

猪网油萃取脱酸工艺研究

姚尧,李诚*,付刚,刘爱平,杨勇
(四川农业大学食品学院,四川雅安 625014)

摘要:采用萃取法脱除高酸价猪网油中的游离脂肪酸。以95%乙醇为萃取溶剂,通过单因素实验,研究了萃取时间、萃取温度、萃取次数和料液比对猪网油酸价和得率的影响,在此基础上设计正交实验,对猪网油萃取脱酸工艺参数进行优化。正交实验结果表明:此方法可以有效脱除猪网油中的游离脂肪酸,综合确定猪网油萃取脱酸的较优工艺条件为萃取温度45℃,萃取次数4次,料液比1:1.5,萃取时间10min。采用上述脱酸条件,所得猪网油酸价为0.8560mg KOH·g⁻¹,得率为81.94%。

关键词:猪网油,萃取脱酸,酸价,得率,工艺

Study on optimization of solvent extraction deacidification process of pork intestinal oil

YAO Yao, LI Cheng*, FU Gang, LIU Ai-ping, YANG Yong

(College of Food Science, Sichuan Agricultural University, Ya'an 625014, China)

Abstract: The pork intestinal oil was deacidified by solvent extraction deacidification method in this study. Taking 95% ethanol as the extraction solvent, the effect of extraction time, extraction temperature, extraction times and ratio of oil to alcohol on the acid value and yield of pork intestinal fat were researched by single factor investigations. The orthogonal test was designed to get the optimum processing parameters of the solvent extraction deacidification. The results showed that the free fatty acids in pork intestinal oil could be removed effectively by this method. The optimum processing formula was extraction temperature 45℃, extraction times 4 times, ratio of oil to alcohol 1:1.5, extraction time 10min. With the above processing, the acid value of pork intestinal oil had fallen to 0.8560mg KOH·g⁻¹, the yield was 81.94%.

Key words: pork intestinal oil; solvent extraction deacidification; acid value; yield; process

中图分类号: TS224.6

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2015)12-0235-04

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2015.12.041

猪油是健康猪的脂肪组织经干法或湿法炼制而成的一种动物油。它不仅是丰富的食物能源,还含有多种人体必需脂肪酸及脂溶性维生素^[1]。另外,其独特的风味使其具有增进食欲的作用^[2]。除日常食用外,猪油通过分提、氢化、酯交换等方法改性后,在食品工业领域具有重要地位^[3-5]。

猪脂肪主要分布于皮下、肠系膜、心外膜、大网膜、腹膜及肾周围等处^[6]。取于大网膜脂肪的猪油称为“网油”,民间亦称作“水油”,具有来源较广,成本较低的优点。对于取于不同部位的猪油,其油脂成分也有较大区别^[7]。

猪油经高温提炼极易发生氧化酸败,对其品质产生不利影响,不仅影响猪油感官性状,而且酸败产物有害于身体健康。在不同部位猪脂肪炼得的猪油中,由于猪网油中水分和灰分含量较高,导致酸价较高,可达到6mgKOH·g⁻¹以上,远高于国家相关标准,

故需通过脱酸降低其酸价。

油脂脱酸方法包括化学脱酸、物理脱酸和混合脱酸法^[8]。溶剂萃取法是利用在一些有机溶剂中脂肪酸和甘油酯的溶解度不同的原理,在适当工艺条件下,利用溶解度差异脱除油脂中的游离脂肪酸。由于此方法在室温及常压下即可进行,具有操作工艺简单,精炼能耗和天然活性物质损耗较低等优点,目前已引起广泛关注^[9]。乙醇价格适宜、容易回收、性质稳定、损耗小且安全性较高,是萃取脱酸法的常用溶剂^[10]。目前针对茶油、树油、米糠油、蛋黄油等油脂的萃取脱酸研究已取得一定进展^[11-14],针对高酸价猪油的相关研究未见报道。本文从萃取时间、萃取温度、萃取次数和料液比四个方面研究了其对猪网油萃取脱酸效果的影响,并对猪网油萃取脱酸工艺参数进行优化,为工业化生产优质猪油,提高猪网油利用率提供实验参考。

