

菜籽油脱胶和脱臭工艺优化

洪坤强^{1,2}, 罗 质¹, 叶 展³, 雷芬芬^{1,2}, 钟 武^{1,2}, 何东平^{1,2}

(1. 武汉轻工大学 食品科学与工程学院, 武汉 430023; 2. 国家市场监督管理总局重点实验室, 武汉 430023;
3. 江南大学 食品学院, 江苏 无锡 214122)

摘要: 为了对菜籽油适度精炼提供参考, 以菜籽原油(磷含量 693.00 mg/kg)为原料, 采用磷脂酶 A₁ (PLA₁) 进行预脱胶, 再采用磷脂酶 C (PLC) 进行复脱胶, 所得脱胶油采用低温短时两级捕集回流脱臭工艺进行脱臭。以磷含量为指标, 通过单因素试验和响应面试验对 PLA₁ 预脱胶工艺条件进行优化。以生育酚损失率为指标, 通过单因素试验和正交试验对脱臭工艺条件进行优化。另外, 对比了不同脱胶方法 (PLA₁-PLC 复合脱胶、PLC 脱胶、水化脱胶) 和不同脱臭工艺 (低温短时两级捕集回流脱臭工艺和常规脱臭工艺) 的效果。结果表明: PLA₁ 预脱胶最优工艺条件为柠檬酸 (45 g/100 mL) 添加量 3.3 mL/kg, PLA₁ (10 U/mL) 添加量 44.0 mL/kg, 脱胶温度 54.0 °C, 脱胶时间 1.4 h, 在此条件下 PLA₁-PLC 复合脱胶菜籽油中磷含量相比菜籽原油下降了 (99.01 ± 0.05)%; 与其他脱胶方法相比, PLA₁-PLC 复合脱胶法脱胶效率高; 脱臭最优工艺条件为脱臭温度 220 °C, 脱臭时间 80 min, 在此条件下生育酚损失率在 10% 以下, 且各生育酚单体的相对含量基本不变; 与常规脱臭工艺相比, 低温短时两级捕集回流脱臭工艺具有能耗和生育酚损失率低的优点。综上, PLA₁-PLC 复合脱胶和低温短时两级捕集回流脱臭工艺可以较好地改善菜籽油的品质, 具有良好的市场前景。

关键词: 菜籽油; PLA₁ 预脱胶; PLC 复脱胶; 低温短时两级捕集回流脱臭

中图分类号: TS224.6; TS225.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1003-7969(2024)06-0018-07

Optimization of rapeseed oil degumming and deodorization process

HONG Kunqiang^{1,2}, LUO Zhi¹, YE Zhan³, LEI Fenfen^{1,2},
ZHONG Wu^{1,2}, HE Dongping^{1,2}

(1. College of Food Science and Engineering, Wuhan Polytechnic University, Wuhan 430023, China;
2. State Key Laboratory of Market Supervision, Wuhan 430023, China; 3. School of Food
Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, Jiangsu, China)

Abstract: To provide a reference for the moderate refining of rapeseed oil, crude rapeseed oil (693.00 mg/kg of phosphorus) was used as raw material, PLA₁ was used for pre-degumming, and then PLC was used for re-degumming, and the degummed oil was deodorized by low-temperature short-term two-stage capture reflux deodorization process. The PLA₁ pre-degumming process was optimized by single factor experiment and response surface methodology with phosphorus content as index. The deodorization process was optimized by single factor experiment and orthogonal experiment with tocopherol loss rate as index. In addition, the effects of different degumming methods (PLA₁-PLC composite degumming, PLC degumming, hydration degumming) and different deodorization processes (low-temperature short-term

two-stage capture reflux deodorization process and conventional deodorization process) were compared. The results showed that the optimal process conditions for PLA₁ pre-degumming were as follows: citric acid (45 g/100 mL) dosage 3.3 mL/kg, PLA₁ (10 U/mL) dosage 44.0 mL/kg, degumming temperature 54.0 °C, and degumming time 1.4 h. Under the optimal conditions, the

收稿日期: 2023-04-07; 修回日期: 2024-03-20

基金项目: 2022 年湖北省揭榜制项目“低温压榨菜籽油加工工艺及关键装备研究开发”(08022243)

作者简介: 洪坤强 (1992), 男, 博士研究生, 研究方向为粮食、油脂及植物蛋白 (E-mail) hongkq@whpu.edu.cn。

通信作者: 何东平, 教授, 博士生导师 (E-mail) hedp123456@163.com。

phosphorus content of PLA₁ - PLC composite degummed rapeseed oil decreased (99.01 ± 0.05)% compared with crude rapeseed oil. Compared with other degumming methods, PLA₁ - PLC composite degumming method had higher degumming efficiency. The optimal deodorization conditions were deodorization temperature 220 °C and deodorization time 80 min. Under the optimal conditions, the tocopherol loss rate was less than 10%, and the relative content of each tocopherol monomer remained basically unchanged. Compared with the conventional deodorization process, the low - temperature short - term two - stage capture reflux deodorization process had the advantages of low energy consumption and low tocopherol loss rate. In summary, the PLA₁ - PLC composite degumming and low - temperature short - term two - stage capture reflux deodorization processes can improve the quality of rapeseed oil and have a good market application prospect.

