



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **128634** (13) **U**
(51) МПК (2018.01)
A23J 7/00
C12H 1/065 (2006.01)
B04B 3/00

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2018 04488	(72) Винахідник(и): Глух Андрій Ігорович (UA), Глух Ігор Семенович (UA), Дроздов Олексій Леонідович (UA)
(22) Дата подання заявки: 24.04.2018	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.09.2018	(73) Власник(и): Глух Андрій Ігорович, пл. Новокайдакська, 8, кв. 76, м. Дніпро, 49000 (UA), Глух Ігор Семенович, вул. Січових Стрільців, 90-д, кв. 11, м. Дніпро, 49000 (UA), Дроздов Олексій Леонідович, вул. Івана Акінфієва, 15, кв. 14, м. Дніпро, 49000 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.09.2018, Бюл.№ 18	(74) Представник: Білозуб Володимир Володимирович, реєстр. №280

(54) СПОСІБ ВИДІЛЕННЯ ФОСФОЛІПІДІВ ІЗ ФОСФАТИДНОГО КОНЦЕНТРАТУ**(57) Реферат:**

Спосіб виділення фосфоліпідів з фосфатидного концентрату, що включає двостадійну обробку фосфатидного концентрату ацетоном і розділення фаз шляхом центрифугування впродовж заданого часу, де на першій стадії фосфатидний концентрат змішують з ацетоном, при співвідношенні мас. частин 1,0:9,25-10,0, і виділяють фосфоліпіди, при T=25-55 °C, на другій - екстрагують олію та вільні жирні кислоти, причому розділення фаз на першій і другій стадіях здійснюють впродовж 15-20 і 10-15 хв відповідно з використанням осаджувальної центрифуги з фактором розділення часток $\geq 500 g$.

UA 128634 U

Корисна модель належить до готування складів, які вміщують фосфатиди, переважно лецитин, шляхом очищення, розділення, центрифугування та може бути використана у харчовій, олійно-жировій, комбікормовій, біохімічній, фармацевтичній або медичній промисловості при виробництві харчових або лікарських продуктів.

Відомий спосіб виділення фосфоліпідів (лецитину) із фосфатидного концентрату, що включає обробку фосфатидного концентрату ацетоном, при $T=25-55\text{ }^{\circ}\text{C}$ і співвідношенні мас. частин 1,0:3,7-4,0, фільтрацію, екстрагування, при співвідношенні мас. частин фосфоліпідів і ацетону 1,0:5,6-6,6, фільтрацію, промивку фосфоліпідів ацетоном, при співвідношенні мас. частин фосфоліпідів і ацетону 1,0: 0,8-0,94, фільтрацію [1]. Недолік тристадійного процесу полягає в недостатній якості кінцевого продукту, насамперед, з причин невідповідності концентрації нерозчинних фракцій у вихідному вмісті вимогам ТУУ 21.1-38873237-001:2013 (2,6-3,9 % проти 1,5-2,0 %), і недостатнім рівнем екстракції. Це зумовлене різноманітним складом фосфатидного концентрату, насамперед, олії, присутністю в лецитині, отриманого з харчових фосфатидних концентратів СнХ-2, СнВХ-2, СХ-2, СнХ-3, СХ-3 [2], значної кількості волокон целюлози, нерозчинних в органічних розчинниках, не екстрагуючих в ацетоні, та недостатнім опрацюванням співвідношення мас. частин фосфатидного концентрату до ацетону. Поряд із цим, складність розділення фаз і надмірні витрати технологічного часу на фільтрацію фосфоліпідів істотно знижують продуктивність процесу.

Більш наближеним до корисної моделі серед об'єктів аналогічного призначення за найбільшою кількістю істотних ознак є спосіб виділення фосфоліпідів з фосфатидного концентрату, що включає багатадійну обробку фосфатидного концентрату ацетоном і розділення фаз шляхом центрифугування впродовж заданого часу, де на першій стадії фосфатидний концентрат змішують з ацетоном при співвідношенні мас. частин 1,0:9,25-10,0 і виділяють фосфоліпіди, при $T=25-55\text{ }^{\circ}\text{C}$, на другій - екстрагують олію та вільні жирні кислоти, у відповідності з котрим додатково промивають фосфоліпіди, переганяють і виводять ацетоновий екстракт з процесу на третій стадії, застосовуючи центрифугу з факторами розділення ≤ 100 , ≤ 150 , ≤ 200 , впродовж 60-65, 40-45, 30-35 хв, на першій, другій і третій стадіях, відповідно [3]. Розділення фаз фосфоліпідів шляхом центрифугування в заданому технологічному режимі поліпшило якість лецитину, отриманого з харчових фосфатидних концентратів СнХ-2, СнВХ-2, СХ-2, СнХ-3, СХ-3, за рахунок зниження вмісту волокон целюлози за ТУУ 21.1-38873237-001:2013 і опрацювання співвідношення мас. частин фосфатидного концентрату та ацетону. Поряд із цим, застосування центрифуги з факторами розділення $\leq 100-200$ в деякій мірі сприяло зменшенню загального часу фільтрації, а відтак і збільшенню продуктивності. Проте, продуктивність процесу опрацьована недостатнє. Це зумовлене необхідністю здійснення третьої стадії, щодо промивання фосфоліпідів чистим ацетоном, виділення фаз до повного видалення олії та вільних жирних кислот, адже за умов прототипу концентрація рідкої фази (ацетон: масло: вільні жирні кислоти), як показник забруднення лецитину, становить 40-45 % після першої і другої стадій, що стримує можливість скорочення часу фільтрації.

