

鲢鱼骨中油脂提取方法的研究

王海军¹, 李升福^{2*}, 许继敏², 闻海波², 吴月²

(1. 苏汤沟两相和酒业有限公司, 连云港 222500; 2. 江苏海洋大学海洋生命与水产学学院, 连云港 222005)

摘要: **目的** 研究鲢鱼骨中鱼油的提取最佳工艺。**方法** 对比高温蒸煮、热风干燥、冷冻干燥不同处理方式, 将鲢鱼骨粉碎后, 以提取率为指标, 分别研究索氏提取、稀碱水解、酶法水解三种鱼油的提取方式, 并对稀碱水解法进行正交实验方案设计。**结果** 综合考虑, 采用稀碱水解法提取具有较高的应用价值。稀碱水解法的最优条件为温度 85 °C、pH10.0、料液比 1:2、时间 40 min, 鲢鱼骨油提取率为 39.83%。**结论** 采用热风干燥法对鱼骨进行前处理, 稀碱水解法提取鲢鱼骨中脂肪提取率最高。

关键词: 鲢鱼骨; 前处理; 提取率; 鲢鱼骨油

Study on extraction method of silver carp bone oil

Wang Hai-Jun¹, Li Sheng-Fu^{2*}, Xu Ji-Min², Wen Hai-Bo², Wu Yue²

(1. *Jiangsu Tanggou Liangxianghe Distillery Co., Ltd. Lian-yun gang 222500, China;*
2. *College of marine life and fisheries Jiangsu Ocean University, Lian-yun gang 222005, China*)

ABSTRACT: Objective the optimum extraction process of silver carpbone oil extraction method. **Methods** preprocess including of cooking at a high temperature, hot air drying and freeze-drying before smashed was compared. Based on the extraction rate, the soxhlet extraction, dilute alkalis hydrolysis and enzymatic hydrolysis were used to extract oil, then the orthogonal experiment design used in dilute alkalis hydrolysis method. **Results** Integrated system to consider the various factors the dilute alkalis hydrolysis method has the better application value than others. The optimized condition of dilute alkalis hydrolysis were as follow: temperature of 85 °C, pH 10.0, solid-liquid ratio 2:1 and time of 40min, and the extraction rate of oil from silver carp bone was 39.83%. **Conclusion** The fat extraction rate of silver carp bone is highest by The fish bone is pretreated by hot air drying method, and the fat in the bone of the carp is extracted by the dilute alkali hydrolysis method, and the extraction rate is the highest. dilute alkali hydrolysis method, which has high applicated value.

KEY WORDS: silver carp bone; preprocess; extraction rate; silver carp boneoil

1 引言

鲢鱼(*silver carp*)是我国分布最广泛之一的淡水鱼,产量仅次于草鱼。鲢鱼加工过程中大多将鱼骨作为饲料、肥料或者废弃物,不但造成资源浪费和污染,而且制约鲢鱼乃至淡水鱼精深加工生产。鱼骨约占个体的 30%,蛋白质和脂肪含量较高,同时富含钙、磷等矿物质。其中脂肪

中含有多种不饱和脂肪酸,可作为优质的食用油脂或加工原辅料。开发和利用相匹配的工程技术,对鲢鱼骨进行综合开发利用,在巨大的淡水鱼产量的基础上,充分开发发展潜力,将会对我国淡水鱼产业有一定的促进作用。

从鱼骨中提取油脂的方法很多,湿法生产鱼粉的加工厂大多采用压榨法和蒸汽炼油法^[1]。利用物理压榨提取鱼油提取率较低,鱼油质量较差,优点是投资少,操作简

*通讯作者: 李升福, 讲师, 主要研究方向为食品科学与工程。E-mail: 13743015@qq.com

*Corresponding author: LI Sheng-Fu, Lecturer, College of Marine Life and Fisheries, Jiangsu Ocean University, Lianyungang 222005, China. E-mail: 13743015@qq.com