收稿日期: 2014-09-23

作者简介: 姚尧(1991-),女,硕士研究生,研究方向:畜产品加工及质量安全控制。

* 通讯作者: 李诚(1964-),男,博士,教授,研究方向:畜产品加工及质量安全控制。

1 材料与方 法

1.1 材料与仪器

猪网油 四川佳享食品有限公司雅安销售点; 乙醚、乙醇 均为分析纯, 四川西陇化工有限公司; 酚酞指示剂、氢氧化钾 均为分析纯, 成都市科龙化工试剂厂。

BT-12S型电子天平 德国Sartorius公司; PTHW普通恒温多联电热套 巩义市予华仪器有限责任公司; DZ-5型不锈钢电热蒸馏水器 上海三申医疗器械有限公司; SXC12型绞肉机 上海双碟厨具有限公司大溪分公司; RE-5203型旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂; HJ-3型恒温磁力搅拌器 常州国华电器有限公司; BR4i型多功能冷冻离心机 法国THERMO JOUAN公司。

1.2 实验方法

1.2.1 猪网油炼制 将剔除杂质后的干净猪网油切成 1cm^3 的小块, 放入绞肉机中绞制后置于电热套中高温炼制得到粗炼猪网油以备脱酸。

1.2.2 猪网油萃取脱酸工艺流程 粗炼猪网油——加热——加入95%乙醇搅拌混合——静置分层——得到下层油层——重复上述实验——旋蒸脱除溶剂——脱酸油。

1.2.3 操作要点 取100g粗炼猪网油于圆底烧瓶中, 置于恒温磁力搅拌器上, 加热到一定温度, 按一定的料液比加入一定体积的95%乙醇, 恒温搅拌混合一定时间, 将混合物于分液漏斗中静置分层, 将下层猪油分出后以相同条件重复萃取多次后将猪网油转入旋转蒸发器中, 在最大真空度下真空干燥脱水, 温度控制在 80°C 。称取干燥后的油重, 计算得率, 测定酸价^[13]。

1.2.4 单因素实验

1.2.4.1 萃取时间对脱酸效果的影响 称取100g高温炼制所得猪网油, 按照1.2.3中萃取脱酸的方法进行脱酸, 在萃取温度 50°C , 料液比1:1.5的条件下萃取两次, 设定萃取时间分别为5、10、15、20、25min。测定所得脱酸油的酸价和得率。每个处理平行测定3次, 结果取平均值。

1.2.4.2 萃取温度对脱酸效果的影响 称取100g高温炼制所得猪网油, 按照1.2.3中萃取脱酸的方法进行脱酸, 在萃取时间10min, 料液比1:1.5的条件下萃取两次, 设定萃取温度分别为40、45、50、55、 60°C 。测定所得脱酸油的酸价和得率。每个处理平行测定3次, 结果取平均值。

1.2.4.3 萃取次数对脱酸效果的影响 称取100g高温炼制所得猪网油, 按照1.2.3中萃取脱酸的方法进行脱酸, 在萃取时间10min, 萃取温度 45°C , 料液比1:1.5的条件下进行萃取, 设定萃取次数分别为1、2、3、4、5次。测定所得脱酸油的酸价和得率。每个处理平行测定3次, 结果取平均值。

1.2.4.4 料液比对脱酸效果的影响 称取100g高温炼制所得猪网油, 按照1.2.3中萃取脱酸的方法进行脱酸, 在萃取时间10min, 萃取温度 45°C 的条件下萃取4次, 设定料液比分别为2:1、1:1、1:1.5、1:2、1:2.5。测定所得脱酸油的酸价和得率。每个处理平行测定3次, 结果取平均值。

1.2.5 正交实验 在单因素实验基础上, 综合考虑各指标, 选择萃取温度、萃取次数和料液比为因素, 进行正交实验, 以所得脱酸油的酸价和得率为指标, 确定猪网油萃取脱酸的最佳工艺条件, 正交实验各因素水平见表1。