Key words: rapeseed oil; PLA₁ pre - degumming; PLC re - degumming; low - temperature short - term two - stage capture reflux deodorization

植物原油中的胶质主要是磷脂,油脂脱胶也是以油脂中磷含量为指标^[1-2]。磷脂由水化磷脂和非水化磷脂组成^[3],水化磷脂可以通过水化脱胶的方式去除,但是水化脱胶后的植物油仍然会保留约10%的非水化磷脂^[4-5]。非水化磷脂可以通过添加草酸、柠檬酸等转化为水化磷脂,再通过水化脱胶的方法脱除。相比传统水化脱胶工艺的脱胶效率低、精炼损失大、能耗高、操作复杂等缺点,新型脱胶方法,如酶法脱胶^[6]、膜过滤脱胶^[7]、超临界脱胶^[8-9]、TOP脱胶^[10-11]等具有绿色环保、经济可行、脱胶效率高等优点。然而这些新型脱胶方法也需要进一步优化酶的稳定性及其使用量、脱胶材料使用寿命以及脱胶工艺等。脱胶工序不仅会影响油脂精炼回收率,也会对后续精炼工序产生影响^[12]。

对食用植物油进行脱臭处理,有助于除去植物油中的臭味物质,提高烟点,改善植物油的风味^[13]。食用油脂脱臭工艺通常在高温、真空条件下进行,会使热敏色素分解以及游离脂肪酸挥发^[14]。脱臭工艺也会导致生育酚、甾醇等微量营养成分的损失。因此,对食用油脂脱臭时,需要考虑营养物质的保留率。

鉴于此,本研究以菜籽原油为原料,采用单因素试验和响应面优化磷脂酶 A₁ (PLA₁) 预脱胶工艺,以及采用单因素试验和正交试验优化低温短时两级捕集回流脱臭工艺条件,并分析关键营养成分变化情况,以期对菜籽油适度精炼提供技术参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 原料与试剂

菜籽原油(磷含量 693.00 mg/kg),湖北奥星粮油工业有限公司;PLA₁ (10 000 U/g),丹麦诺维信公司;磷脂酶 C(PLC,9 000 U/g),华中农业大学生命

科学技术学院;双蒸水、超纯水,实验室自制;柠檬酸、氢氧化钠、对硝基苯磷酸胆碱(NPPC),希恩思化学试剂有限公司;4种生育酚异构体标准品(α -、 β -、 γ -、 δ -生育酚,纯度 > 98.0%),上海生工生物科技有限公司。

1.1.2 仪器与设备

XHF - D 高速分散器,宁波新芝生物科技股份有限公司;SHA - CA 数显水浴恒温振荡器,江苏东鹏仪器制造有限公司;SRJX - 4 - 13 电阻炉,北京市永光明医疗仪器厂;UV - 1600 型紫外可见分光光度计,上海美谱达仪器有限公司;Agilent1260 型高效液相色谱仪,Eclipse XDB - C18 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 0.5 μ m),美国安捷伦科技有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 菜籽油的脱胶

1.2.1.1 PLA₁ 预脱胶工艺

取 200 g 菜籽原油,在 70 °C 水浴锅中恒温加热,然后加入适量质量浓度为 45 g/100 mL 的柠檬酸溶液,在 12 000 r/min 下高速均质 5 min,调节体系的 pH 至 5.4,在 45 °C 水浴条件下搅拌 30 min,加入 PLA₁ 稀释液(稀释 1 000 倍,10 U/mL),在 12 000 r/min 下高速均质 3 min,加入 6 mL 蒸馏水,然后在设置温度、一定搅拌速率下恒温水浴反应一定时间,反应结束后于 90 °C 水浴灭酶 10 min 后,以 4 500 r/min 离心 25 min,分离出油脚,得到预脱胶菜籽油。

1.2.1.2 PLC 复脱胶工艺

取 100 g 预脱胶菜籽油,加入 PLC 稀释液(稀释 1 000 倍,9 U/mL),在 12 000 r/min 下高速均质 3 min,加入 4 mL 蒸馏水,恒温水浴反应 90 min 进行脱胶(脱胶工艺条件参照文献[15],即 PLC 添加量 10 μ L/kg,脱胶温度 42 °C),反应结束后于 90 °C 水

