



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102031201 B

(45) 授权公告日 2012. 08. 15

(21) 申请号 201010531945. 8

CN 101744237 A, 2010. 06. 23,

(22) 申请日 2010. 11. 03

审查员 李凤云

(73) 专利权人 西安应化生物技术有限公司

地址 710077 陕西省西安市锦业路 69 号创
业研发园 C601

(72) 发明人 王徐强 张小燕

(51) Int. Cl.

C11C 1/04(2006. 01)

C11C 1/10(2006. 01)

C11C 1/08(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101381298 A, 2009. 03. 11,

WO 8808444 A1, 1988. 11. 03,

WO 2005014516 A1, 2005. 02. 17,

CN 1317477 A, 2001. 10. 17,

CN 101565367 A, 2009. 10. 28,

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

一种共轭亚麻酸分子蒸馏纯化方法

(57) 摘要

本发明提供一种共轭亚麻酸分子蒸馏纯化方法,其特征在于:包括以下步骤:(1) 皂化,在富含共轭亚麻酸的油脂中加入一定量的 KOH 及无水甲醇,在一定温度下皂化,反应液用石油醚萃取分层;(2) 水层用 HCl 调至一定 PH 值后,经石油醚萃取、干燥、浓缩即得高纯度共轭亚麻酸;(3) 一级分子蒸馏,将物料在一定温度和压力条件下蒸馏,得到重相和轻相,轻相进入二级蒸馏;(4) 二级分子蒸馏,步骤(3)得到的轻相再次进行分子蒸馏,即得到纯度为 90~95%的共轭亚麻酸。与现有技术相比,其优点在于:生产效率高、成本低、收率高。

1. 一种共轭亚麻酸分子蒸馏纯化方法,其特征在于:由以下步骤组成:(1)皂化,在富含共轭亚麻酸的油脂中加入 KOH 及无水甲醇,油脂与无水甲醇的重量比例为 1 : 2 ~ 20, KOH 的加入量为油脂重量的 0.2 ~ 1 倍,温度为 20 ~ 85℃,在氮气保护的情况下反应 0.5 ~ 5 小时,使油脂水解,皂化液冷却至室温后,加水使皂化液溶解完全;(2)将步骤(1)得到的溶解完全的皂化液用石油醚萃取,弃去石油醚层,水层用 HCl 调至 pH 值 1 ~ 3 后,再经石油醚萃取 1 ~ 3 次,合并石油醚层并用无水硫酸钠干燥后浓缩得混合脂肪酸;(3)一级分子蒸馏,将步骤(2)得到的混合脂肪酸送至分子蒸馏器,在温度为 100 ~ 140℃,压力为 50 ~ 100 帕的条件下蒸馏,连续蒸馏后分为重相和轻相,轻相进入二级蒸馏;(4)二级分子蒸馏,将步骤(3)得到的轻相再次送入分子蒸馏器,在温度为 160 ~ 250℃,压力为 1 ~ 50 帕的条件下蒸馏,即得到纯度为 90 ~ 95% 的共轭亚麻酸。

2. 根据权利要求 1 所述的共轭亚麻酸分子蒸馏纯化方法,其特征在于:步骤(1)中 KOH 的加入量为油脂重量的 0.3 ~ 0.6 倍。

3. 根据权利要求 1 或 2 任一项所述的共轭亚麻酸分子蒸馏纯化方法,其特征在于:步骤(3)中的温度为 130 ~ 135℃,步骤(4)中的温度为 160 ~ 165℃。