便, 废渣可直接作为农作物的迟效肥料。溶剂浸出法条件温和, 容易实现大规模和自动化生产, 出油率较高, 但浸出油脂所用的溶剂大多易燃易爆并具有一定的毒性, 因此危险性和危害性较大^[2]。此外, 杨官娥等^[3]提出了用钾法提取鱼油, 陈英乡^[4]提出了用水法提取鱼油, 但提取的鱼油品质及产率均不理想。本文采用 3 种不同的预处理方式, 将鲢鱼骨粉碎后处理; 比较 3 种不同提取鱼油方法, 最终以提取率为指标, 对稀碱水解法进行单因素和正交试验设计, 最终得到提取率和质量均俱佳的鱼油提取方法。得到的鲢鱼骨油与鱼体其他部位的鱼油组成和特性相近, 对高血压、炎症、增强免疫力、保护视网膜、健智益脑、抗癌以及冠心病等都有一定作用。也可加工成软胶囊、咀嚼鱼油乳等应用于保健品行业中。既将鲢鱼加工的废弃物之一鲢鱼骨进行利用, 提高了鲢鱼加工行业的附加值, 又丰富了鱼油的来源, 同时为淡水鱼行业加工的深加工提供一定参考价值。

2 材料与方 法

2.1 材 料

鲢鱼采购于连云港农贸市场。

2.2 仪器与试剂

2.2.1 仪 器

OHAUSCP64 电子天平(奥豪斯仪器有限公司); PHB-4 型 pH 计(上海仪电科学仪器股份有限公司); DK-S24 型电热恒温水浴锅(上海精宏实验设备有限公司); AVANTI J-26XP 高速离心机(美国贝克曼); FW100 高速万能粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司); 索氏抽提器。

2.2.2 试 剂

石油醚(分析纯)、1 mol/L NaOH 溶液(分析纯)、1 mol/L 盐酸溶液(分析纯)、碱性蛋白酶(酶活力 10000 U/g)、木瓜蛋白酶(酶活力 50000 U/g)(南宁庞博生物工程有限公司); 风味蛋白酶(酶活力 30000 U/g)(无锡市联合恒洲化工有限公司); 中性蛋白酶(酶活力 200000 U/g)(江苏锐阳生物科技有限公司)。

2.3 鲢鱼骨成分测定

蛋白质测定采用凯氏定氮法(GB 5009.5-2016^[5]), 水分测定采用直接干燥法(GB 5009.3-2016^[6]), 灰分测定采用灰化法(GB 5009.4-2016^[7]), 脂类测定采用酸水解法(GB 5009.6-2016^[8])。

2.4 鲢鱼骨的前处理

2.4.1 蒸 煮 法^[9-11]

鲢鱼去鳞、去肉、去内脏并清洗干净后, 将鱼骨切成 2~3 cm 小段置于广口试剂瓶内, 并加入水(料液比 1:2, g/g), 121 °C 下蒸煮 30 min, 冷却后用组织捣碎机磨成匀浆, 备用。

2.4.2 干 燥 法

去鳞、去肉、去内脏的鱼骨切成 2~3 cm 小段, 置于托盘中, 105 °C 干燥 4 h。冷却后用组织捣碎机粉碎, 备用。

2.4.3 冷 冻 干 燥 法

去鳞、去肉去内脏的鱼骨切成 2~3 cm 小段, 放入小托盘中, 先-40 °C 的冰箱内预冻 12 h, 冷冻干燥 48 h。取出后用组织捣碎机粉碎, 备用。

将 3 种前处理后的鱼骨粉, 采用索氏提取法进行骨油的提取。

2.5 鱼骨油的提取方法

2.5.1 索 氏 提 取 法^[12]

精密称取已烘干至恒重的提取瓶。精密称取干燥粉碎后鱼骨约 10 g, 置于滤纸上, 两端放置脱脂棉, 包好并用脱脂棉绳扎紧。于索氏提取器中回流提取, 直至滤纸点滴检查无油迹为止。取下接收瓶, 回收石油醚, 待接收瓶内石油醚剩 1~2 mL 时, 在水浴上蒸干, 再于 105 °C 烘箱中干燥 2 h, 取出放入干燥器内冷却 30 min, 恒重, 记录质量。得到的油脂重量按下式计算鲢鱼骨的油脂提取率(下同)。

$$\text{提取率}(\%) = \frac{\text{提取鱼油质量}}{\text{鱼油含量}} \times 100\%$$

2.5.2 稀 碱 水 解 法^[13]

