

# 餐余地沟油脱胶条件的优化研究

吴振鹏, 赵鑫超, 翦英红

(吉林化工学院 资源与环境工程学院, 吉林 吉林 132022)

**摘要:**采用混合酸-碱-水联合脱胶法,对餐余地沟油中的胶体物质进行处理和去除,并对脱胶条件进行了确定和优化。得到的最佳脱胶条件为:0.3%柠檬酸和0.4%磷酸组成混合酸溶液,在85℃下搅拌反应30 min,然后45℃下用10%的氢氧化钠溶液控制溶液pH为5~6反应30 min,最后加入油脂质量3%的蒸馏水,75℃下搅拌反应30 min,恒温静置2 h,2 000 r/min离心5 min。在最佳的脱胶条件下,对5种常见的地沟油进行脱胶处理,脱胶率最高可达97.37%。

**关键词:**餐余地沟油;脱胶;混合酸-碱-水联合法

中图分类号:TQ519;TQ645

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2018)10-0099-05

## Optimization of degumming conditions of waste cooking oil

WU Zhenpeng, ZHAO Xinchao, JIAN Yinghong

(College of Resource and Environmental Engineering, Jilin Institute of Chemistry and Technology, Jilin 132022, Jilin, China)

**Abstract:** The waste cooking oil was degummed by mixture acids-alkaline-water joint method, and the degumming conditions were determined and optimized. The optimal degumming conditions were obtained as follows: mixture acid solution 0.3% citric acid and 0.4% phosphoric acid, reaction time 30 min and reaction temperature 85℃, controlling solution pH 5-6 by 10% NaOH solution at 45℃, alkaline reaction time 30 min, water dosage 3% (based on oil mass) and stirring 30 min at 75℃, resting time 2 h, centrifugation speed 2 000 r/min for 5 min. The five waste cooking oils were degummed under the optimal conditions, and the degumming rate was as high as 97.37%.

**Key words:** waste cooking oil; degumming; mixture acids-alkaline-water joint method

餐饮业产生的大量废弃油脂,是当今地沟油的主要来源之一。因废弃油脂营养质量、卫生极差,水分、酸值和过氧化值严重超标等问题,严禁作为食用油再次流入餐桌。近几年,以废弃地沟油为原料制备生物柴油<sup>[1]</sup>、脂肪酸<sup>[2]</sup>、表面活性剂<sup>[3]</sup>等的研究越来越多。但是油脂中含有大量的固体物质、脂溶性物质,以及水溶性物质,在制备生物柴油、脂肪酸等产品时,对操作过程中的设备、产品质量产生不良影响,甚至导致无法获得产品的严重后果,大大制约

了地沟油的综合利用。

地沟油在使用前,一般先采用物理法<sup>[4]</sup>将其中的固体物质清除,可得到较为浑浊的液体油脂混合物。但除去固体杂质后的油样,还含有很多脂溶性的或水溶性的大分子胶体物质,其中磷脂为主要存在形式<sup>[5]</sup>。将废弃油脂中的脂溶性、水溶性大分子物质加以清除的过程,即为脱胶。油脂脱胶主要包括水化脱胶<sup>[6-7]</sup>、酸化脱胶<sup>[8-10]</sup>、酶法脱胶<sup>[11-14]</sup>、膜法脱胶<sup>[15-16]</sup>等方法。其中水化法脱胶效果较差。酶法和膜法脱胶是现今研究的热点,其脱胶效果也较好。但二者成本均较高,严重妨碍了该技术的扩大应用。酸化脱胶是较为常用的脱胶方法。

对餐余地沟油进行脱胶处理,将地沟油中含有的大分子物质加以清除,可以使废弃的地沟油转变成一种清洁、可综合利用的油脂原料,从而打开其回收利用的瓶颈。本实验以磷脂含量为主要衡量指

收稿日期:2017-12-20;修回日期:2018-05-31

基金项目:吉林省科技厅科技发展计划项目(20120410)

作者简介:吴振鹏(1996),男,在读本科,专业为资源循环科学与工程(E-mail)13844644845@163.com。

通信作者:翦英红,教授,博士(E-mail)yinghongjian@126.com。

标,采用混合酸-碱-水联合法,对餐余地沟油进行脱胶处理,并对脱胶条件进行了确定和优化。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验材料

