



(51) МПК
A61K 31/075 (2006.01)
A61K 35/56 (2006.01)
C07C 41/40 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: **2011137975/15**, **16.09.2011**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
16.09.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **16.09.2011**

(45) Опубликовано: **27.02.2013** Бюл. № 6

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **RU 2415125 С1**, **27.03.2011**. **Попков А.А. и др. Технология переработки пищеварительной железы командорского кальмара (*Beryteuthis magister*)// Известия ТИНРО, т.120, 1997, с.77-85. GB 1076707 А, 19.07.1967.**

Адрес для переписки:

**690059, Приморский край, г. Владивосток,
 ул. Пальчевского, 17, Ю.Ю.Кравцовой**

(72) Автор(ы):

**Касьянов Сергей Павлович (RU),
 Латышев Николай Алексеевич (RU),
 Чу Куанг Чуен (VN)**

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт биологии моря им. А.В. Жирмунского Дальневосточного отделения Российской академии наук (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АЛКИЛ-ГЛИЦЕРИНОВЫХ ЭФИРОВ ИЗ МОРСКИХ ЖИРОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к фармацевтической и пищевой промышленности, а именно к способу получения алкил-глицериновых эфиров из морских жиров. Способ получения алкил-глицериновых эфиров из морских жиров, включающий гидролиз морского жира, подкисление жировой смеси, промывку ее

водой, первую кристаллизацию смеси из ацетона или гексана, фильтрацию, вторую кристаллизацию осадка из ацетона или гексана, фильтрацию и сушку целевого продукта, при определенных условиях. Вышеописанный способ позволяет сократить время проведения технологического процесса. 1 з.п. ф-лы, 21 пр.

RU 2 476 211 С1

RU 2 476 211 С1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
A61K 31/075 (2006.01)
A61K 35/56 (2006.01)
C07C 41/40 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2011137975/15, 16.09.2011**

(24) Effective date for property rights:
16.09.2011

Priority:

(22) Date of filing: **16.09.2011**

(45) Date of publication: **27.02.2013 Bull. 6**

Mail address:

**690059, Primorskij kraj, g. Vladivostok, ul.
Pal'chevskogo, 17, Ju.Ju.Kravtsovoj**

(72) Inventor(s):

**Kas'janov Sergej Pavlovich (RU),
Latyshev Nikolaj Alekseevich (RU),
Chu Kuang Chuen (VN)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut biologii morja im.
A.V. Zhirmunskogo Dal'nevostochnogo otdelenija
Rossijskoj akademii nauk (RU)**

(54) METHOD FOR PRODUCING ALKYL-GLYCEROL ESTERS OF SEA FATS

(57) Abstract:

FIELD: medicine.

SUBSTANCE: invention refers to pharmaceutical and food industry, namely a method for producing alkyl-glycerol esters of sea fats. The method for producing alkyl-glycerol esters of sea fats involving hydrolysis of sea fat, acidation of a fatty mixture, water washing, first crystallisation of the mixture

of acetone and hexane, filtration, second crystallisation of the residue of acetone or hexane, filtration and drying of an end product under certain conditions.

EFFECT: method enables reducing a time of technological process.

2 cl, 21 ex

R U 2 4 7 6 2 1 1 C 1

R U 2 4 7 6 2 1 1 C 1

Изобретение относится к пищевой и фармацевтической промышленности и может быть использовано для получения из морских жиров алкил-глицериновых эфиров, обладающих высоким биологическим действием.

5 Под названием «морские липиды» объединено большое количество биологически активных веществ - полиненасыщенные жирные кислоты, фосфолипиды, углеводороды, такие как сквален и сквалан, фитостерины и прочие. В состав суммарной липидной некоторых гидробионтов входят необычные липиды - 1-О-алкил-диацилглицерины - соединения, образованные жирными кислотами и спиртами
10 (батыловым, химиловым и селахиловым и др. - 1-О-алкил-глицериновыми эфирами (АГЭ)).

Алкильные радикалы в 1-м положении глицерина бывают насыщенными, как в случае с химиловым и батыловым спиртами, так и ненасыщенными - у селахилового спирта. Обычно в природных смесях сумма этих 3-х спиртов составляет более 90% от
15 всех АГЭ. Для высвобождения АГЭ и дальнейшего их концентрирования сложно-эфирные связи между глицерином и жирными кислотами во 2 и 3-м положениях гидролизуют.

