

葡萄籽油的浸提和精炼工艺

董海洲¹ 刘传富¹ 侯汉学¹ 万本屹²

1(山东农业大学食品科学与工程学院,泰安 271018) 2(国家质检总局,北京,100000)

摘 要 对葡萄籽油浸提和精炼工艺进行了研究。结果表明,在文中的试验条件下,葡萄籽油浸提最佳工艺条件是:正乙烷为浸提剂,葡萄籽粒度 60 目、含水量 7%、料液比 1g:6 mL、温度 65℃、浸提时间 3 h。葡萄籽油精炼工艺条件是:碱炼初温 45℃,碱液浓度 18.5%,超碱用量 0.4%,水化加水量 4%,水化时间分别为 1.0、0.5 h;二次脱色工艺为活性脱色白土加量第 1 次 4%,脱色时间 30 min、脱色温度 90℃,第 2 次加量 3%,脱色时间 15 min,温度 85℃,真空度 0.1 MPa,在真空度 0.08 MPa、温度 180℃、脱臭时间 1.5 h 条件下可以脱除葡萄籽油中的臭味成分,保持葡萄籽的固有香味。

关键词 葡萄籽油,浸提,精炼

葡萄籽的主要来源是葡萄酒厂、果汁饮料厂等葡萄加工企业的下脚料,葡萄籽含油量 14%~17%。葡萄籽油的主要成分是亚油酸,含量达 70% 以上,并含有维生素 A、E、D、K、P 和多种微量元素,具有调节人体植物神经、消除血清胆固醇、治疗心血管疾病的作用^[1-3]。随着社会经济发展和人民生活水平的不断提高,我国油脂油料资源紧缺的矛盾日益突出。因此,积极开发和利用葡萄籽油有着十分重要的意义,不仅能够解决我国油脂油料资源紧缺的矛盾,而且还能为我国人民提供新的优质食用油脂^[4]。葡萄籽油的提取可采用压榨法、超临界萃取法和浸提法。传统的压榨法具有油品质量好,色泽浅,风味纯正等优点,但压榨后饼渣中的残油量高,出油率比较低,且能耗较大,浸提法虽浸出的毛油中含非油性物质较多,色泽较深,但可大大提高出油率,易实现大规模生产。采用超临界萃取法虽可彻底解决溶剂残

留,但操作技术严格,设备价格昂贵^[5,6]。针对我国葡萄籽油研究的状况和我国国情,本试验采用单因素试验和正交试验方法对葡萄籽油的浸提及精炼工艺技术进行了系统的研究,以期 为葡萄籽油的生产开发利用提供试验依据。

1 材料、设备与方法

1.1 试验原料

葡萄籽 烟台张裕葡萄油公司提供(平均脂肪含量 12.8%)。

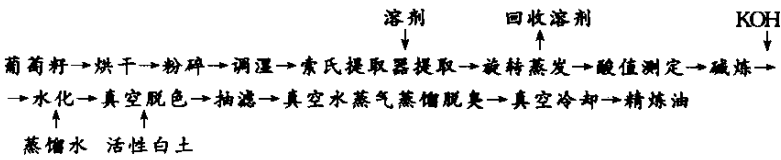
1.2 主要仪器设备

微型锤片式饲料粉碎机,索式提取器,电热恒温水溶锅,KDM 型调温电热套,真空水蒸气蒸馏装置,KE-52AA 旋转蒸发器等。

1.3 试验试剂

国产分析纯无水乙醇、丙酮、正乙烷、氯仿、甲苯、KOH、活性白土(活性炭含量 5%)。

1.4 工艺流程



1.5 提油率计算

$$\text{提油率}/\% = \frac{G_1 X_1 - G_2 X_2}{G_1 X_1} \times 100$$

第一作者:博士,教授。
收稿时间:2004-03-17,改回时间:2004-05-27

试中 : G_1 ,葡萄籽粉质量(g); G_2 ,葡萄渣质量(g); X_1 ,葡萄籽粉油脂含量(%); X_2 ,葡萄籽渣中残留油脂含量(%)。

2 结果与分析

2.1 浸提葡萄籽油工艺条件的确定

2.1.1 粉碎度对浸提效果的影响

准确称取 7 份葡萄籽粉 ,每份 5.000 g ,滤纸包装 ,放入索氏提取器样品桶中。在圆底烧瓶中加入等量正乙烷 ,60℃ 恒温浸提 2 h ,回收溶剂。计算提油率 ,结果如表 1 所示。

