



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111286400 A

(43)申请公布日 2020.06.16

(21)申请号 202010117816.8

(22)申请日 2020.02.25

(71)申请人 南京乔运康生物科技有限公司

地址 210000 江苏省南京市雨花台区宁双  
路28号3楼304、305室

(72)发明人 徐宝顺

(51)Int.Cl.

C11B 1/02(2006.01)

C11B 3/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油  
DHA产品制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种降低3-氯-1,2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法,本发明将微藻培养液用碱性酶进行酶解预处理,得到富含DHA的微藻毛油,酶解过的培养液均匀充入氮气并升温后离心处理,采用磷酸酸化进行脱胶纯化,然后进一步精炼过程中采用水洗及脱胶后再进行离心脱水,最终再进行碱炼、脱色脱臭等处理得到精制油产品,可实现大大降低了产品制备中氯离子含量,从而降低了3-MPCD的生成,增加了藻油DHA产品的安全性。本技术方案能够提供一种工艺中产生的氯离子含量少、制备工序可靠安全、离心脱水加工高效快速且有害物质去除率高的降低3-氯-1,2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法。

1. 一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法, 其特征在于, 具体包括如下步骤:

步骤一: 将微藻培养液用碱性酶进行酶解预处理, 碱性酶与微藻培养液调配比例为1/1000到1.5/1000之间的范围, 充分混合搅拌后进行酶解八到九个小时后待用;

步骤二: 向所述步骤一中酶解过的培养液均匀充入氮气, 然后使得培养液经过换热器升温达到80℃~95℃, 再离心分离得到富含DHA的微藻毛油;

步骤三: 对所述步骤二中得到的微藻毛油进一步采用磷酸酸化进行脱胶纯化, 具体包括将所述步骤二得到的藻毛油预热到80℃~85℃, 加入藻毛油重量的0.3%~0.5%的磷酸, 酸化脱胶后采用90℃~95℃的水洗两到五次, 得到脱胶后的脱胶藻毛油, 然后将脱胶纯化后的微藻毛油进行离心脱水处理;

步骤四: 最后将所述步骤三中离心脱水后的微藻油依次进行碱炼、脱色脱臭处理得到精制油产品, 具体包括将对所述步骤三中得到的藻毛油加入10%的氢氧化钠溶液进行碱炼, 再在真空条件下进行脱色处理, 脱色环境温度设置为100℃~105℃, 再添加碱炼后藻毛油重量的3%~5%的活性炭或活性白土进行脱色1~2小时, 最终得到精制藻油DHA产品。

2. 根据权利要求1所述的一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法, 其特征在于: 所述步骤一中的微藻培养液采用裂殖壶藻菌培养液。

3. 根据权利要求1所述的一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法, 其特征在于: 所述步骤一中酶解处理用碱性酶的酶活参数为15~20万单位/克, 酶解处理的条件为温度50~60℃, 调节酶解处理pH范围为8~8.5之间。

4. 根据权利要求1所述的一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法, 其特征在于: 所述步骤二中对培养液离心处理的转速采用5000~8000r/min。

5. 根据权利要求1所述的一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法, 其特征在于: 所述步骤三中对脱胶纯化后的微藻毛油脱水离心次数为两次, 包括进行第一次离心处理获得上层毛油后, 将剩余部分混匀后进行二次离心, 再将两次离心后的上层毛油合并。

6. 根据权利要求1所述的一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法, 其特征在于: 所述步骤四中脱色脱臭处理的真空度设置为-0.094mPa以下, 脱色脱臭后的藻毛油保持环境的温度为120℃~280℃、真空度为-0.094mPa以下。

## 一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及生物制品提炼制备技术领域,尤其涉及一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法。

### 背景技术

[0002] DHA(二十二碳六烯酸)俗称脑黄金,是一种对人体非常重要的不饱和脂肪酸,属于Omega-3不饱和脂肪酸家族中的重要成员。DHA是身体每个细胞的组成部分,也是皮肤、眼睛、大脑和心脏重要结构的组成部分,占大脑中Omega-3脂肪酸总量的97%,占眼睛特定部位视网膜中Omega-3脂肪酸总量的93%。因此,对胎儿和婴儿智力和视力发育至关重要。藻油是一种纯植物性DHA原料,从人工培育的海洋微藻中提取,未经食物链传递,是目前世界上最纯净、最安全的DHA来源。

