитин або очищена камедь також переважно по суті не містять органічного розчинника. "По суті не містить органічного розчинника" означає, що рівень концентрації органічного розчинника в лецитині або камеді складає менше ніж приблизно 5000 ч./млн., переважно менше ніж приблизно 3000 ч./млн., якщо в якості розчинника застосовується етанол, і менше ніж приблизно 10 ч./млн., переважно менше ніж приблизно 1 ч./млн., якщо застосовується гексан.

Бажано, щоб отриманий лецитин або камедь мали непрозорість (1 % мас. лецитину в гексані) не більш ніж 100 нефелометричних одиниць каламутності (НОК). У бажаній версії відновлений лецитин є прозорою речовиною, що означає, що при 1 % мас. для гексану означає непрозорість приблизно 10 НОК. Значення у НОК для лецитину може бути виміряне, наприклад, за допомогою нефелометра Nach® Ratio моделі 18900 або 2100. 1 г (+/- 0,01 г) лецитину додається у скляну мензурку, потім додається гексан до рівня 100 мл. Після цього треба добре перемішати розчин. Вимірювальний стакан наповнюється сумішшю й вставляється у турбидиметр. Пристрій видає результат вимірювання, виражений у НОК.

Винахід також відноситься до лецитину, який має у складі кількість нерозчинних у гексані речовин (НГ) у розчині, виміряну при концентрації 40 % лецитину в гексані, щонайбільше 0,1 %, більш переважно щонайбільше 0,01 %, найбільш переважно щонайбільше 0,008 %. Винахід також відноситься до лецитину, що має у складі кількість НГ у розчині, виміряну при концентрації 20 % лецитину в гексані, щонайбільше 0,1 %, більш переважно щонайбільше 0,01 %, ще більш переважно щонайбільше 0,005 %, найбільш переважно щонайбільше 0,003 %. Як відомо винахідникам, на поточний момент така висока концентрація лецитину у розчині гексану з такою низькою кількістю НГ не була отримана жодного разу. Для того, щоб визначити кількість НГ, вказана зразкова кількість була розчинена у гексані й відфільтрована через фільтр із грубою пористістю (пористість С), що був попередньо висушений (наприклад, при температурі більше 100 °С протягом 1 години) і зважена.

У одній версії цей винахід стосується харчових продуктів і корму, які містять очищений лецитин. У найбільш бажаній версії цей винахід стосується харчових продуктів для дітей і корму, які містять очищений лецитин.

ПРИКЛАДИ

Соняшниковий лецитин нагрівали до 50 °С. До лецитину додавали активоване вугілля у спосіб перемішування. Суміш перемішували протягом 19 годин за 50 °С, потім охолоджували до температури навколишнього середовища.

До отриманої дисперсії додавали гексан (співвідношення лецитин:гексан - 20:80).

Суміш перемішували протягом 15 хвилин за кімнатної температури.

Суміш центрифугували за швидкості 4500 об/хв протягом 5 хвилин (центрифуга SIGMA 3К15, ротор 11133).

Зразки висушували й аналізували на вміст ПАВ. Результати представлено в таблиці 1.

Використовували наступне активоване вугілля:

Надтонке (HF): Norit SA 4 PАН HF #94011-7 (Cabot Norit Netherlands B.V.) Ультра: Norit SA Ultra PАН #8024-0 (Cabot Norit Netherlands B.V.) Гранулят: Norit GAC 1240 #602282 (Cabot Norit Netherlands).

Таблиця 1

Зразок	ПАВ (мкг/кг)
Соняшниковий лецитин (контрольний)	Бензо(а)пірен 7,6 ПАВ4 33,8
Соняшниковий лецитин + 0,2 % HF	Бензо(а)пірен < 0,5 ПАВ4 0,78
Соняшниковий лецитин + 0,5 % HF	Бензо(а)пірен < 0,5 ПАВ4 0,78
Соняшниковий лецитин + 0,05 % Ультра	Бензо(а)пірен < 0,5 ПАВ4 2,6
Соняшниковий лецитин + 0,1 % Ультра	Бензо(а)пірен < 0,5 ПАВ4 1,0
Соняшниковий лецитин + 0,2 % Ультра	Бензо(а)пірен < 0,5 ПАВ4 --- (нижче за поріг чутливості)
Соняшниковий лецитин + 0,5 % Ультра	Бензо(а)пірен < 0,5 ПАВ4 --- (нижче за поріг чутливості)
Соняшниковий лецитин + 0,2 % Гранулят	Бензо(а)пірен < 0,5 ПАВ4 --- (нижче за поріг чутливості)

Кількість нерозчинних у гексані речовин (НГ) в отриманих у прикладах зразках лецитину аналізували на ступінь розбавлення лецитину до 40 % мас. і до 20 % мас. гексану, і на дві швидкості подачі суміші в центрифугу. Результати представлено в таблиці 2.

Таблиця 2

Лецитин Концентрація %	Швидкість подачі (% від максимальної швидкості обробки)	НГ %
20	34	0,003
20	68	0,002
20	68	0,001
40	34	0,009
40	68	0,007

Спостерігали значне зниження вилучення ПАВ у порівнянні з контрольним соняшниковим лецитином. Для всіх зразків активоване вугілля відокремлювали від соняшникового лецитину.

5

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб очищення рідкого лецитину, який включає наступні етапи:
 - а) змішування лецитину з активним вуглецем з утворенням дисперсії; потім
 - б) підмішування органічного розчинника в дисперсію; потім
 - в) відділення активного вуглецю і забруднювачів від лецитину, переважно за рахунок використання сил тяжіння.
2. Спосіб за п. 1, в якому на етапі а) лецитин має температуру від 10 до 90 °С, переважно має температуру від 40 до 60 °С.
3. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому активний вуглець змішують з лецитином протягом періоду часу від 1 години до 120 годин.
4. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому активний вуглець є порошкоподібним активним вуглецем.
5. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому активний вуглець змішують з лецитином на рівні від 0,01 до 3 % по масі лецитину.
6. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому органічний розчинник підмішують в дисперсію в співвідношенні лецитину і органічного розчинника від 3:1 до 1:20.
7. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому активний вуглець і забруднювачі відділяють за допомогою тарілкової центрифуги або декантатора.
8. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому органічний розчинник має температуру від 1 °С вище його температури плавлення до 1 °С нижче його температури кипіння, переважно має температуру від 10 до 40 °С.
9. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому органічний розчинник відділяють від лецитину.
10. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, який додатково включає етап фільтрації лецитину.
11. Лецитин в рідкій формі, очищений способом за п. 1, який містить ПАВ4, причому вміст ПАВ4 складає не більше 10 мкг/кг сирової маси ПАВ4.
12. Лецитин за п. 11, де лецитин містить етанол або гексан, причому вміст етанолу складає менше ніж 5000 ч/млн. і причому вміст гексану складає менше ніж 10 ч/млн.
13. Лецитин за п. 11 або 12, де лецитин має каламутність, меншу ніж 100 нефелометричних одиниць каламутності.
14. Лецитин за будь-яким з пунктів 11-13, де лецитин містить нерозчинні в гексані частинки, причому вміст нерозчинних в гексані частинок складає не більше ніж 0,1 %.
15. Продукт харчування або кормовий продукт, який містить лецитин за будь-яким з пп. 11-14, причому вказаний продукт харчування переважно являє собою продукт харчування для дітей грудного віку.

Комп'ютерна верстка Л. Литвиненко

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601