浴 10 min 进行灭酶,以 4 500 r/min 离心 25 min,分离出油脚,菜籽油在 140 °C、压力小于 4.0 kPa 条件下干燥 40 min,得到 PLA₁-PLC 复合脱胶菜籽油。

1.2.2 菜籽油的低温短时两级捕集回流脱臭

脱胶后的菜籽油经两次换热后,用导热油加热至 225 ~ 230 °C,在脱臭塔残压 270 ~ 600 Pa、蒸汽通入量 1% 条件下,进入一次脱臭塔进行脱臭,以初步去除游离脂肪酸,然后进入二次脱臭塔进行脱臭,进一步去除游离脂肪酸和臭味成分,捕集回收游离脂肪酸和脱臭馏出物,脱臭油与待脱臭油换热降温至 40 °C 左右时,添加抗氧化剂,即得到成品油。

1.2.3 理化指标测定

磷含量、酸值、过氧化值、水分及挥发物、碘值、皂化值、生育酚、甾醇以及色泽的测定分别参考 GB/T 5537—2008《粮油检验 磷脂含量的测定》、LS/T 6107—2012《动植物油脂 酸值和酸度的测定 自动滴定分析法》、LS/T 6106—2012《动植物油脂 过氧化值测定 自动滴定分析法》、GB 5009.236—2016《食

品安全国家标准 动植物油脂水分及挥发物的测定》、GB/T 5532—2022《动植物油脂 碘值的测定》、GB/T 5534—2008《动植物油脂 皂化值的测定》、GB/T 26635—2011《动植物油脂 生育酚及生育三烯酚含量测定 高效液相色谱法》、NY/T 3111—2017《植物油中甾醇含量的测定 气相色谱-质谱法》和 GB/T 22460—2008《动植物油脂 罗维朋色泽的测定》进行。

1.2.4 数据处理

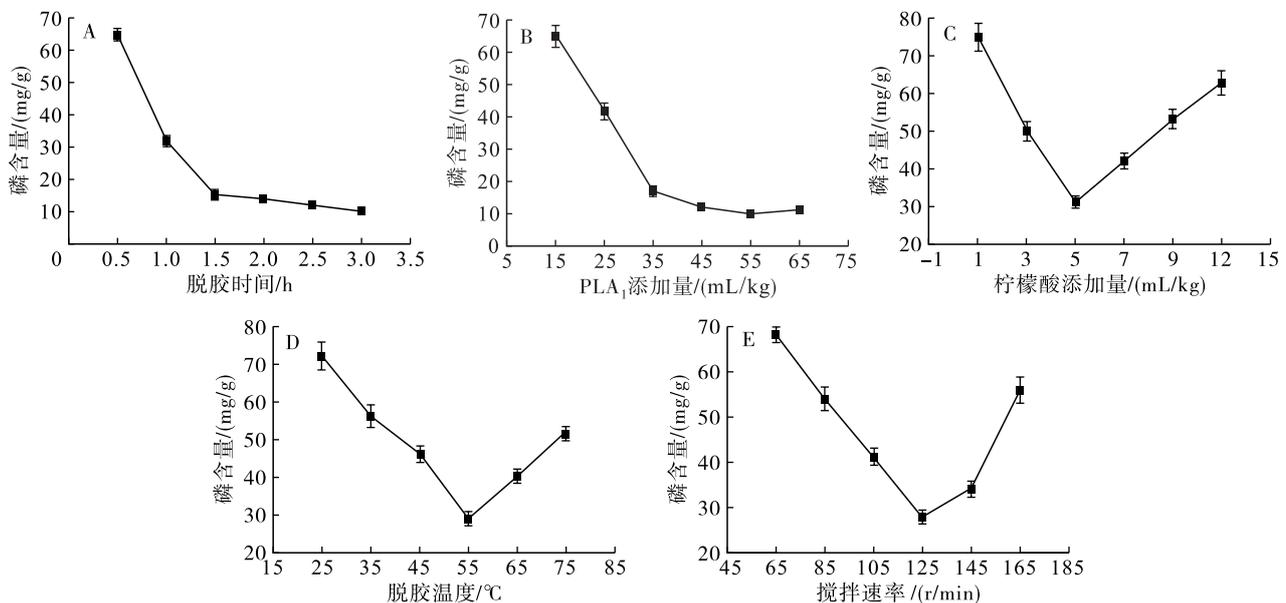
采用 Origin 8.5 绘制单因素试验曲线图;采用 SPSS 16.0 对试验数据进行方差分析。

2 结果与讨论

2.1 菜籽油 PLA₁ 预脱胶工艺优化

2.1.1 单因素试验

植物油中的磷含量过高不仅会影响其口感,同时也会缩短产品的储藏时间^[16-17]。以脱胶时间、PLA₁ 添加量、柠檬酸添加量、脱胶温度、搅拌速率为试验因素,考察各因素对预脱胶菜籽油磷含量的影响,结果见图 1。