Липиды с простой эфирной связью, АГЭ, вовлечены в формирование иммунной системы млекопитающих с самых первых дней жизни и являются одним из главных факторов, поддерживающих ее нормальное функционирование в течение всего периода. Широко известно их влияние на гематопоз, причем, по мнению исследователей, АГЭ нормализуют функцию костного мозга, не вызывая его
20 избыточной стимуляции. В связи с этим АГЭ успешно применяют в реабилитационной терапии при лечении рака, лучевых поражений, иммунодефицитных состояний и др. (Brohult A., Brohult J., Brohult S., Joelsson I. Reduce mortality in cancer patient after administration of alkylglycerols //Acta Obst. Gynecol. Scand. 1986. Vol.65 P.779-785; Mitre R., Etienne M., Martinais S., Salmon H., Allaume P., Legrand P., Legrand A.B. Humoral defence
25 improvement and haematopoiesis stimulation in sows and offspring by oral supply of shark-liver oil to mother during gestation and lactation //British J. Nutr. 2005. Vol.94. P.753-762).

На данный момент не существует способа, который позволял бы при сохранении эффективности технологического процесса (выхода и чистоты продукта) кардинальным образом сократить его продолжительность, тем самым,
35 интенсифицировав процесс и давая производственным предприятиям возможность большей переработки заготавливаемого сырья и, следовательно, выпуска готовой продукции.

Известен способ выделения и концентрирования алкил-глицериновых эфиров из морских жиров (Patent GB 1,076,706 A process for the preparation and concentration of free
40 hydroxylic substances from marine oils, 17.08.1965, Int. Cl.: C07C 43/02). Способ заключается в следующем: морской жир (жир печени акулы) путем переэтерификации с метиловым спиртом (допускаются этиловый и изопропиловый) переводят в метиловые эфиры жирных кислот при этом в смесь высвобождаются алкил-
45 глицериновые эфиры, которые из общей смеси экстрагируют водно-метанольными или водно-этанольными растворами, затем упаривают, получая целевые АГЭ.

Недостатки способа:

1) использование метанола недопустимо в пищевых производствах и не желательно
50 в фармацевтических;

2) на первой стадии получения эфиров жирных кислот необходимо использование безводных морского жира и спирта, иначе реакция не пройдет до конца и все последующие манипуляции бесполезны; для жира это оборачивается дополнительной

стадией сушки, требующей аппарата с мешалкой, паровым подогревом, подачей вакуума, что проблематично в не специализируемых производствах, а в отношении спиртов это более-менее решается только с метанолом, для этилового и изопропилового спиртов при полном обезвоживании необходима химическая обработка металлическим кальцием или магниевой стружкой, что небезопасно и требует определенного профессионализма;

3) способ предполагает использование хорошо отлаженной технологической линии, что затрудняет его внедрение на малых и других рыбохозяйственных и пищевых предприятиях отечественной индустрии;

4) данным способом можно получить АГЭ с чистотой только 23-75%, что недостаточно для коммерческого применения и предполагает в дальнейшем дополнительные стадии очистки;

5) способ достаточно трудоемкий и, судя по описанию, требует повышенных экономических затрат на свое функционирование.

Известен способ выделения алкил-глицериновых эфиров из жира командорского кальмара *Beryteuthis magister* (Hayashi K/Isolation of alkyl glyceryl ethers from liver oil unsaponifiables by recrystallization //Bulletin of the Japanese Society of Scientific Fisheries. Vol.52, N8. 1986. P.1475). Способ заключается в том, что выделенный из печени кальмара жир гидролизуют калиевой щелочью, экстрагируют неомыляемые вещества (и АГЭ в их составе) диэтиловым эфиром, упаривают диэтиловый эфир и кристаллизуют неомыляемые вещества из гексана при температуре 2°C, получая осадок алкил-глицериновых эфиров, которые затем отфильтровывают.

Недостатками способа являются:

1) применение в технологии диэтилового эфира, что ограничивает использование полученного препарата в пищевой индустрии и медицине;

2) стадия экстракции неомыляемых веществ диэтиловым эфиром достаточно сложный в аппаратурном оформлении процесс при его масштабировании от лабораторных колб к производственным аппаратам;

3) эмульсии, образуемые на стадии экстракции, чрезвычайно стойкие, что заставляет экспериментаторов в избытке применять экстрагент (диэтиловый эфир) для снижения потери экстрагируемого вещества;

4) хотя выход АГЭ составляет 52,4%, а чистота продукта 99,0% нельзя рекомендовать использование данного способа в производстве из-за значительных количеств диэтилового эфира, который переводит процесс в разряд пожаро- и взрывоопасных.

