

大豆油脚中混合脂肪酸提取工艺的研究

唐 生¹, 宋长虹², 于洪起², 尚 刚², 张毅新¹

(1. 中国粮油控股有限公司, 北京 100020; 2. 中粮佳悦(天津)有限公司, 天津 300452)

摘 要:以大豆油脚为原料, 盐酸水解后用索式提取器和真空旋转蒸发器提取, 研究大豆油脚中混合脂肪酸的提取工艺。通过正交实验确定索氏提取的最佳工艺条件是: 加热时间为45 min, 加热温度为75 ℃, 盐酸浓度为22%; 采用真空旋转蒸发的最佳工艺条件为: 加热时间为45 min, 加热温度为75 ℃, 真空度为91.9 kPa。在两种最佳工艺条件下, 采用真空旋转蒸发器提取的脂肪酸含量(98.8%)比采用索式提取器提取的脂肪酸含量(90.18%)高。两种工艺中, 真空度、盐酸浓度对提取的脂肪酸含量有一定影响, 而加热时间和加热温度对脂肪酸含量影响不大。

关键词:大豆油脚; 混合脂肪酸; 提取

中图分类号:TS 209 **文献标识码:**A **文章编号:**1007-7561(2015)06-0044-03

Study on extraction of the fatty acid mixed in soybean oil sediment

TANG Sheng¹, SONG Chang-hong², YU Hong-qi², SHANG Gang², ZHANG Yi-xin¹

(1. China Agri-Industries Holdings Limited, Beijing 100020;

2. COFCO Excel Joy (Tianjin) CO., LTD, Tianjin 300452)

Abstract: The extraction process of mixed fatty acid from soybean oil sediment was researched. Soybean oil sediment was hydrolyzed by hydrochloric acid. The mixed fatty acid was extracted by Soxhlet extractor or vacuum rotary evaporator. The optimal technical condition was obtained by orthogonal experiment, which was: with Soxhlet extractor, heating time was 45 min, temperature 75 ℃, the concentration of hydrochloric acid 22%; with vacuum rotary evaporator, heating time was 45 min, temperature 75 ℃, vacuum degree 91.9 kPa. The result showed that the fat acid content 98.8% extracted with vacuum rotary evaporator was higher than that with Soxhlet extractor, which was 90.18%. The vacuum degree and the concentration of hydrochloric acid had a certain influence on the extraction of fat acid content, while heating time and temperature had little influence.

Key words: soybean oil sediment; fatty acid mixed; extraction

大豆油脚是大豆油脂精炼过程中水化脱胶的副产物, 其主要成份是磷脂、中性油、水分及少量的蛋白质、粘液物、微量金属等^[1]。目前, 国内仅有少数工厂对大豆油脚进行了有效的综合利用^[2], 而大豆油脚的综合利用是提高大豆油脂生产效益的一个重要方面。从油脚水解中制得的混合脂肪酸主要成分是亚油酸(54%)、油酸(15%)、硬脂酸(3%)、软脂酸(21%)、亚麻酸(7%)^[3]。近几年, 随着脂肪酸在食品、医药、纺织、日用化工及塑料等工业部门的广泛应用, 油脚水解中混合脂肪酸的提取工艺应适用于工业上的大规模生产, 脂肪酸工业正日益兴起并显示出巨大的发展潜力^[4-5]。在大豆油脚中提取混

合脂肪酸的工艺一般都用酸水解大豆油脚, 然后再将其生成物进一步分离、抽滤、提纯^[6], 本研究探讨大豆油脚水解法制备混合脂肪酸的基本工艺。

1 材料与方法

1.1 原料与试剂

大豆油脚: 中粮佳悦(天津)有限公司。盐酸(分析纯), 乙醇(95%), 乙醚(分析纯), 氢氧化钾(分析纯), 石油醚(沸程30~60 ℃)。

1.2 仪器

电子分析天平: FA2004, 岛津仪器厂; 恒温水浴锅: HH-S, 苏州威尔实验一用品有限公司; 真空干燥箱: DZF-6020, 上海一恒科学有限公司; 索氏提取器: SCT-02, 杭州汇尔仪器设备有限公司; 真空旋转蒸发器: RE-501, 天津科诺仪器设备有限公司

收稿日期: 2015-05-19

作者简介: 唐生, 1964年出生, 工程师。

通讯作者: 尚刚, 中粮佳悦(天津)有限公司。

公司。

1.3 大豆油脚水解实验

用量筒取 10 mL 大豆油脚置于 50 mL 烧杯中,再用量筒取 20 mL 盐酸加入油脚中,用玻璃棒搅拌使其充分反应,反应完全后将混合液倒入分液漏斗中静止分层。

