NORGE
(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) UTLEGNINGSSKRIFT (11) NR. 157302

(51) Int. Cl.⁴ C 11 B 7/00, C 11 C 3/10

(83)

(21) Patentsøknad nr. 855147
(22) Inngivelsesdag 19.12.85
(24) Løpedag 19.12.85
(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(86) Internasjonal søknad nr. -
(86) Internasjonal inngivelsesdag -
(85) Videreføringsdag -
(41) Alment tilgjengelig frå 22.06.87
(44) Utlegningsdag 16.11.87

(71)(73) Søker/Patenthaver NORSK HYDRO A.S,
Bygdøy Allé 2,
0257 Oslo 2.

(72) Oppfinner HARALD BREIVIK, Porsgrunn,
BERNT BØRRETZEN, Porsgrunn,
TORE-ERLING JØRGENSEN,
Porsgrunn.

(74) Fullmektig Siv.ing. Bjørn J. Rosenberger,
Norsk Hydro a.s, Oslo.

(30) Prioritet begjært Ingen.

(54) Oppfinnelsens benevnelse FREMGANGSMÅTE FOR FREMSTILLING AV ET FISKEOLJEKONSENTRAT.

(57) Sammendrag

Raffinering av fiskeavfallsprodukt slik at det fremkommer et ω3-fettsyrealkylesterkonsentrat med 20-30 vekt % av eicosapentaensyre alkylester og 35-50 vekt % docosaheksaensyre-alkylester fritt for kolesterol. ω3-konsentratet fremstilles ved ureafelling av ikke ω3-fettsyreestere slik at filtratet fra fellingen kan ekstraheres med heksan for overføring av ω3-fettsyreesterene og kolesterolet til heksanekstraktet. Heksan fjernes deretter. Det gjenblivende konsentrat av fettsyreestere med kolesterol avkjøles til en temperatur ikke lavere enn -50 °C, hvorved kolesterol faller ut. Den gjenblivende er ω3-konsentrat med den ovenfor anførte sammensetning.

(56) Anførte publikasjoner
Britisk (GB) patent nr. 1240513 (C07C 67/00).
J. Am. Oil Chem. 30, 1953, p. 5-7.
J. Am. Oil Chem. 31, 1954, p. 16-20, p. 41-45.
Bailey's Industrial Oil and Fat Products I 4. Ed. 1979, p. 36-37.

Foreliggende oppfinnelse vedrører et raffinert fiskeoljekonsentrat samt en fremgangsmåte for fremstilling av samme, hvor det under raffineringen i tillegg til de fremstilte høyere umettede fettsyreforbindelsene også fremkommer kolesterol og nyttbare biprodukter som urea-addukter av fettsyreforbindelser.

Det er kjent at avfallet fra fiskeforedlingsindustrien har et innhold av nyttbare produkter. Av slike kan nevnes fettsyreforbindelser, kolesterol, proteiner og enzymer. Disse finnes i en fettløselig del og en vannløselige del. Et slikt avfall går under betegnelsen fiskeslo.

Ved opparbeiding av fiskeslo kan den vannløselige delen med sitt innhold av proteiner og enzymer separeres fra den fettløselige delen. Foreliggende oppfinnelse vedrører kun den fettløselige delen av fiskeavfallet, men den kan også anvendes på annet fiskefett slik som dette bl.a. fremkommer i fiskeforedlingsindustrien. I det etterfølgende betegnes dette som uraffinert fiskeolje.

Det er kjent at visse essensielle fettsyrer som finnes i fiskeoljer har medisinsk virkning og er benyttet til å forebygge og lege thrombotiske lidelser, som f.eks. hjerteinfarkt. Dessuten reduserer disse forbindelsene kolesterolnivået i blodet.

Av ovennevnte essensielle fettsyrer kan bl.a. følgende spesifiseres som egnede til nevnte medisinske formål; eicosapentaensyre (EPA) og docosaheksaensyre (DHA).

Begge fettsyrene er ω3-fettsyrer av henholdsvis C-20 og C-22 syrene.

Deres strukturbetegnelse i henhold til IUPAC er for eicosapentaensyren (EPA)

cis- 5, 8, 11, 14, 17-eicosapentaensyre

og for docosaheksaensyren (DHA)

cis- 4, 7, 10, 13, 16, 19-docosaheksaensyre som forkortes til:

eicosapentaensyre 20:5 ω 3 og
docosaheksaensyre 22:6 ω 3

hvor 20 og 22 betegner antall karbonatomer i fettsyremolekylet, 5 og 6 antall dobbeltbindinger og ω 3 at den siste dobbeltbindingen sitter i 3 karbonatomers avstand fra ω-posisjonen.

