



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106916062 B

(45)授权公告日 2018.05.18

(21)申请号 201710149954.2

C07C 51/44(2006.01)

(22)申请日 2017.03.14

C07C 57/03(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

B01D 3/38(2006.01)

申请公布号 CN 106916062 A

审查员 尹晓娟

(43)申请公布日 2017.07.04

(73)专利权人 山东禹王制药有限公司

地址 251200 山东省德州市通衢路2731号

专利权人 天津奥展兴达化工技术有限公司

(72)发明人 刘汝萃 刘锡潜 范书琴 张建全

张兵 程秀梅 朱艳 魏钊锋

(74)专利代理机构 济南金迪知识产权代理有限公司

公司 37219

代理人 杨磊

(51)Int.Cl.

C07C 51/42(2006.01)

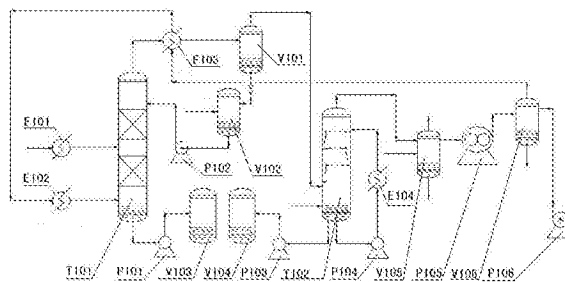
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种从鱼油中提取 EPA&DHA 的循环气提精馏方法

(57)摘要

本发明涉及一种从鱼油中提取EPA&DHA的循环气提精馏方法,将鱼油预热后,进入精馏塔在惰性气体循环气提作用下精馏,采出精馏塔釜物料,得到EPA&DHA混合物。本发明采用惰性气体循环气提轻组分,并通过回流方式进一步实现组分高纯度分离,整个过程融合了精馏与气提原理,利用鱼油中组分挥发度的差异,进行多次部分汽化和部分冷凝的过程,同时利用热惰性气体气提轻组分,降低轻组分的分压,促使轻组分向平衡的汽化一侧发展,使重相中的轻组分含量进一步降低。本发明不需要高真空,且一次性提纯即可将EPA&DHA含量提高至70%以上。



1. 一种从鱼油中提取EPA&DHA的循环气提精馏方法,包括步骤如下:

将鱼油预热后,进入精馏塔在惰性气体循环气提作用下精馏,采出精馏塔釜物料,得到EPA&DHA 混合物;

惰性气体进入精馏塔循环气提前进行预热处理,预热处理至惰性气体温度为230-270℃,惰性气体从精馏塔底部进入;

鱼油预热至温度为120-170℃,再进入精馏塔精馏,鱼油从精馏塔中部进入;

精馏塔顶温度为140-146℃,精馏塔釜温度为160-190℃;

对精馏塔顶物料进行冷凝,冷凝下来的物料用于精馏塔回流;或者,单独补加由EPA&DHA组成的回流物料用于精馏塔回流;回流比为0.5-1,回流温度为100-120℃,惰性气体进料量为1400-1600m³/h,鱼油进料量为23-28L/h,回流液流量为13-23 L/h。

2. 根据权利要求1所述的从鱼油中提取EPA&DHA的循环气提精馏方法,其特征在于,所述的惰性气体为氮气或氩气。

3. 根据权利要求1所述的从鱼油中提取EPA&DHA的循环气提精馏方法,其特征在于,从鱼油中提取EPA&DHA的整个循环气提精馏过程中,真空度维持在3-6KPa,惰性气体循环整个过程。