表 1 不同粉碎度下提油率

粉碎度/目	20	30	40	50	60	70	80
提油率/%	21.1	25.3	31.4	47.1	51.4	51.0	48.9

由表 1 可知 ,葡萄籽粉的粉碎度对浸提效果有较大影响 ,60 目时提油率最高。由此说明粉碎度 60 目是比较理想的物料粒度。

2.1.2 含水量对浸提效果的影响

粉碎度为 60 目的葡萄籽粉首先采用低温吸湿回潮法进行水分调整 ,分别调至 4%、5%、6%、7%、8% 5 种水平 ,分别称取 5.000 g ,按料液比 1 g :5 mL 加入正乙烷 ,60℃ 恒温浸提 2h ,其余操作同 2.1.1 ,结果如表 2 所示。

表 2 不同含水量下提油率

含水量/%	4	5	6	7	8
提油率/%	37.5	48.1	54.1	59.3	55.4

由表 2 可知 ,葡萄籽粉含水量为 7% 时浸提效果好 ,提油率最高。这是因为水分含量太低时 ,料坯中仅含有化合水和内层结合水 ,起不到夹带剂的作用 ;水分含量过高时 ,料坯中含有大量的游离水和外层结合水 ,易在物料颗粒表面形成水膜 ,会影响溶剂的渗透作用和对油脂的溶解作用。由此说明 ,含水量 7% 是比较理想的料坯入浸水分。

2.1.3 最佳浸提剂的确定

准确称取 5 份粉碎度 60 目、含水量 7% 的葡萄籽粉 ,每份 5.000g ,按料液比 1 g :5 mL 加入不同浸提剂 ,60℃ 恒温浸提 2 h。其余操作同 2.1.1。结果如表 3 所示。

表 3 不同浸提剂下提油率

浸提剂	无水乙醇	丙酮	正乙烷	氯仿	甲苯
提油率/%	54.6	61.4	61.5	60.1	61.9

由表 3 可知 ,无水乙醇浸提效果较差 ,不宜作浸提剂 ,正乙烷与丙酮、 CCl_4 、甲苯浸提效果相差不多。但由于甲苯、氯仿有一定的毒性 ,丙酮浸出的颜色较深 ,极难脱色 ,而且浸出粕带有一种令人厌恶欲呕吐的臭气 ,所以淘汰。由此 ,综合考虑溶剂的安全性、提取效果及油脂的色泽等方面的因素 ,选择正乙烷作为最佳浸提剂。

2.1.4 浸提温度对浸提效果的影响

准确称取 5 份粉碎度 60 目、含水量 7% 的葡萄籽粉 ,每份 5.000g ,按料液比 1 g :5 mL ,加入正乙烷 ,浸提 2 h ,分别在 50、55、60、65、70℃ 下进行提取 ,其余操作同 2.1.1 ,结果如表 4 所示。

表 4 不同温度下提油率

温度/℃	50	55	60	65	70
提油率/%	37.9	45.7	61.5	64.5	65.0

从表 4 可知 ,在 50~65℃ 范围内 ,温度对浸提效果有比较明显的影响 ,65~70℃ 范围内 ,提油率由 64.5% 增加至 65.0% ,只增加了 0.78% ,故选定 65℃ 作为浸提温度较为合适。

2.1.5 浸提时间对浸提效果的影响

准确称取 5 份粉碎度 60 目、含水量 7% 的葡萄籽粉 ,每份 5.000 g。按料液比 1 g :5 mL 加入正乙烷 ,65℃ 恒温分别浸提 1、2、3、4、5 h ,其余操作同 2.1.1 ,结果如表 5 所示。