注:固定条件为柠檬酸添加量 1 mL/kg、PLA₁ 稀释液添加量(简称 PLA₁ 添加量) 15 mL/kg、脱胶温度 45 °C、搅拌速率 65 r/min、脱胶时间 0.5 h;单因素试验时一个变量其他条件固定(考察柠檬酸添加量时脱胶温度固定为 25 °C)

图 1 菜籽油 PLA₁ 预脱胶单因素试验结果

由图 1A 可知,随着脱胶时间的延长,预脱胶菜籽油中的磷含量不断降低,当脱胶时间超过 1.5 h 时,磷含量趋于平衡,这可能是因为脱胶时间在 1.5 h 以上时,酶法水解反应达到平衡。较长的脱胶时间会增加生产成本,故选择预脱胶时间在 1.5 h 左右作进一步优化。

由图 1B 可知,随着 PLA₁ 添加量的增加,预脱胶菜籽油中的磷含量不断降低,当 PLA₁ 添加量超过 45 mL/kg 时,预脱胶菜籽油中磷含量趋于平衡。

因此,选择预脱胶 PLA₁ 添加量在 45 mL/kg 左右作进一步优化。

由图 1C 可知,随着柠檬酸添加量的增加,预脱胶菜籽油中磷含量先逐渐降低,在柠檬酸添加量为 5 mL/kg 时达到最低,随着柠檬酸添加量的继续增加,预脱胶菜籽油中磷含量逐渐升高。PLA₁ 适于偏酸性环境,pH 过高或者过低,都会导致其酶活力减弱。因此,选择预脱胶柠檬酸添加量在 5 mL/kg 左右作进一步优化。

由图 1D 可知,在脱胶温度为 55 ℃时,预脱胶菜籽油中磷含量最低,脱胶效果较好,说明 PLA₁ 最适温度为 55 ℃左右。PLA₁ 对温度敏感,温度较低时,其活性被抑制,而温度超过最适温度时,其稳定性大大降低,甚至出现活性不可逆丧失,只有在最适温度下才能发挥出高效的催化作用。因此,选择脱胶温度在 55 ℃左右作进一步优化。

由图 1E 可知:当搅拌速率低于 125 r/min 时,随着搅拌速率的增加,预脱胶菜籽油中磷含量不断降低;当搅拌速率高于 125 r/min 时,随着搅拌速率的增加,预脱胶菜籽油中磷含量逐渐上升。这是因为搅拌速率过低,不能使 PLA₁ 与油脂充分混合,脱胶效率降低;而搅拌速率过高,不易于水化磷脂微粒分子凝聚,从而也降低了脱胶的效率。因此,可以将搅拌速率控制在 125 r/min。

2.1.2 响应面试验

在单因素试验的基础上,固定搅拌速率在 125 r/min,以脱胶时间(A)、PLA₁ 添加量(B)、柠檬酸添加量(C)、脱胶温度(D)为变量,以预脱胶菜籽油中磷含量(Y)为指标,采用响应面试验优化预脱胶工艺条件。响应面试验因素水平见表 1,响应面试验设计及结果见表 2。

表 1 响应面试验因素水平

水平编码	A 脱胶时间/h	B PLA ₁ 添加量/(mL/kg)	C 柠檬酸添加量/(mL/kg)	D 脱胶温度/℃
2	2.5	65	9	75
1	2.0	55	7	65
0	1.5	45	5	55
-1	1.0	35	3	45
-2	0.5	25	1	35

表 2 响应面试验设计及结果

试验号	A	B	C	D	Y/(mg/kg)
1	-1	-1	-1	-1	27.34
2	1	-1	-1	-1	31.44
3	-1	1	-1	-1	23.59
4	1	1	-1	-1	27.48
5	-1	-1	1	-1	27.48
6	1	-1	1	-1	31.38
7	-1	1	1	-1	23.65
8	1	1	1	-1	35.33
9	-1	-1	-1	1	31.38
10	1	-1	-1	1	31.56
11	-1	1	-1	1	23.77
12	1	1	-1	1	27.66
13	-1	-1	1	1	31.38
14	1	-1	1	1	31.56
15	-1	1	1	1	27.48
16	1	1	1	1	31.56

续表 2

试验号	A	B	C	D	Y/(mg/kg)
17	-2	0	0	0	31.56
18	2	0	0	0	40.00
19	0	-2	0	0	35.45
20	0	2	0	0	27.48
21	0	0	-2	0	19.61
22	0	0	2	0	23.77
23	0	0	0	-2	23.77
24	0	0	0	2	27.48
25	0	0	0	0	19.76
26	0	0	0	0	19.73
27	0	0	0	0	15.93
28	0	0	0	0	19.61
29	0	0	0	0	19.85
30	0	0	0	0	15.72
31	0	0	0	0	19.85
32	0	0	0	0	19.67
33	0	0	0	0	15.99
34	0	0	0	0	19.67
35	0	0	0	0	19.61
36	0	0	0	0	19.76

