

李亚萍. 基于低酸法优化核桃油脱胶工艺参数[J]. 江苏农业科学, 2020, 48(13): 236–239.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2020.13.048

# 基于低酸法优化核桃油脱胶工艺参数

李亚萍

(安康学院化学化工学院, 陕西安康 725000)

**摘要:**以脱胶后核桃毛油中的磷脂含量、过氧化值为评价指标, 结合食品安全标准要求和工厂设备现状, 对低酸脱胶和水化脱胶这 2 种工艺进行对比研究。试验结果表明, 采用低酸法脱胶效果较好, 最佳工艺参数如下: 柠檬酸(质量浓度为 5%) 的添加量为 8% (占核桃油的质量百分比)、脱胶时间为 100 min、脱胶温度为 60 ℃, 该条件下得到的核桃脱胶油磷脂含量为 31.91 mg/kg、过氧化值为 6.785 mmol/kg, 磷脂的脱除率可达 96.00%。

**关键词:**核桃油; 低酸脱胶; 磷脂含量; 过氧化值; 磷脂脱除率

**中图分类号:**TS225.1<sup>+</sup>9

**文献标志码:**A

**文章编号:**1002-1302(2020)13-0236-04

近年来, 大量的医学和临床营养试验研究发现, 长时间食用核桃油能够降低血液中的胆固醇, 预防心血管疾病的产生, 核桃油对人体有着重要生理作用和药理作用, 这将会促使核桃油的市场前景越来越广阔<sup>[1]</sup>。目前陕西省安康地区核桃的种植面积约 13.33 万 hm<sup>2</sup>, 年产量约 1.80 万 t, 核桃仁中油脂含量高于 60%<sup>[2]</sup>。目前核桃除鲜食和少量加工为休闲食品外, 大多数用于榨油。精炼油是目前广泛采用的一种制油技术, 脱胶是精炼油过程中一道重要精炼工序。若不去除毛油中磷脂等胶溶杂质, 不仅会让核桃油起沫, 使核桃油更容易接触到空气, 从而引发核桃油变质<sup>[3-4]</sup>, 而且还会影响后续的脱酸、脱色效果<sup>[5-7]</sup>。本研究探索脱胶工艺的最佳参数, 从源头以严谨的科学态度为安康地区核桃油的生产提出指导性意见, 以期安康地区核桃资源的开发利用提供科学依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器、试剂及材料

L5S 紫外可见分光光度计(上海仪电分析仪器有限公司); 101-2AB 集热式恒温加热磁力搅拌器(天津市泰斯特仪器有限公司); KH-250DE 数控超声波清洗器(昆山禾创超声仪器有限公司); MODEL0406-1 低速离心机[上海医疗器械(集团)

有限公司手术器械厂]; DK-2000 III L 电热恒温水浴锅(天津市泰斯特仪器有限公司)。试剂均为分析纯, 核桃毛油由安康市瀛天生态农林开发有限公司提供。

### 1.2 安康核桃油的低酸法脱胶过程

称取 50 g 核桃毛油置于 250 mL 具塞锥形瓶中, 加入一定量的柠檬酸(质量浓度为 5%), 设置脱胶温度及脱胶时间, 用磁力搅拌转子进行适度搅拌, 然后降温静置, 移取上层脱胶油, 并进行磷脂脱除率和过氧化值的计算。具体流程如图 1 所示。

### 1.3 试验方法

**1.3.1 绘制磷含量标准曲线并测定安康核桃毛油中的磷含量** 按照 GB/T 5537—2008《粮油检验 磷脂含量的测定》中的钼蓝比色法测定安康核桃油中磷脂含量, 磷脂脱除率计算公式<sup>[8]</sup>为:

磷脂脱除率 = (毛油中磷脂含量 - 脱胶油中磷脂含量) / 毛油中磷脂含量 × 100%。

**1.3.2 过氧化值的测定方法** 油脂过氧化值依据 GB 5009.227—2016《食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》测定计算<sup>[9]</sup>。

抗氧化能力评价参数 =  $t / (POV_{\max} - POV_0)$ 。  
式中:  $POV_{\max}$  为 10 次测量过氧化值的最大值;  $POV_0$  为样品初始的过氧化值;  $t$  为过氧化值达最大值的时间。