表 5 不同时间下提油率

时间/h	1	2	3	4	5
提油率/%	46.7	64.5	69.1	70.5	70.8
提油率变化量/%	-	17.8	4.6	0.6	0.3

由表 5 可知 ,浸提时间越长 ,提油率越高 ,说明适当延长浸提时间可以提高油脂的提油率。但从不同时间间隔中提油率的变化量来看 ,随着时间的延长 ,提取速率迅速下降。为获得较好的提取效率 ,浸提时间以 3 h 为宜。

2.1.6 料液比对浸提效果的影响

准确称取 5 份粉碎度 60 目、含水量 7% 的

葡萄籽粉 ,每份 5.000 g。分别加入不同体积的正乙烷 ,65℃ 恒温浸提 3 h ,其余操作同 2.1.1 ,结果如表 6 所示。

表 6 不同料液比下的提油率

料液比(g :mL)	1:3	1:4	1:5	1:6	1:7
提油率/%	57.5	62.3	69.1	71.4	72.2
提油率 变化量/%	—	4.8	6.8	2.3	0.8

由表 6 可知 ,随着料液比升高 ,油脂提油率增加 ,但是在料液比(g :mL)1:3~1:6 范围内 ,提油率显著增加 ,而料液比>1 g :6 mL 时 ,提油率略微增加。因此 ,选定料液比 1 g :6 mL 为宜。

2.1.7 正交试验结果

为了确定在多因素条件下的最佳浸提温度、浸提时间和料液比与单因素条件下的试验结果是否吻合 ,进行了正交试验。正交试验的浸提温度选择 55、60、65、70℃ ,浸提时间选择 1、2、3、4 h ;料液比选择(g :mL)1:4、1:5、1:6、1:7。样品处理过 60 目筛、含水量 7% ,以正乙烷为溶剂 ,提油率为考核指标。试验设计见表 7 ,正交试验结果如表 8 所示。

表 7 L₁₆(4³)正交试验因素水平表

水 平	因 素		
	浸提温度/℃	浸提时间/h	料液比(g :mL)
	(A)	(B)	(C)
1	55	1	1:4
2	60	2	1:5
3	65	3	1:6
4	70	4	1:7

由表 8 极差分析可知 ,影响葡萄籽油提取的主要因素是料液比和浸提时间 ,而浸提温度影响较小。各因素的主次顺序是 C>B>A ,最优浸提方案为 A₃B₃C₃ ,即以正乙烷为浸提剂 ,按料液比 1 g :6 mL ,温度 65℃、浸提时间 3 h 时提油率最高 ,这与单因素条件下试验结果是相吻合的。

2.2 精炼葡萄籽油工艺条件的确定

2.2.1 碱炼对葡萄籽油精炼的影响

在单因素试验的基础上 ,选择碱液浓度、碱炼初温、超碱用量进行 3 因素 3 水平正交试验。

试验设计见表 9 ,正交试验结果如表 10 所示。

表 8 正交试验结果

试验号	A	B	C	提油率/%
1	1	1	1	57.3
2	1	2	2	61.0
3	1	3	3	70.8
4	1	4	4	65.3
5	2	1	3	65.5
6	2	2	4	68.7
7	2	3	1	58.5
8	2	4	2	65.9
9	3	1	4	61.8
10	3	2	3	70.0
11	3	3	2	70.7
12	3	4	1	65.4
13	4	1	2	59.7
14	4	2	1	58.3
15	4	3	4	71.7
16	4	4	3	73.1
K ₁	63.6	61.1	59.9	
K ₂	64.7	64.1	64.3	
K ₃	67.4	67.9	69.9	
K ₄	65.7	67.4	66.9	
R	3.4	6.8	10	

表 9 L₁₂(3³)正交试验因素水平表

水 平	因 素		
	KOH/%	碱炼初温/℃	超碱用量/% ¹⁾
	(A)	(B)	(C)
1	14.0	30	0.2
2	16.2	45	0.3
3	18.5	65	0.4

