

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **039978**(13) **B1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**(45) Дата публикации и выдачи патента
2022.04.05(51) Int. Cl. **C07F 9/10** (2006.01)
A23J 7/00 (2006.01)(21) Номер заявки
202000063(22) Дата подачи заявки
2019.12.30**(54) СПОСОБ ОТДЕЛЕНИЯ ЛЕЦИТИНА ИЗ ЖЕЛТКОВ ЯИЦ**(43) **2020.06.30**(96) **2019/040 (AZ) 2019.12.30**(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**ТАГИЕВ САРХОШ АБУЛЬФАЗ
ОГЛЫ; САИЛОВА ДЖАМИЛЯ
ДЖАМИЛЬ КЫЗЫ (AZ)**(72) Изобретатель:
**Тагиев Сархош Абульфаз оглы,
Саилова Джамия Джамиль кызы,
Бабаева Светлана Мамед кызы,
Мамедова Наргиз Габип кызы (AZ)**(74) Представитель:
Абасова Е.А. (AZ)(56) RU-C1-2058787
RU-A-2007108881
SU-A1-1496746
UA-U-74078
CN-A-109912645АРЧИНОВА Т.Ю. и др. Изучение состава и анализ яичного лецитина химическими и физико-химическими методами. Современные проблемы науки и образования, 2013, № 2 [найдено 2020-05-26]. Найдено в <https://science-education.ru/pdf/2013/2/543.pdf>

PALACIOS L.E. et al. Egg-Yolk Lipid Fractionation and Lecithin Characterization. JAOCS, 2005, v. 82, No. 8, p. 571-578 <doi:10.1007/s11746-005-1111-1114>

(57) Изобретение относится к медицинской и пищевой промышленности. Задачей изобретения является возможность получения чистого целевого продукта (лецитина) без специального дорогостоящего оборудования в лабораторных условиях. Сущность изобретения заключается в следующем. Отделенные от сваренных вкрутую куриных яиц желтки измельчают, полученную массу желтков полностью помещают в колбу объемом 2 л, добавляют 1000 мл 95%-ного этанола, колбу подсоединяют к обратному холодильнику, на водяной бане при температуре 60°C проводят экстракцию в течение 2 ч, после чего первое извлечение отделяют при помощи бумажного фильтра, оставшуюся на бумажном фильтре массу помещают обратно в колбу, добавляют 750 мл 95%-ного этанола и вышеуказанным способом получают второе извлечение, продукты первого и второго извлечения объединяют. Далее проводят процесс перегонки полученной массы в вакуумном перегоночном аппарате при температуре 40-50°C до получения вязкой текучей массы, готовую массу смешивают с 20 г микрокристаллической целлюлозы до получения гомогенной массы, проводят первичное промывание ацетоном полученной массы методом колоночной хроматографии, после объединения спиртовых фракций (500 мл) проводят перегонку спирта в перегоночном аппарате при температуре 40-50°C до получения 1/10 части первоначального объема этанола. Затем полученную густую массу помещают в колбу объемом 1500 мл, добавляют 500 мл этилацетата, выжидают 24 ч для полного оседания лецитина, после чего при помощи бумажного фильтра лецитин отделяют от жидкой части, оставшийся на фильтровальной бумаге лецитин трижды промывают ацетоном, остаток высушивают в термостате при температуре 50°C до получения постоянного веса целевого продукта. Целевой продукт представляет собой аморфный негигроскопичный порошок серовато-бурого цвета.

B1**039978****039978 B1**

Изобретение относится к медицинской и пищевой промышленности.

Объектом изобретения является способ получения яичного лецитина (фосфатидилхолина). Получаемый продукт может быть использован в медицине в качестве вспомогательного вещества при изготовлении лекарственных форм, а также в качестве пищевой добавки.

