

苏尼特羊羊尾油的理化性质测定 与分提后脂肪酸组成分析

牧丹¹, 苏日娜¹, 白文明¹, 吉日木巴图¹, 安全玲², 张文林¹, 任国莹¹

(1. 内蒙古医科大学药学院, 呼和浩特 010010; 2. 呼和浩特市土默特中学高二化学组, 呼和浩特 010010)

摘要:为提高羊尾巴的利用价值, 运用真空抽提法从苏尼特羊羊尾巴中提取羊尾油, 并对其进行理化性质的测定。另外, 将羊尾油进行干法分提, 分为固脂、液油两部分, 采用气相色谱-质谱法对原油、固脂与液油脂肪酸组成进行分析。结果表明: 苏尼特羊羊尾油的水分及挥发物含量为 8.63%, 酸值(KOH)为 0.67 mg/g, 皂化值(KOH)为 180.1 mg/g, 碘值(I)为 45.48 g/100 g; 3种油样都检测出 16种脂肪酸, 主要含有棕榈酸、油酸和硬脂酸, 液油的不饱和脂肪酸含量较原油和固脂的高。

关键词:羊尾油; 理化性质; 脂肪酸; 干法分提

中图分类号: TS225.2; TS227 文献标识码: A 文章编号: 1003-7969(2023)03-0025-03

Physicochemical properties of Sunite sheep tail oil and analysis of fatty acid composition after dry fractionation

MU Dan¹, SU Rina¹, BAI Wenming¹, JIRIMUBATU¹,
AN Quanling², ZHANG Wenlin¹, REN Guoying¹

(1. College of Pharmacy, Inner Mongolia Medical University, Hohhot 010010, China; 2. High School Chemistry Group, Tumote Middle School in Hohhot, Hohhot 010010, China)

Abstract: In order to improve the utilization value of sheep tail, the oil was extracted from Sunite sheep tail by vacuum extraction method, and its physicochemical properties were determined. The sheep tail oil was separated into solid fat and liquid oil by dry fractionation, and the fatty acid compositions of the crude oil, solid fat and liquid oil were analyzed by gas chromatography-mass spectrometry. The results showed that the moisture and volatile matter content of Sunite sheep tail oil was 8.63%, acid value was 0.67 mgKOH/g, saponification value was 180.1 mgKOH/g, and iodine value was 45.48 gI/100 g. A total of 16 fatty acids were detected in the three kinds of oils, and the main fatty acid was palmitic acid, oleic acid and stearic acid. The content of unsaturated fatty acids in liquid oil was higher than that in the crude oil and solid fat.

Key words: sheep tail oil; physicochemical property; fatty acid; dry fractionation

苏尼特羊(Sunite sheep)又称戈壁羊, 主要产于

内蒙古锡林郭勒盟苏尼特地区, 属于肉脂兼用粗毛型地方绵羊品种, 号称“肉中人参”。苏尼特羊肉富含人体所需各种氨基酸和脂肪酸^[1], 肉质鲜美, 曾被作为皇家贡品。目前研究苏尼特羊羊肉的品质与食用功效较多, 对于食用羊尾油的研究却较少。羊尾油在哈萨克是一种常用的药物基质, 也是一种可食用的动物油脂^[2]。侯成立等^[3]优化了乌珠穆沁羊羊尾油的精炼工艺, 利用脱胶、脱酸、脱色工艺可显著提高羊尾油的品质, 使其达到食用油脂标准, 但并未讨论羊尾油的食用和营养特点。杜禹岐^[4]利

收稿日期: 2021-11-10; 修回日期: 2022-10-13

基金项目: 国家级大学生创新创业训练计划项目(202010132007); 内蒙古医科大学大学生创新创业训练计划项目(202110132055); 内蒙古医科大学“三位一体”大学生创新创业培育项目(SWYT2021039)

作者简介: 牧丹(1979), 女, 讲师, 硕士, 研究方向为蒙药材质量标准(E-mail) mudan97@163.com。

通信作者: 苏日娜, 博士(E-mail) surinabai@126.com。

用阿勒泰大尾羊羊尾油制备起酥油,烘焙的面包在色泽、气味、口感方面相较于普通起酥油烘焙的面包评分更高。刘丹等^[5]对阿勒泰羊、巴音布鲁克羊和哈萨克羊的羊尾油脂肪酸组成进行了研究,发现羊尾油中的脂肪酸主要包括棕榈酸、硬脂酸、油酸及少量亚油酸、亚麻酸、共轭亚油酸,此外还包含一些反刍动物中特有的奇数链饱和脂肪酸,如十五烷酸和十七烷酸等。目前,对羊尾油的利用主要集中于化妆品和动物饲料行业^[6],在食品行业中的应用还相对较少。