表1 正交实验因素水平表

Table 1 Factors and levels table of orthogonal test

| 水平 | 因素 | | |
|----|--------------------------|---------|-------|
| | 萃取温度($^\circ\text{C}$) | 萃取次数(次) | 料液比 |
| 1 | 40 | 2 | 1:1 |
| 2 | 45 | 3 | 1:1.5 |
| 3 | 50 | 4 | 1:2 |

1.2.6 酸价的测定 参照GB/T 5530-2005动植物油脂 酸值和酸度的测定。

1.2.7 得率的计算 公式如下:

$$\text{猪网油得率}(\%) = \frac{m_2}{m_1} \times 100$$

式中: m_1 为脱酸前猪网油的质量, 单位为克(g); m_2 为脱酸后猪网油的质量, 单位为克(g)。

1.2.8 数据分析 单因素数据分析采用SPSS (Statistical Product and Service Solutions) 17.0软件进行单因素方差分析和邓肯多重比较, 正交数据运用Minitab软件进行处理。

2 结果与分析

2.1 萃取时间对脱酸效果的影响

萃取时间对猪网油酸价和得率的影响见图1。

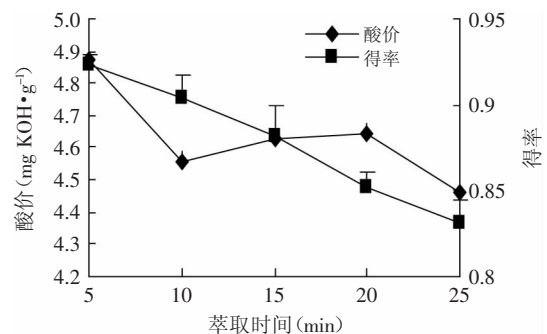


图1 萃取时间对猪网油酸价和得率的影响

Fig.1 Effect of extraction time on the acid value and yield of pork intestinal oil

由图1可见, 萃取时间对猪网油酸价和得率有显著影响 ($p < 0.05$), 从5min延长至10min, 酸价显著降低 ($p = 0.017$), 10min后继续延长萃取时间, 酸价没有显著变化 ($p = 0.332$), 而得率随萃取时间的延长不断下降 ($p < 0.05$)。即萃取10min时, 游离脂肪酸已经在两相中达到平衡, 萃取时间过长将增大猪油损失, 因此选择10min为猪网油适宜萃取时间。这与王亚东等^[15]在米糠油甲醇萃取脱酸工艺研究中所获得结果基本一致。

2.2 萃取温度对脱酸效果的影响

萃取温度对猪网油酸价和得率的影响见图2。

由图2可见, 萃取温度从 40°C 升高到 45°C , 猪网油

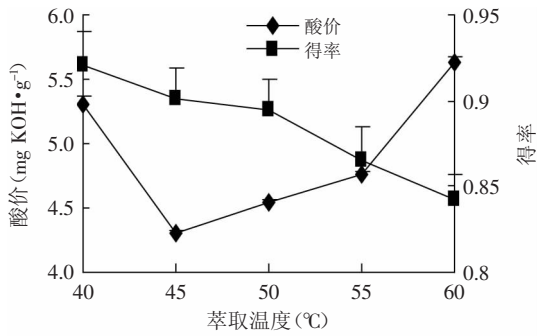


图2 萃取温度对猪网油酸价和得率的影响

Fig.2 Effect of extraction temperature on the acid value and yield of pork intestinal oil

酸价显著下降 ($p < 0.05$), 即适当升高萃取温度有利于游离脂肪酸在溶剂中的溶解, 但继续升高温度反而造成酸价的上升。随着萃取温度的升高, 萃取所得猪网油得率不断下降 ($p < 0.05$), 即高温不仅导致了猪油品质下降, 而且会使更多的猪油溶于有机溶剂中造成损失, 因此选择45°C为猪网油适宜萃取温度。酸价变化趋势与敬思群^[16]在油莎豆油溶剂萃取法脱酸工艺的研究结果一致。