I det etterfølgende benyttes betegnelsene EPA og 20:5 ω 3 for eicosapentaensyren samt DHA og 22:6 ω 3 for docosaheksaensyren.

Den foreliggende fettløselige del av et fiskeavfall stammende fra torsk inneholder vanligvis 10-25 % av de essensielle fettsyreforbindelsene EPA og DHA samt 2-4 % kolesterol. Resten er hovedsakelig fettsyreforbindelser med lavere grad av umettethet så som de rene fettsyrer eller glycerider av disse.

Formålet ved oppfinnelsen er å få skilt de essensielle fettsyreforbindelsene fra kolesterolet og de resterende fettsyreforbindelsene.

Videre er det et formål for oppfinnelsen fra en uensartet råvare inneholdende marine fettsyrer og/eller deres estere, samt kolesterol som hovedkomponenter etter omestring med en lavere alkohol, og under basiske betingelser å fremstille et konsentrat av de essensielle ω3-fettsyreforbindelsene, EPA og DHA, samt å isolere kolesterolet og urea-adduktet av de mettede og lavere umettede fettsyreforbindelsene som derved fremkommer i egne produktfraksjoner.

Det har vært kjent lenge at fettsyrene lettest lar seg separere ved ekstraksjon eller destillasjon når de foreligger i forestret form, f.eks. som metyl- eller etylestere. En behandling av fettholdige avfallsprodukter fra fiskeindustrien forutsettter derfor som oftest en forutgående omestring og forestring med f.eks. metanol for fremstilling av fettsyremetylesterene.

Dette utgangsmaterialet er velegnet for den videre separasjon av de essensielle fettsyreforbindelsene og kolesterolet fra de resterende mindre viktige fettsyreforbindelsene.

I US patentskrift nr. 4.145.446 beskrives en metode for felling av fettsyreforbindelsene i en råvare ved hjelp av urea. Hensikten er å oppnå et proteinholdig fettholdig produkt egnet som dyrefor. Fremstillingen av urea-adduktet foregår på den måten at en løsning av smeltet urea ved 60-140 ^{o}C tilsettes en smeltet fettsyre- eller fettblanding oppvarmet til 35-105 ^{o}C således at forholdet fett/fettsyre til urea utgjør fra 40/60 til 60/40 vektdeler.

Et annet patent SU 950.393 beskriver en metode for fremstilling av kolesterol fra f.eks. fiskeavfall ved at fett-

syreforbindelsene hydrolyseres og omdannes til seper. Disse underkastes deretter en ekstraksjon med trikloretylen ved romtemperatur hvorved kolesterolet går over i trikloretylenet og opparbeides fra denne i etterfølgende separasjonstrinn.

GB 1.240.513 vedrører også en urea-separasjonsteknikk hvor råstoffet er de rene metyl- eller etylesterene av C_{16}-C_{18} fettsyrene. Ureafellingen foregår i nøytralt miljø med et overskudd av den respektive alkohol. Hensikten er å kunne oppkonsentrere γ-linolensyren. Ovennevnte fettsyreestere inneholder ikke høyere fettsyrer enn C-18 i form av stearinsyre, oljesyre, linol- og linolensyre, som etter ureafellingen og separering av urea-adduktet fra det øvrige ble oppkonsentrert med hensyn på γ-linolensyren ved hjelp av kromatograferingsteknikk.

De høyere umettede fettsyreforbindelsene 20:5 ω 3 og 22:6 ω 3 kan oppkonsentreres etter en metode beskrevet i J 59-071396 hvor de nevnte fettsyreforbindelsene ekstraheres ved hjelp av polare løsningsmidler, som f.eks. aceton, metyletylketon, metanol, etanol o.l., hvorved fremkommer en løselig del og en uløselig del hvoretter ekstraktet opparbeides for fremstilling av de essensielle fettsyreforbindelsene.

I Journal of Am. Oil Chem. Soc. 31 (1954), side 16 ff er det beskrevet en metode for adduktdannelse mellom urea og n-alkylestere av fettsyrer.