1.4 索氏提取混合脂肪酸

将盐酸水解后的混合物移入 125 mL 分液漏斗中,以 25 mL 乙醚分次洗涤试管。将乙醚移入分液漏斗中,加塞,振摇 1 min,振摇时不断地放出气体,以免样液溅出。静止 15 min,并用等量的石油醚—乙醚混合试剂冲洗瓶塞及分液漏斗瓶口,将附着的样液洗涤于瓶内。静止 10~20 min,待上层有机层清晰,把下层水层放入小烧杯后,将乙醚等试剂层放至已知恒重的锥形瓶中,利用索氏提取装置分别在不同的温度(55、65、75、85、95 ℃)和不同的时间(25、35、45、55、65 min)内回收乙醚和石油醚,将锥形瓶置于沸水浴中完全蒸干,100~105 ℃干燥 2 min,取出放入干燥器内冷却 30 min 后称重。

1.5 真空旋转蒸发提取混合脂肪酸

将经盐酸水解后的混合物移入 125 mL 分液漏斗中,以 25 mL 乙醚分次洗涤试管。将乙醚移入分液漏斗中,加塞,振摇 1 min,振摇时不断地放出气体,以免样液溅出。静止 15 min,并用等量的石油醚—乙醚混合试剂冲洗瓶塞及分液漏斗瓶口,将附着的样液洗涤于瓶内。静止 10~20 min,待上层有机层清晰,把下层水层放入小烧杯后,将乙醚等试剂层放至已知恒重的锥形瓶中。将真空旋转蒸发仪器温度和时间分别设定在 55、65、75、85、95 ℃和 25、35、45、55、65 min,进行交叉抽提实验,将抽提后的产品置于干燥器内干燥 30 min,称重。

1.6 混合脂肪酸含量的测定

混合脂肪酸分别经索式提取和真空旋转蒸发仪提取后得到,根据接受瓶和样品质量算出混合脂肪酸的含量。混合脂肪酸含量的计算公式为:

$$X = (m_1 - m_0) \times 100\% / W$$

式中:X 为样品中脂肪酸的含量,% ;m₁为接受瓶和脂肪酸的质量,g;m₀为接受瓶的质量,g;W 为样品的质量,g。

2 结果与分析

2.1 索氏提取正交实验

选择 L₉(3³) 正交表以加热时间、加热温度、盐

酸浓度作为正交实验的因素,根据前期实验得到的单因素实验结果(加热时间 45 min、加热温度 75 ℃、盐酸浓度 22%),确定各因素水平如表 1 所示。正交实验方案设计及结果见表 2。

表 1 正交实验因素水平

水平	A 盐酸浓度/%	B 加热时间/min	C 加热温度/℃
1	20	35	65
2	22	45	75
3	24	55	85

表 2 正交实验结果与分析

实验号	A	B	C	空列	脂肪酸含量/%
1	1	1	1	1	68.2
2	1	2	2	2	78.29
3	1	3	3	3	79.26
4	2	1	2	3	85.34
5	2	2	3	1	85.93
6	2	3	1	2	83.07
7	3	1	3	2	90.13
8	3	2	1	3	85.68
9	3	3	2	1	89.74
K ₁	2.257	2.437	2.369	2.439	
K ₂	2.543	2.499	2.543	2.515	
K ₃	2.656	2.521	2.553	2.502	
k ₁	0.752	0.812	0.790	0.813	
k ₂	0.847	0.833	0.847	0.838	
k ₃	0.885	0.839	0.851	0.834	
R _j	0.133	0.027	0.061	0.025	

从表 3 分析的结果可以看出,三因素对脂肪酸含量的影响程度大小顺序为 A>C>B,即 A(盐酸浓度)的 F 值较显著,B(加热时间)的 F 值不显著,C(加热温度)的 F 值不显著,表明盐酸浓度对得率影响最大,加热温度和加热时间对得率影响都很小。

表 3 方差分析

变异来源	SS	Df	MS	F
盐酸浓度	1.014	2	0.507	32.123
加热时间	0.266	2	0.133	8.568
加热温度	0.442	2	0.221	13.527
误差	0.036	2	0.018	
总变异	1.758	8		

