

说明书

一种高酸价毛叶山桐子油的精炼方法

5 技术领域

本发明属于油脂加工技术领域，具体地说，涉及一种高酸价毛叶山桐子油的精炼方法。

背景技术

10 毛叶山桐子是一种分布在我国中南部山地丘陵地区的经济树种，从其果实中可以获得丰富的具有重要工业应用价值的油脂。受其生长分布的地理环境（主要分布于山区，采摘、运输不便，不便于集中储运、统一处理，导致原料质量波动大），传统的种植采摘习惯（一般果实每年 9-10 月成熟后至来年春季均为采摘时间，采摘周期长，原料鲜果受自然环境影响大，品质不
15 稳定）、原料果的加工处理工艺（农户一般进行作坊式烘干，原料干果品质不均）等的影响，用于加工毛叶山桐子油的原料果实中黑色果粒较多，酸价较正常颜色果实高（正常干果颜色为红褐色，正常鲜果为红色，黑色果实多为霉变粒。黑色果实酸价平均超过 10，得到的毛油酸价超过 20）。采用常规的油料精炼工艺（碱炼脱酸、白土脱色等）会造成原料的损耗大，产品得
20 率低，同时因为毛叶山桐子毛油本身颜色较常规的油脂颜色更深，应用传统的脱色工艺，脱色效果不明显，一定程度上影响了产品的市场价值和应用范围。

现有的（毛叶）山桐子油的精炼工艺主要具有两个特点：第一，未区分原料具体的质量差异，而采用统一的精炼工艺标准，技术上一刀切。第二，
25 主要针对于精炼工艺过程中的个别工段，缺乏加工工艺整体性和系统性考虑，实际应用中综合性不足，参考价值有限。

现有的（毛叶）山桐子油的精炼工艺中，存在以下缺点：1）在脱色阶段常采用低温脱色，常存在以下问题：第一，脱色过程使用易燃易爆的溶剂（乙醇-乙酸乙酯-甲醇混合溶剂），实际工业化生产应用中必须采用防爆

或隔爆的设备仪器仪表,提高车间土建设计安全等级,直接导致实际固定资产投资以及运营成本大量增加。第二,工艺需求的物料降低温度过低(-20℃~-30℃),工业化生产实现难度大,成本高,耗能大,不适合规模化生产。第三,脱色过程中使用有机溶剂(乙醇-乙酸乙酯-甲醇混合溶剂),

5 后续虽然有脱除的工段设计,但是仍存在溶剂残留超标的潜在风险。2)在脱酸阶段:常存在以下问题:第一,脱酸过程使用较溶剂轻的溶剂,实际工业化生产应用中必须采用防爆或隔爆的设备仪器仪表,提高车间土建设计安全等级,直接导致实际固定资产投资以及运营成本大量增加。第二,由于油脂亦溶解于该溶剂中,溶剂层会带有一定量的油脂,该部分油脂将损失掉,

10 影响产品的得率。第三,工艺过程使用大量的溶剂(溶剂添加了是原料油量的1~2倍),增加了成品油中溶剂脱除的难度。3)在脱臭阶段:采用树脂脱臭,这样存在以下问题:第一,工业化规模生产需要的树脂价格较高,且树脂对于原料油的品质要求较高,需要对于原料进行细致的处理,严格控制其杂质含量,否则将严重影响树脂的使用寿命。第二,工业化生产为了保证

15 生产的连续性以及产品的指标,通常需要使用多套树脂柱进行并联或串联,对应设备占地面积大,厂房投资大。第三,树脂需要定期的活化处理,且生产规模越大,需要的周期越短,一定程度上增加了运营成本。第四,每个寿命周期内待处理的废弃树脂量大,且需要专门的单位进行回收处理,否则将造成环境污染。

20 而对于高酸价毛叶山桐子油,采用传统碱炼脱酸工艺生成的大量皂会大量包裹油脂,造成碱炼损失率大大增加。对于毛叶山桐子油这种本身颜色重的物料,采用传统的单一白土进行吸附脱色,脱色效果有限,如为增加脱色效果贸然增加白土添加量,则脱色造成的油脂损失率也将大大增加。