#### 1.1.1 原料与试剂

餐余地沟油样品,主要来源于食堂餐余油、某早餐部煎炸油、某火锅店餐余油、家庭用油。

磷酸、柠檬酸、NaOH等,均为分析纯。

#### 1.1.2 仪器与设备

恒温磁力搅拌器, B-260 数显恒温水浴锅, AL104 电子天平(精密密度 0.000 1 g), 3K15 高速离心机(Sigma, Germany), T3 型紫外分光光度计(北京普析), 常规玻璃器皿。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 样品除杂

从食堂收集的餐余地沟油中含有大量的食物残渣,如骨头、菜叶、动物肉等固体物质,淀粉、蛋白质、糖类、磷脂等胶体物质,以及大量的水,因此需要进行除杂。具体的操作为:将回收的餐余地沟油重复过滤多次,除去体积较大的固体不溶物后,将得到的液体进行静置分液,取上层油层。离心分离,除去地沟油中的小体积不溶物与大部分蛋白质。回收上层液体,得到相对较为清澈的地沟油。

#### 1.2.2 脱胶

将地沟油加热,加入柠檬酸与磷酸混合酸溶液,在恒温磁力搅拌器上加热、搅拌。待降温后,用氢氧化钠溶液调节油样的 pH,然后加热至恒温、搅拌。再次降温后,往油样中加入蒸馏水,加热、搅拌反应后,恒温静置一段时间。最后离心分离,除去地沟油中吸附了大量杂质成分的胶体复合物,得到清澈的地沟油。

#### 1.2.3 脱胶率测定

油脂的脱胶率依据以下公式进行计算:

$$\text{脱胶率} = (A_0 - A_1) / A_0 \times 100\%$$

式中: $A_0$  为脱胶前的油脂中磷脂含量; $A_1$  为脱胶后的油脂中磷脂含量。油脂的磷脂含量按照 GB/T 5537—2008 中的钼蓝比色法进行测定。

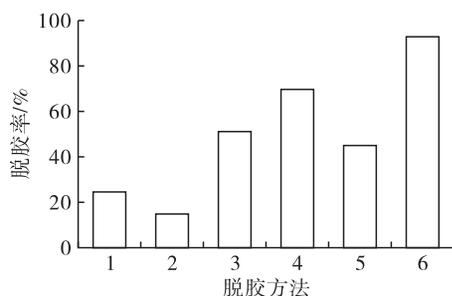
## 2 结果与讨论

本实验中影响脱胶效果的因素主要包括:脱胶方法、脱胶试剂用量、蒸馏水用量、反应温度、反应时间、离心过程等,本文采用单因素法对脱胶条件进行了确定和优化。

### 2.1 脱胶方法的确定

本实验选用 6 种脱胶方法进行了地沟油脱胶效

果比较,结果见图 1。



注:1. 磷酸脱胶;2. 柠檬酸脱胶;3. 水化脱胶;4. 磷酸-水脱胶;5. 柠檬酸-水脱胶;6. 联合脱胶。

图 1 脱胶方法的确定

大量实验表明,采用单一的柠檬酸或磷酸进行脱胶,对后续操作的影响很小,但脱胶效果不佳。磷酸-水脱胶体系的脱胶效果有所提高,但是针对复杂的废弃油脂体系,脱胶效果也不理想。本实验最终确定了混合酸-碱-水联合脱胶法,将磷酸、柠檬酸、NaOH 以及水根据不同的使用目的联合加以使用的方法。本方法中的磷酸和柠檬酸,主要对脂溶性物质进行凝聚,脱除。水主要除掉油脂中水溶性大分子物质。NaOH 的作用主要是调节溶液的 pH,用于中和过量的磷酸、柠檬酸,以减少酸性脱胶剂对后续操作的不良影响。由图 1 可看出,联合脱胶法可以很好地对不同来源的地沟油进行脱胶,脱胶率最大,达 92.7%。