Det påvises at de umettede fettsyreforbindelsene forefinnes i filtratet etter fellingen med urea, mens de mettede og lavere umettede fettsyreforbindelsene danner utfellbare ureaaddukter.

Man har imidlertid ikke tatt hensyn til cis-trans transformasjonen og overgangen fra isolerte til konjugerte dobbeltbindinger under fremstillingen av alkylesterene idet forsepning og forestering foretas under tilbakeløp med den

aktuelle alkanol. Det fremkomne produkt vil derfor ikke være egnet for terapeutiske formål slik som det er.

Videre skal det påpekes at kolesterolet fjernes ved ekstraksjon allerede i forbindelse med forsepningstrinnet. Dette synes unødvendig da det tilfører prosessen et ekstra og fordyrende prosesstrinn.

Nå viser det seg i henhold til oppfinnelsen at man på en forbausende enkel måte kan optimalisere fremgangsmåten for oppkonsentrasjon av ω3-fettsyreforbindelsene og kolesterol ved hjelp av en forenklet prosess. Denne er basert på fraksjonert felling av de mindre interessante fettsyreforbindelsene med urea, idet urea fortrinnsvis danner addukt med fettsyrer som ikke tilhører ω 3-typen. Kolesterol danner ikke addukt med urea. Tidligere har man først isolert fettsyrene og forestret disse for seg og deretter foretatt en fraksjonert felling med urea. Denne fremgangsmåten er unødvendig i henhold til vår oppfinnelse.

Et spesielt kjennetegn ved prosessen er at man således ikke renfremstiller fettsyreforbindelsene før ureafellingen, men feller fra samme uensartede blanding av komponenter som den foreligger i råvaren.

Et annet kjennetegn er at ureafellingen foregår i basisk miljø, og således at det basiske miljø fremkommer ved at den anvendte base kun inngår i katalytiske mengder som katalysator for transesterifiseringen av glycerider til metylestere og ikke som middel til forsepning av fettsyrene.

Et tredje kjennetegn er at transesterifiseringen foregår ved romtemperatur.

Et resultat av at omesteringen foregår ved lav temperatur og i et svakt basisk miljø er at isomerisering av dobbelt-bindingene unngås, hvilket fører til et mer ensartet produkt og hvor produktet heller ikke har toksisk virkning. Likeledes unngås at transkonfigurasjoner oppstår.

Den gjenblivende løsning ekstraheres deretter med nonpolare løsningsmidler, av slike kan f.eks. nevnes heksan, hvorved ω3-fettsyrene samt kolesterolet går over i heksanfasen.

Den nonpolare fasen underkastes deretter en avdampning av løsningsmiddel under milde betingelser som f.eks. ved vakuum-destillasjon. Det resterende ω 3-konsentratet inneholder nå alt kolesterolet og som det viser seg er kolesterolet lite løselig i dette og kan krystalliseres ut ved avkjøling. Det gjenblivende 3-konsentratet inneholder etter den ifølge oppfinnelsen forenklede fremstillingsprosess 20-30 vekt % EPA og 35-50 vekt % DHA. Den resterende del består hovedsaklig av de for formålet ikke essensielle fettsyreforbindelsene. (Jfr. innledning til krav 1).

For bedre forståelse av oppfinnelsen henvises til blokkdia-grammet, fig. 1, hvor hver blokk betyr et prosesstrinn og er markert med et henvisningstall. Materialstrømmene til og fra hver blokk og mellom blokkene er markert med heltrukne og stiplede streker. Hvert materiale er dessuten karakterisert ved en bokstavangivelse.

Det benyttes i utgangspunktet fett og/eller fettsyrer fra fisk og spesielt slikt fett og/eller fettsyrer som stammer fra fiskeforedlingsindustrien i forbindelse med ensilasje-og/eller autolyseprosesser, men prosessen kan også anvendes på annet marint fett. Det er dette fettråstoff som i kravene blir betegnet som en uraffinert fiskeolje.

Slikt fett/fettsyrer har et rikt innhold av mettede, umettede og flerumettede fettsyrer med kjedelengde C 18, C 20 og C 22 samt inneholder de visse mengder kolesterol, vitaminer og andre fettløselige produkter av udefinert art, vanligvis karakterisert som uforsepbart, samt fettsyreforbindelser med kortere kjedelengder.

Blokk 1.