对表 2 数据进行回归拟合,得到回归方程: $Y = 164.410 - 47.726A - 3.056B - 5.954C - 1.399D + 0.190AB + 0.646AC - 0.190AD + 0.064BC - 4.884E - 3BD - 1.622E - 3CD + 17.257A^2 + 0.032B^2 + 0.352C^2 + 0.018D^2$ 。对模型进行方差分析,结果见表 3。

表 3 方差分析

项目	平方和	自由度	均方	F	p
模型	1 299.976	14	92.855	40.596	<0.000 1 **
A	99.114	1	99.114	43.332	<0.000 1 **
B	63.025	1	63.025	27.554	<0.000 1 **
C	23.844	1	23.844	10.425	0.004 0 **
D	10.771	1	10.771	4.709	0.041 6 *
AB	14.401	1	14.401	6.296	0.020 4 *
AC	3.758	1	3.758	1.643	0.213 9
AD	14.515	1	14.515	6.346	0.019 9 *
BC	14.859	1	14.859	6.496	0.018 7 *
BD	3.816	1	3.816	1.669	0.210 5
CD	0.009	1	0.009	0.004	0.949 3
A ²	595.585	1	595.585	260.385	<0.000 1 **
B ²	335.162	1	335.162	146.530	<0.000 1 **
C ²	20.097	1	20.097	8.786	0.007 4 **
D ²	101.019	1	101.019	44.165	<0.000 1 **
残差	48.034	21	2.287		
失拟	14.653	10	1.465	0.483	0.869 1
纯误差	33.381	11	3.035		
总误差	1 348.010	35			

注:**表示极显著($p < 0.01$),*表示显著($p < 0.05$);回归模型决定系数(R^2)为 0.964 4,校正决定系数(R_{adj}^2)为 0.940 6

由表3可知:回归模型极显著($p < 0.01$),失拟不显著($p > 0.05$),回归模型决定系数为0.9644,校正决定系数为0.9406,说明回归方程拟合度高; A 、 B 、 C 、 A^2 、 B^2 、 C^2 、 D^2 对响应值影响极显著, D 、 AB 、 AD 、 BC 对响应值影响显著;4个因素对响应值影响程度大小依次为 $A > B > C > D$,即脱胶时间 $>$ PLA₁添加量 $>$ 柠檬酸添加量 $>$ 脱胶温度。

将优化标准设置为最小值,对回归方程求解,获得最优解为脱胶时间1.37 h、PLA₁添加量43.92 mL/kg、柠檬酸添加量3.31 mL/kg、脱胶温度53.91 °C,在此条件下预脱胶菜籽油中磷含量预测值为17.72 mg/kg。为了方便操作,将最优预脱胶条件调整为脱胶时间1.4

h、PLA₁添加量44.0 mL/kg、柠檬酸添加量3.3 mL/kg、脱胶温度54.0 °C,在此条件下进行3次重复试验,预脱胶菜籽油中磷含量平均值为17.85 mg/kg,与预测值吻合,表明回归模型有效。

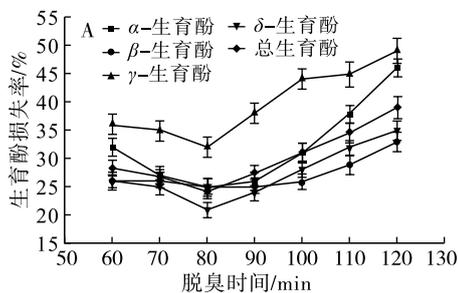
2.2 菜籽油 PLA₁-PLC 复合脱胶效果

在 PLA₁ 预脱胶最优工艺条件下预脱胶后,再按 1.2.1.2 方法进行 PLC 复脱胶,得到 PLA₁-PLC 复合脱胶菜籽油,同时按文献[15]的方法,分别对菜籽原油进行 PLC 脱胶和水化脱胶,得到 PLC 脱胶油和水化脱胶油,对3种方法得到的脱胶油的基本理化指标进行测定,结果见表4。

