

# 大豆毛油中非水合磷含量传统测定方法的优化

刘大伟, 黄丹, 黄振伟

(中储粮油脂工业盘锦有限公司, 辽宁 盘锦 124000)

**摘要:**对大豆毛油中非水合磷含量的传统测定方法进行优化,用超声波法代替传统水浴加热法进行前处理,确定最佳条件,并将两种方法测定的结果进行比较,确定实验的可行性。结果表明,采用超声波法测定大豆毛油中非水合磷含量的最佳条件为超声温度 85℃,超声时间 2 h,超声功率 300 W。采用超声波法和水浴加热法测得的同一大豆毛油样品中非水合磷含量的相对偏差满足国标允许误差要求,因此超声波法可以用来测定大豆毛油非水合磷含量。

**关键词:**非水合磷脂;测定;超声波

中图分类号:TS225.1;TS227 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2020)02-0138-03

## Optimization of traditional method for determination of non-hydrated phosphorus content in crude soybean oil

LIU Dawei, HUANG Dan, HUANG Zhenwei

(Sinograin Oils & Fats Industrial Panjin Co., Ltd., Panjin 124000, Liaoning, China)

**Abstract:** The traditional method for determination of non-hydrated phosphorus content in crude soybean oil was optimized. Also the crude soybean oil was pretreated using ultrasound method instead of traditional water bath heating method, and the optimal conditions were determined. Also the results of the two methods were compared to determine the feasibility of the experiment. The results showed that the optimal conditions for determination of non-hydrated phosphorus content by ultrasound method were obtained as follows: ultrasonic temperature 85℃, ultrasonic time 2 h and ultrasonic power 300 W. The relative deviation of non-hydrated phosphorus content in the same crude soybean oil sample measured by ultrasound method and traditional water bath heating method met the requirement of the national standard, so the ultrasound method could be used to determine non-hydrated phosphorus content in crude soybean oil.

**Key words:** non-hydrated phospholipids; determination; ultrasound

大豆毛油中的磷脂分为水合磷脂和非水合磷脂。水合磷脂可以根据自身的亲水性通过水合除去,非水合磷脂具有疏水性,不能通过水合除去,且非水合磷脂会影响油脂色泽及酸价,大幅降低油品品质<sup>[1-3]</sup>,所以在油脂精炼过程中需要在酸化条件下除去大部分的非水合磷脂。

毛油中的非水合磷脂含量在油脂加工行业一般用非水合磷含量表示。非水合磷含量的传统测定方法为模拟水化脱胶工艺,在加热条件下向油中注入

热水,并通过搅拌促进水与亲水性磷脂结合,保温 8~12 h,使水合磷脂充分析出,并通过离心分离,得到上层的油样,上层油样的总磷量即为非水合磷含量。非水合磷含量的高低直接影响油脂精炼的工艺参数和精炼得率,而传统水浴加热法测定非水合磷含量用时较长,结果有一定的滞后性,无法满足车间调整工艺的需要,因此优化非水合磷含量测定方法有重要的意义。

目前,对非水合磷的研究主要集中于微波处理及磷脂酶脱除处理的研究上<sup>[4-5]</sup>,而对采用超声波法优化非水合磷含量测定方法的研究却鲜有报道。超声波作为一种弹性机械波,在物质中进行机械振动,起到加热作用、空化作用和机械传质作用<sup>[6]</sup>,可

收稿日期:2019-08-07;修回日期:2019-11-29

作者简介:刘大伟(1983),男,助理工程师,主要从事粮油加工方面的工作(E-mail)41862351@qq.com。

通信作者:黄丹,助理工程师(E-mail)835418571@qq.com。

以提升反应物质的接触效率,从而缩短物质反应时间。本实验在非水合磷含量测定的前处理中,采用超声波法可以有效促进磷脂的水合反应,与传统水浴加热法相比,具有反应充分、迅速等优点,可以为车间生产提供更及时有效的参考数据,对车间生产工艺调整具有重要意义。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验材料

大豆毛油,中储粮油脂工业盘锦有限公司罐区。硫酸肼、钼酸钠、氧化锌、氢氧化钾、盐酸,分析纯,国药集团化学试剂有限公司;磷酸二氢钾,光谱纯,国药集团化学试剂有限公司。

TD4N 台式低速离心机,湘仪离心机仪器有限公司;CMAG - HS7 磁力加热搅拌器,德国 IKA 公司;UV - 2600 紫外分光光度计,岛津仪器有限公司;HWS - 26 恒温水浴锅,上海一恒科学仪器有限公司;KQ - 500DB 超声波清洗器,昆山市超声仪器有限公司。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 标准曲线的绘制<sup>[7-8]</sup>