Fett/fettsyrer (A) fra fisk med et innhold av bl.a. kolesterol, også kalt uraffinert fiskeolje, ble tilført en beholder for omestring med en lavtkokende alkohol (B), f.eks. metanol eller etanol, fortrinnsvis metanol og katalysator samt hjelpestoffer (C) for hurtigere forestring og omestring og for å hindre oksydasjon og misfarving. Som katalysator kan anvendes kaliumhydroksyd, og for å hindre oksydasjon spesielt ved tilstedeværelse av tungmetaller som krom, mangan, jern, kobolt, nikkel og kobber kan det tilsettes små mengder av natriumsaltet av etylendiamintetraeddiksyre (EDTA-Na_3). Forestringen og omestringen foregår under milde betingelser og røring ved ca. 20 ^{o}C i noen timer. Alkylesterdannelsen er tilnærmet fullført når esterproduktet har endret utseende fra opak til klar. Den klare løsningen (D1) inneholder således alkylester av fettsyrene, glycerol, alkanol samt noe vann fra forestringen av de frie fettsyrene.

Blokk 2.

Den klare løsningen varmes deretter til 65-80 ^{o}C, hvoretter det tilsettes urea (E) og alkanol (B) i en avpasset mengde under røring til alt er løst. Urea-mengden er avhengig av fettsyre-sammensetningen slik at hvis råvaren (A) inneholder 6-8 vekt % EPA tilsettes ca. 3 vektdeler urea til 1 vektdel alkylester. For å sikre fullstendig løselighet av komponentene tilsettes dessuten 9 vektdeler alkanol.

Når alt er løst avkjøles løsningen langsomt til ca. 20 °C. Det felles ut et addukt av urea-fettsyrealkylester (F) som skilles ut f.eks. gjennom dekantering og filtrering, hvoretter filtratet kjøles til 0 °C for videre utfelling av adduktet (F). Adduktet skilles deretter på kjent måte slik at det gjenværende filtrat (G) vil inneholde de essensielle fettsyrefraksjonene og det uforsepbare.

Blokk 3.

Det svakt basiske filtratet (G) mettes med nonpolært løsningsmiddel (H) f.eks. heksan, heptan og ekstraheres med nevnte løsningsmiddel ved kjent teknikk, som f.eks. ved en kontinuerlig væske-væske motstrømsprosess, hvoretter ytterligere urea-fettsyre addukt (F) kan fraskilles. Det dannes ved ekstraksjonen to væskefaser bestående av et løsningsmiddelekstrakt (I) og et nedre sjikt (K).

Blokk 4.

Løsningsmiddelekstraktet (I), som inneholder alkyl-fettsyreesterene av de polyumettede fettsyrene 18:4 3, 20:5 3 og 22:6 3 samt kolesterol som de vesentligste komponenter, vaskes med fortynnet saltsyre (L) for nøytralisasjon av eventuelle kaliumseper av de essensielle polyumettede fettsyrene i heksanekstraktet. Vaskevannet (M) dekanteres.

Løsningsmidlet (H) fjernes deretter ved inndampning av ekstraktet (I) slik at det fremkommer et løsningsmiddelfritt konsentrat (N) inneholdende de for oppfinnelsen essensielle fettsyrekomponentene, EPA og DHA samt kolesterol.

Det inndampede ekstraktet inneholder vanligvis 20-30 vekt % EPA, 35-45 vekt % DHA, 10-20 vekt % av andre polyumettede fettsyrer samt 5-15 vekt % kolesterol og udefinerte forbindelser, men nevnte sammensetning vil avhenge av fiskeslag,

årstid for fangst av fisk, råvaretypen og råvarens beskaffenhet.

Blokk 5.

Alkylfettsyreesterkonsentratet (N) avkjøles deretter til ca. -25 °C, hvoretter kolesterol (O) i krystallinsk form faller ut. Dette sentrifugeres/frafiltreres.

Ytterligere forurensninger som er tilstede i konsentratet (N) kan fjernes ved avkjøling til temperaturer lavere enn -25 °C, hvoretter visse udefinerte forbindelser faller ut og frafiltreres på kjent måte. Det gjenblivende ω3-konsentratet (P) inneholder således 20-35 vekt % EPA, 35-50 vekt % DHA og 15-25 vekt % av andre polyumettede ω3-fettsyrekomponenter samt ikke essensielle umettede fettsyreforbindelser.

Produkt (P) inneholdende alkylesterene av de tilsvarende ω3-fettsyrene kan benyttes for sitt formål som det er eller oppkonsentreres med hensyn på EPA og DHA.