一种从鱼油中提取EPA&DHA的循环气提精馏方法

技术领域

[0001] 本发明涉及鱼油分离提纯技术领域,尤其是涉及一种提纯鱼油中EPA&DHA的方法。

背景技术

[0002] 鱼油富含 ω 3一系列多不饱和脂肪酸,其主要组分为EPA(二十碳五烯酸)&DHA(二十二碳六烯酸),不仅是人类生长发育所必需的营养物质,且具有预防心脑血管疾病,增强记忆力,预防老年痴呆症,抗炎、抑制过敏反应和肿瘤生长,促进婴儿视网膜发育等多种生理功能。近年来,多不饱和脂肪酸在医药、食品、精细化工等许多行业和领域都得到了广泛的应用,EPA&DHA等鱼油衍生物产品呈供不应求态势,世界各国政府对富含EPA&DHA的食品开发越来越重视。

[0003] 目前,鱼油中EPA&DHA的提取方法和精制工艺主要有低温溶剂结晶法、尿素包合法、超临界流体萃取法及分子蒸馏法等。低温溶剂法需要使用大量的有机溶剂,不仅存在有机溶剂残留,而且需回收大量的有机溶剂,分离效率不高而不被常用。尿素包合法要消耗大量的有机溶剂,存在溶剂回收、环境污染问题,且难以将双链数相近的脂肪酸分开。中国专利文件CN105713721A(申请号:201610161177.9)公开了一种浓缩鱼油中DHA和EPA的方法,属于CO₂超临界流体萃取法;然而,超临界流体萃取法设备投资大,需要高压条件,且只能萃取出鱼油中的色素、臭味物质及部分游离脂肪酸,只起到精制鱼油的目的,无法制取高纯度的EPA&DHA。中国专利文件CN103951556A(申请号:201410192466.6)公开了一种以深海鱼油为原料,分离二十碳五烯酸(EPA)、二十二碳五烯酸(DPA)和二十二碳六烯酸(DHA)的蒸馏工艺,属于分子蒸馏法;分子蒸馏法虽然可以得到高纯度的EPA&DHA,但是,需要高真空设备,多级蒸馏,能耗高,设备维护成本高,且生产能力小,难以满足工业上实际生产的需要。

[0004] 中国专利文件CN102964249A(申请号:201210462736.1)公开了一种同时生产并分离高纯度EPA乙酯和DHA乙酯的工艺,以粗鱼油为原料,经过超临界萃取、碱催化乙酯化、超临界逆流萃取、尿素包合以及超临界精馏,分别得到90%以上EPA乙酯和DHA乙酯。该专利文件融合使用了多种方法,可以得到高纯度的EPA&DHA,但此方法设备投资大,且生产量低,生产周期长,产品成品率低,成本高,难以满足实际生产的需求。

发明内容

[0005] 针对现有技术的不足,本发明提供一种从鱼油中提取EPA&DHA的循环气提精馏方法。

[0006] 本发明的技术方案如下:

[0007] 一种从鱼油中提取EPA&DHA的循环气提精馏方法,包括步骤如下:

[0008] 将鱼油预热后,进入精馏塔在惰性气体循环气提作用下精馏,采出精馏塔釜物料,得到EPA&DHA混合物。

[0009] 根据本发明,优选的,所述的惰性气体为氮气或氩气;

[0010] 优选的,惰性气体进入精馏塔循环气提前进行预热处理,进一步优选的,预热处理

至惰性气体温度为230-270℃；

[0011] 优选的，惰性气体从精馏塔底部进入。

[0012] 根据本发明，优选的，鱼油预热至温度为120-170℃，再进入精馏塔精馏；

[0013] 优选的，鱼油从精馏塔中部进入。

[0014] 根据本发明，优选的，精馏塔顶温度为140-146℃，精馏塔釜温度为160-190℃；

[0015] 优选的，对精馏塔顶物料进行冷凝，冷凝下来的物料用于精馏塔回流；或者，单独补加由EPA&DHA组成的回流物料用于精馏塔回流；优选的，冷凝温度为10-25℃；

[0016] 优选的，回流温度为100-120℃，回流比为0.5-1。单独补加由EPA&DHA组成的回流物料用于精馏塔回流可以调整最终产品中EPA和DHA的比例，即，可以根据所需要的EPA&DHA的比例通过补液口自助选择回流液的组成，以得到纯度较高的各种比例的EPA&DHA混合物；精馏塔顶没有冷凝下来的物料经过洗涤，可得到EPA&DHA浓度较低的产品。