Известен способ выделения алкил-глицериновых эфиров из жира командорского кальмара (Попков А.А., Касьянов С.П., Овчинников В.В., Акулин В.Н. Технология переработки пищеварительной железы командорского кальмара (*Beryteuthis magister*) //Известия ТИНРО, Т.120, 1997, С.77-85). Способ заключается в том, что выделенный из печени кальмара жир гидролизуют калиевой щелочью, реакционную смесь подкисляют, отделившиеся свободные жирные кислоты и неомыляемые вещества отделяют от водно-солевого слоя, промывают водой и дважды последовательно кристаллизуют из гексана, в начале жировую смесь растворяют в гексане при соотношении жировая смесь:гексан=1:15, подогревая до 60°C, затем охлаждают до температуры 0°C и выдерживают 24 часа, после чего осадок (промежуточный продукт) отделяют фильтрацией, сушат и проводят вторую кристаллизацию из гексана при той же температуре и в течение только 2-х часов, но при соотношении промежуточный продукт - гексан=1:20, кг/л.

Недостатками способа являются:

1) не оптимизированные соотношения жировая смесь:гексан при кристаллизации, не обеспечивающие достаточного выхода продукта (47%) и его чистоту (97,0%);

2) основной температурой кристаллизации выбрана температура 0°C, что не соответствует истинному диапазону температур, допустимых для данного процесса и конкретного растворителя;

3) авторы, несмотря на большой объем работы, не смогли обеспечить необходимого выхода продукта и его чистоты, не привели никакого альтернативного растворителя для фракционирования АГЭ, что сужает возможности их производства на предприятиях и ставит в зависимость только от одного растворителя.

Наиболее близким к заявляемому способу является способ выделения алкил-глицериновых эфиров из жира командорского кальмара (Патент РФ №2415125 от 27.03.2011). Способ включает гидролиз морского жира для выделения свободных жирных кислот и высвобождения неомыляемой фракции, содержащей АГЭ, нейтрализацию полученной жировой смеси кислотой, промывку водой и последовательную двойную кристаллизацию из органического растворителя, фильтрацию и сушку образующегося осадка после каждой кристаллизации. Для проведения первой и второй кристаллизации жировую смесь в органическом растворителе выдерживают сначала в течение 10-12 часов при комнатной температуре, а затем в течение 12-15 часов при 0-4°C.

В процессе используют ацетон или гексан, причем может использоваться только один растворитель во всем процессе или их комбинация.

При использовании в качестве органического растворителя гексана соотношение жировая смесь - гексан составляет при первой кристаллизации 1:10, кг/л, а при второй кристаллизации промежуточного продукта 1:50, кг/л.

При использовании в качестве органического растворителя ацетона целесообразно соотношение жировая смесь - ацетон 1:10, кг/л, как при первой, так и при второй кристаллизации промежуточного продукта.

Метод позволяет получать АГЭ с выходом 50-59,0% и чистотой более 99%.

Недостатки:

1) метод использует значительные объемы растворителей, что требует использование больших емкостей, соответствующих фильтровальных установок и постоянную регенерацию растворителей;

2) две кристаллизации метода разделены сушкой осадка для того, чтобы при смене растворителя не было загрязнения одного растворителя другим; сушка реально прерывает процесс и откладывает последующую 2-ю кристаллизацию на несколько часов;

3) продолжительность проведения всего процесса - от исходного жира до целевого продукта (АГЭ) - составляет не менее 59 часов, в среднем 65 часов, при том, что проведение процесса между стадиями является неразрывным. Такая большая продолжительность процесса крайне негативно сказывается на производительности линии получения АГЭ и не позволяет быстро и своевременно перерабатывать поступающее сырье.

Задача, решаемая изобретением - сокращение времени проведения технологического процесса получения алкил-глицериновых эфиров (АГЭ) из морских жиров за счет мгновенного образования кристаллов целевого продукта.

Поставленная задача решается тем, что в известном способе получения алкил-глицериновых эфиров из морских жиров, включающем гидролиз морского жира,

подкисление жировой смеси, промывку ее водой, первую кристаллизацию смеси с ацетоном или гексаном, фильтрацию, вторую кристаллизацию полученного осадка из ацетона или гексана, фильтрацию и сушку целевого продукта, при этом при первой и второй кристаллизации используется один из указанных растворителей, согласно заявляемому способу, соотношение жировой смеси к ацетону или гексану, имеющих температуру от (-15°C) до (-5°C), на первой и второй кристаллизации составляет 1:1-5, кг/л.