准确称取一定量经过前处理的鱼骨粉, 按表 1 所示对料液比、pH、温度、时间进行单因素实验设计, 随后趁热用离心机 10000 r/min 离心 10 min, 静置分层, 得到粗鱼油, 计算提取率。再根据单因素实验结果设计正交实验。实验方案见表 3。

表 1 稀碱水解法单因素设计
Table 1 Single factor design of dilute alkali solution method

因素	其他条件					
料液比	1:2	1:4	1:6	1:8	1:10	pH 9.0, 水解温度 80 °C, 水解时间 40 min
pH	7	8	9	10	11	料液比 1:2, 水解温度 80 °C, 水解时间 40 min
温度	50 °C	60 °C	70 °C	80 °C	90 °C	料液比 1:2, 水解 pH 9.0, 水解时间 40 min
时间	10 min	20 min	30 min	40 min	50 min	料液比 1:2, 水解 pH 9.0, 水解温 80 °C

2.5.3 酶水解法^[9,14]

利用蛋白酶将蛋白质水解,破坏蛋白质和鱼油结合,释放出鱼油。将预处理(清洗、切段、干燥、粉碎)后的鱼骨,按表 2 所示对不同酶在其最适条件下进行下酶解,后 100 °C 灭酶 10 min,直接离心(10000 r/min, 10 min),静置分层,得到粗鱼油,计算提取率。

表 2 不同酶的酶解条件

Table 2 Enzymatic hydrolysis conditions of different enzymes					
	加酶量/%	料液比	温度/°C	时间/h	pH
中性蛋白酶	0.1	1:2	50	5	7.0
木瓜蛋白酶	0.3	1:2	50	4	7.0
风味蛋白酶	0.2	1:2	50	4	底物 pH

3 结果与分析

3.1 鱼骨成分测定

对鲢鱼骨的基本成分测定,得到结果如表 3。

表 3 鲢鱼骨成分测定结果(n=3)

Table 3 Determination results of silver carp bone composition (n=3)			
水分	粗蛋白	灰分	脂肪
7.89	29.67	44.56	15.01

除此 4 种基本营养成分外,还有少量的其他成分,如不能被凯氏定氮法测定出的脯氨酸和羟脯氨酸,少量的软骨组织等^[15]。

3.2 不同前处理方法对提取鱼油的影响

不同的处理方式对鱼骨中的结合态脂肪的释放,对鱼油的提取有较大影响,结果见图 1。从图 1 可以看出采用不同前处理方式对结合态脂肪的提取影响不同,不进行前处理直接粉碎,提取率仅为 0.21%;采用高压蒸煮法的提取率为 5.39%;采用冷冻干燥方式提取率为 36.14%;而通过热风干燥方式提取率为 39.47%,同时从处理的时间和经济角度分析,确定最终前处理方法为热风干燥法。

3.3 稀碱水解法提取鱼油^[17]

采用热风干燥法进行前处理,稀碱可水解蛋白,破坏蛋白与脂肪的结合,从而使结合态油脂从组织中释放出,增加鱼油的提取率。从图 2 中可以看出,加入水较多时,离心后处于水油层中间乳液体积明显增加,增加后续油水分离过程难度,因此料液比选用 1:2。由图 3 可知 pH 在 8~10 提取率最高,由图 4 可知水解时间越长则水解率越高,但水解时间超过 60 min,提取鱼油质量浑浊,可能是碱与脂肪酸发生酯化反应,故水解时间选择不超过 60 min,由图 5 可知,60~80 °C 提取率最高,在此基础上固定料液比

