

脱酸与脱腥条件对烤鳗油品质的影响

谢东杨, 谢晓琼, 谢苗, 甘纯玢

(福建农林大学 生物技术中心, 福建 福州 350002)

摘 要:用正交试验法设计碱(NaOH)加入量以优化烤鳗油的脱酸条件, 并对脱酸后的酸价、过氧化值和收得率进行测定以评价其质量。运用减压水蒸气蒸馏法对烤鳗油进行脱腥处理, 以气相色谱-质谱(GC-MS)联用技术测定经脱腥后烤鳗油的脂肪酸组成。结果显示, 烤鳗油最佳脱酸条件为0.05%过量碱, 原碱质量分数13.04%, 温度60℃, 处理时间35 min。经活性陶土脱色, 可得到符合食用油标准的精炼烤鳗油, 收得率为80%; 脱腥条件为温度180℃、压力-0.09 MPa, 水蒸气蒸馏处理, 得到基本保持高不饱和脂肪酸组分的脱腥烤鳗油。

关键词:烤鳗油; 脱酸; 脱腥

中图分类号:TS225.24

文献标识码:A

文章编号:1005-8737(2002)04-0363-04

鳗鲡(*Anguillidae*)是我国重要的名优水产养殖品种。近年来, 烤鳗加工成为这一产业的新经济增长点。在鳗鲡烤制过程中, 烤鳗油常成为废液排入下水道。烤鳗油中含有丰富的高等不饱和脂肪酸, 如DHA、EPA, 它们的生理活性逐渐为人所利用^[1-3], 因此, 开发烤鳗油的新用途, 不但可提高资源利用率, 还可减少环境污染。

烤鳗厂通常规模较大, 烤鳗油资源分布相对比较集中, 为回收利用这一资源创造了有利条件。本研究旨在进一步优化烤鳗油加工条件以为合理利用这一资源提供基础实验依据。

1 材料与方法

1.1 烤鳗油

1.1.1 原料 采用福清齐翔烤鳗厂生产线调味液中回收的烤鳗油。

1.1.2 预纯化处理 采用传统油脂处理方法^[4], 将原料烤鳗废油经沉淀分离出酱油后, 再进一步沉淀除去脂肪, 于85~95℃加入1%~1.5%磷酸和10%~15%软水脱胶, 待用。

收稿日期: 2001-08-130.

基金项目: 福建省教育厅资助项目(JA98090).

作者简介: 谢东杨(1969-), 男, 福建农林大学博士生.

通讯作者: 甘纯玢. E-mail: ganchunji@hotmail.com

1.2 化学试剂

活性陶土为工业品级, 实验用碱为NaOH(分析纯)。其余化学试剂为化学纯或分析纯。

1.3 实验设计

1.3.1 脱酸条件设定 对预纯化烤鳗油(1.1.2)以过量碱用量及浓度、反应温度和时间作为约束条件进行 $L_{25}(4^5)$ 正交脱酸试验, 优化脱酸条件设计见表1。共进行2道碱炼。

1.3.2 脱腥条件设定 对预纯化烤鳗油(1.1.2)进行减压水蒸气蒸馏处理, 设定温度为200、180、150和120℃, 压力设定为-0.09和-0.03 MPa。

1.4 分析方法

1.4.1 酸价、碘价与过氧化值 酸价按GB/T 5530-85方法^[5]测定, 过氧化值按参考文献[5], 碘价按参考文献[6]方法测定。酸价、过氧化值和碘价的下降率由下式计算:

$$\text{下降率}(\%) = \frac{\text{当前测定值} - \text{初始测定值}}{\text{初始测定值}} \times 100$$

1.4.2 脂肪酸组成

(1) 烤鳗油的皂化和甲酯化 对脱腥处理后的烤鳗油采用四甲基氢氧化铵-甲醇法, 使皂化和甲酯化一步完成。

取处理后烤鳗油0.5 g加入5 mL无水乙醇中摇匀, 再加入4~5滴四甲基氢氧化铵甲醇液, 振摇10 min, 静置0.5 h, 加入蒸馏水摇匀, 静置, 吸取上