准确称取干燥的磷酸二氢钾 0.438 7 g,用蒸馏水稀释定容至 1 000 mL,此溶液为标准储备液,磷含量 0.1 mg/mL;用移液管吸取标准储备液 10 mL 至 100 mL 容量瓶中,加蒸馏水稀释并定容,此溶液为磷酸盐标准溶液,磷含量 0.01 mg/mL。取 6 个规格为 50 mL 的比色管,分别加入磷含量为 0.01 mg/mL 磷酸盐标准溶液 0、1、2、4、6、8 mL,加入蒸馏水补齐至 10 mL。同时分别加入 8 mL 硫酸肼溶液(0.015%)和 2 mL 2.5% 钼酸钠稀硫酸溶液,加塞,振荡混匀溶液,取下塞子,将比色管放入沸水浴中加热 10 min,取出,冷却至室温。用水稀释至刻度,摇匀,静置 10 min。将溶液移液到洁净、干燥的比色皿中,用空白试样调零,并在波长 650 nm 处分别测定吸光度。以吸光度为纵坐标,以磷含量(0.00、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08 mg)为横坐标绘制标准曲线,得回归方程为  $y = 5.5053x + 0.0073$ ,  $r = 0.9996$ 。

#### 1.2.2 非水合磷含量的测定

传统测定方法:称取油样约 100 g,加热至 80 ~ 90 °C,并在搅拌下缓慢加入 5 ~ 8 mL 高于油温 1 ~ 2 °C 的热蒸馏水。将其置于 80 ~ 90 °C 的磁力加热搅拌器上,以中速搅拌 15 min,再低速搅拌 20 min,置于 85 °C 恒温水浴锅中 8 ~ 12 h。将上部油样离心,取上清液,在(105 ± 2) °C 的烘箱中烘干 2 h 后取出,

检测其非水合磷含量<sup>[9-10]</sup>。磷含量的测定方法参照 GB/T 5537—2008《粮油检验 磷脂含量的测定》。

超声波测定方法:用超声波清洗器测定替换传统测定方法中恒温水浴锅低速搅拌 20 min,在一定的超声温度和超声功率条件下处理一定时间,其余步骤保持不变。

非水合磷含量按下式计算。

$$P = (C \times V_1 \times 10^3) / (V_2 \times M)$$

式中: $P$  为非水合磷含量,mg/kg; $C$  为由标准曲线查得的被测液的磷含量,mg; $V_1$  为样品灰化后稀释的体积,mL; $V_2$  为比色时所取的被测液体积,mL; $M$  为试样质量,g。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素实验

实验中除考察因素外其他因素均保持恒定,在考察超声温度时,超声时间为 1.5 h,超声功率为 250 W;考察超声时间时,超声温度为 80 °C,超声功率为 250 W;考察超声波功率时,超声时间为 1.5 h,超声温度为 80 °C。单因素实验结果见图 1 ~ 图 3。

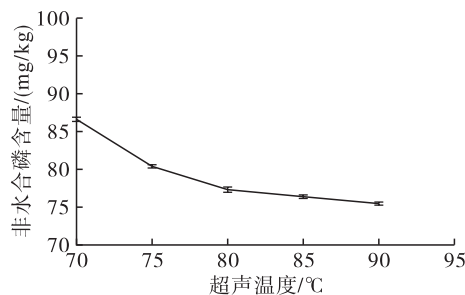


图1 超声温度对非水合磷含量的影响

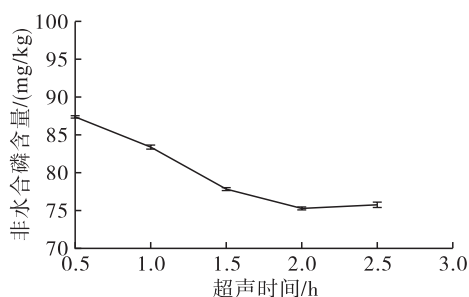


图2 超声时间对非水合磷含量的影响

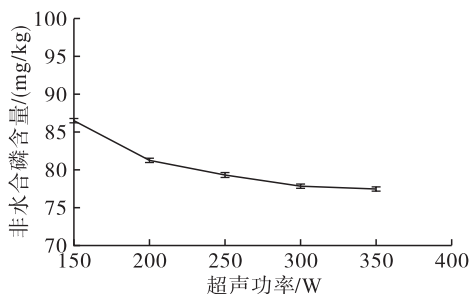


图3 超声功率对非水合磷含量的影响

由图 1 ~ 图 3 可以看出:在超声时间和超声功

率恒定的情况下,在 70 ~ 90 °C 范围内,随着超声温度的升高,水合效果越来越充分,在 80 °C 逐渐趋于平稳,至 85 °C 水合效果变化很小;在超声温度和超声功率恒定的情况下,随着超声时间的延长,水合效果越来越充分,在 2.0 h 时逐渐趋于平稳;在超声温度和超声时间恒定的情况下,超声功率越大,水合效果越来越充分,在超声功率升至 250 W 以后水合效果逐渐趋于平稳。综合考虑实验结果及实验成本,以超声温度 75、80、85 °C,超声时间 1.5、2.0、2.5 h,超声功率 200、250、300 W 设计正交实验确定最佳工艺条件。