25 发明内容

有鉴于此,本发明提供了一种高酸价毛叶山桐子油的精炼方法。

为了解决上述技术问题,本发明公开了一种高酸价毛叶山桐子油的精炼方法,包括以下步骤:

步骤1、取待精炼的毛叶山桐子油原料样品进行化验,测定其酸价指标,

取酸价超过 20 的毛叶山桐子油，即为高酸价毛叶山桐子油，备用；

步骤 2、对高酸价毛叶山桐子油进行物理除杂：第一级除杂采用自然沉降，然后取上层原料进行第二级除杂，采用定性滤纸过滤，过滤后取滤液，备用；

5 步骤 3、脱除滤液中的胶体杂质，得到脱胶原料油；

步骤 4、降低脱胶原料油的酸价，去除其中的游离脂肪酸：加热脱胶后的原料油，然后送入分子蒸馏设备；反应结束后获得脱酸油，冷却至室温，备用；

10 步骤 5、对脱酸油进行脱色：将脱酸油放在旋转蒸发仪上加热；在脱酸油中加入复合脱色剂，进行脱色；待油冷却至室温，然后用定性滤纸过滤掉脱色剂；

步骤 6、脱臭处理：将脱色后的原料油进行脱臭处理；待油温降低至室温，得到精炼后的毛叶山桐子油。

可选地，酸价的测定按照 GB 5009.229 规定的方法进行。

15 可选地，所述步骤 2 中的第一级除杂时间为不低于 24h，添加质量浓度为 5% 的盐水作为助沉剂，第二级除杂时间为不低于 12h。

可选地，所述步骤 3 中的脱除滤液中的胶体杂质，得到脱胶原料油具体为：

步骤 3.1、将滤液放入水浴锅中预热；开启机械搅拌；

20 步骤 3.2、待滤液的温度升高至规定温度后加入的磷酸，并加入热水，恒温慢速搅拌；

步骤 3.3、反应结束，静置分层，将下层水和胶质用移液管吸出后获得脱胶原料油。

25 可选地，所述步骤 3.1 中的将滤液放入水浴锅中预热至温度为 50 ~ 70℃，机械搅拌速率为 20 ~ 40 rpm。

可选地，所述步骤 3.2 中的磷酸占滤液质量总量的 0.2% ~ 0.4%，其质量浓度为 80%-90%；热水占滤液质量总量的 3% ~ 6%，热水的温度为 50 ~ 70℃；恒温慢速搅拌时间为 20 ~ 30min，搅拌速率为 20 ~ 40 rpm。

可选地，所述步骤 3.3 中的静置分层时间为 1~2h。

可选地，所述步骤 4 中的加热后的脱胶原料油温度为 160~180℃，分子蒸馏设备反应参数设定为：蒸发面积为 0.15 m²，冷凝面积为 0.25 m²，处理量为 0.5-5.0L/H，真空度<10Pa，温度为 160~180℃。

5 可选地，所述步骤 5 中的将脱酸油放在旋转蒸发仪上加热至 100~120℃；复合脱色剂占脱酸油质量总量的 1~3%，其中，复合脱色剂为质量比为 3:1 的白土和活性炭，脱色温度为 100~120℃，脱色时间为 1~2h，脱色真空度为 0.060~0.090Mpa。