层清液(醚层)作 GC-MS 测定用。

(2) GC-MS 测定 在 HP5973 气相色谱-质谱联用仪上测定,测定条件采用文献[7]方法。色谱柱:HP-5MS, 30 m × 0.25 μm × 0.25 mm;程序升

温:80 ℃ 保留 2 min, 然后以 6 ℃/min 升至 200 ℃, 保留 1 min, 再以 5 ℃/min 升至 290 ℃, 保留 4 min; 进样量 0.5 μL; 分流比 1/20; 检测器温度 290 ℃。

表 1 脱酸条件的正交实验设计与结果

Table 1 Cross design of deacid condition

序号 No.	过量碱 Over alkali/%, A	碱质量分数 Conc. of alkali/%, B	温度 Temp./℃, C	时间 Time/min, D	收得率 Yield/%
1	0.05	13.04	45	25	71.94
2	0.05	16.06	50	30	68.16
3	0.05	18.36	55	35	67.60
4	0.05	20.00	60	40	69.19
5	0.05	23.08	65	45	70.64
6	0.15	13.04	50	35	66.14
7	0.15	16.66	55	40	71.87
8	0.15	18.36	60	45	78.80
9	0.15	20.00	65	25	66.07
10	0.15	23.08	45	30	66.10
11	0.25	13.04	55	45	77.33
12	0.25	16.66	60	25	70.97
13	0.25	18.36	65	30	66.19
14	0.25	20.00	45	35	58.15
15	0.25	23.08	50	40	56.10
16	0.35	13.04	60	30	67.63
17	0.35	16.66	65	35	64.65
18	0.35	18.36	45	40	59.42
19	0.35	20.00	50	45	54.93
20	0.35	23.08	55	25	59.85
21	0.45	13.04	65	40	62.98
22	0.45	16.66	45	45	62.10
23	0.45	18.36	50	25	58.26
24	0.45	20.00	55	30	54.09
25	0.45	23.08	60	35	53.27
K1	3.4945	3.4832	3.1871	3.2909	
K2	3.4828	3.3775	3.9388	3.2117	
K3	3.2874	3.3027	3.3075	3.1010	
K4	3.0649	3.0236	3.3979	3.1950	
K5	2.9069	3.0496	3.3053	3.4380	
K1	0.6989	0.6966	0.6374	0.6582	
K2	0.6966	0.6755	0.6078	0.6423	
K3	0.6575	0.6605	0.6615	0.6202	
K4	0.6130	0.6047	0.6796	0.6390	
K5	0.5814	0.6099	0.6011	0.6876	
极差 R	0.8408	0.6577	0.5138	0.4822	

2 结果与讨论

2.1 脱酸条件

从表 1 可以看出, 各个因子的影响效果差异不大, 其因子显著性依次为 $R_A \rightarrow R_B \rightarrow R_C \rightarrow R_D$, 最佳工艺条件为 A = 0.05%, B = 13.04%, C = 60 ℃, D

= 35 min。按照这一工艺条件进行试验, 分离皂脚后的鱼油色泽略有加深, 经活性陶土脱色, 即可得到色泽良好的精炼鱼油, 收得率可达 80%。

2.2 脱酸处理对烤鳗油酸价与碘价的影响

结果表明, 高酸价的烤鳗油经过 2 道碱炼、水洗和脱色处理, 碘价变化不大; 1 道碱炼和脱色过程能

明显降低烤鳗油的过氧化值和酸价;而2道碱炼可致酸价和过氧化值增大。降低酸价,但是使过氧化值略有增加;水洗过程则导

表2 烤鳗油在精制过程中的质量变化率

Table 2 Quality change of roast eel oil in refined process

项 目 Item	原 油 Crude oil	一道碱炼 After first alkali treatment	二道碱炼 After second alkali treatment	水 洗 After water washing	脱 色 After decoloration
酸价/% Acid value	100	15.0	1.1	1.3	1.2
过氧化值/% Peroxide value	100	46.9	57.1	89.0	48.3
碘价/% Iodine number	100	107	104	103	102