2.3 萃取次数对脱酸效果的影响

萃取次数对猪网油酸价和得率的影响见图3。

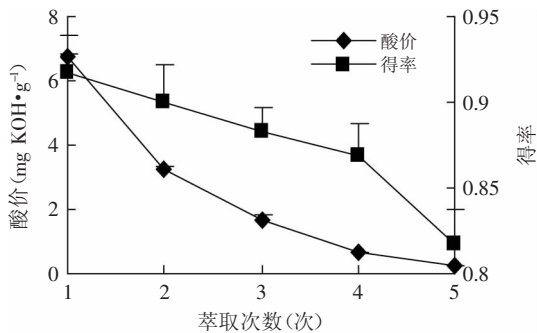


图3 萃取次数对猪网油酸价和得率的影响

Fig.3 Effect of extraction times on the acid value and yield of pork intestinal oil

由图3可见, 萃取次数越多, 酸价和得率越低 ($p < 0.05$)。酸价降低的原因在于液液萃取的效果受到相平衡关系的限定, 多次萃取可以通过多级平衡使目标组分尽量被分离出来。在第4次萃取时, 绝大部分游离脂肪酸已被去除, 猪网油酸价达到1mg KOH·g⁻¹以下。虽然萃取次数越多, 脱酸效果越好, 但次数过多会使油脂反复加热, 反而容易对其品质产生不良影响, 造成猪油得率的下降, 因此综合考虑经济效益的因素, 选择萃取4次较为合适。章挺^[17]对樟树籽油和肖志红^[18]对光皮树油进行萃取脱酸研究时得到相同的酸价变化规律。

2.4 料液比对脱酸效果的影响

料液比对猪网油酸价和得率的影响见图4。

由图4可见, 在萃取次数相同的条件下, 随着料液比的增大, 猪网油酸价和得率逐渐下降 ($p < 0.05$)。其原因在于随着料液比的增大, 溶解于溶剂中的游

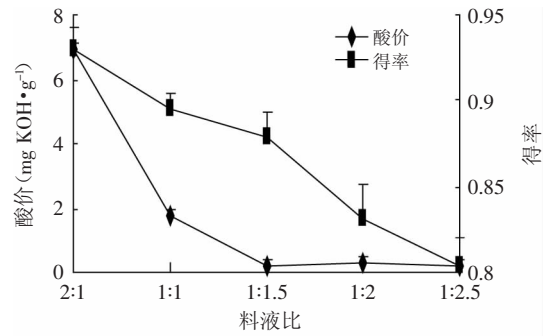


图4 料液比对猪网油酸价和得率的影响

Fig.4 Effect of ratio of oil to alcohol on the acid value and yield of pork intestinal oil

离脂肪酸的量逐渐增大, 萃取效果逐渐增强。当料液比超过1:1.5时, 猪网油酸价没有显著变化 ($p = 0.542$), 而得率持续下降 ($p < 0.05$), 因此综合考虑经济效益和生产效率等因素, 选择1:1.5为猪网油萃取脱酸的适宜料液比。这与杨修斌^[19]对改性茶油和胡晓军^[20]对花椒籽油的萃取脱酸研究所得规律一致。

2.5 猪网油萃取脱酸正交实验

不同萃取脱酸工艺条件对猪网油酸价和得率影响的正交实验方案及结果见表2。得率和酸价方差分析结果分别见表3和表4。

表2 正交实验方案及结果

Table 2 Orthogonal test scheme and results

| 实验号 | A | B | C | 得率 (%) | 酸价 (mg KOH·g ⁻¹) |
|------------------|--------|--------|--------|--------|------------------------------|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 93.25 | 14.8353 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 89.89 | 12.8785 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 83.38 | 3.7649 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 86.71 | 6.1615 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 80.44 | 1.2166 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 82.37 | 2.2567 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 84.59 | 4.0871 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 85.29 | 5.2653 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 79.77 | 0.6260 |
| k ₁ | 88.840 | 88.183 | 86.970 | | |
| k ₂ | 83.173 | 85.207 | 85.457 | | |
| k ₃ | 83.217 | 81.840 | 82.803 | | |
| R ₁ | 5.667 | 6.343 | 4.167 | | |
| k ₁ ' | 10.493 | 8.361 | 7.452 | | |
| k ₂ ' | 3.212 | 6.453 | 6.555 | | |
| k ₃ ' | 3.326 | 2.216 | 3.023 | | |
| R ₂ | 7.281 | 6.145 | 4.429 | | |

