



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 119 758** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁶ **A 23 L 1/10, 1/308, C 08 B 37/14**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 94030463/13, 16.11.1992

(46) Дата публикации: 10.10.1998

(51) Ссылки: EP, 0371493, A1, 06.06.90. US, 4927654, A, 22.05.90. SU, 1836033, A, 23.08.93. Петрушевский В.В. и др. О технологии производства пищевой кукурузной клетчатки - в Сб. научн. тр. "Пищевые волокна в рациональном питании человека". - М.: ВНПО "Зернопродукт", 1989, с. 17 - 18.

(86) Заявка РСТ:
GB 92/02122 (16.11.92)

(71) Заявитель:
СПС Интернэшнл Инк. (US)

(72) Изобретатель: Родерик Норман Гриншилдс (GB),
Артис Лливелин Рис (GB)

(73) Патентообладатель:
СПС Интернэшнл Инк. (US)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦЕЛЛЮЛОЗОСОДЕРЖАЩЕГО ЗЕРНОВОГО ЭКСТРАКТА

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения целлюлозосодержащего зернового экстракта. Способ включает помол зернового материала, суспендирование помолотого зернового материала в водной жидкости, обработку полученной суспензии щелочью и отделением твердых веществ. Полученные

твердые вещества обрабатывают пероксидом водорода при значении рН, равном 12-13, значение рН обработанных твердых веществ понижают до уровня 5-7 и твердые вещества промывают. Способ обеспечивает эффективное получение как растворимой, так и не растворимой фракции гемицеллюлозы. 12 з.п.ф-лы.

RU 2 119 758 C 1

RU 2 119 758 C 1



(19) **RU**⁽¹¹⁾ **2 119 758**⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁶ **A 23 L 1/10, 1/308, C 08 B**
37/14

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 94030463/13, 16.11.1992

(46) Date of publication: 10.10.1998

(86) PCT application:
GB 92/02122 (16.11.92)

(71) Applicant:
SPS Internehshnl Ink. (US)

(72) Inventor: Roderik Norman Grinshilds (GB),
Artis Llivelin Ris (GB)

(73) Proprietor:
SPS Internehshnl Ink. (US)

(54) **METHOD FOR PRODUCTION OF CELLULOSE-CONTAINING GRAIN EXTRACT**

(57) Abstract:

FIELD: methods of producing cellulose-containing grain extract.
SUBSTANCE: method involves milling of grain material, its suspending in aqueous liquid, treating of prepared suspension with alkali and separating of hard substances. Produced

hard substances are treated with hydrogen peroxide at pH=12-13, and pH meaning is reduced up to 5-7, and hard substances are washed. EFFECT: effective production of soluble as well as insoluble fraction of hemicellulose. 13 cl

RU 2 119 758 C 1

RU 2 119 758 C 1

Изобретение относится к способу получения целлюлозосодержащего зернового экстракта.

Использование целлюлозосодержащих зерновых экстрактов в качестве наполнителей в пищевых продуктах хорошо известно. Известны различные способы получения таких экстрактов. Так, в патенте США 4927654 раскрыт способ получения экстракта гемицеллюлозы из делигнифицированных растительных волокон, таких, как отруби зерновых, посредством экстрагирования растительных волокон раствором гидроксида натрия и подкисления полученной смеси для осаждения первой фракции гемицеллюлозы. Вторую фракцию гемицеллюлозы осаждают из полученного фильтрата добавлением этанола.

Другой известный способ согласно EP 0371493, кл. А 61 К 9/20, 1990, предусматривает стадии помола зернового материала, суспендирования помолотого зернового материала в водной жидкости, обработки полученной суспензии щелочью и отделение твердых веществ в полученной смеси. Хотя по этому известному способу может быть получена фракция нерастворимой целлюлозы в виде побочного продукта, все-таки задачей указанного способа является получение экстракта растворимой гемицеллюлозы.

Задачей изобретения является создание эффективного способа получения не только растворителей, но и нерастворимой целлюлозосодержащей фракции зернового экстракта.

Поставленная задача достигается тем, что в способе вышеупомянутого, в связи с указанной EP заявкой, типа, твердые вещества дополнительно обрабатывают пероксидом водорода при значении pH, равном 12 - 13, значение pH обработанных твердых веществ понижают до уровня 5 - 7 и твердые вещества промывают.

Предпочтительно обработку твердых веществ пероксидом водорода проводят путем повторного суспендирования отделенных твердых веществ в жидкости, повышения значения pH образующейся суспензии, обработки ее пероксидом водорода, понижения значения pH суспензии до 7 и отделения твердых веществ от смеси.

Обычно суспензия содержит от 2 до 5 вес.% отделенных твердых веществ.