Осадки, образующиеся на стадиях первой и второй кристаллизации, после фильтрации промывают небольшим количеством ацетона или гексана, имеющих температуру от (0°C) до (+4°C), что позволяет дополнительно повысить чистоту целевого продукта.

Соотношение жировая смесь:ацетон или гексан (органический растворитель) при первой кристаллизации составляет 1:1-5, на второй также - 1:1-5 (кг/л), что создает условия практически мгновенного образования кристаллов АГЭ и, как следствие, позволяет в отличие от прототипа отказаться от длительного процесса кристаллизации, что, в конечном результате, сокращает технологический процесс в 5-6 раз.

При использовании в технологическом процессе органического растворителя на стадиях кристаллизации в количестве менее одного объема по отношению к первоначальному количеству жировой смеси, полученной в результате гидролиза, приводит к образованию очень густой смеси, которая не только затрудняет кристаллизацию целевого продукта, но и плохо поддается фильтрации. Вследствие этого, не только увеличивается время технологического процесса, но и уменьшается выход и качество целевого продукта, за счет захвата в осадок жирных кислот. Использование в технологическом процессе объема органического растворителя, превышающего пятикратное количество по отношению к начальному количеству жировой смеси, также нежелательно, поскольку происходит значительное разбавление смеси, что приводит не только к излишнему расходу органического растворителя, но и потребует увеличения времени на фильтрацию смеси и последующей его регенерации.

Обработка жировой смеси для кристаллизации как на первой, так и на второй, органическим растворителем, имеющим температуру от (-15°C) до (-5°C), создает оптимальные условия выкристаллизовывания АГЭ из смеси, при этом практически мгновенно образуются кристаллы АГЭ, что приводит к значительному сокращению времени получения целевого продукта с высоким выходом и высокой степенью чистоты.

Применение для кристаллизации органического растворителя, имеющего температуру ниже (-15°C), приводит к ухудшению качества целевого продукта, за счет интенсивного обогащения осадка балластными насыщенными жирными кислотами. А использование органического растворителя, имеющего температуру выше (-5°C), также не обеспечивает достижение заявленного технического результата, так как при этом плохо образуются кристаллы целевого продукта и лишь частично выпадают в осадок, продукт, в основном, находится в растворе. Это, в конечном результате, приводит к значительному увеличению продолжительности технологического процесса, поскольку для получения целевого продукта с требуемым выходом необходимо будет проводить процесс кристаллизации вторично.

Температура органического растворителя для промывки осадков, образующихся на первой и второй стадиях кристаллизации, от (0°C) до (+4°C) является наиболее оптимальной. Повышение или понижение температуры органического растворителя

для промывки негативно сказывается на выходе и чистоте целевого продукта.

Следует еще раз подчеркнуть, что в качестве органических растворителей могут быть взяты ацетон или гексан, причем весь процесс должен использовать только один растворитель. Вследствие чего, не требуется дополнительного времени на разделение

5 растворителей (очистку одного растворителя от другого). Продолжительность технологического процесса по данному способу составляет, в среднем, 11-12 часов.

Работа была проведена на липидах из печени массовых промышленных объектов, таких как командорский кальмар (до 20% АГЭ) и камчатский краб (4% АГЭ).

10 Способ осуществляют следующим образом.

ПРИМЕР 1. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят морской жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг. Содержание АГЭ в жире - 20% по массе.

15 Морской жир помещают в эмалированный сосуд емкостью 10 л с мешалкой и подогревом, добавляют раствор калиевой щелочи (0,2 кг) в 2,0 л 80%-ного этилового спирта и далее смесь перемешивают в течение 2-х часов при 50°C для завершения реакции гидролиза. После чего смесь подкисляют 15%-ным водным раствором серной

20 кислоты. Нижний водно-солевой слой удаляют, а верхний жировой трижды промывают равными объемами подогретой до 50°C воды. Получено 950 г смеси жирных кислот с АГЭ.

Для первой кристаллизации смесь помещают в сосуд емкостью 5,0 л, добавляют 0,95 л ацетона, имеющим температуру -15°C (исходя из соотношения

25 смесь - ацетон 1:1, кг/л) при интенсивном перемешивании, после чего выпавший осадок отфильтровывают на фильтре и промывают 0,5 л ацетона, имеющим температуру 0°C.

