



УКРАЇНА

(19) UA (11) 30782 (13) A

(51) 6 C01D3/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ КОНЦЕНТРАТУ КАРОТИНУ В ЖИРІ ЧИ ОЛІЇ З ВОДОРОСТІ, ЩО ВЕГЕТУЄ У СОЛЯНИХ ОЗЕРАХ ТА БАСЕЙНАХ

(21) 98062845

(22) 02.06.1998

(24) 15.12.2000

(33) UA

(46) 15.12.2000, Бюл. № 7, 2000 р.

(72) Бакланов Олександр Миколайович, Бакланова Лариса Володимирівна, Чмиленко Федір Олександрович

(73) УКРАЇНСЬКИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ СОЛЯНОЇ ПРОМИСЛОВОСТІ (УКРНДІ-СІЛЬ)

(57) Спосіб одержання концентрату каротину в жирі чи олії з водорості, що вегетує у соляних озерах та басейнах, який включає руйнування водорості, співсаджень каротину з гідроксидами алюмінію

чи заліза, зневоднення та екстракцію каротину з одержаного концентрату олією чи жиром або ізопропанолом з подальшим переведенням каротину у розчин олії, який відрізняється тим, що для руйнування водорості використовують вплив ультразвуку частотою 18-44 кГц, інтенсивністю ≥ 4 Вт/см² на протязі ≥ 3 хв., а співсаджень ведуть на колекторі на основі гідроксиду магнію з інтенсифікацією ультразвуком частотою 18-44 кГц, інтенсивністю $\geq 1,5$ Вт/см² на протязі ≥ 30 с, екстракцію каротину з одержаного концентрату ведуть олією або жиром при 50-80°C з інтенсифікацією ультразвуком частотою 18-44 кГц, інтенсивністю від 0,5 до 1,5 Вт/см² на протязі ≥ 4 хв.

Винахід відноситься до способів одержання концентрату каротину в жирі чи олії, та може бути використаний у харчовій промисловості.

Відомий спосіб одержання каротину з моркви та гарбуза (Шнайдман Л.О. Производство витаминов. М.: "Пищевая промышленность", 1973. 438 с.). Недоліком способу є необхідність переробки значної кількості продукту (для вироблення 1 кг каротину треба переробити 15 т моркви) та велика, в зв'язку з цим, собівартість.

Є також спосіб одержання каротину з біомаси гриба "Blakeslea trispora" (а.с. СССР № 267816 від 24.06.1968, А61 к, кл. 30h 2/20 / "Способ получения масляного концентрата каротина"). Однак і цей спосіб має також велику собівартість. Крім того, недоліком способу є використання органічних реактивів, які є токсичними (діхлоретан, метилхлорид).

Найбільш близьким до способу, що пропонується (прототип), є спосіб одержання розчинів каротину у жирі чи олії з водорості "Dunaliella salina", що вегетує у соляних озерах та басейнах, який включає руйнування водорості дезінтегруванням, співсаджень каротину з гідроксидами алюмінію чи заліза, зневоднення та екстракцію каротину з одержаного концентрату олією чи жиром або ізопропанолом з подальшим переведенням каротину у розчин олії (Гелескул Ю.Ф. Технология производства препаратов каротина из водоросли соленых водоемов "Dunaliella salina" для животновод-

ства и пищевой промышленности // Хим. технология. 1962. № 6. с. 40-42). Недоліком способу є невелика (30-50%) ступінь витягнення каротину. Крім того, даний спосіб потребує використання великої кількості солей заліза чи алюмінію та громіздкого обладнання.