[0017] 根据本发明，优选的，从鱼油中提取EPA&DHA的整个循环气提精馏过程中，真空度维持在3-6KPa，惰性气体循环整个过程。

[0018] 根据本发明，优选的，惰性气体进料量为1400-1600m³/h，鱼油进料量为23-28L/h，回流液流量为13-23L/h。

[0019] 本发明采用惰性气体循环气提轻组分，并通过回流方式进一步实现组分高纯度分离，整个过程融合了精馏与气提原理，利用鱼油中组分挥发度的差异，进行多次部分汽化和部分冷凝的过程，同时利用热惰性气体气提轻组分，降低轻组分的分压，促使轻组分向平衡的汽化一侧发展，使重相中的轻组分含量进一步降低。本发明惰性气体在整个系统中循环使用，一次性补充，不需要额外消耗。

[0020] 本发明的优点或有益效果：

[0021] 1、本发明不需要高真空，且一次性提纯即可将EPA&DHA含量提高至70%以上。

[0022] 2、本发明配合不同浓度的回流液，可以得到各种比例的EPA&DHA；利用惰性气体作为载热气，分离效率高，物料受热时间短，操作条件温和，对热敏性物质不易破坏；利用惰性气体循环，无溶剂回收问题，无废水及废弃物产生，解决了废水及固废处理问题；采用惰性气体作为保护气，防止鱼油被氧化，过氧化值几乎为0。

[0023] 3、本发明操作性强，可实现鱼油中EPA&DHA的连续化提纯操作，具有显著的产业化前景；具有良好的安全性，在保健品、药品的生产上有广泛的应用前景。

附图说明

[0024] 图1是本发明实施例中所采用的循环气提精馏系统的主体结构示意图。

[0025] 其中：T101气提精馏塔；T102洗涤塔；E101原料预热器；E102氮气加热器；E103气气换热器；E104循环冷却器；V101气提塔顶储罐；V102气提塔顶回流罐；V103气提塔釜储罐；V104洗涤塔釜储罐；V105风机缓冲罐；V106真空缓冲罐；P101气提塔釜采出泵；P102气提塔回流泵；P103洗涤塔釜采出泵；P104洗涤塔循环泵；P105气体压缩机；P106真空泵。

具体实施方式

[0026] 下面通过具体实施例并结合附图对本发明做进一步说明，但不限于此。实施例中所用原料均为常规原料，所用设备均为常规设备，其中，气提精馏塔T101为常规精馏塔。

[0027] 实施例中采用循环气提精馏系统进行操作,如图1所示。

[0028] 循环气提精馏系统包括气提精馏塔T101,所述的气提精馏塔T101的塔顶通过气气换热器E103与气提塔顶储罐V101连接,气提塔顶储罐V101的底部通过阀门与气提塔顶回流罐V102连接,气提塔顶回流罐V102的底部通过气提塔回流泵P102与气提精馏塔T101连接;

[0029] 所述的气提精馏塔T101的塔底通过气提塔釜采出泵P101与气提塔釜储罐V103连接,所述的气提精馏塔T101还与原料预热器E101和氮气加热器E102连接;

[0030] 所述的气提塔顶储罐V101还与洗涤塔T102连接,所述的洗涤塔T102的塔顶与风机缓冲罐V105连接,所述的风机缓冲罐V105通过气体压缩机P105与真空缓冲罐V106连接,所述的真空缓冲罐V106还分别与真空泵P106和气体气换热器E103连接,气体气换热器E103还与氮气加热器E102连接;

[0031] 所述的洗涤塔T102的塔底通过洗涤塔釜采出泵P103与洗涤塔釜储罐V104连接,所述的洗涤塔T102的塔底还通过洗涤塔循环泵P104与循环冷却器E104连接,循环冷却器E104与洗涤塔T102的上部连接。