Полученный осадок повторно растворяют в ацетоне, исходя из соотношения 1:1

30 (кг/л), при интенсивном перемешивании и проводят вторую фильтрацию, для чего в точности повторяют все операции с предыдущей стадии.

Далее осадок высушивают при комнатной температуре до постоянной массы.

Получено 0,104 кг порошка с содержанием АГЭ 99,0% по массе.

Общий выход 51,4%.

35 Продолжительность технологического процесса составила 11 часов.

ПРИМЕР 2. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

40 Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 1, за исключением того, что соотношение жировая смесь - ацетон при второй кристаллизации было 1:5, кг/л, а промывку осадка проводили растворителем температуры +4°C.

Получено 0,111 кг порошка с содержанием АГЭ 99,2% по массе.

45 Общий выход 55,0%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов.

ПРИМЕР 3. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

50 Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 1, за исключением того, что соотношение жировая смесь - ацетон при первой кристаллизации было 1:5,

кг/л, а промывку осадка проводили ацетоном, имеющим температуру +2°C.

Получено 0,112 кг порошка с содержанием АГЭ 99,2% по массе.

Общий выход 55,6%.

Продолжительность технологического процесса составила 11,0 часов.

5 ПРИМЕР 4. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

10 Все операции в данном примере проводили также как в примере 3, за исключением того, что соотношение жировая смесь - ацетон при второй кристаллизации было 1:5, кг/л.

Получено 0,119 кг порошка с содержанием АГЭ 99,6% по массе.

Общий выход 59,2%.

15 Продолжительность технологического процесса составила 12 часов.

ПРИМЕР 5. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

20 Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 1, за исключением того, что температура органического растворителя - ацетона при смешении составляла -5°C, а промывку осадка проводили растворителем той же температуры (-5°C).

25 Получено 0,106 кг порошка с содержанием АГЭ 99,0% по массе.

Общий выход 52,3%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 45 минут.

30 ПРИМЕР 6. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

35 Все операции в данном примере проводили также как в примере 2, за исключением того, что температура органического растворителя - ацетона при смешении составляла -5°C.

Получено 0,113 кг порошка с содержанием АГЭ 99,1% по массе.

Общий выход 55,8%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 10 минут.

40 ПРИМЕР 7. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

45 Все операции в данном примере проводили также как в примере 3, за исключением того, что температура органического растворителя - ацетона при смешении составляла -5°C.

Получено 0,113 кг порошка с содержанием АГЭ 99,2% по массе.

Общий выход 56,1%.

50 Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 5 минут.

ПРИМЕР 8. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 4, за исключением того, что температура органического растворителя - ацетона при смешении составляла -5°C.

5 Получено 0,118 кг порошка с содержанием АГЭ 99,4% по массе.

Общий выход 58,8%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 44 минуты.

10 ПРИМЕР 9. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

15 Все операции в данном примере проводили также как в примере 2, за исключением того, что температура органического растворителя - ацетона при смешении на первой кристаллизации составляла -15°C, а на второй кристаллизации -5°C.

Получено 0,114 кг порошка с содержанием АГЭ 99,3% по массе.

Общий выход 56,4%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 198 минут.

20 ПРИМЕР 10. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

25 Все операции в данном примере проводили также как в примере 1, за исключением того, что соотношение жировой смеси и ацетона на первой и на второй кристаллизациях составляло 1:4, кг/л, а температура органического растворителя - ацетона при смешении на первой кристаллизации была -15°C, а на второй -5°C.

Получено 0,112 кг порошка с содержанием АГЭ 99,1% по массе.

30 Общий выход 55,6%.

Продолжительность технологического процесса составила 12 часов.

ПРИМЕР 11. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят морской жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

35 Содержание АГЭ в жире - 20% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 1, за исключением того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

Получено 0,101 кг порошка с содержанием АГЭ 99,1% по массе.

40 Общий выход 50,2%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 30 минут.

ПРИМЕР 12. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

45 Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 2, за исключением того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

Получено 0,103 кг порошка с содержанием АГЭ 99,1% по массе.

50 Общий выход 51,1%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 42 минуты.

ПРИМЕР 13. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.
Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 3, за исключением того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

5 Получено 0,106 кг порошка с содержанием АГЭ 99,3% по массе.

Общий выход 52,7%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 25 минут.

10 ПРИМЕР 14. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 4, за исключением того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

15 Получено 0,117 кг порошка с содержанием АГЭ 99,6% по массе.

