

文章编号:1003—7969(2001)04—0017—02

富含花生四烯酸的微生物油脂的 室内精炼及其成分测定

袁成凌¹,余增亮¹,贺敬翠²,张宏慧²,汪志明²

(1. 中科院等离子体研究所离子束生物工程中心,230031 合肥市;2. 武汉烯王生物工程有限公司,430071 武汉市武昌区珞瑜路71号;第一作者:女,27岁,博士)

摘要:花生四烯酸(AA)是人体必需脂肪酸,具有极高的保健价值。对经过发酵、浸提得到的富含AA的微生物油脂进行脱胶、碱炼、脱色、脱臭等精炼处理。采用气质联用分析油脂中脂肪酸的成分及含量。

关键词:微生物油脂;花生四烯酸;精炼;检测

中图分类号:TQ641

文献标识码:A

微生物油脂的生产在我国尚属初步阶段,其毛油色泽深、粘度大,杂质较多,难以直接添加到保健品中,故有必要对其进行精炼和富集。精炼方法主要参照比较成熟的植物油的精炼工艺。富集方法有很多:尿素包合法、超临界CO₂萃取法、分子蒸馏法、脂肪酶催化水解法、冷冻结晶法等。其中尿素包合法无需特殊设备,适合规模生产。

本文是在实验中对富含AA的油脂进行一些精炼及富集方面的探讨和研究,为其进一步产业化提供实验依据。

1 材料与方法

1.1 材料及试剂

富含AA的微生物毛油:武汉烯王生物工程有限公司提供。

柠檬酸、NaOH、乙醇、甲醇、乙醚、KOH、氯仿、冰乙酸、石油醚、硫酸、碘化钾、BF₃-乙醚溶剂(均为分析纯),活性白土、活性炭(化学纯)。

1.2 主要仪器设备

SSY—H型电热恒温水浴锅,79—2型磁力搅拌器,721分光光度计,2XZ型直联旋片式真空泵、日本岛津GC14A气相色谱仪、回流装置及实验室其他常用仪器。

1.3 实验方法

1.3.1 毛油精炼 对毛油的精炼,目的是将其中对食用、贮藏、工业生产有害的杂质除去,如磷脂、粘液、水份、蛋白质等,而有益的“杂质”,如生育酚等仍

然保留,得到符合一定标准的成品油^[1,2]。

1.3.1.1 脱胶 利用磷脂等胶质的亲水性,把一定量的水和电解质溶液在搅拌下加入毛油,使胶质吸水膨胀,凝聚分离出来,该方法称为水化脱胶。我们采用了一种新型的低温脱胶工艺:油被加热到70℃,加入少量磷酸(浓度为85%)或柠檬酸(浓度为20%或50%)搅拌5 min~30 min后,将油冷却到25℃,再加入1%~5%水连续搅拌2 h,进行水化脱胶。通过这样缓慢低温处理,可利用所形成的磷脂“液态结晶”吸附大部分的金属和糖的化合物,然后很容易进行离心分离,得到含磷量10 mg/kg~30 mg/kg的脱胶油。

1.3.1.2 碱炼脱酸 碱炼是采用碱来中和游离脂肪酸,使脂肪酸生成脂肪酸盐(皂)而从油中分离析出。不仅可以降低酸值,同时皂具有很好的吸附作用,它能吸附相当数量的色素、蛋白质、粘液及其他杂质,甚至悬浮的固体杂质也可被絮状皂夹带,一起从油中分离,得到皂脚。传统的碱炼方法包括低温碱炼法、高温淡碱法及二次碱炼法等。但这些方法在用于AA毛油碱炼时效果往往不佳,常出现发干、皂粒过细、乳化现象严重等。针对这一情况,并结合AA毛油粘度偏大等特点,我们在实验中尝试用“中温碱炼法”,即先将脱胶后的AA油脂加热至40℃~50℃后再进行碱炼,并在喷洒碱液的同时加入少许细盐颗粒,使油、皂更快、更好地分离。

碱炼后的油一般需要经过水洗,洗除油中悬浮的皂粒,水洗时第一遍最好用稀盐水(2%),用水量为油重15%左右。再用清水洗1~2遍。水温要与

收稿日期:2001—03—02

油温大致相同,或略高于油温。若相差悬殊,则易产生乳化。

1.3.1.3 脱色 水洗油,必须先真空下进行干燥后才能脱色。即 0.1 MPa 真空 90℃脱水干燥,在实验室以观察到油色透亮为限。

通过反复实验,我们选用活性白土与活性炭二者混合脱色剂,其比例为 10:1~20:1,总量为油重的 5%。因为活性白土单独使用时添加量大,同时会使脱色油酸值上升,烟点下降,而活性炭能选择性地吸附低烟点物质,但单独使用则成本较高。两者混合使用形成优势互补,效果好,成本亦低。