**1.3.3 单因素试验** 以安康市瀛天生态农林开发有限公司提供的核桃毛油为研究对象, 以磷脂脱除率和过氧化值为指标, 先考察水化脱胶和低酸脱胶的优劣, 选择最优脱胶方式, 再依次考察柠檬酸添加量、脱胶时间、脱胶温度等 3 个因素对脱胶效果的

收稿日期: 2020-03-27

基金项目: 陕西省安康市科技局项目(编号: AK201701-06)。

作者简介: 李亚萍(1978—), 女, 陕西扶风人, 硕士, 讲师, 主要从事天然植物中有效成分的提取分离与检测方面的研究。E-mail: 403800917@qq.com。

影响,其中柠檬酸添加量:按毛油质量的 0%、2%、4%、6%、8%、10%、12% 进行梯度添加。脱胶时间:时间梯度设置为 0、20、40、60、80、100、120、140 min。

脱胶温度:设置温度梯度为 30、40、50、60、70、80、90 ℃。

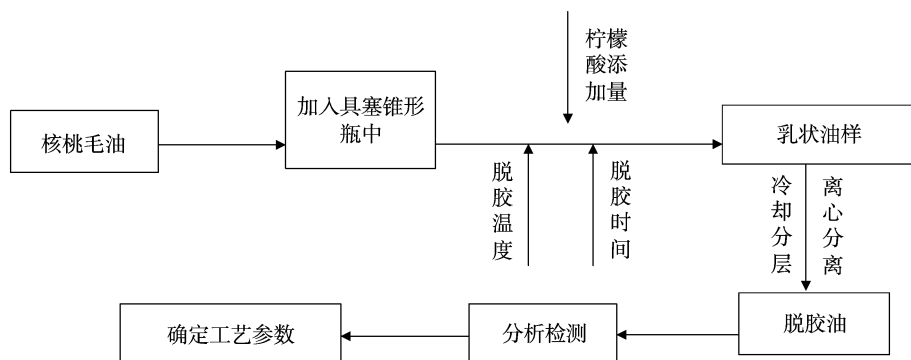


图1 核桃油低酸脱胶流程

1.3.4 正交试验 以柠檬酸添加量、脱胶时间、脱胶温度 3 个单因素试验结果为依据,以核桃毛油中磷脂脱除率为试验指标,探究柠檬酸法脱胶的最佳工艺参数,按 3 因素 3 水平  $L_9(3^3)$  正交试验设计进行正交试验(表 1)。

表 1 核桃毛油脱胶影响因素正交试验设计

水平	因素		
	A:柠檬酸添加量 (%)	B:脱胶时间 (min)	C:脱胶温度 (℃)
1	6	60	40
2	8	80	60
3	10	100	80

## 2 结果与分析

### 2.1 磷脂含量标准曲线的制作

依据 GB/T 5537—2008《粮油检验 磷脂含量的测定》绘制的磷脂标准曲线如图 2 所示。

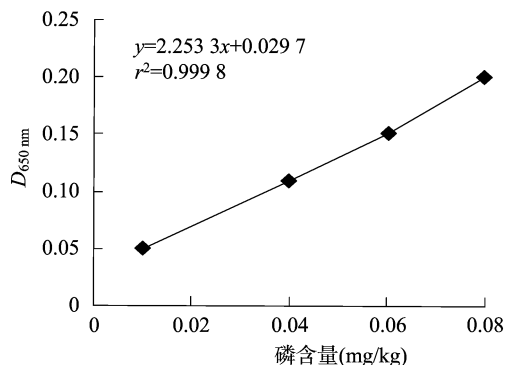


图2 磷脂含量标准工作曲线

### 2.2 不同脱胶方式的对比

称取 14 份 50 g 核桃毛油置于具塞锥形瓶中,每组 7 份,分成 2 组。于组 1、组 2 瓶中分别加入

0%、2%、4%、6%、8%、10%、12% 的水和柠檬酸,在 60 ℃ 水浴条件下搅拌 60 min,搅拌速率为 170 r/min,冷却至室温后,在 4 200 r/min 条件下离心 10 min,取脱胶油液测定磷脂的脱除率和过氧化值,结果如图 3、图 4 所示。