Задача корисної моделі полягає в опрацюванні способу виділення фосфоліпідів із фосфатидного концентрату, застосування котрого сприяло б подальшому підвищенню продуктивності шляхом зменшення загальної тривалості часу фільтрації.

Поставлена задача вирішується тим, що при здійсненні у відомому способі виділення фосфоліпідів з фосфатидного концентрату, що включає двостадійну обробку фосфатидного концентрату ацетоном і розділення фаз шляхом центрифугування впродовж заданого часу, де на першій стадії фосфатидний концентрат змішують з ацетоном, при співвідношенні мас. частин 1,0:9,25-10,0, і виділяють фосфоліпіди, при $T=25-55\text{ }^{\circ}\text{C}$, на другій - екстрагують олію та вільні жирні кислоти, відповідно до корисної моделі, розділення фаз на першій і другій стадіях здійснюють впродовж 15-20 і 10-15 хв, відповідно, з використанням осаджувальної центрифуги, з фактором розділення часток $\geq 500\text{ g}$.

Виключення третьої технологічної стадії, щодо промивання фосфоліпідів чистим ацетоном і виділення фаз шляхом центрифугування, впродовж 30-35 хв, знижує загальну тривалість фільтрації, з можливістю повного видалення олії та вільних жирних кислот.

Використання осаджувальної центрифуги, з фактором розділення часток $\geq 500\text{ g}$, щонайменше, зменшує тривалість розділення фаз на першій і другій стадіях до 15-20 і 10-15 хв, тоді як при застосуванні фільтруючої центрифуги з факторами розділення ≤ 100 і 150 витрачалось 60-65 і 40-45 хв технологічного часу, відповідно.

Розділення фаз на першій стадії впродовж 15-20 хв найбільш доцільне, оскільки при тривалості $< 15\text{ хв}$ вміст рідкої фази сягає 20 %, а при тривалості $> 20\text{ хв}$ - вміст рідкої фази залишається на рівні 10-15 %, що призводить до зменшення продуктивності за рахунок збільшення тривалості процесу.

Розділення фаз на другій стадії впродовж 10-15 хв найбільш оптимальне, оскільки при тривалості <10 хв вміст рідкої фази сягає 20 %, а при тривалості >15 хв - вміст рідкої фази залишається на рівні 10-15 %, що призводить до зменшення продуктивності за рахунок збільшення тривалості процесу також.

Застосування осаджувальної центрифуги з фактором розділення часток ≥ 500 g, щонайменше, зменшує технологічний час і виключає необхідність проведення третьої технологічної стадії. Задана величина фактора центрифуги є оптимальною і достатньою для збільшення продуктивності у ≥ 4 рази за рахунок скорочення тривалості фільтрації.

Концентрація рідкої фази сягає 10-15 %, на завершення першої та другої стадій, тоді як за прототипом вона дорівнює 40-45 %.

Порівняльні характеристики прототипу і запропонованого рішення задачі надані у Табл.

Тож, за сукупністю ознак запропоноване рішення задачі дозволяє підвищити продуктивність, завдяки зменшенню часу фільтрації у ≥ 4 рази й виключенню необхідності проведення третьої технологічної стадії, щодо промивання фосфоліпідів чистим ацетоном і розділення фаз шляхом центрифугування.

За наявністю причинно-наслідкового зв'язку з переверненням вищенаведеного технічного результату сукупність відмітних ознак заявленої корисної моделі є "суттєвою" і "ною" в техніці досліджуваного напрямку, що поширюється на усі випадки її багаторазового використання.

Суть. Спосіб виділення фосфоліпідів з фосфатидного концентрату реалізується на стандартному обладнанні, з використанням промислової осаджувальної центрифуги, з фактором розділення часток ≥ 500 g [4].