### 2.2 脱胶试剂用量确定

#### 2.2.1 混合酸用量的确定

本实验采用柠檬酸与磷酸组成的混合酸,对柠檬酸与磷酸的用量进行了确定。结果见图 2。

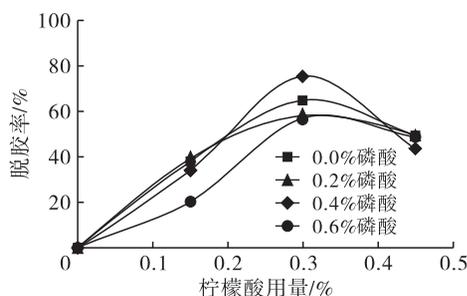


图 2 磷酸与柠檬酸用量对脱胶效果的影响

由图 2 可以看出,在磷酸用量 0.4%、柠檬酸用量 0.3% 条件下,餐余地沟油脱胶率最大。因此,用相当于油脂质量 0.3% 的柠檬酸与 0.4% 的磷酸配制的混合溶液进行脱胶。

#### 2.2.2 碱量的确定

混合酸脱胶后,应采用水化脱胶的方式,将油中溶于水的胶体物质脱除。但在此之前,应将油水混合物的 pH 调至适宜条件。本实验采用 10% 氢氧化

钠溶液调节体系的 pH, 因此以适宜 pH 衡量碱量。实验现象说明: 油样中若含有较多的酸性物质, 后续操作将较烦琐, 影响脱胶效果。但 pH 过大, 会导致油样中的脂肪酸发生部分皂化反应, 严重影响油样的质量。pH 对脱胶效果的影响见图 3。

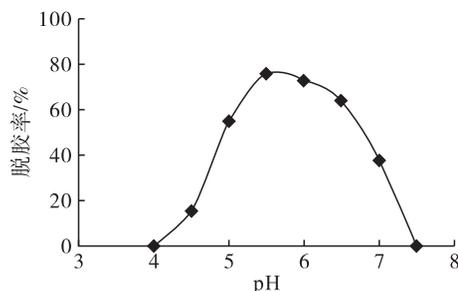


图3 pH对脱胶效果的影响

由图3可以看出, 当 pH 在 5~6 之间时, 能达到较好的脱胶效果, 且后续水化脱胶过程中的清洗操作也可以大大缩短。因此, 本实验以将油水混合物的 pH 调至 5~6 所需的碱量为适宜碱量。

### 2.3 蒸馏水用量的确定

蒸馏水的使用, 主要是对地沟油中的水溶性大分子物质进行水洗去除。另外, 加入的磷酸和柠檬酸, 会与油脂中的部分物质反应, 产生凝胶化合物, 加入的蒸馏水可以使这些凝胶化合物沉淀, 从而达到脱胶的目的。蒸馏水用量对脱胶效果的影响见图 4。

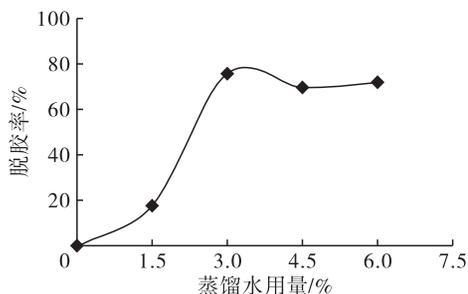


图4 蒸馏水用量对脱胶效果的影响

由图4可以看出, 当加入油脂质量 3% 的蒸馏水后, 脱胶效果达到最好, 继续增加蒸馏水用量, 脱胶率没有提高。所以, 本实验采用加入油脂质量 3% 的蒸馏水为最佳条件。

