

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) Описание изобретения

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 2001445
(22) 01.07.2020
(46) Бюл. 171, 2021
(71)(73) Махмудова Т.М. (TJ)
(72) Ибрагимов Д.Э. (TJ); Ибрагимова С.И. (TJ);
Гулахмадов Х.Ш. (TJ); Махмудова Т.М. (TJ)
(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСШИХ ЖИР-
НЫХ КИСЛОТ**
(57) Изобретение относится к области масложировой промышленности, а именно к технологии получения высших жирных кислот, также этот способ можно

2

успешно применять в фармацевтической промышленности для получения ненасыщенных высших карбоновых кислот, которые называются «эссенциальными кислотами». Способ включает подготовку сырья из масличных культур, извлечение масла из состава сырья методом горячей экстракции, щелочной гидролиз глицеридного состава масла с последующим переработкой и их разделение методом колоночной хроматографии. Такой технологической подход обуславливает не только получение смеси жирных кислот, а также их выделение индивидуально.

3

1158

4

Изобретение относится к области масложировой промышленности, а именно к технологии получения высших жирных кислот, также этот способ можно успешно применять в фармацевтической промышленности для получения ненасыщенных высших кислот, которые называются «эссенциальными кислотами».

Известен способ получения жирных кислот из соапстоков, образующихся при щелочной рафинации растительных масел. Сущность изобретения: соапстоки предварительно расщепляют путем гидролиза при 160-180°C и потом разлагают полученную эмульсию серной кислотой до pH 2-2,5 сульфатной воды при температуре 80-90°C. Продукт разложения отстаивают и разделяют на два слоя жирные кислоты, которые поступают на дистилляцию, и сульфатную воду, направляемую на получение сульфата натрия [Патент RU 2336299]. Недостатком способа является то, что ненасыщенные жирные кислоты под воздействием серной кислоты подвергаются каталитическому окислению, а также к внутримолекулярной дегидратации за счет отщепления водорода из углеводородных радикалов и гидроксильные группы за счет карбоксильной функциональной группы. Как известно некоторые высшие ненасыщенные жирные кислоты известны под названием эссенциальных кислот. Эссенциальные кислоты широко применяют в качестве исходного сырья для приготовления лекарственных средств. В процессе получения высших карбоновых кислот обработка серной кислотой также может отрицательно влиять на гомогенность и токсичность полученных масел.

Наиболее близким аналогом к нашему изобретению является способ получения жирных кислот путем кислотного гидролиза растительного масла или жира при соизмеримом со стехиометрическим количестве воды в реакционной смеси. В этом способе для ускорения реакции гидролиза применяется п-толуолсульфокислота или ее натриевая соль с эквивалентным соотношением HCl в количестве 1,0 - 5,2% от массы исходного сырья. Реакция гидролиза проводится в бисерной мельнице с массой перетирающего агента в отношении массы загрузки масла или жира 50 - 100% при 92 - 98°C с начальным вводом воды 0,5% от массы загрузки. Для получения смеси жирных кислот исходное сырьё (масло) в количестве 0,2% от массы взаимодействуют с выше характеризованными реагентами до значения кислотного числа 6,2 мг KOH/г [Патент RU 2166534].

Недостатком данного изобретения является то, что для получения жирных масел применяются более сложные технические средства и дорогостоящие препараты, такие как соляная кислота, гидроксид натрия, п-толуолсульфокислота. При термической обработке реакционной смеси расходуется значительно много энергии. Также не указано, каким образом полученные жирные кислоты выделяют от глицерина.

Также авторами этого изобретения не указан выход полученного продукта (количество полученных жирных кислот) по сравнению с теоретическим. Известно, что гидролиз триглицеридов масла применением водного дистиллята имеет наибольший интервал термообработки по сравнению с щелочным гидролизом.

Целью изобретения является улучшение эффективности технологии получения высших жирных кислот из состава растительных масел за счет уменьшения себестоимости и увеличения выхода полученного продукта по сравнению с теоретическим.

Как известно в природе источником высших жирных кислот являются жиры и масла растительного происхождения. Жирные кислоты имеют очень широкую прикладную значимость, их используют не только для получения мыла и других моющих средств, а также их широко применяют в медицине, в органическом синтезе, для получения альтернативных топлив и т.д.