表4 脱胶菜籽油基本理化指标

指标	PLA ₁ -PLC 复合脱胶油	PLC 脱胶油	水化脱胶油	菜籽原油
磷含量/(mg/kg)	6.85 ± 0.31	15.36 ± 0.54	22.17 ± 0.94	693.00 ± 25.00
过氧化值/(mmol/kg)	2.41 ± 0.12	2.32 ± 0.10	2.20 ± 0.18	6.51 ± 0.19
酸值(KOH)/(mg/g)	1.12 ± 0.06	1.27 ± 0.05	1.02 ± 0.02	3.39 ± 0.04
水分及挥发物/%	0.26 ± 0.01	0.17 ± 0.03	0.37 ± 0.01	0.54 ± 0.13
皂化值(KOH)/(mg/g)	172 ± 8	176 ± 5	171 ± 9	168 ± 10
碘值(I)/(g/100 g)	113 ± 6	106 ± 4	115 ± 7	97 ± 8
气味	菜籽油香味	菜籽油香味	菜籽油香味	具有菜籽原油固有的气味和滋味,无异味
透明度	澄清、透明	较澄清、较透明	较澄清、较透明	深黄棕色,较浑浊

由表4可知:PLA₁-PLC 复合脱胶油的磷含量最低,相比菜籽原油下降了(99.01 ± 0.05)%,而且其他指标与水化脱胶油无明显差异;与 PLC 脱胶相比,二次酶法脱胶可以进一步降低菜籽油中磷含量,同时对油脂的气味和透明度没有明显影响。



注:固定条件为脱臭温度 220 °C、脱臭时间 80 min;单因素试验时一个变量其他条件固定

图2 菜籽油脱臭单因素试验结果

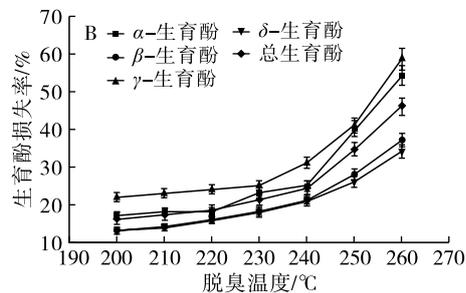
由图2A可见,随着脱臭时间的延长,总生育酚及 α -、 β -、 γ -、 δ -生育酚的损失率均呈先降低后增加的趋势,在80 min时损失率均最低。这可能是因为,在脱臭时间短于80 min时,主要脱除臭味成分,在脱臭时间超过80 min后,在脱除臭味成分和游离脂肪酸的同时,也脱除部分生育酚,使各生育酚单体损失加剧。因此,脱臭时间80 min为宜。

由图2B可见,随着脱臭温度的升高,总生育

2.3 菜籽油低温短时两级捕集回流脱臭工艺优化

2.3.1 单因素试验

采用低温短时两级捕集回流脱臭工艺对脱胶菜籽油进行脱臭,考察两级脱臭时间(总时间)和温度对生育酚含量的影响,结果如图2所示。



酚及 α -、 β -、 γ -、 δ -生育酚的损失率逐渐升高,在260 °C时损失率分别达46.3%、54.3%、37.1%、58.6%和34.1%。研究表明,游离脂肪酸和臭味成分蒸汽压较大,蒸馏脱除更容易,但是温度过高,中性油损失增加,生育酚损失率也提高^[18]。本研究中,在220 °C时,总生育酚及生育酚单体的损失率略高于200 °C和210 °C,因此脱臭温度选择220 °C较为适宜。

2.3.2 正交试验

根据单因素试验结果,以脱臭温度和脱臭时间为变量,总生育酚损失率为考察因素,通过正交试验对菜籽油脱臭工艺进行优化。正交试验设计及结果见表5。

表5 正交试验设计及结果

试验号	脱臭温度/℃	脱臭时间/min	总生育酚损失率/%
1	210	70	12.30
2	210	80	12.64
3	210	90	11.83
4	220	70	11.35
5	220	80	9.29
6	220	90	11.18
7	230	70	14.12
8	230	80	15.59
9	230	90	14.60

由表5可知,当脱臭温度为220℃、脱臭时间为80 min时,总生育酚损失率最低,为9.29%,故选择该条件作为菜籽油低温短时两级捕集回流脱臭最优条件。

2.4 低温短时两级捕集回流脱臭油品质与脱臭效果分析

以PLA₁-PLC复合脱胶菜籽油为原料,分别采用本研究中的低温短时两级捕集回流脱臭工艺(脱臭温度220℃、脱臭时间80 min)以及常规脱臭工艺^[19]进行脱臭,得到脱臭菜籽油,对两种脱臭工艺参数及脱臭效果进行对比,结果见表6。

表6 常规脱臭工艺与低温短时两级捕集回流脱臭工艺参数及效果对比

项目	常规脱臭	本研究
脱臭残压/Pa	~900	270~600
蒸汽用量/%	4	1
脱臭温度/℃	240	220
脱臭时间/min	120	80
生育酚损失率/%	>30	9.29±0.35
甾醇损失率/%	30±5	10.02±0.12
脱臭油		
酸值(KOH)/(mg/g)	0.08±0.01	0.12±0.02
过氧化值/(mmol/kg)	2.1±0.1	2.3±0.2
色泽(133.4 mm槽)	Y29,R2.6	Y30,R2.7
水分及挥发物/%	0.02	0.03