1:2,对 pH、温度、时间进行三因素五水平正交设计,提取率结果见表 4、表 5。

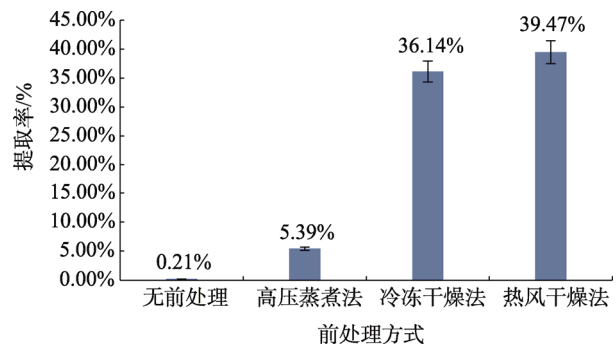


图 1 不同前处理方法的鱼油提取率(n=3)

Fig.1 Extraction rate of fish oil by different pretreatment methods (n=3)

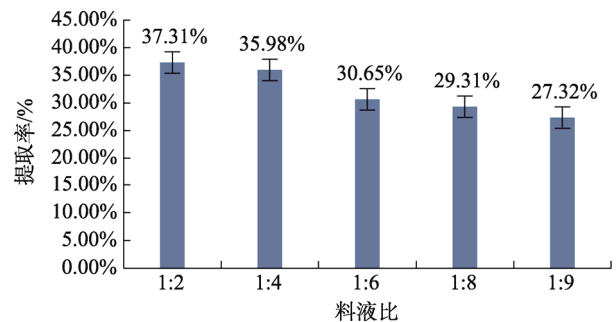


图 2 料液比对鱼油提取率的影响(n=3)

Fig.2 Effect of solid-liquid ratio on fish oil extraction rate (n=3)

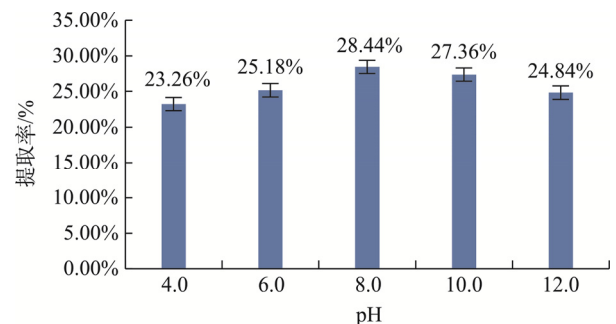


图 3 pH 值对鱼油提取率的影响(n=3)

Fig.3 Effect of pH value on fish oil extraction rate (n=3)

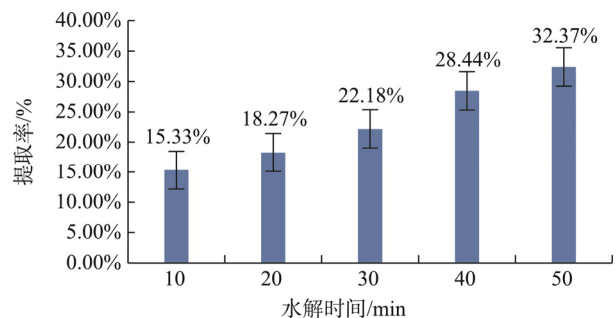


图 4 水解时间对鱼油提取率的影响(n=3)

Fig.4 Effect of hydrolysis time on fish oil extraction rate (n=3)

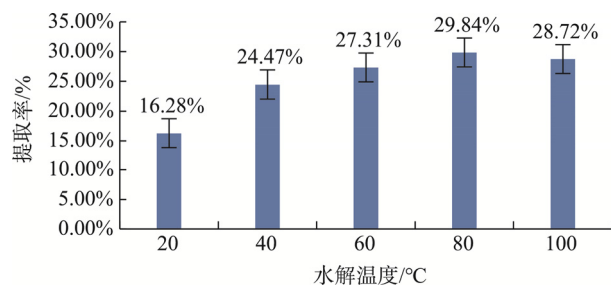


图 5 水解温度对鱼油提取率的影响(n=3)
Fig.5 Effect of hydrolysis temperature on fish oil extraction rate (n=3)

表 4 三因素五水平设计表
Table 4 Three factors five level design table

因素	水平				
pH (A)	7.0	8.0	9.0	10.0	11.0
温度/°C(B)	70 °C	75 °C	80 °C	85 °C	90 °C
时间/min(C)	10 min	20 min	30 min	40 min	50 min