根据方差分析,对影响实验的重要因素进行多重比较。从表中得出 A 为重要因素,B、C 为次要因素,所以对 A 因素进行多重比较,结果见表 4。

表 4 A 因素各水平多重比较

A 因素	A ₃	A ₂	A ₁
平均值	0.885	0.847	0.752
显著性(0.05)	a	b	c
显著性(0.01)	A	A	A

从多重比较的结果得到最佳的工艺条件组合为:A₂B₂C₂,即加热温度为 75 ℃,加热时间为 45 min,盐酸浓度为 22%,可以得到 90.18%的混合脂肪酸。

2.2 真空旋转蒸发正交实验

选择 L₉(3³)正交表,以加热时间、加热温度、真空度作为正交实验的因素,根据单因素实验结果(加热时间 45 min、加热温度 75 ℃、真空度 91.9 kPa),确定各因素水平(如表 5 所示)。正交实验方案设计及结果见表 6。

表 5 正交实验因素水平

因素水平	A 真空度/kPa	B 加热时间/min	C 加热温度/℃
1	89.2	35	65
2	91.9	45	75
3	94.6	55	85

表 6 正交实验结果与分析

实验号	A	B	C	空列	脂肪酸含量/%
1	1	1	1	1	78.78
2	1	2	2	2	85.45
3	1	3	3	3	87.4
4	2	1	2	3	92.61
5	2	2	3	1	94.54
6	2	3	1	2	90.27
7	3	1	3	2	97.93
8	3	2	1	3	93.79
9	3	3	2	1	96.72
K ₁	2.516	2.693	2.658	2.700	
K ₂	2.774	2.738	2.748	2.736	
K ₃	2.884	2.743	2.798	2.738	
k ₁	0.840	0.898	0.886	0.900	
k ₂	0.924	0.912	0.916	0.912	
k ₃	0.961	0.915	0.932	0.913	
R _j	0.123	0.017	0.046	0.013	

从表 7 分析的结果可以看出,三因素影响程度大小顺序为 A > C > B,即 A(真空度)的 F 值较显著,B(加热时间)和 C(加热温度)的 F 值不显著,表明真空度对脂肪酸含量影响最大,加热温度和时间

对脂肪酸含量影响都很小。

表 7 方差分析

变异来源	SS	Df	MS	F
真空度	0.864	2	0.432	35.216
加热时间	0.234	2	0.117	9.268
加热温度	0.358	2	0.179	14.339
误差	0.030	2	0.015	
总变异	1.486	8		

根据方差分析,对影响实验的重要因素进行多重比较。从表中得出 A 因素为重要因素,B 因素和 C 因素为次要因素,因此对 A 因素进行多重比较,结果见表 8。

表 8 A 因素各水平多重比较

A 因素	A ₃	A ₂	A ₁
平均值	0.961	0.924	0.840
显著性(0.05)	a	b	c
显著性(0.01)	A	A	A

多重比较得到最佳的工艺条件组合为 A₂B₂C₂,即加热温度为 75 ℃,加热时间为 45 min,真空度为 91.9 kPa,可以得到 98.8%的混合脂肪酸。

3 结论

通过两种提取方法的正交实验和方差分析结果可以得出,影响脂肪酸含量的显著因素是:真空度和盐酸浓度。加热时间和加热温度对实验影响并不大。通过正交实验确定索氏提取的最佳工艺条件是:加热时间为 45 min,加热温度为 75 ℃,盐酸浓度为 22%;采用真空旋转蒸发的最佳工艺条件为:加热时间为 45 min,加热温度为 75 ℃,真空度为 91.9 kPa,从两种最佳工艺条件下测得的脂肪酸含量可以看出,采用真空旋转蒸发仪提取的样品的脂肪酸含量比采用索式提取器提取的高。

参考文献:

[1]王振华,宁远录.加热盐析循环回收菜籽油脚中油脂的方法[J].中国油脂,1992(3):44-46.
[2]刘玉兰.大豆油脚生产脂肪酸的工艺研究及经济效益评价[J].中国粮油学报,2000,15(2):339-361.
[3]王文明,杜一平.大豆油脚中混合脂肪酸的提取试验[J].现代化农业,1999(8):268-281.
[4]苏望懿主编.油脂加工工艺学[M].武汉:湖北科学技术出版社,1990:307.
[5]无锡轻工业学院,武汉粮食工业学院合编.油脂工艺与设备[M].北京:中国财政经济出版社,1985:11.
[6]车成彬.植物磷脂精制脂肪酸的研究工艺[J].哈尔滨理工大学学报,2002,7(2):104-110.