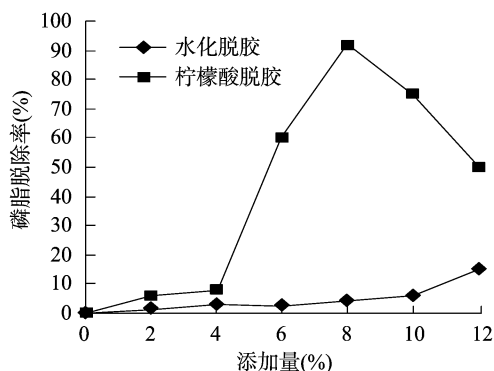


图3 脱胶方式对磷脂脱除率的影响

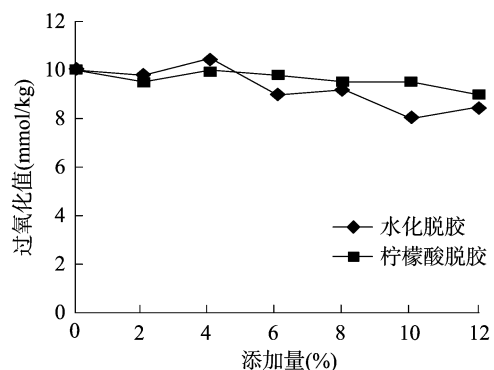


图4 脱胶方式对过氧化值的影响

由图 3 可见,2 种脱胶方式对脱除安康核桃毛油中的磷脂均有一定效果,相比而言,柠檬酸脱胶效果好于水化脱胶。由图 4 可见,柠檬酸脱胶油和水化脱胶油的过氧化值均较低,且柠檬酸脱胶油的

过氧化值总体略高于水化脱胶油,油脂品质较佳,因此选择柠檬酸脱胶作为核桃油脱胶的最佳方式。

### 2.3 单因素试验结果

**2.3.1 柠檬酸添加量对脱胶效果的影响** 试验过程见“2.2”节,结果(图3)表明当柠檬酸添加量过少时,磷脂脱除率较小,随着添加量的增大,磷脂脱除率急剧升高,但当柠檬酸添加量高于8%时,磷脂脱除率反而下降,说明柠檬酸添加量增加的同时,带入了过多的水分,而过多水分可能引起磷脂产生乳化作用对脱胶效果有副作用,且考虑到加水太多会导致后续去水工艺耗时长,企业能耗成本增加,因此柠檬酸添加量要有所限制。由图4可知,过氧化值在柠檬酸添加量大于等于8%时保持一个相对稳定的状态,说明此时核桃毛油的稳定性较好,结合图3和图4,确定最佳柠檬酸添加量为8%。

**2.3.2 脱胶时间对脱胶效果的影响** 称取7份50 g 核桃毛油置于具塞锥形瓶中,结合“2.3.1”节中的结论分别加入8%的柠檬酸,脱胶时间分别控制为0、20、40、60、80、100、120、140 min,在60℃条件下恒温水浴,搅拌速率为170 r/min,冷却至室温后,在4 200 r/min 条件下离心10 min,取脱胶油液测定磷脂脱除率和过氧化值,结果如图5、图6所示。