10 可选地，所述步骤 6 中的加热温度为 230~250℃下，真空度为 100~300pa，水蒸汽通入量为 5~10kg/h，反应时间为 1~2h。

与现有技术相比，本发明可以获得包括以下技术效果：

1) 本发明采用的工艺是针对高酸价毛叶山桐子原料油，避免了化学碱炼过程中大量皂的产生对于油脂的吸附和包裹作用，降低了产品精炼过程的损耗率。

15 2) 针对于原料颜色深，单一脱色剂脱色效果有限的现状，采用复合脱色剂，既不增加脱色剂的使用量，同时较单一脱色剂提高了脱色的效果。

3) 脱臭过程提高了反应的温度，不仅保证了产品的脱臭效果，同时兼具进一步脱色的作用，对于毛叶山桐子这种颜色重的原料更加适用。

20 4) 精炼过程不涉及溶剂的使用，脱酸、脱色、脱臭过程均采用物理方法，生产车间和操作环境更加安全、健康、环保。

当然，实施本发明的任一产品并不一定需要同时达到以上所述的所有技术效果。

附图说明

25 此处所说明的附图用来提供对本发明的进一步理解，构成本发明的一部分，本发明的示意性实施例及其说明用于解释本发明，并不构成对本发明的不当限定。在附图中：

图 1 是本发明高酸价毛叶山桐子油的精炼方法的工艺流程图；

图 2 是本发明人工烘干的毛叶山桐子干果中黑色果实和红色果实对比图;

图 3 是本发明自然晾晒的毛叶山桐子干果中黑色果实和红色果实对比图;

5 图 4 是本发明使用的高酸价毛叶山桐子原料油图;

图 5 是本发明采用分子蒸馏脱酸后得到的脱酸油图;

图 6 是本发明采用复合脱色剂同采用单一脱色剂在相关工艺参数下脱色后产品的颜色对比图, 其中, a 代表占脱酸油质量总量的 3% 的白土, b 代表占脱酸油质量总量的 3% 的活性炭, c 代表占脱酸油质量总量的 3% 的白土
10 + 占脱酸油质量总量的 1% 的活性炭;

图 7 是本发明使用的脱臭温度和常规使用的脱臭温度在相同工艺参数下脱臭后产品的颜色对比图, 其中, a 代表脱臭温度为 130℃, b 代表脱臭温度为 190℃, c 代表脱臭温度为 240℃;

图 8 是采用本发明工艺得到的最终毛叶山桐子油成品图。

15

具体实施方式

以下将配合实施例来详细说明本发明的实施方式, 藉此对本发明如何应用技术手段来解决技术问题并达成技术功效的实现过程能充分理解并据以实施。

20 本发明公开了一种高酸价毛叶山桐子油的精炼方法, 其酸价高于 20, 其工艺流程如图 1 所示, 具体包括以下步骤:

步骤 1、取待精炼的毛叶山桐子油原料样品进行化验, 测定其酸价等指标, 取酸价超过 20 的毛叶山桐子油, 备用; 酸价的测定可以按照 GB 5009.229 规定的方法进行, 同时其他宜同时测定的理化指标包括如下表 1 所示, 作为
25 后续工序反应结果的对比用基础数据。

其他宜同时测定的原料指标以及对应采用的标准如下表 1 所示:

表 1 原料指标以及对应采用的标准

序号	指标	检测依据	备注
----	----	------	----

1	气味	GB/T 5525	理化指标
2	色泽	GB/T 2246	
3	水分及挥发物	GB 5009.236	
4	不溶性杂质	GB/T 5529	
5	碘值	GB/T 5532	
6	过氧化值	GB 5009.227	

本步骤主要是对于毛叶山桐子原料指标进行检测，确定其基础的理化指标参数。

关于设定酸价高于 20 作为本发明中高酸价毛油的一个临界点的说明：毛叶山桐子果实的成熟季节在每年的 9-11 月份。对于采摘工作分为两种情况：1）对于种植散户，其一般会选择将采摘工作放在来年春天进行，让成熟的果实在树上自然风干降水，或者本年度采摘后通过自然晾晒的方式降水。这样获得的干果一般质量更好，主要表现在原料中黑色果粒比例少（黑色果不超过 20%，黑色果内含油酸价更高，经过测定平均数值在 15 以上，而红色的好果酸价一般不超过 10）；2）对于规模种植或者规模生产收购的厂家，其会将采摘或者收购的鲜果通过人工烘干的方式降水来满足生产储存的需求，这样得到的干果黑色果比例会大大增加，一般黑色果实比例都超过 50% 甚至更高，且黑色果实的酸价也一般比自然降水的黑色果实酸价高一些。经过从相关厂家取样测定，其酸价一般都超过 20。综合以上说明，设定高酸价毛叶山桐子的临界标准为 20。下图 2 为从不同烘干方式得到的毛叶山桐子干果的情况图。