[0032] 实施例中循环气提精馏系统的使用工艺流程如下:

[0033] 利用真空泵P106对整个系统抽真空,建立真空环境,关闭真空泵P106,从风机缓冲罐V105的充气口充氮气,将整个系统置换成氮气系统,最终将系统抽至真空度为3~5KPa,开启气体压缩机P105,此时氮气在整个系统内循环,开启氮气加热器E102,将氮气预热,原料鱼油经过原料预热器E101预热后进入气提精馏塔T101,热氮气在气提精馏塔T101内带着原料中的轻相从气提精馏塔T101塔顶排出,重相(EPA&DHA)从气提精馏塔T101塔釜采出;

[0034] 携带着轻相的氮气经过气气换热器E103换热后,一部分轻相被冷凝,进入气提塔顶储罐V101,然后进入气提塔顶回流罐V102,通过气提塔回流泵P102从气提精馏塔T101塔顶泵入T101气提精馏塔,进一步实现组分高纯度分离的多级蒸馏;另一部分没有被冷下来的气相进入洗涤塔T102,洗涤塔T102为板式塔,采用3-6层鼓泡塔盘;洗涤塔T102塔釜液通过洗涤塔循环泵P104经过循环冷却器E102冷却后,在洗涤塔T102塔内打循环,进一步将氮气中的轻相捕集下来,经过洗涤塔T102洗涤后的氮气中轻相含量几乎为0;

[0035] 氮气从洗涤塔T102塔顶进入风机缓冲罐V105,经过气体压缩机P105压缩进入真空缓冲罐V106,再经过气气换热器E103与气提精馏塔T101塔顶采出的热氮气进行热交换后,进入氮气加热器E102进一步加热,打入气提精馏塔T101内循环使用。

[0036] 实施例1:

[0037] 气提精馏塔T101塔径DN400mm,高15米,塔顶温度142℃,塔底温度178℃;系统抽真空至4KPa,氮气经气体压缩机P105循环后,经过氮气加热器E102预热到250℃,氮气流量为1500m³/h;

[0038] 原料鱼油进料量25L/h(原料中EPA&DHA含量24%,其中EPA含13%,质量百分含量),经过原料预热器E101预热到140℃后,从气提精馏塔T101中部进料,气提精馏塔T101塔顶通过气提塔回流泵P103打回流,回流温度为110℃,回流液流量为15L/h(回流液的组成为该条件下不回流时收集的液相,EPA含量小于2%,质量百分含量),从气提精馏塔T101塔釜采出EPA&DHA混合物,EPA&DHA含量可达70%,其中EPA含37%,质量百分含量。

[0039] 实施例2:

[0040] 气提精馏塔T101塔径DN400,高15米;系统抽真空至4KPa,塔顶温度142℃,塔底温

度178℃,氮气经气体压缩机P106循环后,经过氮气加热器E103预热到250℃,氮气流量为1500m³/h;

[0041] 原料鱼油进料量25L/h(原料中EPA&DHA含量27%,质量百分含量),经过原料预热器E101预热到140℃后,从气提精馏塔T101中部进料,气提精馏塔T101塔顶通过气提塔回流泵P103打回流,回流温度为110℃,回流液流量为15L/h(回流液的组成为EPA含量约6%,DHA含量为0,质量百分含量),从气提精馏塔T101塔釜采出EPA&DHA混合物,EPA&DHA含量可达73%,其中EPA含48%,质量百分含量。

[0042] 实施例3:

[0043] 气提精馏塔T101塔径DN400mm,高15米;系统抽真空至4KPa,塔顶温度142℃,塔底温度177℃,氮气经气体压缩机P106循环后,经过氮气加热器E103预热到230℃,氮气流量为1400m³/h;