Da produktet bare inneholder små mengder av andre fettsyrer med samme kjedelengde som EPA og DHA, er det velegnet for separasjon av de esssensielle fettsyrene, EPA og DHA ved hjelp av superkritisk fluid ekstraksjon.

En annen oppkonsentrasjonsform er ved hjelp av preparativ væskekromatografi ved hvilken man oppnår en renhet av de essensielle fettsyrene på over 90 %.

Blokk 6.

Det basiske sjikt (K) surgjøres med konsentrert saltsyre (L) til ph = 2, hvoretter en heksanfraksjon (R) skilles ut i et

øvre skikt som separeres fra. Man kan også underkaste den sure løsningen (S) ytterligere ekstraksjon med heksan om dette skulle være nødvendig, hvoretter heksan-ekstraktene samles. Heksanfraksjonene (R) inneholder frie fettsyrer samt noe alkylestere av samme med relativt høye andeler av EPA og DHA, men også en ikke ubetydelig andel av C 18-, C 20- og C 22-fettsyrer med lavere umetthet. Den sure løsningen (S) vil inneholde vann, alkanol, glycerol, urea og andre produkter som kan gjenvinnes i en egen ikke beskrevet prosess.

Blokk 7.

Heksanfraksjonen (R) oppkonsentreres med hensyn på dets innhold av fettsyrekomponenter ved at heksan (H) dampes av i egnet apparatur.

Blokk 8.

Det gjenværende (T) foresteres med lavere alkanoler, f.eks. metanol eller etanol ved hjelp av egnet katalysator som f.eks. kan være anhydrisk HCl, eddiksyreklorid eller bortriklorid løst i alkanolen slik at systemet katalysator og alkanol betegnes som (V).

Den fremkomne alkylesteren (D2) av fettsyrekomponentene (T) fra blokk 7 kan opparbeides på forskjellig måte, f.eks. tilbakeføres blokk 2 for ureafelling av de lavere umettede fettsyrene.

Eksempel 1.

50 kg uraffinert fiskeolje (A) fra torskeavfall (inneholdende ca. 8 vekt % EPA, 11 vekt % DHA og 2,3 vekt % kolesterol) ble tilsatt 400 l metanol (B) og 10 g EDTA Na_3 (C) i en reaktor. Kaliumhydroksyd (C) løst i metanol ble tilsatt for

nøytralisasjon av frie fettsyrer i en mengde som tilsvarer fargereaksjon ved pH 12 på fuktet pH-papir. Deretter ble det tilsatt ytterligere 50 l metanol (B).

Det hele ble satt under røring ved ca. 20 °C i 15 timer for gjennomføring av omestringen av glyceridene til metylestere og forestring av de frie fettsyrene til metylestere.

Da omesteringen var til ende ble temperaturen hevet til 65-68 °C og 140 kg urea (E) samt en avpasset mengde metanol (B) ble tilsatt under røring og oppvarming til alt syntes løst.

Deretter ble løsningen avkjølt langsomt til romtemperatur (ca. 20 °C), hvoretter det ved henstand ble utskilt et fettsyre-urea-addukt (F) inneholdende hovedmengden av de mettede og lavere umettede fettsyremetylesterene.

Urea-adduktet ble separert fra løsningen ved dekantering og filtrering etter vanlig kjent teknikk.
Utbytte: 100,1 kg urea-addukt (F).

Deretter ble løsningen kjølt til 0-4 °C hvorved ytterligere 5,1 kg urea-addukt (F) kunne filtreres fra løsningen.

Filtratet (G), som nå inneholder ω3-polyumettede fettsyremetylestere, kolesterol og en rest uønskede fettsyrefraksjoner inneholdende lavere umettede C 18, C 20 og C 22-fettsyremetylestere, ble tilført heksan (H) til metning hvorved ytterligere urea-addukt (F) i en mengde av 22 kg kunne frafiltreres. Den heksanmettede løsningen ble ekstrahert i motstrøm med heksan slik at heksanekstraktet (I) til slutt utgjorde ca. 300 l. Det gjenblivende, uekstraherte betegnes (K). Heksanekstraktet ble deretter inndampet. Utbytte av ω3-fettsyremetylester konsentrat: 10,2 kg.