### 2.4 反应温度的确定

#### 2.4.1 加酸温度的确定

本实验在 30 min 加热时间内, 分别考察不同加酸温度对脱胶效果的影响。结果见图 5。

由图5可以看出, 85℃下加入柠檬酸与磷酸的脱胶效果达到最佳。

#### 2.4.2 加碱温度

在固定其他条件情况下, 分别考察加碱温度对

脱胶率的影响。结果见图 6。

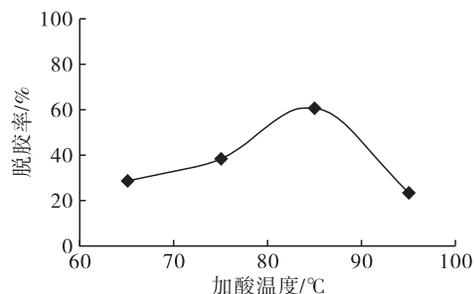


图5 加酸温度对脱胶效果的影响

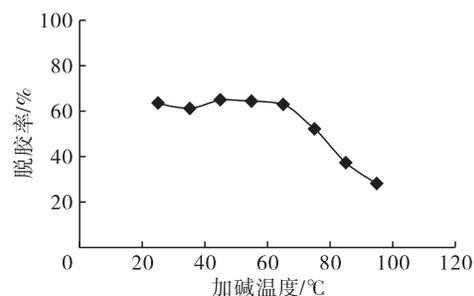


图6 加碱温度对脱胶效果的影响

由图6可以看出, 45℃下加入氢氧化钠, 利于地沟油的脱胶。

#### 2.4.3 加水温度

本实验在 25~95℃ 范围内, 对不同加水温度的脱胶效果进行了考察。结果见图 7。

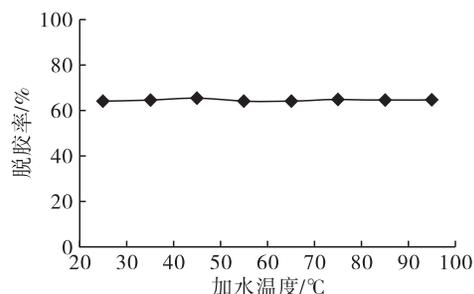


图7 加水温度对脱胶效果的影响

由图7可以看出, 加水温度对地沟油脱胶影响不大, 所以常温下加入蒸馏水即可。

#### 2.4.4 静置温度

恒温静置使反应进一步进行, 也使凝胶沉降出来, 方便以后的离心, 使脱胶效果达到最佳。图 8 为静置温度对脱胶效果的影响。

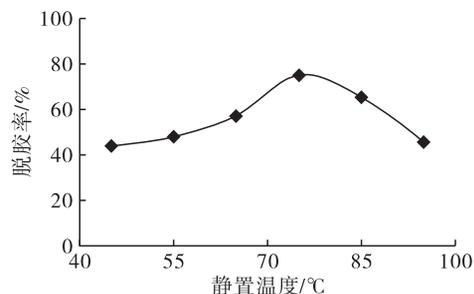


图8 不同静置温度对脱胶效果的影响

由图 8 可以看出,75℃下恒温静置,利于地沟油的脱胶操作。

## 2.5 反应时间的确定

### 2.5.1 加酸反应时间

反应能否充分进行,直接影响脱胶的效果。加入磷酸与柠檬酸后,若反应时间不足,既影响凝胶的生成,又影响凝胶的吸附效果。图 9 为加酸反应时间对脱胶效果的影响。

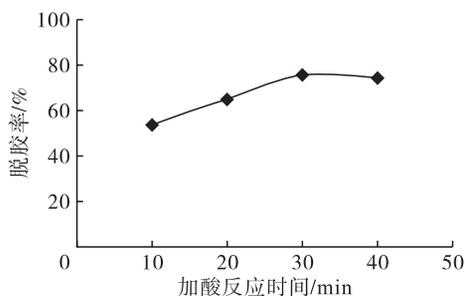


图 9 加酸反应时间对脱胶效果的影响

由图 9 可以看出,加酸反应 30 min 时,脱胶效果较好。

### 2.5.2 加碱反应时间

通过加入氢氧化钠溶液,可控制溶液的 pH。若控制不当,将不利于酸性物质的除去。本实验考察了 NaOH 中和溶液中酸性物质时,反应时间对脱胶效果的影响。结果见图 10。

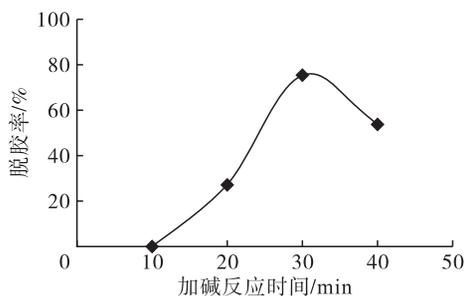


图 10 加碱反应时间对脱胶效果的影响

由图 10 可以看出,脱胶率随着加碱反应时间的延长,先增加后减小,其中加碱反应 30 min 时,脱胶率达到最大,脱胶效果最好。所以,本实验选择 30 min 为最佳加碱反应时间。