[0003] 3-氯-1,2-丙二醇(3-MPCD),俗名3-氯-1,2-二羟基丙烷,该物质易燃,吸入、摄入或经皮肤吸收后会中毒,具有生殖、肾脏和神经毒性以及潜在的致癌和致突变作用。鉴于氯丙醇的危害性,许多国家制定了限量标准来控制食品中3-MCPD的污染。因此需要改进现有工艺,减少3-MPCD的产生,增加藻油DHA产品的安全性。

### 发明内容

[0004] 本发明目的是为了克服现有技术的不足而提供一种工艺中产生的氯离子含量少、制备工序可靠安全、离心脱水加工高效快速且有害物质去除率高的降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法。

[0005] 为达到上述目的,本发明采用了如下技术方案。

[0006] 一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法,具体包括如下步骤:

步骤一:将微藻培养液用碱性酶进行酶解预处理,碱性酶与微藻培养液调配比例为1/1000到1.5/1000之间的范围,充分混合搅拌后进行酶解八到九个小时后待用;

步骤二:向所述步骤一中酶解过的培养液均匀充入氮气,然后使得培养液经过换热器升温达到80℃~95℃,再离心分离得到富含DHA的微藻毛油;

步骤三:对所述步骤二中得到的微藻毛油进一步采用磷酸酸化进行脱胶纯化,具体包括将所述步骤二得到的藻毛油预热到80℃~85℃,加入藻毛油重量的0.3%~0.5%的磷酸,酸化脱胶后采用90℃~95℃的水洗两到五次,得到脱胶后的脱胶藻毛油,然后将脱胶纯化后的微藻毛油进行离心脱水处理;

步骤四:最后将所述步骤三中离心脱水后的微藻油依次进行碱炼、脱色脱臭处理得到精制油产品,具体包括将对所述步骤三中得到的藻毛油加入10%的氢氧化钠溶液进行碱炼,再在真空条件下进行脱色处理,脱色环境温度设置为100℃~105℃,再添加碱炼后藻毛油重量的3%~5%的活性炭或活性白土进行脱色1~2小时,最终得到精制藻油DHA产品。

[0007] 作为本发明的进一步改进,所述步骤一中的微藻培养液采用裂殖壶藻菌培养液。

[0008] 作为本发明的进一步改进,所述步骤一中酶解处理用碱性酶的酶活参数为15~20

万单位/克,酶解处理的条件为温度50~60℃,调节酶解处理pH范围为8~8.5之间。

[0009] 作为本发明的进一步改进,所述步骤二中对培养液离心处理的转速采用5000~8000r/min。

[0010] 作为本发明的进一步改进,所述步骤三中对脱胶纯化后的微藻毛油脱水离心次数为两次,包括进行第一次离心处理获得上层毛油后,将剩余部分混匀后进行二次离心,再将两次离心后的上层毛油合并。

[0011] 作为本发明的进一步改进,所述步骤四中脱色脱臭处理的真空度设置为-0.094mPa以下,脱色脱臭后的藻毛油保持环境的温度为120℃~280℃、真空度为-0.094mPa以下。

[0012] 由于上述技术方案的运用,本发明的技术方案带来的有益技术效果:本发明的制备工艺方法是采用将裂殖壶藻菌培养液进行酶解处理后得到富含DHA的微藻毛油,在精炼过程中脱胶后进行离心脱水,然后进行碱炼、脱色脱臭得到高质量的精制油产品;通过采用本发明技术方案处理工艺可实现大大降低产品中氯离子含量,从而降低了3-MPCD的生成,达到提高藻油DHA产品安全性,降低使用时对人体造成伤害的有益技术效果;目前在传统工艺中粗制藻油在转化为精制油时采用饱和食盐水进行脱水,但DHA甘油三酯会分解产生的丙三醇能与氯化钠或水中存在的氯离子作用生成3-MPCD,这可能会对人体造成伤害,而本技术方案有效避免了上述有害物质的产生,达到进一步降低了有害物质含量的有益技术效果。