[0044] 原料鱼油进料量23L/h(原料中EPA&DHA含量25%,质量百分含量),经过原料预热器E101预热到120℃后,从气提精馏塔T101中部进料,气提精馏塔T101塔顶通过气提塔回流泵P103打回流,回流温度为100℃,回流液流量为13L/h(回流液的组成为EPA含量约6%,DHA含量为0,质量百分含量),从气提精馏塔T101塔釜采出EPA&DHA混合物,EPA&DHA含量可达70%,其中EPA含44%,质量百分含量。

[0045] 实施例4:

[0046] 气提精馏塔T101塔径DN400mm,高15米,塔顶温度144℃,塔底温度180℃;系统抽真空至4KPa,氮气经气体压缩机P106循环后,经过氮气加热器E103预热到270℃,氮气流量为1600m³/h;

[0047] 原料鱼油进料量28L/h(原料中EPA&DHA含量24%,其中EPA含13%,质量百分含量),经过原料预热器E101预热到160℃后,从气提精馏塔T101中部进料,气提精馏塔T101塔顶通过气提塔回流泵P103打回流,回流温度为120℃,回流液流量为17L/h(回流液的组成为该条件下不回流时收集的液相,EPA含量小于2%,质量百分含量),从气提精馏塔T101塔釜采出EPA&DHA混合物,EPA&DHA含量可达71%,其中EPA含44%,质量百分含量。

[0048] 对比例:

[0049] 如实施例2所述,不同的是:不进行惰性气体气提。即,仅仅将鱼油从精馏塔中部进料,精馏塔底部不通入氮气。

[0050] 从气提精馏塔T101塔釜采出EPA&DHA混合物,EPA&DHA含量41%,质量百分含量。

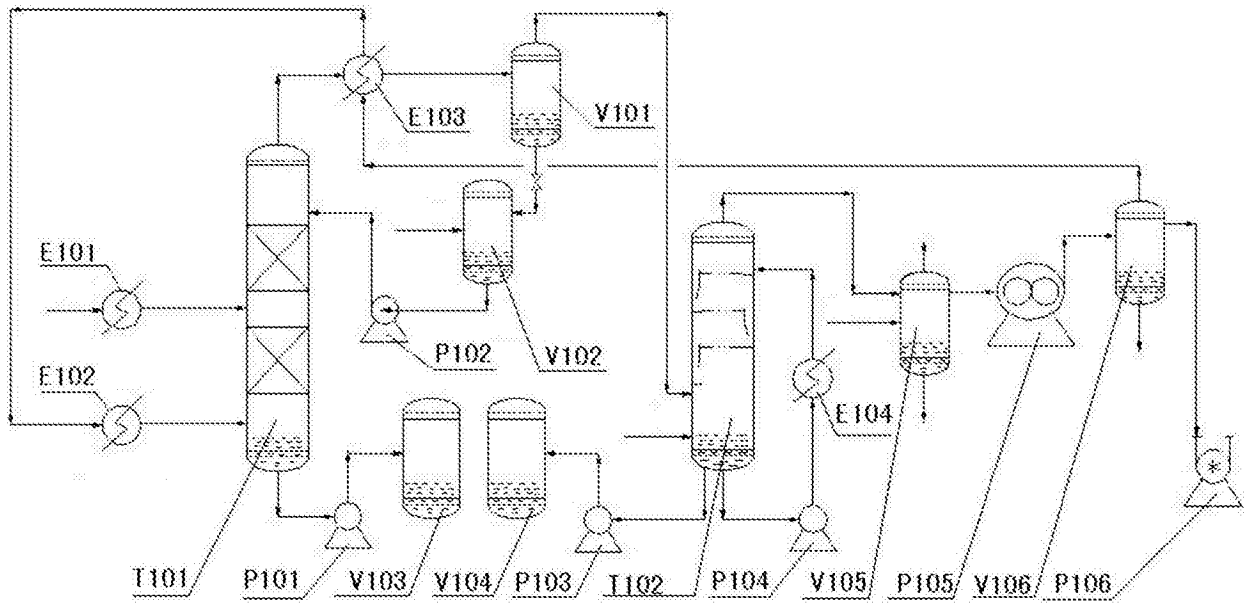


图1