Общий выход 58,4%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 5 минут.

20 ПРИМЕР 15. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 5, за исключением того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

25 Получено 0,104 кг порошка с содержанием АГЭ 99,0% по массе.

Общий выход 51,5%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 10 минут.

30 ПРИМЕР 16. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 6, за исключением того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

35 Получено 0,108 кг порошка с содержанием АГЭ 99,3% по массе.

Общий выход 53,4%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 55 минут.

40 ПРИМЕР 17. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 7, за исключением того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

45 Получено 0,109 кг порошка с содержанием АГЭ 99,3% по массе.

Общий выход 54,0%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов.

50 ПРИМЕР 18. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

Все операции в данном примере проводили также как в примере 8, за исключением

того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

Получено 0,119 кг порошка с содержанием АГЭ 99,5% по массе.

Общий выход 59,2%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 43 минуты.

5 ПРИМЕР 19. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

10 Все операции в данном примере проводили также как в примере 9, за исключением того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

Получено 0,106 кг порошка с содержанием АГЭ 99,2% по массе.

Общий выход 52,5%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 54 минуты.

15 ПРИМЕР 20. Выделение АГЭ из жира печени командорского кальмара при использовании в процессе кристаллизации гексана.

Для получения АГЭ был взят жир из печени кальмара в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в морском жире - 20,0% по массе.

20 Все операции в данном примере проводили также как в примере 10, за исключением того, что в качестве органического растворителя был взят гексан.

Получено 0,114 кг порошка с содержанием АГЭ 99,5% по массе.

Общий выход 56,7%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 7 минут.

25 ПРИМЕР 21. Выделение АГЭ из жира печени камчатского краба при использовании в процессе кристаллизации ацетона.

Для получения АГЭ был взят жир из печени камчатского краба в количестве 1,0 кг.

Содержание АГЭ в жире - 4,0% по массе.

30 Все операции в данном примере проводили также как в примере 1.

Получено 0,020 кг порошка с содержанием АГЭ 99,2% по массе.

Общий выход 50,6%.

Продолжительность технологического процесса составила 11 часов 30 минут.

35 Препараты АГЭ, полученные в примерах 1-21, содержали в своем составе по массе более 90% суммы химилового, батилового и селахилового спиртов.

Суммарная продолжительность технологических процессов по примерам №1-21 составляла 11-12 часов.

40 Как видно из вышеприведенных примеров, заявляемый способ позволяет получить целевой продукт хорошего качества с высоким выходом, при этом способ является не только технологически не сложным, но и является экономически выгодным, поскольку позволяет сократить продолжительность технологического процесса в пять - шесть раз (до 11-12 часов) при минимальном использовании органических растворителей при кристаллизации АГЭ, причем остаток - свободные жирные
45 кислоты - также используются в дальнейшем, что делает переработку сырья комплексной.

50 Отфильтрованные гексановые или ацетоновые растворы регенерируют, пуская растворитель заново в процесс, а кубовый остаток, остающийся после выпаривания и представляющий собой свободные жирные кислоты, может быть использован в технологии получения БАД «Омегамарин» (концентрат омега-3 полиненасыщенных жирных кислот, ТУ 9281-007-02698223-10, Санитарно-эпидемиологическое заключение №77.99.11.003.Т.000955.04.10 от 07.04.2010 г.; Патент РФ №1581737 от 21.05.1993

«Способ получения концентрата этиловых эфиров эйкозапентаеновой и докозагексаеновой кислот», Касьянов С.П., Латышев Н.А., Глушенко Т.В.).

Формула изобретения

5 1. Способ получения алкил-глицериновых эфиров из морских жиров, включающий гидролиз морского жира, подкисление жировой смеси, промывку ее водой, первую кристаллизацию смеси из ацетона или гексана, фильтрацию, вторую кристаллизацию осадка из ацетона или гексана, фильтрацию и сушку целевого продукта, при этом при
10 первой и второй кристаллизации используется один из указанных растворителей, отличающийся тем, что отношение жировой смеси к ацетону или гексану, имеющему температуру от -15°C до -5°C , на первой и второй стадиях кристаллизаций составляет 1:1-5, кг/л.

15 2. Способ по п.1, отличающийся тем, что осадки, образующиеся на первой и второй стадиях кристаллизаций, после фильтрации промывают ацетоном или гексаном, имеющим температуру от (0°C) до $(+4^{\circ}\text{C})$.

20

25

30

35

40

45

50