由表6可知,采用低温短时两级捕集回流脱臭工艺可以有效降低脱臭残压、脱臭蒸汽用量、脱臭时间和脱臭温度,进而降低了脱臭过程中大量的能源消耗。由于脱臭温度的降低和脱臭时间的缩短,脱臭油中甾醇和生育酚的损失率大大降低。采用低温短时两级捕集回流脱臭工艺所制备的成品菜籽油和

常规脱臭工艺制备的成品菜籽油的其他基本指标如酸值、过氧化值、色泽、水分及挥发物含量相差不大。因此,该工艺是一种能实现油脂适度加工的节能、环保的绿色新工艺。

3 结论

通过单因素试验和响应面试验,确定了菜籽油PLA₁预脱胶最优工艺条件为柠檬酸添加量3.3 mL/kg、PLA₁添加量44.0 mL/kg、脱胶温度54.0℃、脱胶时间1.4 h。通过单因素试验和正交试验确定了低温短时两级捕集回流脱臭最优工艺条件为脱臭温度220℃、脱臭时间80 min。经过PLA₁预脱胶和PLC复脱胶工艺处理后的菜籽油中磷含量相比菜籽原油下降了(99.01±0.05)%;在最优低温短时两级捕集回流脱臭工艺中,生育酚损失率降到10%以下,且各生育酚单体的相对含量基本不变。该脱胶脱臭工艺改善了菜籽油的品质,降低了精深加工成本,未对菜籽油中的主要营养成分产生显著影响,该工艺符合油脂适度加工要求,对于推广油脂的适度加工具有实际指导意义。

参考文献:

- [1] SAINT RUTH H, ATTWOOD D, KTISTIS G, et al. Phase studies and particle size analysis of oil-in-water phospholipid microemulsions[J]. *Int J Pharm*, 1995, 116(2): 253-261.
- [2] YE Z, QIAO X, LUO Z, et al. Optimization and comparison of water degumming and phospholipase C degumming for rapeseed oil[J]. *CyTA - J Food*, 2016, 14(4): 604-612.
- [3] 李星, 徐远明. 脱胶和脱色工序对米糠油精炼的影响[J]. *中国粮油学报*, 2007, 22(1): 79-82.
- [4] 陆佳安. 菜籽油中非水化磷脂的脱除[J]. *中国油脂*, 1992, 17(S1): 138-140.
- [5] 马云肖, 周龙长. 粗油中非水化磷脂的产生及脱除方法[J]. *粮油加工*, 2009(7): 41-43.
- [6] 郭婷婷, 万楚筠, 黄凤洪, 等. 响应面法优化花生四烯酸油酶法脱胶工艺研究[J]. *粮食与油脂*, 2022, 35(3): 85-88.
- [7] 牛德宝, 盖莉莉, 李凯, 等. 一种旋转膜过滤净化装置及其应用、净化山茶油的方法: CN115193263A [P]. 2022-08-03.
- [8] 张娟. 大麻纤维超临界CO₂脱胶工艺[J]. *上海纺织科技*, 2021, 49(7): 31-33, 46.
- [9] LO C H H. Degumming silk by CO₂ supercritical fluid and their dyeing ability with plant indigo[J]. *Int J Cloth Sci Technol*, 2020, 33(3): 465-476.
- [10] 李诗龙, 苗秀石. 油菜籽的现代加工技术[J]. *粮油加工与食品机械*, 2003(9): 42-44.

(下转第29页)

一级压榨花生油为萃取剂萃取花生根中的白藜芦醇,在有无机溶剂参与条件下实现了绿色高效制备富含白藜芦醇花生油。通过单因素试验得到最优工艺条件为花生根粒度 75 μm (200 目)、超声时间 15 min、超声功率 325 W、花生根与水质量比 1:8、花生根与花生油质量比 1:6、萃取温度 80 $^{\circ}\text{C}$ 、萃取时间 1 h,在最优工艺条件下制得的富含白藜芦醇花生油中白藜芦醇含量可达 11.98 mg/kg,是一级压榨花生油(0.12 mg/kg)白藜芦醇含量的 99.83 倍。所制备的富含白藜芦醇花生油满足 GB 1534—2017《花生油》一级压榨成品油的要求,萃取工艺绿色无污染,且不会对花生油的色泽产生影响。

参考文献:

- [1] BAJEC M R, PICKERING G J. Astringency: Mechanisms and perception [J]. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 2008, 48 (9): 858 - 875.
- [2] DE VRIES K, STRYDOM M, STEENKAMP V. Bioavailability of resveratrol: Possibilities for enhancement [J]. *J Herb Med*, 2018, 11: 71 - 77.
- [3] FERNÁNDEZ - MAR M I, MATEOS R, GARCÍA - PARRILLA M C, et al. Bioactive compounds in wine: Resveratrol, hydroxytyrosol and melatonin: A review [J]. *Food Chem*, 2012, 130(4): 797 - 813.
- [4] 张煜梅. 花生及其制品中白藜芦醇(昔)检测方法与稳定性研究[D]. 江苏无锡: 江南大学, 2014.
- [5] BAUR J A, SINCLAIR D A. Therapeutic potential of resveratrol: The *in vivo* evidence [J]. *Nat Rev Drug Discov*, 2006, 5(6): 493 - 506.
- [6] 刘宏胜, 王金环, 徐新女, 等. RP - HPLC 法测定花生仁、花生油和葡萄干中白藜芦醇[J]. *中草药*, 2006, 37 (8): 1188 - 1189.
- [7] CHEN R S, WU P L, ROBIN Y Y, et al. Peant roots as a source of resveratrol [J]. *J Agric Food Chem*, 2002, 50 (6): 1665 - 1667.
- [8] 王新萍. 花生根中白藜芦醇的提取、纯化及对花生油品质影响的研究[D]. 乌鲁木齐: 新疆农业大学, 2021.
- [9] 王强, 郭芹, 李甜, 等. 富含白藜芦醇花生油的制备方法: CN110157540A[P]. 2019 - 08 - 23.
- [10] RAZI PARJIKOLAEI B, BAHIJ EL - HOURI R, FRETTE X C, et al. Influence of green solvent extraction on carotenoid yield from shrimp (*Pandalus borealis*) processing waste [J]. *J Food Eng*, 2015, 155: 22 - 28.
- [11] LI T, GUO Q, QU Y, et al. Solubility and physicochemical properties of resveratrol in peanut oil [J/OL]. *Food Chem*, 2022, 368: 130687 [2023 - 05 - 06]. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130687>.
- [12] BRÜHL L, UNBEHEND G. Precise color communication by determination of the color of vegetable oils and fats in the CIELAB 1976 ($L^* a^* b^*$) color space [J/OL]. *Eur J Lipid Sci Tech*, 2021, 123(7): 329 [2023 - 05 - 06]. <https://doi.org/10.1002/ejlt.202000329>.
- [13] 张晓娟, 李艳, 张玉涛. 响应面试验优化超声波辅助提取葡萄皮中原花青素工艺 [J]. *粮食与油脂*, 2017, 30(11): 96 - 100.
- [14] 刘大川, 刘强. 一种多酚类化合物: 白藜芦醇的开发研究 [J]. *中国油脂*, 2004, 29(4): 9 - 11.
- [15] 徐丹亚, 焦云琦, 闫皓, 等. 核桃调和油在不同烹饪温度下氧化稳定性的变化 [J]. *现代食品科技*, 2023, 39 (1): 254 - 261.
- [16] 化脱胶条件优化及效果对比研究 [J]. *食品工业科技*, 2015, 36(14): 260 - 265, 270.
- [17] 韩本勇, 耿树香, 马婷, 等. 木瓜籽油制备方法研究进展 [J]. *粮食与油脂*, 2019, 32(7): 10 - 12.
- [18] 杨海月, 徐增莱, 晏艳, 等. 木瓜籽毛油精炼条件筛选及其理化指标分析 [J]. *植物资源与环境学报*, 2015, 24(2): 32 - 39.
- [19] 叶展, 徐勇将, 刘元法. 食用植物油脂制取与精炼技术研究进展 [J]. *食品与生物技术学报*, 2022, 41(6): 1 - 12.
- [20] 周润松, 何荣, 鞠兴荣, 等. 脱臭工艺对菜籽油品质及抗氧化性的影响 [J]. *粮食科技与经济*, 2017, 42(6): 63 - 67.

(上接第 23 页)

- [11] TEFÁNIKOVÁ Z, JURKOVIOVÁ J, EVÍKOVÁ L, et al. Psychosocial and somatic determinants of nutrition and of physical activity self - evaluation [J]. *Homeostasis - Praha*, 2000, 40(3/4): 137 - 138.
- [12] 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 - 22.
- [13] 吴东兴, 钱勋, 詹亚名. 油脂精炼脱臭真空系统的影响因素及优化改进的探讨 [J]. *粮食与食品工业*, 2023, 30(1): 1 - 5, 11.
- [14] SULLI VAN F E. 水蒸汽蒸馏法精炼油脂 [J]. 厉秋岳, 译. *中国油脂*, 1980(S3): 23 - 26.
- [15] 叶展, 冉玉斌, 何东平, 等. 菜籽油磷脂酶 C 脱胶与水