### 具体实施方式

[0013] 下面将结合实施例对本发明的详细方案进行详细说明,应理解本发明中所述的术语仅仅是为描述特别的实施方式,并非用于限制本发明,本发明实施例中所提供的方法如果没有特殊说明均为常规方法。

[0014] 实施例1:

一种降低3-氯-1, 2-丙二醇含量的微藻油DHA产品制备方法,具体包括如下步骤:

1)将微藻培养液进行酶解处理,酶解处理的酶为碱性酶,碱性酶的酶活为15~20万单位/克,碱性酶与微藻培养液重量比例为1~1.5/1000,酶解处理的条件为温度50~60℃,调节pH8~8.5,加入微藻培养液1~1.5/1000的碱性酶,搅拌、酶解8~9小时。

[0015] 2)步骤1)酶解过的培养液,充入氮气,加热培养液离心即得富含DHA的微藻毛油,加热方法为使得培养液经过换热器升温达到80~95℃,培养液离心的转速为5000~8000r/min。

[0016] 3)对步骤2)得到的微藻毛油进行精炼纯化,将脱胶的微藻毛油进行离心脱水;所述脱胶采用磷酸酸化脱胶工艺,所述磷酸酸化脱胶工艺为将步骤(2)得到的藻毛油预热到80~85℃,加入步骤(2)得到的藻毛油重量的0.3~0.5%的磷酸,酸化脱胶后,90~95℃的水洗2~5次,得到脱胶后的脱胶藻毛油;脱胶的微藻毛油脱水离心次数为二次,即离心获得上层毛油后,将剩余部分混匀后进行二次离心,将两次离心后的上层毛油合并;将步骤(3)得到的藻毛油加入10%的氢氧化钠溶液进行碱炼。

[0017] 4)对步骤3)脱水的微藻油进行碱炼、脱色、脱臭得到精制油,其中脱色采用活性炭或活性白土脱色,脱色工艺为在真空条件下,温度为100~105℃,添加藻毛油重量3~5%的

活性炭或活性白土进行脱色,真空度为-0.094mPa以下。将脱色后的藻毛油在温度为120~280℃、真空度为-0.094mPa以下,脱色1~2 小时。

[0018] 改善前3-MPCD含量检测结果如下:

检测项目	检测结果	单位	定量限
总值: 3-氯-1,2-丙二醇酯和缩水甘油酯转化的总 3-氯-1,2-丙二醇 (游离态+结合态)	440	μg/mg	100
其中: 3-氯-1,2-丙二醇酯 3-氯-1,2-丙二醇 (游离态+结合态)	400	μg/mg	100
其中: 缩水甘油, 以 3-氯-1,2-丙二醇计 (缩水甘油转化的 3-氯-1,2-丙二醇)	40	μg/mg	100

[0019] 改善后3-MPCD含量检测结果如下:

检测项目	检测结果	单位	定量限
总值: 3-氯-1,2-丙二醇酯和缩水甘油酯转化的总 3-氯-1,2-丙二醇 (游离态+结合态)	280	μg/mg	100
其中: 3-氯-1,2-丙二醇酯 3-氯-1,2-丙二醇 (游离态+结合态)	170	μg/mg	100
其中: 缩水甘油, 以 3-氯-1,2-丙二醇计 (缩水甘油转化的 3-氯-1,2-丙二醇)	110	μg/mg	100

[0020] 通过采用德国油脂科学学会标准DGF C-VI 18(10)以气相色谱-质谱法(GC-MS)对处理前后微藻油中3-MPCD含量进行对比检测结果显示:改善前的微藻油DHA传统制备处理工艺过的产品中检测到总3-MPCD为440μg/mg,而经过改善后的本发明制备处理工艺的产品中检测到总3-MPCD为280μg/mg;对比可见,本发明的工艺方法实现了总3-MPCD的含量降低幅度达36%,产品改善程度较为明显,有害物质去除率高,产品安全性得到了很大提升。

[0021] 以上仅是本发明的具体应用范例,对本发明的保护范围不构成任何限制。凡采用等同变换或者等效替换而形成的技术方案,均落在本发明权利保护范围之内。