При здійсненні способу виділення фосфоліпідів з фосфатидного концентрату на першій стадії сировинний концентрат змішують з ацетоном у співвідношенні мас. частин 1,0:9,25-10,0, при $T=25-55$ °C, впродовж 15-20 хв, і виділяють фосфоліпідів, за допомогою осаджувальної центрифуги, з фактором розділення часток ≥ 500 g. На другій стадії, застосовуючи вищезазначену осаджувальну центрифугу, впродовж 10-15 хв, екстрагують олію та вільні жирні кислоти.

Застосування стаканчикової центрифуги ТВ-600 з фактором розділення ≥ 500 g [5] виключає третю технологічну стадію, а разом із цим, скорочує тривалість фільтрації, збільшує продуктивність процесу у ≥ 4 рази, поліпшуючи чистоту кінцевого продукту, завдяки зниженню концентрації рідкої фази (ацетон: масло: вільні жирні кислоти) до 10-15 %, на завершення першої та другої стадій.

Приклад 1.

Крізь фільтрувальну тканину Бельтінг (артикул 2030, ГОСТ 332), на воронці Бюхнера, фільтрували 100 г фосфатидного концентрату марки СХ-1 (фосфатидів - 60 %, нерозчинних в етиловому ефірі - 1,48 %), підігрітого до $T=67$ °C водою з термостату. Через 10 хв процес фільтрації завершували, отримуючи 98,44 г фосфатидного концентрату. До 98,44 г відфільтрованого фосфатидного концентрату додавали 400 г (506 мл) ацетону, нагрівали суміш до $T=45$ °C, яку перемішували впродовж 5 хв. Суспензію охолоджували до кімнатної T °C і подавали у центрифугу, з фактором відокремлення 100 g. Через 60-65 хв процес завершували, одержуючи 73,3 г осаду. До 73,3 г осаду додавали 494 г (625 мл) ацетону, нагрівали суміш до $T=45$ °C та перемішували її інтенсивно впродовж 5 хв. Суспензію охолоджували до кімнатної T °C, подавали у центрифугу з фактором розділення 150 g. Через 40-45 хв процес завершували, одержуючи 68,3 г осаду. До 68,3 г осаду додавали 65,7 г (83 мл) ацетону, суміш інтенсивно перемішували при кімнатній T °C, впродовж 5 хв і подавали у центрифугу з фактором розділення 200 g. Через 30-35 хв процес завершували. Осад висушували під вакуумом при $T=30-35$ °C, просіювали його через сито з 0 пор 1 мм і одержували 56,74 г порошкоподібних фосфоліпідів, жовто-коричневого кольору. Ацетоновий екстракт переганяли на лабораторній перегінній установці. Після відгонки ацетону одержували 41,7 г залишку, що містив тригліцериди, жирні кислоти та сліди води. Загальні витрати ацетону складали 959,7 г (1214 мл). За наведеним прикладом час розділення фаз становив 130-145 хв.

Приклад 2.

100 г фосфатидного концентрату марки СХ-1 (фосфатидів - 60 %, нерозчинних в етиловому ефірі - 1,48 %), підігрітого до $T=67$ °C, фільтрували крізь фільтрувальну тканину Бельтінг (артикул 2030, ГОСТ 332) на воронці Бюхнера, підігрітому водою з термостату $T=67$ °C. Через 10 хв процес фільтрації завершували, отримуючи 98,44 г фосфатидного концентрату. До 98,44 г відфільтрованого фосфатидного концентрату додавали 400 г (506 мл) ацетону, суміш нагрівали до $T=45$ °C та інтенсивно перемішували впродовж 5 хв. Суспензію охолоджували до кімнатної T °C і подавали у центрифугу з фактором розділення 500 g. Через 15-20 хв процес завершували, одержуючи 67,9 г осаду. До 67,9 г осаду додавали 494 г (625 мл) ацетону, суміш нагрівали до

T=45 °C та перемішували інтенсивно, впродовж 5 хв. Суспензію охолоджували до кімнатної T °C і подавали її у центрифугу, з фактором розділення 500 g. Через 10-15 хв процес завершували. Одержували 65,3 г осаду, який висушували під вакуумом при T=30-35 °C, просіювали через сито з 0 пор 1 мм і одержували 56,74 г порошкоподібних фосфоліпідів, жовто-коричневого кольору.

5 Ацетоновий екстракт переганяли на лабораторній перегінній установці. Після відгонки ацетону одержували 41,7 г залишку, що містив тригліцериди, жирні кислоти, сліди вологи. Загальні витрати ацетону складали 894 г (1131 мл). За наведеним прикладом час розділення фаз становив 25-35 хв, тобто у 4 рази менший, ніж за прототипом.