В качестве прототипа авторы выбрали способ получения яичного лецитина, который включает в себя трехкратную обработку желтков ацетоном, охлажденным до температуры $-(18-20)^{\circ}\text{C}$, повторную четырехкратную экстракцию 96%-ным этанолом при интенсивном перемешивании в течение 1 ч, фильтрацию под вакуумом, упаривание до мазеобразного остатка, к которому при перемешивании добавляют 3-кратный объем ацетона, нагревание и выдерживание при температуре $25-28^{\circ}\text{C}$ в течение 60 мин, удаление ацетона в ротационном аппарате под вакуумом, добавление нагретого до 40°C 96%-ного этанола, далее полное удаление этанола под вакуумом и получение готового продукта [1].

Недостатками данного способа являются следующие:

1) невозможность получения чистого целевого продукта, так как в данном способе проводится только оседание лецитина без его дальнейшей очистки;

2) для проведения обработки желтков необходимы очень низкие температуры ($-18-20^{\circ}\text{C}$), что требует специального дорогостоящего оборудования (холодильника), соответственно больших затрат электроэнергии и обязательного контроля за перепадами температуры;

3) в данном способе не указан температурный режим экстракции лецитина, который является важным фактором, влияющим на полноту извлечения целевого продукта;

4) для проведения декантации необходимо осаждение лецитина, что требует значительного времени.

Задачей изобретения является разработка способа получения лецитина из желтков яиц, который устраняет все вышеназванные недостатки и позволяет получить чистый целевой продукт (лецитин) без специального дорогостоящего оборудования в лабораторных условиях.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения яичного лецитина, включающем измельчение сырья, экстракцию этанолом, упаривание до остатка, нагревание, полное удаление растворителя, предусмотрены следующие отличия: экстракция проводится 95%-ным этанолом, очистку проводят методом колоночной хроматографии, для полного осаждения лецитина после колоночной хроматографии используется этилацетат.

Преимущества заявленного способа получения яичного лецитина является возможность получения чистого целевого продукта, технологический процесс не требует специального дорогостоящего оборудования, не является энергозатратным, указанный температурный режим экстракции лецитина обеспечивает полноту выхода продукта, способ не требует больших затрат времени.

Между совокупностью существенных признаков и достигаемым техническим результатом существует причинно-следственная связь: использование колоночной хроматографии позволяет очистить лецитин от сопутствующих веществ и получить чистый целевой продукт, экстракция лецитина при 60°C способствует более полному выходу целевого продукта ($\approx 4\%$), использование этилацетата после колоночной хроматографии способствует полному осаждению лецитина.

Сущность предлагаемого способа представлена на следующем примере.

Пример. Вкрутую варится 12 штук куриных яиц, далее из яиц отделяют желтки, которые измельчают с помощью измельчителя. Общая масса измельченных желтков составляет 216 ± 3 г.

Для экстракции лецитина полученную из измельченных желтков массу полностью помещают в колбу объемом 2 л, к ней добавляют 1000 мл 95%-ного этанола. Колбу подсоединяют к обратному холодильнику и на водяной бане при температуре 60°C проводят экстракцию в течение 2 ч. После этого первое извлечение отделяют при помощи бумажного фильтра. Оставшуюся на бумажном фильтре массу помещают обратно в колбу, к ней добавляют 750 мл 95%-ного этанола и вышеуказанным способом получают второе извлечение.

Продукты первого и второго извлечения объединяют. Полученный объем составляет 1,5 л.

Далее проводят процесс перегонки этой массы в вакуумном перегоночном аппарате при температуре $40-50^{\circ}\text{C}$ до получения вязкой текучей массы. Готовую массу помещают в фарфоровую чашу, к которой добавляют 20 г микрокристаллической целлюлозы и помешивают ее до получения гомогенной массы. Проводят первичное промывание ацетоном полученной массы методом колоночной хроматографии с использованием стеклянной колоночной трубки ($h=50$ см, $d=5$ см). В качестве адсорбента используют 70 г микрокристаллической целлюлозы. Ацетон обеспечивает удаление других липофильных веществ в экстракте. После процедуры промывания ацетоном стеклянную колоночную трубку промывают 95%-ным этанолом. Промывание спиртом продолжают до полной десорбции лецитина с поверхности сорбента.