由表2中的均值分析可知: 以酸价为指标, 较优工艺条件为A₂B₃C₃, 即萃取温度45°C, 萃取次数4次, 料液比1:2。由极差分析可得各因素对猪网油酸价影响的主次顺序依次为萃取温度>萃取次数>料液比; 以得率为指标, 较优工艺条件为A₁B₁C₁, 即萃取温度40°C, 萃取次数2次, 料液比1:1。由极差分析可得各因素对猪网油得率影响的主次顺序依次为萃取次数>萃取温度>料液比。

表3 得率正交实验方差分析表

Table 3 Variance analysis of orthogonal experiment of the yield

| 变异来源 | 自由度 | 偏差平方和 | 均方和 | F值 | F_{α} |
|------|-----|---------|--------|---------|--------------------|
| A | 2 | 63.735 | 31.868 | 33.075* | |
| B | 2 | 60.433 | 30.217 | 31.361* | $F_{0.05}(2,2)=19$ |
| C | 2 | 26.691 | 13.346 | 13.851 | $F_{0.01}(2,2)=99$ |
| 误差 | 2 | 1.930 | 0.965 | | |
| 合计 | 8 | 152.789 | | | |

注:*为显著,**为极显著;表4同。

表4 酸价正交实验方差分析表

Table 4 Variance analysis of orthogonal experiment of the acid value

| 变异来源 | 自由度 | 偏差平方和 | 均方和 | F值 | F_{α} |
|------|-----|---------|--------|--------|--------------------|
| A | 2 | 104.393 | 52.196 | 37.69* | |
| B | 2 | 59.363 | 29.682 | 21.43* | $F_{0.05}(2,2)=19$ |
| C | 2 | 32.904 | 16.452 | 11.88 | $F_{0.01}(2,2)=99$ |
| 误差 | 2 | 2.770 | 1.385 | | |
| 合计 | 8 | 199.429 | | | |

方差分析结果(表3、表4)表明,萃取温度和萃取次数对酸价和得率均有显著影响,而料液比对二者影响不显著,这可能是由于料液比从1:1增大到1:2,猪网油中游离脂肪酸的脱除及猪油在有机溶剂中的溶解均已达到较高状态,故结合单因素实验结果,选择料液比为1:1.5。萃取温度对酸价影响较大,因此选择45℃为萃取工艺最适温度,而萃取次数虽对得率影响较大,但由表2可见,在萃取温度45℃,料液比1:1.5,萃取次数2次的条件下,即便猪油得率较高,但脱酸效果不佳,酸价仍高于食用猪油相关标准,因此以酸价为指标,确定较优萃取次数为4次。即猪网油萃取脱酸的较优工艺条件为:萃取温度45℃,萃取次数4次,料液比1:1.5,萃取时间10min。在此条件下进行双平行验证性实验萃取脱酸所得猪网油酸价为0.8560mg KOH·g⁻¹,得率为81.94%。

3 结论

粗炼猪网油在适宜条件下,经萃取脱酸处理可以使其酸价显著降低。在本实验室条件下,得到猪网油最佳萃取脱酸条件为萃取温度45℃,萃取次数4次,料液比1:1.5,萃取时间10min。在此条件下萃取脱酸所得猪网油酸价为0.8560mg KOH·g⁻¹,得率为81.94%。

参考文献

[1] 冀聪伟. 低胆固醇猪油基焙烤起酥油[D]. 无锡:江南大学,

2012.

[2] 代小容,张宝勇. 脂肪和猪油的食用价值[J]. 肉类研究, 2008(7):65-68.