1) 超碱用量是指达到最佳碱炼效果的实际加碱量减去理论加碱量占理论加碱量的百分数。

由表 10 极差分析可知 ,影响葡萄籽油碱炼效果的主要因素是碱液浓度 ,其次是碱炼初温 ,而超碱用量的影响相对较小。各因素的主次顺序是 A>B>C ,最优碱炼组合为 A₃B₂C₃ ,即 KOH 浓度 18.5%、碱炼初温 45℃、超碱用量 0.4%。

2.2.2 水化对葡萄籽油精炼的影响

采用间歇水化的方法 ,选择不同的加水量、水化次数、水化时间 ,结果如表 11 所示。

从表 11 可知 ,采用二次水化工艺 ,加水量占葡萄籽油质量为 4% ,第 1 次水化时间为 1.0 h ,第 2 次水化时间为 0.5 h ,水化后皂粒完全沉淀 ,含皂量为 0.01% ,达到了水化标准。

2.2.3 脱色对葡萄籽油精炼的影响

表 10 正交试验结果

实验号	A	B	C	沉淀时间/h
1	1	1	1	7.5
2	1	2	2	7.0
3	1	3	3	6.5
4	2	1	2	5.5
5	2	2	3	5.0
6	2	3	1	5.5
7	3	1	3	5.0
8	3	2	1	4.0
9	3	3	2	5.3
K ₁	7.0	6.0	5.7	
K ₂	5.3	5.3	5.9	
K ₃	4.8	5.8	5.5	
R	2.2	0.7	0.4	

表 11 水化条件对葡萄籽油质量影响

加水量占 油重/%	水化次数 /次	水化时间 /h	含皂量/%
3	1	1.5	0.08(浑浊)
4	1	1.5	0.05(浑浊)
	2	1.0 0.5	0.01(皂粒完全沉淀)
5	1	1.5	0.03(浑浊)
	2	1 0.5	0.02(稍有乳化)

脱色的主要目的是利用活性炭的吸附原理

表 12 脱色条件对葡萄籽油质量影响

真空度/ MPa	脱色次数 (次)	白土加量/ %	脱色温度 /℃	脱色时间/ min	过滤速度	精油色泽 ¹⁾
0.08	1	7	90	45	较 慢	+
	2	4 3	90 85	30 15	快	++
0.1	1	7	85	45	较 慢	+
	2	4 3	90 85	30 15	快	+++

1) + 越多表示色泽越浅。

表 13 脱臭条件对葡萄籽油质量影响

真空度/MPa	脱臭温度/℃	脱臭时间/h	精油风味 ¹⁾
0.05	150	2.5	+
	160	2	+
	180	1.5	++
0.08	150	2.5	+
	160	2	++
	180	1.5	+++

1) + 越多表示风味越纯正。

3 结 论

(1)葡萄籽油浸提的最佳工艺条件是 :正乙烷为浸提剂、葡萄籽粒度 60 目、含水量 6%、

将葡萄籽油中的色素等杂质脱除 ,以改善油脂色泽和提高油脂品质。脱色效果与白土加量、脱色温度、脱色时间等密切相关。由表 12 可知 采用二次脱色工艺 :第 1 次白土加量 4%、真空度 0.1 MPa、脱色温度 90℃ ,脱色时间 30 min 第 2 次白土加量 3%、真空度 0.1 MPa、脱色温度 85℃、脱色时间 15 min。滤出油速度快 油品质量好 ,符合食品植物油卫生标准 (GB2716—1985)。

2.2.4 真空水蒸气脱臭对葡萄籽油精炼的影响

葡萄籽油经正乙烷浸提后 ,其中的臭味组分较多 ,所以本研究采用真空水蒸气蒸馏及高温等处理方式 ,达到完全脱臭的目的。真空条件下臭味组分的沸点降低 ,使高温对葡萄籽油营养成分的破坏降到了最低程度 ,水蒸气蒸馏使臭味组分随水蒸气的蒸出被带出 ,由表 13 可知 脱臭的最佳条件为 0.08 MPa、180℃、脱臭时间 1.5 h。脱臭完成后 ,取样检验葡萄籽油中的臭味物质完全去除 ,得到了无色无味的高级葡萄籽油。