表 5 正交实验结果
Table 5 Results of orthogonal experiment

试验号	A	B	C	提取率
1	1	4	4	21.25%
2	2	4	4	26.39%
3	3	4	4	29.84%
4	4	4	4	39.83%
5	5	4	4	35.08%
6	3	1	4	18.63%
7	3	2	4	20.17%
8	3	3	4	25.46%
9	3	4	4	29.84%
10	3	5	4	36.27%
11	3	4	1	24.38%
12	3	4	2	25.79%
13	3	4	3	28.16%
14	3	4	4	29.84%
15	3	4	5	35.48%

从表 5 中可以看出, 稀碱水解法的最优条件为 pH10.0、温度 85 °C、时间 40 min, 最终鱼骨油提取率为 39.83%。

3.4 不同酶提取鱼油^[15,17]

采用热风干燥法进行前处理, 3 种酶对鱼骨进行水解, 不同酶的提取条件和提取率见表 6、图 6。从图 6 中可以看出, 采用木瓜蛋白酶的提取率高于其他 2 种酶, 比稀碱水

解法提取率要高。但是从方便程度和经济价值考虑稀碱法适用性优于酶法。但是酶法提取没有对其深入研究, 对于不同条件下的影响, 可能会对提取率有一定提高。

表 6 酶解法提油实验结果
Table 6 Experimental results of oil extraction by enzymatic hydrolysis

实验号	蛋白酶种类	实验条件	提取率
1	中性蛋白酶	料液比 1:2, 加酶量 0.1%, 酶解 pH7.0, 酶解温度 50 °C, 酶解时间 5 h	31.18%
2	木瓜蛋白酶	料液比 1:2, 加酶量 0.3%, 酶解 pH7.0, 酶解温度 50 °C, 酶解时间 4 h	41.48%
3	风味蛋白酶	料液比 1:2, 加酶量 0.2%, 酶解 pH 为底物 pH, 酶解温度 50 °C, 酶解时间 4 h	40.36%

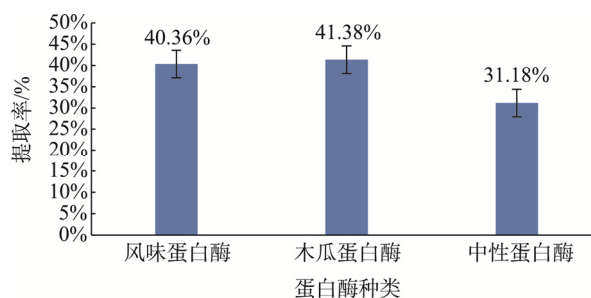


图 6 不同蛋白酶提油提取率(n=3)
Fig.6 Oil extraction rates by different proteases (n=3)

4 结 论

本研究以鲢鱼骨为原料, 对鱼油的提取方法进行研究。对鲢鱼骨的前处理方法最佳方式为热风干燥法, 对提取方法进行比较, 综合考虑稀碱水解法优于索氏提取法和酶法水解法提取, 对稀碱水解法的条件进行优化, 最终得到料液比 1:2、pH10.0、温度 85 °C、时间 40 min, 鱼骨油提取率为 39.83%。本研究得到的鲢鱼骨油为粗提取的油脂, 对鲢鱼鱼骨油产品鉴定、纯化和应用有一定参考价值。

参考文献

- [1] 林洪. 水产品资源有效利用[M]. 化学工业出版社, 2007.
Lin H. Effective utilization of aquatic product resources [M]. Chemical Industry Press, 2007.
- [2] 郭润菁. 关于鱼骨油提取的探讨[J]. 科技信息, 2010, (10): 599.
Guo RJ. Discussion on fish bone oil extraction [J]. Sci Information, 2010, (10): 599.
- [3] 杨官娥, 杨琦, 赵建滨, 等. 钾法提取鱼油的工艺研究[J]. 山西医科大学学报, 2001, 32(1): 31-32.
Yang GE, Yang Q, Zhao JB. et al. Study on the technology of extracting fish oil by potassium method [J]. J Shanxi Med Univ, 2001, 32(1): 31-32.
- [4] 陈英乡. 水法提取鱼油的生产工艺研究[J]. 食品科学, 1996, 17(3): 15-18.