2.3 脱腥条件

2.3.1 脱腥过程对酸价的影响 如图1所示,尽管温度和真空度不同,在初始0.5 h内,酸价均呈明显降低趋势;在0.5~1.5 h内,其下降率趋缓;在1.5~2.0 h内,其变化率略呈上升趋势。真空度及温度越高,酸价降低幅度越大。究其原因,可能是由于这一脱腥过程实际上也是一种物理精炼过程,在高真空度和高温下,游离脂肪酸较易被排除,因而酸价得到迅速降低。随着时间的延长,在游离脂肪酸被排除的同时,系统中的少量脂肪可能在高温下水解,导致酸价略微上升。

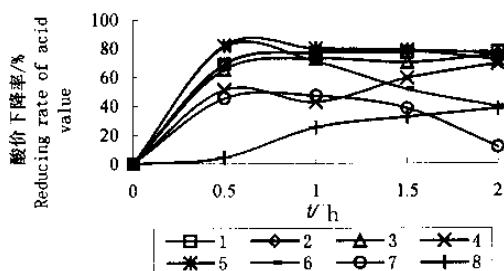


图1 脱腥过程对酸价的影响

Fig. 1 Influence of deodorization on acid value

1: -0.09 MPa, 200 ℃; 2: -0.09 MPa, 180 ℃; 3: -0.09 MPa, 150 ℃; 4: -0.09 MPa, 120 ℃; 5: -0.03 MPa, 200 ℃; 6: -0.03 MPa, 180 ℃; 7: -0.03 MPa, 150 ℃; 8: -0.03 MPa, 120 ℃.

2.3.2 脱腥过程对过氧化值的影响 如图2所示,脱腥过程中过氧化值随着时间、真空度和温度的变化而变化。整个变化过程比较复杂,在各条件下,处理初始0.5 h内过氧化值呈明显降低趋势,随着时间的延长,过氧化值略有回升。同一真空度下,较高

温度更有利于降低过氧化值。在低真空度下,过氧化值的变化比较复杂,变化曲线出现两个拐点。究其原因,可能由于过氧化物在脱腥过程中挥发,导致过氧化值降低;而由于高温处理,必然导致油脂分解,致使过氧化值升高。

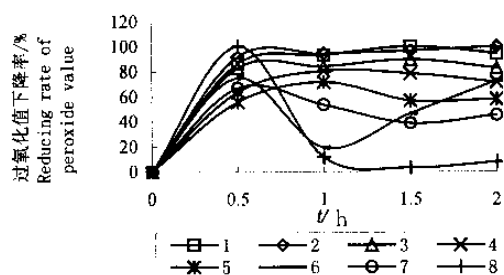


图2 脱腥过程对过氧化值的影响

Fig. 2 Influence of deodorization on peroxide value

1: -0.09 MPa, 200 ℃; 2: -0.09 MPa, 180 ℃; 3: -0.09 MPa, 150 ℃; 4: -0.09 MPa, 120 ℃; 5: -0.03 MPa, 200 ℃; 6: -0.03 MPa, 180 ℃; 7: -0.03 MPa, 150 ℃; 8: -0.03 MPa, 120 ℃.

2.3.3 脱腥过程对碘价的影响 如图3所示,在脱腥过程中烤鳗油的碘价基本上是稳定的。经比较可以发现,当真空度为-0.09 MPa时,在几种温度下处理2 h,碘价下降率不超过10%;而在-0.03 MPa下,碘价下降率明显高于-0.09 MPa。因此可以认为,提高真空度有利于稳定烤鳗油的碘价。

2.3.4 脱腥处理对烤鳗油主要质量指标的影响 经过减压水蒸汽蒸馏脱腥处理后,可以基本上除去腥味,并且能够同时降低过氧化值,使其质量达到精炼食用油的水平。脱腥处理前后烤鳗油的主要质量指标如表3所示。