料液比 1 g:6 mL、温度 65℃、浸提时间 3 h。

(2)碱炼是葡萄籽油的精炼中的关键步骤 ,生产中可以采用的工艺条件 :碱炼初温 45℃、碱液浓度 18.5%、超碱用量 0.4%。

(3)水化加水量和水化次数是影响葡萄籽油水化效果的主要因素 ,生产中水化时热水加入量为 4% ,采用二交水化工艺 ,水化时间分别为 1.0、0.5 h。

(4)采用二次脱色工艺 ,即活性脱色白土加量第 1 次 4% ,脱色时间 30 min ,脱色温度 90℃ ,第 2 次加量 3% ,脱色时间 15 min ,温度

85℃ ,真空度 0.1 MPa ,可以得到较好的干燥和脱色效果。

(5) 真空水蒸气蒸馏脱臭 ,真空度 0.08 MPa ,温度 180℃ ,脱臭时间 1.5 h ,可以脱除葡萄籽油中的臭味组分 ,保持葡萄籽油固有的香味。

参 考 文 献

1 王敬勉,廖德胜,张永洪.葡萄籽油生产工艺研究[J].中国油脂,1997,22(2):10~11

2 董海洲,万本屹,李宏等.超临界 CO₂ 流体技术萃取葡萄籽油的研究[J].食品与发酵工业,2002,28(3):35~39
3 田煜.近期油脂市场分析及展望[J].粮食与油脂,2002,(9):23~25
4 于修烛,李志西,杨继红等.葡萄籽油研究进展.杨凌职业技术学院学报,2003,2(1):53~55
5 周如金,胡爱军,宁亚祥等.不同方法提取核桃仁油研究[J].粮油加工与食品机械,2003(3):37~39
6 曾凡坤,钟耕,刘述斌等.小麦胚芽油浸提条件研究[J].食品机械,2001(1):12~14

Study on Extraction and Refining Technology of Grape Seed Oil

Dong Haizhou¹ Liu Chuanfu¹ Hou Hanxue¹ Wan Benyi²

1 (Food Science Department of Shan Dong Agriculture University , Taian , 271018)

2 (General Administration of Quality Supervision , Inspection and Quarantine of the People 's Republic of China , Beijing , 100000)

ABSTRACT Grape-seed oil extraction and refinery technology was studied. The best extraction conditions are as follows : n-hexane as solvent , the size of grape seed controlled at 60 mesh , water content of 7% , extracting ratio being 1g:6mL , 3 hours at 65℃ for extraction. The best refining conditions are as follows : the beginning temperature of 45℃ , lye concentration of 18.5% , alkali quantity 0.40% , 4% boiling water , the hydration time being 1.0h , 0.5h for two stages. In the de-coloring process , the de-coloring chalk was added in two times , with first being 4% and the second being 3% . The parameter for the first treatment was 90℃ for 30 minutes and the second being 85℃ for 15 minutes. The vacuum degree was controlled at 0.1MPa. At the temperature of 180℃ , with the vacuum degree of 0.08MPa for 1.5 hours , the off-flavor could be removed.

Key words grape-seed oil , extraction , refining

·广 告·

多种 密度、浓度计 总有一款适合您

我厂专业生产多种型号的溶液密度计和溶液浓度计 ,可广泛地适用于酿造生产、食品加工与发酵等工业生产过程中 ,对包括酸、碱、盐在内的多种溶液的密度或浓度的自动在线检测。还有供室内使用的台式密度计(特别推荐)。

上 海 浦 东 新 区 三 海 智 能 仪 表 厂

厂址 :上海张江高科技园区

电话 :021 - 58377810

网址 :www.sanhai.com

3721网络实名 密度计、溶液浓度计