Жирные кислоты, которые применяются в медицине, фармакологии в основном являются гомогенными или их получают по группам согласно молекулярному строению.

В предлагаемом способе в качестве исходного сырья используется хлопковое масло и масло семян лопуха (*Arctium tomentosum* Mill).

Масло подвергают щелочному гидролизу в спиртовой среде в результате, которого получают соли этих кислот. Соли этих кислот от глицерина и других сопутствующих компонентов отделяют методом холодной экстракции с применением H_2O . Для гидролиза этих солей используют водный раствор соляной кислоты в результате, которого образуются свободные высшие карбоновые кислоты. Из реакционной смеси карбоновые кислоты выделяют методом

3

полного испарения диэтилового эфира из состава масла. В зависимости от сорта хлопчатника в результате получают от 27 до 30г хлопкового масла. Присутствие эфира можно характеризовать органолептическим методом (метод дегустация). С целью получения высших жирных кислот состава хлопкового масла, масло подвергают щелочному гидролизу. Для этого полученное масло берут в термостойкую круглодонную колбу емкостью 500см³. Масло растворяют в 200г изопропилового спирта к раствору добавляют 10г кристаллического КОН (о.с.ч или ч.д.а.) колбу сооружают обратным холодильником и нагревают на водяной бане при температуре 75-78°C в течение 40 мин. Далее реакционную смесь охлаждают до температуры 30°C и экстрагируют с 100мл воды. В этом случае соли карбоновых кислот переходят в водную среду. Водный экстракт нейтрализуют с применением 1н раствором HCl. Такой технологический подход обуславливает превращению солей высших жирных кислот к свободному состоянию. Далее из реакционной смеси органические кислоты выделяют методом холодного экстрагирования с применением диэтилового эфира. Такая технология обуславливает переходу жирных кислот из водной среды в эфирную часть. После упаривания экстрагента (диэтилового эфира) получают концентрат (смесь) жирных кислот. Для получения отдельных жирных кислот хлопкового масла применяют метод колоночной хроматографии (размер колонки 30х3см) порошковую целлюлозу (0.1- 0.2мг) растворяют в 50% этаноле до кашеобразного вида. За тем целлюлозу заправляют в колонку таким образом, что в со-

экстрагирования с диэтиловым эфиром на делительной воронке. После упаривания эфира получают смесь высших жирных кислот. Для выделения индивидуальных кислот из полученной смеси применяют метод колоночной хроматографии. Для разделения в качестве неподвижной фазы применяют порошкообразную целлюлозу. В качестве подвижной фазы применяют систему этанол-вода-уксусная кислота (2:1:0.1). Фракционирование выделенных кислот осуществляется с применением метода тонкослойной хроматографии (ТСХ) в хромато графических системах хлороформ-метанол-уксусная кислота (1:2:0.1), бутанол-муравьиная кислота-вода (45:5:22.5), изоамиловый спирт-метанол-вода (1:2:1). После объединения идентифицированных фракций и упаривание элюата получают высшие жирные кислоты индивидуально.

Пример 1. Получение жирных кислот из масла семян хлопчатника.

Для получения хлопкового масла 100г ядра полученного из семян хлопчатника перемололи в ступке пестиком. Полученный маслянистый помол берут в специально шитые мешочки из хлопковой ткани (размер мешочков 6х3см) и загружают в аппарат Сокслетта. В качестве экстрагента используют диэтиловый эфир. Экстракцию проводят на водяной бане при температурах 48-50°C, в течение 6 часов. Далее полученный экстракт фильтруют и упаривают на Роторе испарители при температурах 35-38°C до

1158

4

стае не присутствовал воздух. Концентрат кислот загружают сверху по порциям. Навеска в порциях не должна превышать 1г. После загрузки концентрата жирных кислот их элюируют с применением системы этанол-вода-уксусная кислота (2:1:0.1) со скоростью 3см³/мин. Элюация проводится с применением автоматического коллектора в пробирках с объемом элюата 5см³. Для фракционирования элюатов используют методом ТСХ анализа. ТСХ анализ проводится на пластинках «Selufof» (Чехия) в хроматографических системах хлороформ-метанол-уксусная кислота (1:2:0.1), бутанол-муравьиная кислота-вода (45:5:22,5), изоамиловый спирт-метанол-вода (1:2:1).