Предпочтительно при обработке суспензии пероксид водорода используют в количестве 15 - 20 вес.% от массы нерастворимых веществ, а суспензию выдерживают при температуре 70 - 80°C в течение 2 - 5 часов.

Понижение значения pH суспензии предпочтительно осуществляют соляной кислотой, а отделение твердых веществ от смеси - фильтрованием.

Отделение твердых веществ от жидкости до обработки их пероксидом водорода также удобно осуществлять фильтрованием.

Предпочтительным зерновым материалом является шелуха или отруби зерна. Зерно обычно представляет собой кукурузу или пшеницу. Таким образом, наиболее предпочтительно использовать такой материал, как кукурузные отруби. Другими подходящими зерновыми являются рожь, ячмень, рис, овес, а также солод или

солодовые ростки. Измельченный зерновой материал можно отсортировать воздухом или просеять для удаления крахмала. Крахмал можно удалить из сырья также ферментативной обработкой, например, диатазой (альфа- или бета-амилазой).

Суспензия, образующаяся при суспендировании помолотого материала, предпочтительно должна содержать от 5 до 10 вес./об.% сухого помолотого зернового материала. Обычно размол материала ведут до размера частиц 50 - 250 мкм, предпочтительно от 80 до 180 мкм.

При вышеупомянутой обработке суспендированного помолотого зернового материала щелочью в качестве щелочи предпочтительно используют гидроксид калия в таком количестве, чтобы его концентрация в реакционной смеси составляла по меньшей мере 4 вес./об.%, а полученную смесь выдерживают при повышенной температуре до тех пор, пока не начнется быстрое увеличение вязкости. Кроме того, при проведении щелочной обработки могут использоваться и многие другие щелочные соединения, такие, как гидроксиды металлов, например натрия, или карбонаты металлов, например натрия или кальция. Когда в предпочтительном варианте выполнения в смесь добавляют гидроксид калия в твердой форме, смесь можно перемешивать для лучшего растворения щелочи, при этом цвет смеси будет изменяться до ярко-желтого или оранжевого.

Предпочтительно полученную смесь выдерживают при 70 - 80°C в течение 1,5 - 2,5 часов или до тех пор, пока не будет отмечено быстрое увеличение вязкости смеси.

В обработанную щелочью смесь затем добавляют кислоту, например разбавленную или неразбавленную соляную кислоту, для понижения значения pH до уровня 5 - 7. Этот процесс может сопровождаться видимым ослаблением цвета и помутнением материала.

Нерастворимый материал отделяют фильтрованием через фильтр грубой очистки, например, в лабораторных условиях - через фильтр марки О из пористого стекла, а в масштабах производства - через пластмассовое сито с ячейками 5 - 50 мкм, с приложением слабого вакуума либо с центрифугированием.

Нерастворимый материал затем промывают теплой водой, чтобы лучше удалить растворимый экстракт. Данный способ обеспечивает выход порядка 45 - 55% от сухой массы сырьевого материала.

Нерастворимый материал, отделенный от смеси фильтрованием, ресуспендируют в воде с получением 2 - 5%-ной, предпочтительно 2,5 - 3%-ной водной суспензии, а затем устанавливают значение pH суспензии на уровне 12 - 13, предпочтительно 12,2 - 12,5, добавлением раствора гидроксида калия, обычно имеющего концентрацию 40 вес./об.%.

После повышения температуры до 70 - 75 °C в резервуаре с непрямым нагреванием в суспензию добавляют 30 или 10 об.%-ный пероксид водорода в таком количестве, чтобы чистый пероксид водорода составил 15 - 20% от массы сухого нерастворимого материала. Реакционную смесь затем выдерживают при

слабом перемешивании при повышенной температуре, предпочтительно при 70 - 80°C, например при 70 - 75°C, в течение 2 - 5 часов, например 3 - 4 часов. Объем резервуара должен учитывать 20%-ное пенообразование после добавления пероксида водорода. На этой стадии суспензию можно без ущерба оставить на несколько дней.

После реакции с пероксидом водорода pH суспензии понижают до 7 и ниже, например до уровня 5,5 - 6,0, кислотой, такой, как соляная кислота. Растворенные вещества удаляют фильтрованием с приложением слабого вакуума (в лабораторных условиях - на фильтре марки О из пористого стекла, а в производственных масштабах - на пластмассовом сите с ячейками размером 50 - 250 мкм).

Нерастворимый материал промывают на фильтре, предпочтительно тремя или более объемами воды. Промытый материал может направляться на хранение в стерильных условиях или его можно суспендировать и высушить распылением.

Полученный экстракт можно использовать в качестве наполнителя в пищевых продуктах, кроме того, этот экстракт обладает липомиметическими (жироподобными) свойствами.