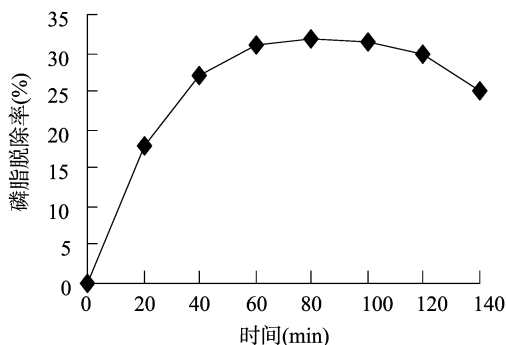


图5 脱胶时间对磷脂脱除率的影响

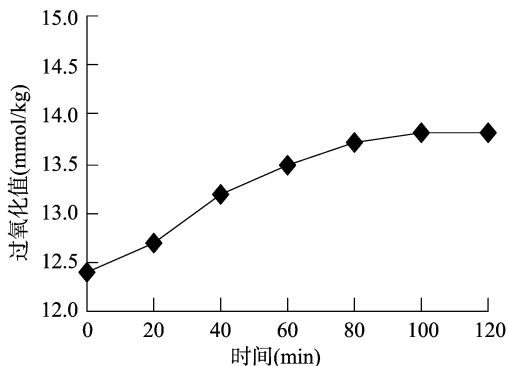


图6 脱胶时间对过氧化值的影响

由图5可知,脱胶时间小于等于80 min 时,随时间延长,磷脂脱除率增大;脱胶时间大于80 min 时,磷脂脱除率降低,这可能是由于充分吸水后,胶体吸水膨胀达到一定的体积和密度,脱胶时间不再起决定作用,且时间过长时,胶体与油相会发生局部乳化现象,减少磷脂脱除率<sup>[10]</sup>。由图6可见,随时间延长,过氧化值增大,且当脱胶时间大于80 min 后,过氧化值变化较小,说明脱胶时间的延长有助于油脂过氧化物生成及过氧化物进一步断裂分解成低级脂肪酸、醛、酮,促进油脂氧化作用。综合考虑,脱胶时间选为80 min。

**2.3.3 脱胶温度对脱胶效果的影响** 称取7份50 g 核桃毛油置于具塞锥形瓶中。结合“2.3.1”和“2.3.2”节中的结论分别加入8%的柠檬酸,脱胶时间控制在80 min,脱胶温度分别设置为30、40、50、60、70、80、90℃,搅拌速率为170 r/min,冷却至室温后,在4 200 r/min 条件下离心10 min,取脱胶油液测定磷脂脱除率和过氧化值,结果如图7、图8所示。

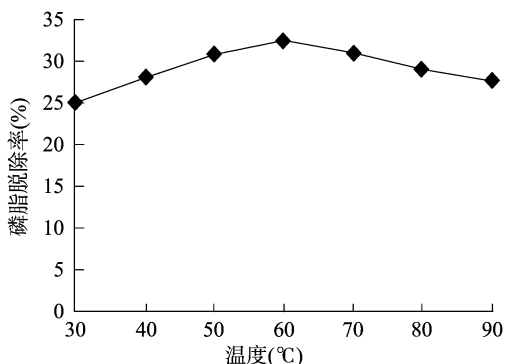


图7 脱胶温度对磷脂脱除率的影响

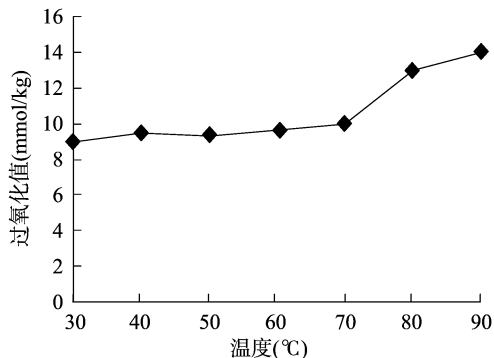


图8 脱胶温度对过氧化值的影响

由图7可见,脱胶温度为40~60℃时,随着温度升高,磷脂脱除率增加;脱胶温度在60℃以上时,磷脂脱除率随温度升高而降低,可能是因为胶体的凝聚过程是可逆反应<sup>[11]</sup>。后续温度再升高,磷脂的

脱除率还是没有明显的增长。从图 8 可以看出,脱胶温度小于等于 70 ℃时,油脂过氧化值基本不变,大于 70 ℃时,随温度的升高,过氧化值明显增大,说明温度的升高,导致油脂发生了明显的氧化反应,造成了酸败。所以结合 2 个指标,核桃油的脱胶温度选择 60 ℃比较合适。