После идентификации полученные фракции объединяют, элюат упаривают на Роторе испарителя и получают индивидуальные кислоты. Характеристика полученных кислот приведена в таблице 1.

Пример 2. Получение жирных кислот из масла семян лопуха (*Arctium tomentosum* Mill).

Для получения масла семян лопуха 100г семян лопуха собранные из предгорья Рамитского ущелья г. Вахдат в фазе после полного созревания высушивали в сушильном шкафу при температуре 35-40°C в течение 7 часов до постоянной массы. Высушенные семена перемололи с применением кофемолки до размеров 0.2-0.4 мм. Полученный маслянистый помол берут в специально шитые мешочки из хлопковой ткани (размер мешочков 6х3см) и загружают в аппарате Сокслетта. В качестве экстрагента используют ряд органических растворителей, таких как хлороформ, этилацетат, гексан и диэтиловый эфир. Экстракцию проводят на водяной бане согласно температуре ки-

пения из состава экстракта выделяют как в случае примера 1. Полученные результаты приведены в таблице 2.

Аналогичным способом также можно получить высшие жирные кислоты из других масел. По-

лученные кислоты можно использовать в качестве исходного сырья для приготовления фармацевтических препаратов относящихся к эссенциальным кислотам, а также для получения ряда веществ в органическом синтезе.

Формула изобретения

Способ получения высших жирных кислот, путем гидролиза растительного масла, отличающийся тем, что с применением спиртового раствора NaOH из глицерида состава масла, отделяют жирные кислоты в виде их натриевых солей, раствором HCl

восстанавливают свободные кислоты и из полученного концентрата методом колоночной хроматографии (неподвижная фаза – целлюлоза, элюат – этанол : вода: уксусная кислота (2:1:0,1) отделяют жирные кислоты.

Таблица 1 Результаты способа получения индивидуальных жирных кислот из состава хлопкового масла

Образцы хлопкового масла	Содержание полученных кислот в %							
	Олеиновая кислота	Стеариновая кислота	Пальмитиновая кислота	Миристиновая кислота	Линолевая кислота	Линоленовая кислота	Не идентифицированные кислоты	Общее количество масел
A	0,400	Следы	0,160	0,250	0,760	0,080	0,072	1,782
B	0,560	0,009	0,090	0,270	0,814	0,060	0,050	1,923
C	0,380	0,012	0,140	0,290	0,740	0,056	0,046	1,714
D	0,430	0,006	0,126	0,196	0,960	0,049	0,063	1,903
E	0,460	Следы	0,090	0,295	0,743	0,053	0,034	1,736

Примечание: A – хлопковое масло сорта 65/30; B- хлопковое масло сорта Гиссар; C- хлопковое масло сорта Мехргон; D- хлопковое масло сорта Л-15; E- хлопковое масло сорта Л-53.

Таблица 2 - Результаты способа получения индивидуальных жирных кислот из состава семян лопуха (Arctium tomentosum Mill)

Т а з ц ы м а	Содержание полученных кислот в %
---------------	----------------------------------

	Олеиновая кислота	Стеариновая кислота	Пальмитиновая кислота	Миристиновая кислота	Линолевая кислота	Линоленовая кислота	Не идентифициро- ванные кислоты	Общее количество масел
АТМ-1	0,470	0,430	0,120	0,021	0,390	0,380	0,170	4,980
АТМ-2	0,490	0,420	0,100	0,019	0,406	0,363	0,190	1,988
АТМ-3	0,360	0,440	0,140	0,036	0,280	0,217	0,120	1,593
АТМ-4	0,210	0,520	0,170	0,041	0,129	0,084	0,140	1,289

Примечание: Arctium tomentosum Mill - АТМ-1 – масло экстрагированное хлороформом, АТМ-2 – масло экстрагированное этилацетатом, АТМ-3 – масло экстрагированное гексаном, АТМ-4 – масло экстрагированное диэтиловым эфиром.

Компьютерный набор: Ризоева С.Р.

Заказ	Тираж	Подписное
Национальный патентно-информационный центр РТ 734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а		