Konsentratet (N) som inneholdt 23 vekt % EPA, 41 vekt % DHA og 8 vekt % kolesterol ble deretter avkjølt til -25 °C, hvorved rent kolesterol (O) krystalliserte ut og ble fjernet ved hjelp av sentrifugering hvorunder residiumet i sentrifugen ble vasket med ytterligere nedkjølt heksan for å befri kolesterolkrystallene for vedheftede fettsyremetylestere.
Utbytte: 760 g som ren kolesterol.
Det oppkonsentrerte filtratet (P) inneholdt
25 vekt % EPA-metylestere, 43 vekt % DHA-metylestere og spor av kolesterol.

Det ovenfor anførte ekstraherte residium (K) ble rengjort med konsentrert saltsyre, hvorved en heksanfase kunne frafiltreres. Ytterligere heksan ble tilsatt i batch og omrørt og deretter separert fra. Heksanfraksjonene ble samlet og heksan avdampet. 7,7 kg av den gjenblivende fettsyre og metylfettsyreholdige fraksjon ble tilsatt 15 l 2 %-ig bortriklorid i metanol.
Utbytte: 6 kg metylfettsyreestere inneholdende
13 vekt % EPA-metylestere, 17 vekt % DHA-metylestere og ca. 2 vekt % kolesterol.

Det metanolholdige metylfettsyrekonsentratet ble returnert til prosessen for behandling med urea.

Eksempel 2.

912 g olje fra torsk ble tilsatt 7000 ml abs. etanol hvori var tilsatt kaliumhydroksyd som i eksempel 1, og det hele ble rørt i 1 time. Deretter ble tilsatt 2000 g urea og blandingen oppvarmet til en temperatur mellom 65 og 80 °C. Slutttemperaturen ble opprettholdt i 2 timer, hvoretter oppvarmingen og røringen ble avbrutt og det hele kjølt til ca. 5 °C for utkrystallisasjon av ureaadduktet.

Blandingen ble separert og moderluten oppkonsentrert til 40 vol. % av opprinnelig mengde. Konsentratet ble deretter tilsatt 0,6 deler aq. dest. og ekstrahert med heptan i en mengde av 1 del heptan til 1 del konsentrat. Heptanfasen ble syrevasket med 650 ml saltsyresurt vann og heptanet avdampet under samtidig fjerning av vann og saltsyreester.

Forøvrig ble kolesterolet fjernet som beskrevet i eksempel 1, og det gjenværende fettsyrekonsentratet utgjorde 139 g.

Gasskromatografisk måling viste at konsentratet inneholdt:

Eicosapentaensyre	31 vekt %	} som etylestere
Docosaheksaensyre	42 vekt %	
Andre fettsyrer	26 vekt %	

Man har gjennom oppfinnelsens fremgangsmåte kunnet fremstille et særdeles rent ω3-fettsyrealkylesterkonsentrat hvor de essensielle anti-thrombotiske fettsyrekomponentene eicosapentaensyre (EPA) og docosaheksaensyre (DHA) er tilstede i stor konsentrasjon.

Man har videre gjennom oppfinnelsens fremgangsmåte på en enkel måte funnet en vei til fraskilling av et meget rent og krystallinsk kolesterol. I tillegg foreligger det et urea-addukt av de for oppfinnelsen uinteressante fettsyrekomponenter.

En annen fordel ved oppfinnelsen er at man kan fremstille urea-adduktet fra samme arbeidsløsning hvor man har foretatt omestringen fra glycerider til alkanolestere utan å gå den tungvinte veien om først å fremstille fettsyrene, forestre disse med alkanol og deretter skille dem ved den fraksjonerte ureafellingen.

Ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen unngår man også emulsjonsdannelsen i fasene og faseseparasjonen lettes derved i de senere ekstraksjonstrinn.