本文对苏尼特羊羊尾油的理化性质进行分析,并对其原油进行干法分提,得到液油、固脂两种形态的油脂,之后对其脂肪酸组成进行分析,以期苏尼特羊羊尾油的开发利用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 实验材料

苏尼特羊羊尾巴碎,内蒙古哈屯食品有限责任公司提供,在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中冷冻保存。氢氧化钾、苯、石油醚、正己烷、甲醇、三氟化硼-甲醇溶液(均为分析纯),脂肪酸甲酯混合标准品,二氯甲烷(色谱纯),上海安谱实验科技股份有限公司提供。

DHG-9030A型电热鼓风干燥箱,THZ-103B型制冷恒温培养摇床,梅特勒-托利多AB135-S型分析天平,ZDHW型调温电热套,KQ5200DE型数控超声波清洗器,YXZ型数显水浴锅,EXPEC5250型气相色谱-质谱联用仪。

1.2 实验方法

1.2.1 羊尾原油的提取

称取一定量的苏尼特羊羊尾巴碎于烧杯中,待其软糯后均匀平铺于托盘中。参照刘丹等^[5]的真空抽提法提取羊尾油,具体操作:将托盘中的羊尾巴碎放入真空干燥箱(压力 0.08 MPa ,温度 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$)中真空干燥 5 h ,过滤后即得羊尾原油。平行提取3次,按下式计算羊尾油的提取率(y)。

$$y = (m_1 - m_2) / m \times 100\% \quad (1)$$

式中: m 为羊尾巴碎的质量; m_1 为羊尾油的质量; m_2 为羊尾油中水分的质量。

1.2.2 羊尾油的理化指标测定

气味测定,将提取的新鲜羊尾油置于具塞试管中,在数显水浴锅中加热至 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$,待油脂彻底融化后,打开塞子,用手对准瓶口微微向鼻子方向扇动,嗅其气味;色泽测定,采取目测法观察;水分及挥发物含量测定,参照GB 5009.236—2016中的电热干燥箱法;酸值测定,参照GB 5009.229—2016中的热乙醇指示剂滴定法;皂化值测定,参照

GB/T 5534—2008;碘值测定,参照GB/T 5532—2008。

1.2.3 羊尾油的干法分提

参照文献^[7]的方法对羊尾油进行分提。将一定量的羊尾原油置于 500 mL 锥形瓶中,在 $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴加热 30 min ,使油脂完全融化,破坏其原有的结晶习性。将加热后的羊尾油放入制冷恒温培养摇床,调节初始温度 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$,每 1 h 降低 $3\text{ }^{\circ}\text{C}$,降温终点为 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$,在 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下恒温培养 12 h ,摇床转速为 120 r/min 。将羊尾油在离心机中离心(转速 $10\text{ }000\text{ r/min}$,离心时间 40 min ,温度 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$)后,用纱布过滤,将上层液油与下层固脂分离并冷藏保存。

1.2.4 羊尾油脂肪酸组成的测定

1.2.4.1 甲酯化

参考何鑫等^[8]的方法并作适当修改。取 30 mg 羊尾油样品置于 50 mL 平底烧杯中,加入 10 mL 石油醚和苯的混合溶剂(体积比 $1:1$),再加入 10 mL 0.5 mol/L 氢氧化钾-甲醇溶液使羊尾油样品溶解,摇匀。将样品放在提前预热好的 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温培养摇床中甲酯化 1 h ,然后取出静置 10 min ,之后加入 2 mL 正己烷和饱和氯化钠溶液使其分层,将液体在 $3\text{ }500\text{ r/min}$ 离心 10 min 后,用 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 的有机滤膜过滤后进行气相色谱-质谱分析。

1.2.4.2 气相色谱-质谱条件

参考文献^[9]的分析条件。气相色谱条件:HP-5MS毛细管气相色谱柱($30\text{ m} \times 0.25\text{ mm}$, $0.25\text{ }\mu\text{m}$);载气为氦气;流速 1.0 mL/min ;进样量 $1\text{ }\mu\text{L}$;进样器温度 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$;升温程序为初始温度 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持 4 min ,以 $5\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ 升至 $280\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持 30 min ;分流比 $5:1$ 。

质谱条件:电离方式为电子轰击(EI)源,电子能量 70 eV ,离子源温度 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$,接口温度 $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

1.2.5 数据处理

数据采用Excel 2010软件进行统计及整理,运用SPSS23.0软件进行方差分析,用Sigmaplot12.5软件作图。

2 结果与分析

2.1 羊尾原油的提取率

经计算,羊尾原油的提取率为 $(74.22 \pm 0.64)\%$ 。

2.2 羊尾油的理化性质

羊尾油在室温下呈白色固状,经 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴加热后呈液态,颜色呈淡黄色或黄色,有羊的膻味儿,无其他异味。羊尾油的理化指标如表1所示。