После объединения спиртовых фракций (500 мл) проводят перегонку спирта в перегоночном аппарате при температуре $40-50^{\circ}\text{C}$ до получения 1/10 части первоначального объема этанола. Полученную густую массу помещают в колбу объемом 1500 мл, к ней добавляют 500 мл этилацетата. Выжидают 24 ч. В течение этого периода происходит полное оседание лецитина под действием ацетона. Далее при

помощи бумажного фильтра лецитин отделяют от жидкой части.

Оставшийся на фильтровальной бумаге лецитин трижды промывают ацетоном (объем ацетона при каждом использовании составляет 75-100 мл), остаток помещают в чашку Петри и высушивают в термостате при температуре 50°C до получения постоянного веса. Количество сухого остатка составляет $8,75 \pm 0,5$ г. Сухой остаток аморфный, имеет вид порошка серовато-бурого цвета, не гигроскопичен и при взбалтывании с водой образует стабильную пену.

В результате хроматографического анализа методом бумажной хроматографии установлена однородность лецитина.

Литература.

1. Способ получения яичного лецитина. Патент RU 2255559 С2.

Список используемых аппаратур и средств:

- 1 - измельчитель Gogenje (Словения);
- 2 - водяная баня;
- 3 - обратный холодильник;
- 4 - лабораторная установка колоночная хроматография;
- 5 - чашка Петри;
- 6 - бумажные фильтры;
- 7 - стеклянная воронка;
- 8 - стеклянная колба;
- 9 - электронагреватель;
- 10 - адсорбент (микрористаллическая целлюлоза);
- 11 - растворители (ацетон, 95%-ный этанол, этилацетат);
- 12 - хроматографическая бумага "Фильтрак" (Россия);
- 13 - электронные весы;
- 14 - термостат.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ отделения лецитина из желтков яиц, включающий измельчение сырья, экстракцию этанолом, упаривание до остатка, нагревание, полное удаление растворителя, отличающийся тем, что отделенные от сваренных вкрутую куриных яиц 216 ± 3 г желтков измельчают, полученную массу желтков полностью помещают в колбу объемом 2000 мл, добавляют 1000 мл 95%-ного этанола, колбу подсоединяют к обратному холодильнику, на водяной бане при температуре 60°C проводят экстракцию в течение 2 ч, после чего отделяют первое извлечение при помощи бумажного фильтра, оставшуюся на бумажном фильтре массу помещают обратно в колбу, добавляют 750 мл 95%-ного этанола и вышеуказанным способом получают второе извлечение, продукты первого и второго извлечения объединяют и проводят процесс перегонки в вакуумном перегонном аппарате при температуре 40-50°C до получения вязкой текучей массы, готовую массу смешивают с 20 г микрористаллической целлюлозы до получения гомогенной массы, проводят первичное промывание ацетоном полученной массы методом колоночной хроматографии, затем промывают колоночную трубу 95%-ным этанолом до полной десорбции лецитина с поверхности сорбента, после объединения 500 мл спиртовых фракций проводят перегонку спирта в перегонном аппарате при температуре 40-50°C до получения 1/10 части первоначального объема этанола, полученную густую массу помещают в колбу объемом 1500 мл, добавляют 500 мл этилацетата, выжидают 24 ч для полного оседания лецитина, далее при помощи бумажного фильтра лецитин отделяют от жидкой части, оставшийся на фильтровальной бумаге лецитин трижды промывают ацетоном, остаток высушивают в термостате при температуре 50°C до получения постоянного веса целевого продукта, который представляет собой аморфный негигроскопичный порошок серовато-бурого цвета.