脱色操作步骤:将脱水后的碱炼油在 0.1 MPa 真空下升温到 90℃,真空吸入活性白土与活性炭,搅拌 20 min 后快速冷却到 70℃过滤,得脱色油。

1.3.1.4 脱臭 一般油脂脱臭的操作条件为:真空度 1.3 kPa~2.7 kPa,油温 200℃~250℃,脱臭时间 2 h~5 h,直接蒸汽压力 0.1 MPa。由于 AA 油脂属于高不饱和脂类,高温下易氧化。经过多次实验比较,我们采用 160℃~180℃的脱臭温度,效果较好,但油脂色泽有所加深。

经过以上几个步骤后,得到精炼油。

1.3.2 气质联用(GC/MS)分析脂肪酸含量

1.3.2.1 气相色谱样品处理 采用 KOH-甲醇/BF₃-甲醇甲酯化处理^[3]。

1.3.2.2 气质联用(GC/MS)条件 色谱仪为 HP5890 型,进样器为 HP7673A 型(自动进样器)。色

谱柱:HP-5(25 m × 0.2 mm × 0.33 μm)交联石英毛细管柱。柱温:120℃~270℃(5℃/min)。柱头压:90 kPa。进样量:1.0 μl。分流比:1:30。接口温度:250℃。质谱仪为 HP5988A 型,分辨率 2500,离子源温度 250℃,EI 源电子能量 70eV。电子倍增器电压 2350 V。质谱定性采用扫描方式,扫描质量范围 30 amu~400 amu(分子量),定量分析时采用选择离子检测方式。

2 结果与讨论

2.1 不同工序油品的理化指标比较

表 1 不同阶段油品理化指标比较

油 品	酸值 (mgKOH/g)	过氧化值 (meq/kg)	A _{420 nm} (黄色)*	A _{490 nm} (红色)*
毛 油	12.68	53.79	0.571	0.385
脱胶油	13.98	49.87	0.436	0.329
碱炼油	0.96	28.52	0.311	0.192
脱色油	1.22	28.77	0.202	0.081
脱臭油	1.56	30.11	0.400	0.289

* 该实验是先将油稀释 50 倍后用分光光度计检测。

从表 1 可以看出,经过脱胶、碱炼后,油脂的酸值(AV)、过氧化值(POV)指标大大降低,色泽也得到一定改观;再经过脱色、脱臭工艺,色泽、气味等感官指标得到较大改善,虽然 AV、POV 有回升趋势,但仍符合企业指标。

2.2 气质联用检测结果见表 2。

表 2 微生物油脂中脂肪酸组成分析

脂肪酸组成	C _{14:0}	C _{16:0}	C _{18:0}	C _{18:1}	C _{18:2}	C _{18:3}	C _{20:0}	C _{20:1}	C _{20:4}	C _{21:4}	C _{22:0}	C _{24:0}
含 量(%)	0.531	11.37	4.841	9.540	4.896	3.096	2.307	5.557	49.31	1.310	1.760	4.542

从表 2 可以看出,该微生物油脂中不饱和脂肪酸占 70% 以上,其中 AA 含量最高,占总脂肪酸的 49.31%。

参 考 文 献

[1] 何东平. 油脂制取及加工技术[M]. 武汉:湖北科学技

术出版社,1998:256—336

[2] 苏望懿. 油脂加工工艺学[M]. 武汉:湖北科学技术出版社,1990:22—157

[3] 姚建铭,王 纪,王相勤,等. 离子注入花生四烯酸产生菌诱变选育[J]. 生物工程学报,2000,16(4):478—451

Refinery and Determination of Microbial Oil with High AA Content

YUAN Cheng-ling¹, YU Zeng-liang¹, HE Jing-cui², ZHANG Hong-hui², WANG Zhi-ming²

(1. Centre of Ion Beam Bioengineering, Institute of Plasma Physics, Academia Sinica;

2. Wuhan Alking Bioengineering Co., Ltd)

Abstract: Arachidonic acid(AA) is a kind of essential fatty acid for human, and it has great health function. The microbial oil rich in AA has been refined. The content of fatty acid is analyzed by GC/MS.

Key words: microbial oil; arachidonic acid; refinement; analyze