Экстракт гemicеллюлозы, полученный способом по изобретению, может быть очищен следующим образом:

1) экстракт объединяют с промывными водами, разбавляя его таким образом, чтобы содержание твердого материала составило 2,5 вес./об.%, и

2) разбавленный экстракт направляют в ультрафильтрационный аппарат с касательным потоком при следующих уровнях испытания (в опытном масштабе);

Исходный объем - 100 л

Площадь мембраны - 6 м

Конфигурация мембраны - Параллельные трубы

Тип мембраны - Полисульфон 15000

Средняя скорость потока - 9-10 л.м⁻² ч⁻¹

Время испытания - 85 мин

Концентрированный, задержанный на ультрафильтрационной мембране материал разбавляют 30 л воды и эту операцию повторяют три раза до тех пор, пока содержание твердого материала в фильтрате не приблизится к нулю.

Дальнейшее обесцвечивание и дезодорация могут быть достигнуты пропусканием обессоленного фильтрата через углеродную колонну, содержащую Антросорб для удаления запаха и Норит С для удаления цвета.

Полученный на этой стадии экстракт является очень вязким и может быть высушен замораживанием, сушкой под вакуумом или распылительной сушкой. Экстракт является сложной смесью гemicеллюлозы, растворимой в щелочи.

Экстракт, полученный способом по изобретению, может использоваться в качестве наполнителя или загустителя в пищевых продуктах, но он также обладает и адгезионными свойствами.

Таким образом, изобретение позволяет получать как нерастворимый, так и растворимый в щелочи полисахарид, который может использоваться в качестве компонента

продуктов питания.

Формула изобретения:

5 1. Способ получения целлюлозосодержащего зернового экстракта, предусматривающий стадии помолота зернового материала, суспендирования помолотого зернового материала в водной жидкости, обработки полученной суспензии щелочью и отделения твердых веществ от жидкости в полученной смеси, отличающийся тем, что дополнительно твердые вещества обрабатывают пероксидом водорода при значении pH, равном 12 - 13, значение pH обработанных твердых веществ понижают до уровня 5 - 7 и твердые вещества промывают.

10 2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что обработку твердых веществ пероксидом водорода проводят путем повторного суспендирования отделенных твердых веществ в жидкости, повышения значения pH образующейся суспензии, обработки ее пероксидом водорода, понижения значения pH суспензии до 7 и отделения твердых веществ от смеси.

15 3. Способ по п. 2, отличающийся тем, что суспензия содержит 2 - 5 мас. /об.% отделенных твердых веществ.

20 4. Способ по п. 2 или 3, отличающийся тем, что при обработке суспензии пероксид водорода используют в количестве 15 - 20% от массы нерастворимых веществ, а суспензию выдерживают при 70 - 80°C в течение 2 - 5 ч.

25 5. Способ по одному из пп. 2 - 4, отличающийся тем, что понижение значения pH суспензии осуществляют соляной кислотой.

30 6. Способ по одному из пп. 2 - 5, отличающийся тем, что отделение твердых веществ от смеси осуществляют фильтрованием.

35 7. Способ по одному из пп. 1 - 6, отличающийся тем, что зерновым материалом является шелуха или отруби зерна.

40 8. Способ по одному из пп. 1 - 7, отличающийся тем, что зерно представляет собой рожь или кукурузу.

45 9. Способ по одному из пп. 1 - 8, отличающийся тем, что суспензия, образующаяся при суспендировании помолотого зернового материала, содержит 5 - 10 мас./об.% сухого помолотого зернового материала.

50 10. Способ по одному из пп. 1 - 9, отличающийся тем, что зерновой материал размалывают до размера частиц 50 - 250 мкм, предпочтительно 80 - 180 мкм.

55 11. Способ по одному из пп. 1 - 10, отличающийся тем, что при обработке щелочью суспензии, образующейся при суспендировании помолотого зернового материала в водной жидкости, в качестве щелочи используют гидроксид калия в таком количестве, чтобы его концентрация в реакционной смеси составляла по меньшей мере 4 мас./об.%, а полученную смесь выдерживают при повышенной температуре до тех пор, пока не начнется быстрое увеличение вязкости.

60 12. Способ по п. 11, отличающийся тем, что полученную смесь выдерживают при 70 -80°C в течение 1,5 - 2,5 ч.

13. Способ по одному из пп. 1 - 12, отличающийся тем, что отделение твердых

веществ от жидкости до обработки их
пероксидом водорода осуществляют

фильтрованием.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

-5-

RU 2 1 1 9 7 5 8 C 1

RU 2 1 1 9 7 5 8 C 1