### 2.5.3 加水反应时间

水洗时,因为水与油不混溶,接触时间不充分,最终会无法达到水洗的目的。本实验对 45℃下加入蒸馏水后反应时间对脱胶效果的影响进行了考察,结果见图 11。

由图 11 可以看出,在加入蒸馏水后,搅拌反应 30 min 时,地沟油的脱胶率达到最大。所以,本实验选择 30 min 为最佳加水反应时间。

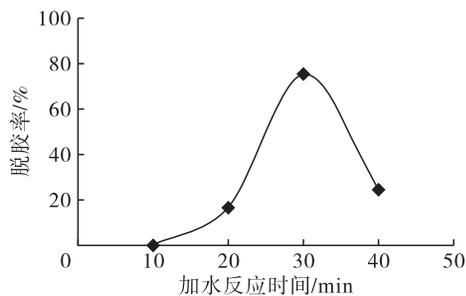


图 11 加水反应时间对脱胶效果的影响

### 2.5.4 静置时间

静置时间关系到凝胶的沉降,时间不足会导致脱胶不彻底。本实验对 75℃下静置时间对脱胶效果的影响进行了考察,结果见图 12。

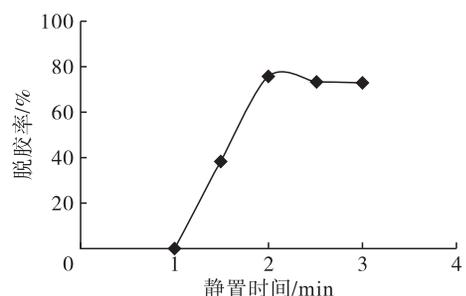


图 12 静置时间对脱胶效果的影响

由图 12 可以看出,脱胶率随着静置时间的延长,先急剧增加,但静置 2 h 后,脱胶率基本稳定。所以,本实验选定 2 h 为最佳静置时间。

## 2.6 离心转速的确定

离心可使凝胶物质很好地分离,其中离心转速的选择十分关键。图 13 为不同离心转速下地沟油的脱胶效果。

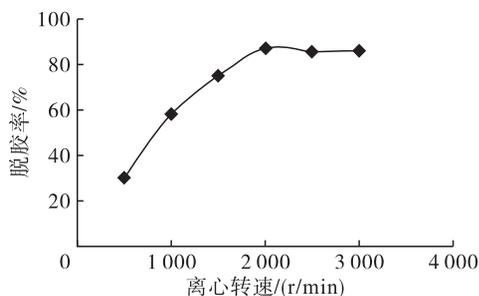


图 13 离心转速对脱胶效果的影响

由图 13 可以看出,当离心转速达到 2 000 r/min,脱胶率达到最大,再增加转速,脱胶率没有明显增加。后续实验表明,对离心、过滤后的地沟油,加入饱和氯化镁,可保持一周没有蛋白质与胶状物析出。

## 2.7 最佳脱胶条件

通过单因素实验,获得了餐余地沟油的最佳脱胶条件:采用 0.4% 磷酸与 0.3% 柠檬酸溶液组成混合酸溶液,在 85℃下搅拌反应 30 min,除去油脂中

的脂溶性物质。然后 45℃ 加入 10% 氢氧化钠溶液调节样品溶液的 pH 为 5~6 反应 30 min, 加入油脂质量 3% 的蒸馏水, 75℃ 下搅拌反应 30 min, 恒温静置 2 h, 以 2 000 r/min 离心 5 min, 可达最佳脱胶效果。

## 2.8 实际应用

采用所优化的脱胶条件, 分别对采集于火锅店、大型食堂及家庭厨房等 5 个油样进行了脱胶实际应用, 具体的脱胶效果见表 1。餐余地沟油经过除杂、脱胶处理后, 由原来的黏稠、深色的状态, 变为清澈透明的油样, 其颜色呈棕红色, 并伴有轻微刺激性气味。由表 1 可以看出, 5 个样品中, 脱胶率最高的为食堂餐余油, 为 97.37%, 最低的为家庭油烟机油盒油, 脱胶率为 87.82%。