- Chen YX. Study on production technology of fish oil extracted by water [J]. Food Sci, 1996, 17(3): 15–18.
- [5] GB 5009.5-2016 食品安全国家标准食品中蛋白质的测定[S].
GB 5009.5-2016 National food safety standard-Determination of protein in food [S].
- [6] GB 5009.3-2016 食品安全国家标准食品中水分的测定[S].
GB 5009.3-2016 National food safety standard-Determination of water in food [S].
- [7] GB 5009.4-2016 食品安全国家标准食品中灰分的测定[S].
GB 5009.4-2016 National food safety standard-Determination of total ash in food [S].
- [8] GB 5009.6-2016 食品安全国家标准食品中脂类的测定[S].
GB 5009.6-2016 National food safety standard-Determination of fat in food [S].
- [9] 张娅, 金凤, 郭子璇, 等. 气相色谱-质谱联用鉴定基于水酶法制备的虹鳟鱼骨油组分[J]. 分析化学, 2017, 45(7): 1045–1051.
Zhang Y, Jin F, Guo ZX, *et al*. The components of rainbow trout bone oil prepared by hydroenzyme method were identified by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Anal Chem. 2017, 45(7): 1045–1051.
- [10] Takeyama S, Ohsawa J, Toyama R. Investigation of softening technique for fishbone on the processed foods of the fish [J]. J Iwate Ind Res Ins (Japan), 2004, 11: 37–41.
- [11] 王恒. 鳕鱼排加工关键技术研究[D]. 石家庄: 河北农业大学, 2013.
Wang H. Research on key technology of cod fillet processing [D]. Shijiazhuang: Hebei Agricultural University, 2013.
- [12] 丁晓雯. 食品分析[M]. 中国农业大学出版社. 2016.
Ding XW. Food analysis [M]. China Agricultural University Press, 2016.
- [13] 曹璇, 申铨日. 超声波辅助稀碱水解法提取金鲳鱼骨油的工艺优化与脂肪酸组成分析[J]. 食品科学, 2017, 38(18): 280–285.
Cao X, Shen XR. Optimization of ultrasonic assisted alkaline hydrolysate extraction of gold pomfret bone oil and analysis of fatty acid composition [J]. Food Sci, 2017, 38(18): 280–285.
- [14] 刘书成, 章超桦, 洪鹏志. 酶解法从黄鳍金枪鱼头中提取鱼油的研究[J]. 福建水产, 2007, 3(1): 46–50.
Liu SC, Zhang CY, Hong PZ. Study on the extraction of fish oil from the head of yellowfin tuna by enzymatic hydrolysis [J]. Fujian Fisheries, 2007, 3(1): 46–50.
- [15] 马国红, 张延华, 宋理平. 鲈鱼骨营养价值的分析与评价[J]. 大连海洋大学学报, 2014, 6(29): 646–649.
Ma GH, Zhang YH, Song LP. Analysis and evaluation of nutritional value of bone of bass [J]. J Dalian Ocean Univ, 2014, 6(29): 646–649.
- [16] 白冬. 深海鳕鱼油提取、精制与抗氧化活性研究[D]. 舟山: 浙江海洋大学, 2018.
Bai D. Study on extraction, refining and antioxidant activity of deep-sea bonito oil [D]. Zhouashan: Zhejiang Ocean university, 2018.
- [17] 李文佳. 水酶法淡水鱼油提取及鱼油腥味成分分析研究[D]. 无锡: 江南大学, 2014.
Li WJ. Study on extraction of fresh water fish oil by hydroenzymatic method and analysis of fishy smell components in fish oil [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2014.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



王海军, 硕士, 助理工程师, 主要研究方向为食品科学与工程。

E-mail: jstgwhj@163.com



李升福, 硕士, 讲师, 主要研究方向为食品科学与工程。

E-mail: 13743015@qq.com