[3] Tiankui-Yang, Xuebing-Xu, Chuan He, et al. Lipase-catalyzed modification of lard to produce human milk fat substitutes [J]. Food Chemistry, 2003, 80(4):473-481.

[4] Silva R C D, De Martini Soares F A S, Fernandes T G, et al. Interesterification of lard and Soyben Oil Blends Catalyzed by Immobilized Lipase in a Continuous Packed Bed Reactor [J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2001, 88(12): 1925-1933.

[5] Best D. New technology for cholesterol reduction[J]. Food Processing, 1989(12):156.

[6] 陈强,赖桦,李长强,等. 猪脂肪组织代谢及其调控[J]. 云南农业大学学报, 2006, 21(5):635-640.

[7] 张金廷,苏屹宾,袁鹤吟. 乳化法从猪油中分离液体猪油[J]. 粮食与油脂, 1998(4):21-23.

[8] BM Bhosle, R Subramanian. New approaches in deacidification of edible oils—a review[J]. Journal of Food Engineering, 2005, 69(4):481-494.

[9] ECR Christianne, MO Marcia, JAM Antonio. Optimization of the rice bran oil deacidification process by liquid-liquid extraction [J]. Journal of Food Engineering, 2006(73):370-378.

[10] 刘书成,谢燕,章超桦,等. 油脂脱酸新方法研究进展[J]. 粮油加工, 2007(6):81-84.

[11] 熊春兰,陈彭生,刘光斌,等. 茶油的精制及其在化妆品中的应用[J]. 应用化工, 2011, 40(2):235-238.

[12] 任娜,刘玉环,韩东平,等. 超声波辅助法在光皮树油脱酸工艺中的应用研究[J]. 粮油加工, 2010(4):21-23.

[13] 刘晔. 高酸值米糠油萃取脱酸工艺的研究[J]. 粮油加工与食品机械, 2005(12):48-49.

[14] 王卫芬. 蛋黄油脱酸及蛋黄卵磷脂纯化工艺研究[D]. 无锡:江南大学, 2008.

[15] 王亚东,梁少华,杨国龙,等. 米糠油甲醇萃取脱酸工艺条件的研究[J]. 中国油脂, 2013, 38(5):5-8.

[16] 敬思群,欧阳位麒,王耀祥,等. 油莎豆油溶剂萃取法脱酸工艺研究[J]. 食品科技, 2013, 38(7):211-213.

[17] 章挺,江香梅,付宇新. 樟树籽油溶剂萃取脱酸工艺优化[J]. 食品科技, 2012, 37(6):194-196.

[18] 肖志红,刘汝宽,李昌珠,等. 光皮树油溶剂萃取脱酸工艺研究[J]. 粮油加工, 2006(11):45-46.

[19] 杨修斌,吴炜亮,郑建仙. 改性茶油中游离脂肪酸的脱除工艺研究[J]. 现代食品科技, 2011, 27(5):564-567.

[20] 胡晓军,刘森,安鸣. 花椒籽油精炼工艺的实验研究[J]. 农业工程学报, 2012, 28(1):322-325.

(上接第234页)

[11] 范青生. 木姜子属主要药用植物的品种品质研究[M]. 北京:中国轻工业出版社, 2000.

[12] 黄敏,钟振声. 分子蒸馏纯化天然香料山苍子油[J]. 食品科技, 2005, 8:52-54.

[13] 刘华. 分子蒸馏新技术在天然产物分离和其他领域中的应用[J]. 中药材, 2000, 22(3):152.

[14] 汪正范. 色谱定性与定量[M]. 北京:化学工业出版社, 2000:169-172.

[15] 陶菊春,吴建民. 综合加权评分法的综合权重确定新探索[J]. 系统工程理论与实践, 2001, 8:43-48.

[16] 伍艺,阮竞兰,伍维维. 基于多指标实验设计的胶辊磨谷机工作参数综合优化分析[J]. 包装与食品机械, 2012, 30(3):1-5.