## 2.2 正交实验

在单因素实验的基础上,以超声温度、超声时间、超声功率为考察因素,非水合磷含量为考核指标,采用正交实验优化工艺条件。正交实验设计及结果见表 1。

表 1 正交实验设计及结果

实验号	A 超声温度/°C	B 超声时间/h	C 超声功率/W	非水合磷含量/(mg/kg)
1	75	1.5	200	82.32
2	75	2.0	250	80.39
3	75	2.5	300	79.82
4	80	1.5	250	81.71
5	80	2.0	300	78.33
6	80	2.5	200	80.92
7	85	1.5	300	80.28
8	85	2.0	200	78.28
9	85	2.5	250	80.11
$k_1$	80.84	81.44	80.51	
$k_2$	80.32	79.00	80.74	
$k_3$	79.56	80.28	79.48	
R	1.28	2.44	1.26	

由表 1 可以看出,各种因素对大豆毛油非水合磷含量的影响顺序为超声时间 > 超声温度 > 超声功率,最佳工艺条件为  $A_3B_2C_3$ ,即超声温度 85 °C、超声时间 2 h、超声功率 300 W。在最佳工艺条件下,测得大豆毛油中非水合磷含量为 78.36 mg/kg。

## 2.3 测定方法可行性验证

抽取 10 份不同大豆毛油的样品,采用最佳的超声波测定方法与传统方法对 10 份样品非水合磷含量进行测定,结果见表 2。

GB/T 5537—2008《粮油检验 磷脂含量的测定》中要求两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的 10%,即相对偏差小于 10%。由表 2 可知,测定同一样品大豆毛油中非水合磷含量,两种

方法的相对偏差均小于 10%,因此该实验方法可用于测定大豆毛油中非水合磷含量。

表 2 传统方法与本实验方法结果对比

样品	非水合磷含量/(mg/kg)		相对偏差/%
	传统方法	超声波法	
1	72.63	74.82	2.97
2	75.28	77.73	3.20
3	77.14	78.32	1.52
4	79.26	78.88	0.48
5	80.36	78.25	2.66
6	83.41	81.96	1.75
7	90.37	90.46	0.10
8	78.85	78.28	0.73
9	86.31	88.23	2.20
10	85.24	83.92	1.56

## 3 结论

超声波法前处理测定非水合磷含量的最佳工艺条件为超声温度 85 °C、超声时间 2 h、超声功率 300 W,在此条件下测得的非水合磷含量结果与传统检测方法基本一致,且大幅缩短了测定时间,提高结果及时性、有效性,方便车间及时调整生产工艺参数,为指导车间生产提供理论依据。

## 参考文献:

- [1] 胡学烟,汪勇,王兴国. 油脂中的非水化磷脂成因及去除方法的探讨[J]. 中国油脂,2001,26(1):29-31.
- [2] 田玉刚,谷克仁. 植物油非水化磷脂形成及脱除方法研究进展[J]. 粮食与油脂,2008(10):1-3.
- [3] 饶天国. 大豆油的磷脂成分和性质[J]. 粮食加工,1982(2):61-63.
- [4] 胡新娟,张正茂,邢沁淦,等. 微波处理降低小麦胚芽油中非水化磷脂含量的工艺优化[J]. 食品科学,2016,37(8):8-12.
- [5] 李先玉. 磷脂酶 Lecitase Ultra 脱除大豆毛油中非水化磷脂研究[J]. 粮食与油脂,2015,28(4):33-37.
- [6] 万楚筠,黄凤洪,李文林,等. 超声波对磷脂酶 A1 脱除油中非水化磷脂的影响[J]. 中国油脂,2007,32(2):33-36.
- [7] 汪增乾,包李林,熊巍林,等. 四级浓香菜籽油酶法脱胶工艺条件优化[J]. 中国油脂,2019,44(7):28-31.
- [8] 王月华,房涛,程芳园,等. 玉米油水化脱胶无皂精炼工艺探讨[J]. 粮食与食品工业,2016,23(4):27-31.
- [9] 马传国,王敏,李中华. 微波处理大豆对油脂品质的影响[J]. 中国油脂,2001,26(6):16-19.
- [10] 杨梅桂,周秀娟,金琰斐. 非水化磷脂及其定量检测[J]. 中国卫生检验杂志,2008,18(1):71.