Patentkrav

1. Fremgangsmåte for fremstilling av et fiskeoljekonsentrat inneholdende alkylestere av i det minste 25 vekt % eicosapentaensyre og 35 vekt % docosaheksaensyre basert på fettsyreandelen og dessuten en rest av ikke essensielle fettsyrealkylestere ved ureafelling av de mettede og lavere umettede fettsyreesterene i løsning, hvorved hoveddelen av de høyere flereumettede fettsyreesterene adskilles etter en påfølgende fraskilling av ureaadduktet og eventuell ekstraksjon med et oppløsningsmiddel, k a r a k t e r i s e r t v e d a t det som utgangsmateriale anvendes en uraffinert fiskeolje som interforestres ved pH 12, med en lavere alkohol ved romtemperatur og at blandingen av fettsyreesterene deretter felles med et overskudd av urea etter en forutgående oppvarming til 55-90 °C, hvoretter urea-fettsyrealkylestereadduktet skilles fra etter avkjøling til romtemperatur på en i og for seg kjent måte og at filtratet avkjøles til 0 °C for ytterligere utfelling av ureaadduktet og at de i filtratet gjenblivende ω3-fettsyrealkylestere opparbeides på i og for seg kjent måte etter fraskillingen av det utfelte ureaadduktet, med et løsningsmiddel for ω3-fettsyrealkylesteren og det uforsepbare, hvoretter løsningsmidlet etter forutgående vasking av ekstraktet med en vannløselig fortynnet syre, fjernes ved inndamping og at det inndampede avkjøles til -25 til -50 °C for fraskilling av utfelt kolesterol og andre uforsepbare forbindelser.

2. Fremgangsmåte for fremstilling av raffinert fiskeoljekonsentrat i henhold til krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d a t fettsyrealkylesterene behandles med urea ved en temperatur fortrinnsvis mellom 60-80 °C, således at urea-fettsyrealkylesteradduktet i alt vesentlig ikke inneholder ω3-fettsyrekomponentene og uforsepbart.

3. Fremgangsmåte for fremstilling av raffinert fiskeoljekonsentrat i henhold til krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d a t ω3-fettsyrealkylester konsentratet etter at løsningsmidlet er fjernet avkjøles til en temperatur ikke lavere enn -25 °C, hvorved kolesterol faller ut og deretter til -50 °C hvorved en resterende del av det uforsepbare felles.

157302

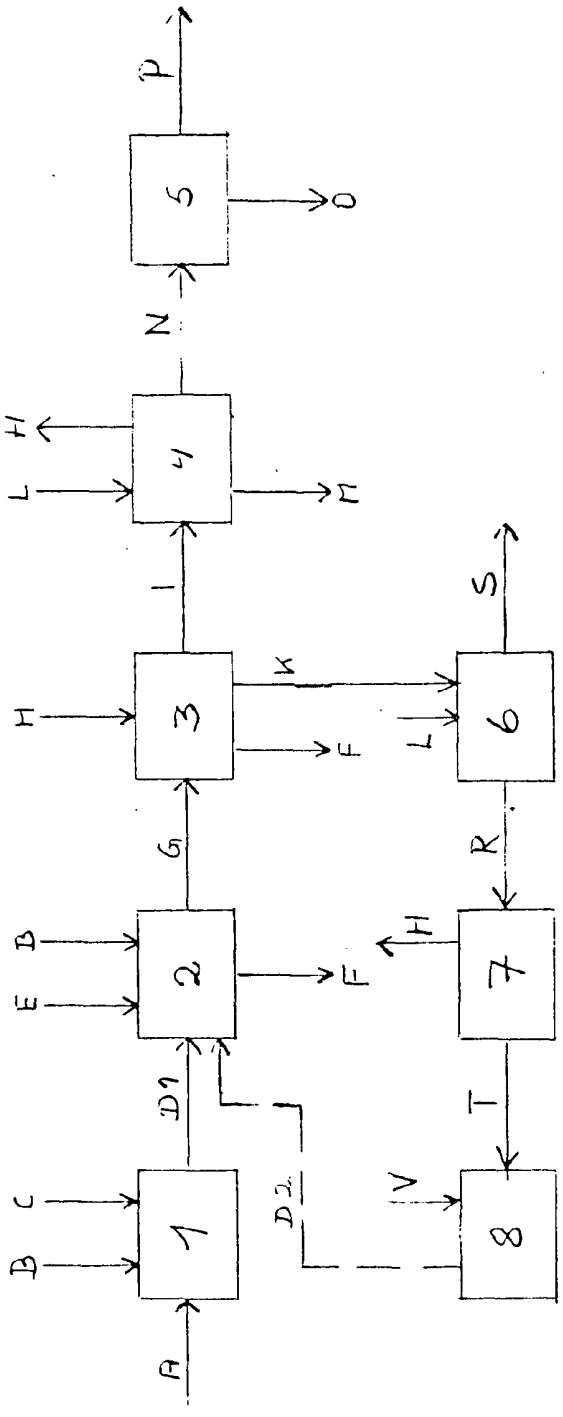


FIG. 1