В основі винаходу поставлено задачу створення способу одержання концентрату каротину в жирі чи олії з водорості, що вегетує у соляних озерах та басейнах, в якому для руйнування водорості використовують дію ультразвуку частотою 18-44 кГц, інтенсивністю ≥ 4 Вт/см² протягом ≥ 3 хв., а співсаджень ведуть на колекторі на основі гідроксиду магнію з інтенсифікацією ультразвуком частотою 18-44 кГц, інтенсивністю $\geq 1,5$ Вт/см² протягом 30 с, що забезпечує збільшення виходу каротину з 38-53% до 97-99%, при зменшенні затрат часу та кількості хімічних реактивів.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі одержання концентрату каротину в жирі чи олії з водорості, що вегетує у соляних озерах та басейнах, який включає руйнування водорості, співсаджень каротину з гідроксидами алюмінію чи заліза, зневоднення та екстракцію каротину з одержаного концентрату олією чи жиром або ізопропанолом з подальшим переведенням каротину у розчин олії, для руйнування водорості використовують вплив ультразвуком частотою 18-44 кГц, інтенсивністю ≥ 4 Вт/см² протягом ≥ 3 хв., а співсаджень ведуть на колекторі на основі гідроксиду

(19) UA (11) 30782 (13) A

магнію з інтенсифікацією ультразвуком частотою 18-44 кГц, інтенсивністю $\geq 1,5$ Вт/см² протягом ≥ 30 с, екстракцію каротину з одержаного концентрату ведуть олією або жиром при 50-80°C з інтенсифікацією ультразвуком частотою 18-44 кГц, інтенсивністю від 0,5 до 1,5 Вт/см² протягом ≥ 4 хв.

Руйнування водорості необхідно для того, щоб зробити каротин, який міститься у клітинах водорості, доступним для екстрагування. Для цього використовують осмотичний спосіб руйнування водорості (розбавлення розсолу водою) або дезинтегрування - найбільш ефективний механічний спосіб руйнування. Використання ультразвуку для руйнування водорості обумовлено тим, що ультразвуковий спосіб руйнування є більш ефективним ніж механічний. У табл. 1 наведені результати дослідів, які показують, що використання ультразвуку дозволяє збільшити ступінь витягнення каротину з 60-80% до 90-100%. Оптимальними параметрами ультразвуку при руйнуванні водорості є частота 18-44 кГц, інтенсивність ≥ 4 Вт/см², час дії ≥ 3 хв (табл. 2).

Використання у якості колектору для співосадження каротину гідроксиду магнію обумовлено наступним. У розсолах соляних басейнів півдня України вміст магнію - 2-4%, вміст кальцію - 0,07-0,5%, а вміст заліза не перевищує 0,0002%. Це дає можливість для отримання колектору на основі гідроксиду магнію введенням тільки лугу, без введення солей. Крім того, використання колектору - гідроксиду магнію дозволяє отримувати майже таку ступінь співосадження каротину, як і при використанні колекторів - гідроксиду заліза та гідроксиду алюмінію (табл. 3). В оптимальних умовах ступінь співосадження каротину не перевищує 88% (табл. 3) при використанні будь-якого колектору. Інтенсифікація співосадження дією ультразвуку частотою 18-44 кГц, інтенсивністю $\geq 1,5$ Вт/см² протягом 30 с дозволяє збільшити ступінь співосадження каротину з 87-88% до 98-99% (табл. 4). Ступінь витягнення каротину екстрагу-

ванням гарячою олією з концентрату (отриманого після співосадження, промивання та зневоднення), який містить більш 0,4% каротину становить не більше 72%, а з концентрату, який містить 0,1-0,4% - не більше 67% (табл. 5). Крім того, такий процес потребує багато часу, не менше 2-4 годин. Екстракція каротину з концентрату олією (50-80°C) дією ультразвуку частотою 18-44 кГц, інтенсивністю від 0,5 до 1,5 Вт/см² протягом ≥ 4 хв дозволяє збільшити ступінь витягнення каротину до 98-100% (табл. 5). При екстрагуванні каротину олією з температурою $< 50^\circ\text{C}$ ступінь витягнення каротину становить $< 96\%$, а при екстрагуванні каротину олією з температурою $> 80^\circ\text{C}$ ступінь витягнення каротину зменшується (табл. 5).

Таким чином, реалізація способу отримання концентрату каротину в жири чи олії, що пропонується, дозволяє у порівнянні зі способом за прототипом значно збільшити ступінь витягнення каротину та збільшити загальний вихід каротину (табл. 6).