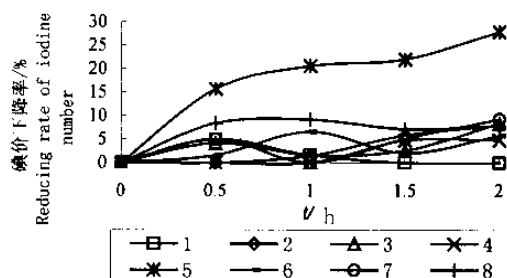


图3 脱腥过程对碘价的影响

Fig. 3 Influence of deodorization on iodine number

1: -0.09 MPa, 200 ℃; 2: -0.09 MPa, 180 ℃; 3: -0.09 MPa, 150 ℃; 4: -0.09 MPa, 120 ℃; 5: -0.03 MPa, 200 ℃; 6: -0.03 MPa, 180 ℃; 7: -0.03 MPa, 150 ℃; 8: -0.03 MPa, 120 ℃.

表3 脱腥前后烤鳗油的质量变化率

Table 3 Quality change of roast eel oil prior and posterior to deodorization

样品 Sample	酸价/% Acid value	过氧化值/% Peroxide value	碘价/% Iodine number
脱腥前 Prior to deodorization	100	100	93.1
脱腥后 Posterior to deodorization	66.7	6.0	97

Influence of deacidation and deodorization on quality of roast eel oil

XIE Dong-yang, XIE Xiao-qiong, XIE Miao, GAN Chun-ji

(Biotechnological Center, Fujian Agricultural Forest University, Fuzhou 350002, China)

Abstract: The deacidic condition was optimized by cross design using NaOH and the influence of deodorization with vacuum wet distillation on roast eel oil was analyzed. The change of fatty acid compounds in the process was determined by GC-MS. The yield of refined roast eel oil meeting the food oil standard was 80% after the treatment of deacidation with 0.05% over alkali at 60 ℃ for 35 min. The deodorized oil was produced after further vacuum wet distillation at 180 ℃ and -0.09 MPa, and the high unsaturated fatty acids were essentially kept in the roast eel oil.

Key words: roast eel oil; deacidation; deodorization

Corresponding author: GAN Chun-ji. E-mail: ganchunji@hotmail.com

2.3.5 脂肪酸组成分布 经测定,在经过脱腥处理的烤鳗油中,十四碳酸、十六碳酸、十八碳酸、十六烯酸、十八烯酸、二十烯酸、十八碳三烯酸、二十碳五烯酸(EPA)和二十二碳六烯酸(DHA)为其主要的脂肪酸组成,含量分别达到3.89%、15.11%、8.33%、10.20%、23.61%、5.96%、1.28%、4.01%和7.73%;不饱和脂肪酸占脂肪酸总量的70%。

参考文献:

- [1] 谭玲,傅得兴,张兵. 鱼油制剂药理作用及临床应用进展[J]. 中国海洋药物, 1998, 17(4): 30-33.
- [2] Nair S S D, Leitch J W, Falconer J, et al. Prevention of Cardiac Arrhythmia by Dietary (n-3) Polyunsaturated Fatty acids and Their Mechanism of Action[J]. J Nutr, 1997, 127(3): 383-393.
- [3] Grynberg A, Oudot F, McLennan P L, et al. Omega-3 Fatty Acids and Prevention of Cardiovascular Disease[J]. Cahiers Nutr Diet (France), 1997, 32(2): 107-114.
- [4] 苏望懿. 油脂加工工艺学[M]. 长沙: 湖南科学技术出版社, 1990.
- [5] GB/T 5009.37-1996, 食品卫生方法(理化部分)[S].
- [6] GB/T 5532-1995, 碘价测定[S].
- [7] 郑建国, 肖前, 梁荣英, 等. 食用油识别方法的研究[J]. 分析测试学报, 1998, 17(4): 29-33.