Приклад 3.

10 100 г фосфатидного концентрату марки СХ-1 (фосфатидів - 60 %, нерозчинних в етиловому ефірі - 1,48 %), підігрітого до T=67 °C, фільтрували крізь фільтрувальну тканину Бельтінг (артикул 2030, ГОСТ 332) на воронці Бюхнера, підігрітою водою з термостату, T=67 °C. Через 10 хв процес фільтрації завершували, отримуючи 98,44 г фосфатидного концентрату. До 98,44 г відфільтрованого фосфатидного концентрату додавали 400 г (506 мл) ацетону, суміш нагрівали до T=45 °C і перемішували інтенсивно впродовж 5 хв. Суспензію охолоджували до кімнатної T °C і подавали у центрифугу з фактором розділення 1250 g. Через 15-20 хв процес завершували, одержуючи 62,4 г осаду. До 62,4 г осаду додавали 494 г (625 мл) ацетону, суміш нагрівали до T=45 °C і перемішували її інтенсивно, впродовж 5 хв. Суспензію охолоджували до кімнатної T °C і подавали її у центрифугу з фактором відокремлення 1250 g. Через 10-15 хв процес завершували, одержуючи 60,3 г осаду. Осад висушували під вакуумом, при T=30-35 °C, просіювали його через сито з 0 пор 1 мм і одержували 56,74 г порошкоподібних фосфоліпідів жовто-коричневого кольору. Ацетоновий екстракт переганяли на лабораторній перегінній установці. Після відгонки ацетону одержували 41,7 г залишку, що містив тригліцериди, жирні кислоти та сліди вологи. Загальні витрати ацетону складали 894 г (1131 мл). За цим прикладом

20 час розділення фаз сягав 25-35 хв, тобто у ≥ 4 рази меншим, ніж з прототипом.

25

Запропоноване рішення задачі відповідає умові "промислова придатність", сучасним стандартам, перевершує досягнення об'єктів минулого покоління та набуває корисності у виробництві продуктів харчової, олійножирової, комбікормової, медичної, фармацевтичної або біохімічної промисловості.

30

Таблиця

Порівняльні характеристики прототипу і пропонованого рішення задачі

Найменування показників	Прототип	Пропоноване рішення задачі
	Сировина Запорізького ОЕЗ	
Зовнішній вигляд	Сипуча порошкоподібна маса без сторонніх включень	
Запах і смак	Без запаху, несмачний	
Колір	Жовто-коричневий	
Масова частка вологи, %	1,2	1,2
Масова частка олії, %	1,5	1,5
Масова частка речовин, нерозчинних у етиловому ефірі, %	0,18	0,18
Масова частка фосфоліпідів, %	97,12	97,12
Тривалість фільтрації, хв/цикл	140-145	25-35
Продуктивність, кг/годин	4,17	17,2

Джерела інформації:

1. Спосіб виділення фосфоліпідів із фосфатидного концентрату: Пат. 81822 України; МПК: C07F 9/10, A23J 7/00, A23D 9/00 /Гаманухо В.І., Глух А.І., Глух І.С. (Україна); ЗАТ "ДО ІРЕА" (Україна). - № а200600888; заявл. 01.02.06; опубл. 15.10.08.

35

2. СОУ 15.4-37-212:2004. Концентрати фосфатидні. Технічні умови.

3. Спосіб виділення фосфоліпідів із фосфатидного концентрату: Пат. 90511 України; МПК A23J 7/00, C12H 1/065 /Глух І.С., Глух А.І., Шульга С.М., Дроздов О.Л. (Україна). - № u201400495; заявл. 20.01.14; опубл. 26.05. 14.

40 4. Промислові центрифуги України: <http://frunze.com.ua>.

5. С.М. Шульга, А.И. Глух, И.С. Глух, А.Л. Дроздов, О.И. Школа. Разработка технологии получения сухого лецитина из фосфатидного концентрата подсолнечника. Наука та інновації, 2012. - Т.8. - № 5. - С. 62-71.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб виділення фосфоліпідів з фосфатидного концентрату, що включає двостадійну обробку фосфатидного концентрату ацетоном і розділення фаз шляхом центрифугування впродовж заданого часу, де на першій стадії фосфатидний концентрат змішують з ацетоном, при співвідношенні мас. частин 1,0:9,25-10,0, і виділяють фосфоліпіди, при $T=25-55\text{ }^{\circ}\text{C}$, на другій - екстрагують олію та вільні жирні кислоти, який **відрізняється** тим, що розділення фаз на першій і другій стадіях здійснюють впродовж 15-20 і 10-15 хв відповідно з використанням осаджувальної центрифуги з фактором розділення часток $\geq 500\text{ g}$.

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