一种共轭亚麻酸分子蒸馏纯化方法

技术领域

[0001] 本发明涉及天然不饱和脂肪酸的提取纯化领域,具体涉及一种共轭亚麻酸分子蒸馏纯化方法。

背景技术

[0002] 共轭亚麻酸存在于自然界某些植物籽中,如栝楼、石榴、苦瓜等,其具有细胞毒性、抑制癌症形成、调节脂代谢和体内转化为共轭亚油酸等功能。目前一般采用提纯的方法是:尿素包合法、低温结晶法和超临界流体萃取法等,但这些现有的提纯方法都存在着各种缺陷:1、尿素包合法和低温结晶法需要大量溶剂,消耗高、同时反应时间一般较长,容易导致产品氧化破坏,收率低。2、超临界萃取需在相当高的压力下操作,设备要求高,加工费用大,设备昂贵,工业化连续操作困难。

发明内容

[0003] 本发明的目的正是针对现有技术存在的问题,提供一种共轭亚麻酸的分子蒸馏纯化方法,克服了现有技术的生产收率低、成本高、溶剂环境污染较大等问题。

[0004] 本发明是通过以下技术方案来实现的:

[0005] 一种共轭亚麻酸分子蒸馏纯化方法,其包括以下步骤:

[0006] (1) 皂化:在富含共轭亚麻酸的油脂中加入一定量的 KOH 和无水甲醇,温度为 20 ~ 85℃,在氮气保护的情况下反应 0.5 ~ 5 小时,使油脂水解,皂化液冷却至室温后,加水使皂化液溶解完全。

[0007] (2) 将步骤 (1) 得到的溶解完全的皂化液用石油醚萃取 1 ~ 3 次,弃去石油醚层,水层用盐酸调至 pH 值至 1 ~ 3,再用石油醚萃取 1 ~ 3 次,合并石油醚层并用无水硫酸钠干燥后浓缩得混合脂肪酸。

[0008] (3) 一级蒸馏:将步骤 (2) 得到的混合脂肪酸送至分子蒸馏器,控制压力 50 ~ 100 帕,温度 100 ~ 140℃,连续蒸馏后分为重相和轻相,轻相进入二级蒸馏。

[0009] (4) 二级蒸馏:步骤 (3) 得到的轻相再次送入分子蒸馏器,控制压力 1 ~ 50 帕,温度 160 ~ 250℃,即得到纯度为 90 ~ 95% 的共轭亚麻酸。

[0010] 其中,步骤 (1) 中油脂与无水甲醇的重量比例优选为 1 : 2 ~ 20;步骤 (1) 中 KOH 的加入量优选为油脂重量的 0.2 ~ 1 倍,更优选为油脂重量 0.3 ~ 0.6 倍;步骤 (4) 的温度优选为 160 ~ 180℃。

[0011] 与现有技术相比,本发明具有如下优点:

[0012] 1、成本低:热分离时间段,无溶剂消耗,所以能耗低;

[0013] 2、收率高:加热时间短,产品成分不易破坏,收率可达到 90% 以上;

[0014] 3、生产效率高:分子蒸馏可实现连续化生产,处理时间短,大大提高生产效率。

具体实施方式

[0015] 实施例 1：

[0016] 一种共轭亚麻酸分子蒸馏纯化方法，依次包括以下步骤：

[0017] (1) 皂化：将 150kg 含量为 70.5% 的富含共轭亚麻酸油脂中加入 2200kg 无水甲醇，KOH 加入量为 90kg。温度 65℃，在氮气保护的情况下反应 4 小时，使油脂水解，皂化液冷却至室温后，加水使皂化液溶解完全。

[0018] (2) 水层用石油醚萃取 3 次，石油醚层弃去，水层用盐酸调至 pH 值 2，再用石油醚萃取 3 次，合并石油醚层用无水硫酸钠干燥后浓缩得混合脂肪酸。

[0019] (3) 一级蒸馏：步骤 (2) 得到的混合脂肪酸送至分子蒸馏器，控制压力 50 帕，温度 132℃，连续蒸馏后分为重相和轻相，轻相进入二级蒸馏。

[0020] (4) 二级蒸馏：步骤 (3) 得到的轻相再次送入分子蒸馏器，控制压力 10 帕，温度 163℃，即得到纯度为 92% 的共轭亚麻酸 96.2kg。