Для кращого розуміння винаходу, що пропонується, наводимо такий приклад.

Приклад

2000 см³ розсолу обробляють ультразвуком частотою 18-44 кГц, інтенсивністю ≥ 4 Вт/см² протягом ≥ 3 хв. Далі вводять 10 см³ розчину гідроксиду натрію (3 моль-дм³), обробляють ультразвуком частотою 18-44 кГц, інтенсивністю $\geq 1,5$ Вт/см² протягом ≥ 30 с. Дають осад осісти. Відокремлюють осад сифонуванням та центрифугуванням. Осад двічі промивають дистильованою водою. Після кожної промивки воду віддаляють центрифугуванням. Приливають 10 см³ гарячої олії (50-80°C) або гарячого технічного жиру (50-80°C) та екстрагують каротин дією ультразвукових коливань частотою 18-44 кГц, інтенсивністю від 0,5 до 1,5 Вт/см² протягом ≥ 4 хв. Екстрагування повторюють ще раз, екстракти об'єднують. Таким чином отримують розчин каротину концентрацією ≥ 4 г/дм³. Результати дослідів наведені у табл. 1-6.

Таблиця 1

Вміст каротину в каротиновому концентраті, одержаному після його співосадження гідроксидом заліза та центрифугування в залежності від способу руйнування водорості

Проба	Вміст каротину, % залежності від способу руйнування водорості			
	без руйнув.	осмотичне	дезинтегр.	ультразв.
1)	0,025	0,105	0,178	0,265
2)	0,045	0,156	0,259	0,394
1)*	0,037	0,155	0,237	0,355
2)*	0,050	0,245	0,359	0,505

В таблиці представлені усереднені результати шести дослідів.

1), 2) - концентрат виготовлений з розсолу Генічеського солезаводу.

1)*, 2)* - концентрат виготовлений з розсолу Геройського солезаводу.

1), 1)* - проби розсолу одбиралися у зоні мінімально-можливого вмісту каротину (в середині басейну).

2), 2)* - проби розсолу одбиралися у зоні максимально-можливого вмісту каротину (біля кута басейну).

Вміст каротину визначали згідно з методикою, описаною в роботі Солов'єва Е.И. "Лабораторный контроль консервного, овощесушильного и пищевого концентратного производства". - М.: Пищевая промышленность. 1974. - 279 с.

Таблиця 2

Вплив параметрів ультразвуку на ступінь витягнення каротину при руйнуванні водорості

Іnten. УЗ, вт/см ²	Ступ. витягнен- ня, %	Частота УЗ, кГц	Ступ. витягнен- ня, %	Час дії УЗ, хв.	Ступ. витягнен- ня, %
2,5	26	17	80	1,0	56
3,0	38	18	98	2,0	80
3,5	92	22	100	3,0	93
4,0	98	44	99	4,0	98
4,5	100	45	97	5,0	100
5,0	100	46	96	6,0	100

У таблиці наведені усереднені результати шести дослідів.

При вивченні впливу інтенсивності ультразвуку інші параметри були такі - частота 22 кГц, час дії - 5 хв.

При вивченні впливу частоти ультразвуку інші параметри були такі - інтенсивність - 5,0 вт/см², час дії - 5 хв.

При вивченні впливу часу дії ультразвуку інші параметри були такі - частота - 22 кГц, інтенсивність - 5,0 вт/см².

У табл. 3 наведені усереднені результати шести дослідів.

Таблиця 3

Вплив концентрації хлориду натрію, кількості колектору, рН розчину, часу контакту осаду з розчином на ступінь співосадження каротину