表1 羊尾油的理化指标

项目	指标
水分及挥发物含量/%	8.63 ± 0.40
酸值(KOH)/(mg/g)	0.67 ± 0.04
皂化值(KOH)/(mg/g)	180.1 ± 1.2
碘值(I)/(g/100 g)	45.48 ± 0.53

由表1可知:羊尾油的水分及挥发物含量较低;酸值(KOH)符合 GB 10146—2015 要求 (≤ 2.5 mg/g);羊尾油的皂化值(KOH)为 180.1 mg/g,表明成皂性较好;羊尾油的碘值(I)为 45.48 g/100 g,说明其脂肪酸的不饱和程度较低。综合以上分析可知,苏尼特羊羊尾油的各项理化指标较好,可放心投入市场。

2.3 羊尾油的干法分提产率

用干法分提将羊尾油分提成液油和固脂。液油在室温下呈润滑、透明、可流动状态为淡黄色,固脂呈纯白色奶油状,液油与固脂的产率如表2所示。由表2可知,干法分提后,液油的产率比固脂高。

表2 羊尾油干法分提后的产率

羊尾油	产率/%
固脂	39.46 ± 0.13
液油	45.52 ± 0.06

2.4 羊尾原油、固脂、液油的脂肪酸组成

采用气相色谱-质谱联用分析羊尾原油、固脂与液油的脂肪酸组成及相对含量,结果如表3所示。

表3 3种羊尾油脂肪酸组成及相对含量 %

脂肪酸	原油	固脂	液油
月桂酸	0.24	0.19	0.20
肉豆蔻酸	4.16	3.04	2.56
肉豆蔻烯酸	0.08	0.04	2.07
十五烷酸	0.50	0.90	0.80
棕榈油酸	4.06	3.66	6.22
棕榈酸	24.91	26.33	22.16
顺-10-十七碳烯酸	2.01	1.78	3.17
亚麻酸	0.15	0.14	1.03
亚油酸	2.35	2.13	2.46
油酸	30.68	25.84	35.03
反油酸	1.36	2.11	3.57
15-甲基十七烷酸	1.29	1.41	1.21

续表3

	原油	固脂	液油
脂肪酸			
硬脂酸	12.50	22.70	3.81
顺-11-二十碳烯酸	0.75	0.76	0.90
花生酸	0.55	0.49	1.53
二十四烷酸	0.29	0.26	0.32
饱和脂肪酸	44.44	55.32	32.59
不饱和脂肪酸	41.44	36.46	54.45

注:3种油样中平均有10%左右的脂肪酸未定,有待进一步确证

由表3可知,3种羊尾油均测出16种脂肪酸,主要含有棕榈酸、油酸、硬脂酸等,羊尾原油分提后,液油中不饱和脂肪酸含量提高,固脂中饱和脂肪酸含量增加。

3 结论

苏尼特羊羊尾油的各项理化指标较好,可投入市场。羊尾油中主要含有棕榈酸、油酸、硬脂酸等,固脂中饱和脂肪酸含量较高,液油中不饱和脂肪酸含量较多,可以根据食品行业需求分别应用。

参考文献:

- [1] 冀祥,高爱琴,李卿,等. 不同性别苏尼特羊屠宰性能与肉品质研究[J]. 中国畜牧兽医,2020,47(10):3224-3231.
- [2] 库丽夏西,热依汗古丽. 羊尾油在哈萨克医药中的应用[J]. 中国民族医药杂志,2011,49(9):87.
- [3] 侯成立,周渝迪,高远,等. 羊尾脂精炼工艺优化研究[J]. 食品科技,2017,42(5):111-115.
- [4] 杜禹岐. 阿勒泰大尾羊尾脂提取、精炼、改性及起酥油的制备[D]. 吉林 吉林:吉林农业大学,2019.
- [5] 刘丹,何鑫,李涛,等. 不同品种脂臀羊尾脂品质的比较分析[J]. 现代食品科技,2019,35(4):244-249,300.
- [6] 张兰兰,吴朋飞,马冰冰,等. 羊尾油的功效[J]. 中国油脂,2021,46(3):88-92.
- [7] 孙佳宁. 羊臀脂提取、分提及氧化稳定性研究[D]. 乌鲁木齐:新疆农业大学,2021.
- [8] 何鑫,刘丹,李涛,等. 不同提取方法对羊尾油品质的影响[J]. 肉类研究,2019,33(2):7-12.
- [9] 邢田,韩玲,余群力,等. 牛油干法分提工艺优化及其对脂肪酸组成的影响[J]. 食品与发酵科技,2020,56(6):1-6.