#### 2.4 脱胶工艺参数的正交试验

结合上述单因素试验结论,对影响磷脂脱除率因素进行正交试验,数据分析结果如表 2 所示。

表 2 核桃油脱胶工艺正交试验结果

试验号	A:柠檬酸添加量 (%)	B:脱胶时间 (min)	C:脱胶温度 (℃)	磷脂脱除率 (%)
1	1	1	1	65.42
2	1	2	2	82.75
3	1	3	3	90.44
4	2	1	2	95.59
5	2	2	3	89.92
6	2	3	1	92.31
7	3	1	3	75.26
8	3	2	1	84.75
9	3	3	2	89.08
$K_1$	238.61	232.99	242.48	
$K_2$	278.22	257.42	267.82	
$K_3$	249.09	271.83	255.62	
$k_1$	79.54	77.67	80.83	
$k_2$	92.97	85.81	89.28	
$k_3$	83.03	90.61	85.21	
$R$	13.43	12.94	8.95	

由表 2 可知,柠檬酸法脱胶过程的影响因素显著程度表现为  $A > B > C$ ,即柠檬酸添加量是显著性影响因素,其次为脱胶时间,最后是脱胶温度。低酸法脱核桃油中胶状物的最佳试验方案为  $A_2B_3C_2$ ,即柠檬酸添加量为 8%,脱胶时间为 100 min,脱胶温度为 60 ℃,该条件下安康核桃油中的磷脂脱除率应该最高,但正交试验中该组合未出现,所以按照  $A_2B_3C_2$  进行试验,结果发现,核桃油中磷脂含量由 754.8 mg/kg 变化到 31.91 mg/kg,计算得到磷脂脱除率为 96.00%,大于正交表中的  $A_2B_1C_2$  的试验结

果,所以  $A_2B_3C_2$  为低酸法脱胶的最佳方案。

### 3 结论

通过单因素试验和正交试验结果发现,安康核桃油低酸脱胶效果比水化脱胶效果好,而且过氧化程度低,油脂品质保持好。脱胶的最佳工艺条件如下:柠檬酸添加量为 8%,脱胶时间为 100 min,脱胶温度为 60 ℃,得到脱胶油的磷脂含量由 754.8 mg/kg 变化到 31.91 mg/kg、过氧化值为 6.785 mmol/kg,脱胶率为 96.00%。分析原因是安康核桃油中的非水化磷脂含量较高,需结合更有效的脱胶方式对其进行磷脂脱除,且在后续的碱炼、脱色工艺中也可对其进行磷脂脱除,具体脱除效果可在今后进一步探讨。

#### 参考文献:

- [1] 李亚萍. 基于复合酶法提取核桃油工艺条件的优化[J]. 江苏农业科学,2019,47(16):221-223.
- [2] 尚磊,程乾斗,刘正俭,等. 安康市 7 个核桃品种适应性比较试验研究[J]. 林业科技通讯,2017(4):57-59.
- [3] 刘元法,王兴国,金青哲,等. 无机膜分离技术在油脂脱胶中应用研究[J]. 中国油脂,2005,30(1):43-46.
- [4] Calvo P, Lozano M, Espinosa - Mansilla A, et al. *In - vitro* evaluation of the availability of  $\omega - 3$  and  $\omega - 6$  fatty acids and tocopherols from microencapsulated walnut oil [J]. Food Research International, 2012,48(1):316-321.
- [5] 何东平. 油脂精炼与加工工艺学[M]. 北京:化学工业出版社,2005:33-35.
- [6] 赵军. 脱胶效果对油脂精炼影响[J]. 粮食与油脂,2002(6):40-42.
- [7] 倪培德. 油脂加工技术[M]. 北京:化学工业出版社,2003:63-65.
- [8] 吴云静,张勋,宋国辉,等. 冷榨芝麻油酸法脱胶工艺[J]. 食品工业科技,2014,35(17):206-209.
- [9] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定:GB 5009.227—2016[S]. 北京:中国标准出版社,2016.
- [10] Oliveira R, Rodrigues M F, Bernardo - Gil M G. Characterization and supercritical carbon dioxide extraction of walnut oil[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society,2002,79(3):225-230.
- [11] Crowe T D, White P J. Oxidative stability of walnut oils extracted with supercritical carbon dioxide[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society,2003,80(6):575-578.