Колектор	Концент хлориду натрію, г/дм ³	Ступ. співоса- дження, %	К-сть колект. ммоль дм ³	Ступ. співоса- дження, %	рН	Ступ. співоса- дження, %	Час дії, хв.	Ступ. співоса- дження, %
Гідроксид магнію	100	88	5	75	8	35	2	70
	150	88	6	80	9	71	4	75
	200	88	7	84	10	85	6	82
	250	87	8	87	11	87	8	85
	300	87	9	87	12	87	10	87
	350	83	10	87	13	85	12	87
Гідроксид заліза	380	70	11	87	14	84	14	87
	100	89	2	62	4	88	2	74
	150	89	3	75	5	88	4	78
	200	88	4	85	7	88	6	84
	250	88	5	88	8	87	8	88
	300	87	6	88	10	85	10	88
Гідроксид алюмінію	350	84	7	88	12	78	12	88
	380	60	10	88	14	49	14	88
	100	89	2	70	4	87	2	75
	150	89	3	79	5	88	4	80
	200	89	4	87	7	88	6	87
	250	88	5	88	8	83	8	88
	300	87	6	88	10	35	10	88
	350	83	7	88	12	11	12	88
	380	60	10	88	14	5	14	88

Таблиця 4

Вплив параметрів ультразвуку на ступінь співосадження каротину з гідроксидом магнію

Іnten. УЗ, вт/см ²	Ступінь співосадж., %	Частота УЗ, кГц	Ступінь співосадж., %	Час дії УЗ, с	Ступінь співосадж., %
0,5	36	17	80	15	80
1,0	88	18	98	20	83
1,5	98	22	99	25	95
2,0	99	44	99	30	98
2,5	99	45	97	35	99
3,0	99	47	97	40	99

У таблиці наведені усереднені результати шести дослідів.

Концентрація хлориду натрію - 250 г/дм³, кількість колектору 8 ммоль/дм³, рН розчину - 11.

При вивченні впливу інтенсивності ультразвуку інші параметри були такі - частота 22 кГц, час дії - 35 с.

При вивченні впливу частоти ультразвуку інші параметри були такі - інтенсивність - 2,0 Вт/см², час дії - 35 с.

При вивченні впливу часу дії ультразвуку інші параметри були такі - частота - 22 кГц, інтенсивність - 2,0 Вт/см².

Таблиця 5

Порівняння ефективності ультразвукового та механічного способів екстракції каротину з каротинового концентрату

Температура, °C	Ступінь витягнення каротину, %											
	Ультразвуковий спосіб						Механічний спосіб					
	Вміст каротину в конц., %						Вміст каротину в конц., %					
	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6
30	93	93	93	95	95	96	14	20	29	35	48	56
40	95	96	95	96	96	96	15	21	34	49	54	62
50	98	98	98	98	99	99	20	38	50	65	69	69
60	98	98	99	99	100	100	20	38	51	65	68	70
70	99	99	100	100	100	100	22	39	51	66	68	70
80	98	98	98	98	99	99	21	40	50	67	69	70
90	56	67	70	78	79	89	14	26	41	50	55	59
100	34	38	44	47	59	76	05	15	23	29	32	37

У таблиці наведені усереднені результати шести дослідів.

При механічному способі - час екстрагування - 4 год., швидкість перемішування - 5000 об/хв.

При ультразвуковому способі екстрагування - частота ультразвуку - 22 кГц, інтенсивність - 5,0 Вт/см², час дії - 5 хв.

Таблиця 6

Порівняння одержання розчину каротину в олії чи жири за прототипом та способом, що пропонується

Проба	Вміст каротину, % в залежності від способу виготовлення (ВК, %), та загальний вихід, % (З В, %)			
	Спосіб, що пропонується		Спосіб за прототипом	
	ВК, %	З В, %	ВК, %	З В, %
1)	2,54	97	0,98	38
2)	3,90	98	1,83	46
1)*	3,55	98	1,61	45
2)*	5,07	99	2,71	53

У таблиці представлені усереднені результати шести дослідів.

1), 2) - концентрат виготовлений з розсолу Генічеського солезаводу.

1)*, 2)* концентрат виготовлений з розсолу Геройського солезаводу.

1), 1)* - проби розсолу одбиралися у зоні мінімально-можливого вмісту каротину (в середині басейну).

2), 2)* - проби розсолу одбиралися у зоні максимально-можливого вмісту каротину (біля кута басейну).

Для виготовлення розчину каротину в олії чи жири за прототипом та способом, що пропонується, використовували одну й ту ж пробу розсолу.

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2002 р. Формат 60х84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22