表 1 餐余地沟油的脱胶效果

样品	磷脂含量/(mg/kg)		脱胶率/%
	脱胶前	脱胶后	
食堂餐余油	17.12	0.45	97.37
煎炸油	10.62	0.63	94.07
餐余菜籽油	18.59	0.94	94.94
油烟机油盒油	19.38	2.36	87.82
火锅店残油	23.77	2.73	88.51

## 3 结论

采用混合酸-碱-水联合脱胶法对餐余地沟油进行脱胶处理, 采用单因素实验对脱胶条件进行优化, 得到的最佳脱胶条件为: 0.3% 柠檬酸和 0.4% 磷酸, 在 85℃ 下搅拌反应 30 min, 然后 45℃ 下加入 10% 氢氧化钠溶液调节样品溶液 pH 5~6 反应 30 min, 加入油脂质量 3% 蒸馏水, 75℃ 下搅拌反应 30 min, 恒温静置 2 h, 2 000 r/min 离心 5 min。采用最佳脱胶条件, 对 5 种地沟油进行脱胶, 均有较好的除杂、脱胶效果, 油脂杂质基本去除, 胶体物基本清除, 油脂颜色明显变淡, 脱胶率在 87% 以上。

## 参考文献:

[1] 翦英红, 范宁伟, 李牟, 等. 餐余地沟油制备生物柴油的

研究[J]. 吉林化工学院学报, 2016, 33(5): 67-71.

- [2] 翦英红, 范宁伟, 辛丙靖, 等. 餐余地沟油制备混合脂肪酸的技术研究[J]. 科技创新与应用, 2016, 184(36): 48.
- [3] 苗宗成, 翟鹏飞, 吴玮, 等. 基于废弃地沟油制备双酯基季铵盐型阳离子表面活性剂[J]. 应用化工, 2016, 45(11): 2095-2097.
- [4] 孟君. 废弃油脂制备生物柴油预处理关键技术研究[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2010.
- [5] 赵国志, 刘喜亮, 刘智锋. 油脂脱胶技术[J]. 粮食与油脂, 2004, 29(1): 3-8.
- [6] NASIRULLAH. Physical refining: electrolyte degumming of nonhydratable gums from selected vegetable oils [J]. J Food Lipids, 2005, 12(2): 103-111.
- [7] 左青. De-Smet 浸出工艺及技术(II)——混合油蒸发及水化脱胶系统[J]. 中国油脂, 2010, 35(1): 15-18.
- [8] 季祥, 张少敏, 蔡禄. 地沟油脱胶工艺条件优化[J]. 环境科学与技术, 2012, 35(11): 112-115.
- [9] 张少敏. 地沟油综合利用[D]. 内蒙古 包头: 内蒙古科技大学, 2012.
- [10] 黄军. 餐饮业泔水油的精炼工艺、理化检测及无害化饲用研究[D]. 南昌: 南昌大学, 2008.
- [11] 叶展, 罗质, 何东平, 等. 酶法脱胶及其在大豆油适度精炼中的应用[J]. 食品工业, 2015, 36(1): 258-261.
- [12] JAHANI M, ALIZADEH M, PIROZIFARD M, et al. Optimization of enzymatic degumming process for rice bran oil using response surface methodology [J]. Swiss Soc Food Sci Technol, 2008, 41(10): 1892-1898.
- [13] 杨继国, 杨博, 李秋生, 等. 新型磷脂酶 lecithase Ultra 用于菜籽油脱胶的研究[J]. 中国油脂, 2003, 28(12): 31-34.
- [14] 余榛榛, 常明, 刘睿杰, 等. 磷脂酶 C 在酶法脱胶中的研究进展[J]. 中国油脂, 2013, 38(7): 19-21.
- [15] RIBEIRO A P B, BEI N, GONCALVES L A G, et al. The optimisation of soybean oil degumming on a pilot plant scale using a ceramic membrane [J]. J Food Eng, 2008, 87: 514-521.
- [16] 刘家伟, 耿鹏飞, 胡传荣, 等. 铁核桃油膜法脱胶工艺研究[J]. 中国油脂, 2018, 43(2): 1-4.

欢迎订阅 2019 年度《中国油脂》

欢迎关注中国油脂微信公众号