步骤 2、对高酸价毛叶山桐子油进行物理除杂：第一级除杂采用自然沉降，沉降时间为不低于 24h，在此过程中，添加质量浓度为 5% 的盐水作为助沉剂，其中稀盐水具有一定的破乳和助沉的作用，其基本的原理是氯化钠在水中水解成钠离子和氯离子，带电荷的离子可以吸附溶液中的杂质等细小物质，促使杂质的聚集，后依靠重力沉降，然后取上层原料进行第二级除杂，采用定性滤纸过滤，过滤时间为不低于 12h，过滤后取滤液，备用；

步骤 3、脱除滤液中的胶体杂质，得到脱胶原料油：

步骤 3.1、将滤液放入水浴锅中预热至温度为 50 ~ 70℃；开启机械搅拌，

搅拌速率为 20 ~ 40 rpm;

步骤 3.2、待滤液的温度升高至 50-70℃后加入的磷酸，其中，磷酸占滤液质量总量的 0.2% ~ 0.4%，其质量浓度为 80%-90%，并加入热水，其中热水占滤液质量总量的 3% ~ 6%，热水的温度为 50 ~ 70℃；恒温慢速搅拌 20 ~ 30min，搅拌速率为 20 ~ 40 rpm;

步骤 3.3、反应结束，静置分层 1 ~ 2h，将下层水和胶质用移液管吸出后获得脱胶原料油。

步骤 4、降低脱胶原料油的酸价，去除其中的游离脂肪酸：加热脱胶后的原料油温度至 160 ~ 180℃，然后送入分子蒸馏设备；分子蒸馏设备反应参数设定为：真空度<10Pa，温度 160 ~ 180℃；反应结束后获得脱酸油，冷却至室温。

分子蒸馏设备是一种特殊的液--液分离技术，在高真空状态下，使蒸气分子的平均自由程大于蒸发表面与冷凝表面之间的距离，从而可利用料液中各组分蒸发速率的差异，对液体混合物进行分离。本实验中所使用的分子蒸馏设备的相关参数如下表 2 所示：

表 2 分子蒸馏设备的相关参数

项目	指标
蒸发面积	0.15 m ²
冷凝面积	0.25 m ²
处理量	0.5-5.0L/H
真空度	<10pa
受热温度	160 ~ 180℃

步骤 5、对脱酸油进行脱色：

步骤 5.1、将脱酸油放在旋转蒸发仪上加热至 100 ~ 120℃，加入复合脱色剂，其中，复合脱色剂占脱酸油质量总量的 1 ~ 3%，复合脱色剂为质量比为 3: 1 的活性白土和活性炭；

步骤 5.2、在反应温度 100 ~ 120℃，真空度 0.060 ~ 0.090Mpa 条件下脱色 1 ~ 2h;

步骤 5.3、待油冷却至室温后，用定性滤纸过滤掉脱色剂；

步骤 6、脱臭处理：将脱色后的原料油在加热温度为 230~250℃，真空度为 100~300pa，水蒸汽通入量为 5~10kg/h 的条件下脱臭 1~2h；待油温降低至室温，得到精炼后的毛叶山桐子油。

5 实施例 1

一种高酸价毛叶山桐子油的精炼方法，其酸价高于 20，具体包括以下步骤：

步骤 1、取待精炼的毛叶山桐子油原料样品进行化验，测定其酸价指标，取酸价超过 20 的毛叶山桐子油，酸价的测定可以按照 GB 5009.229 规定的方法进行，备用；

步骤 2、对高酸价毛叶山桐子油进行物理除杂：除杂第一级采用自然沉降，沉降时间为不低于 24h，在此过程中，添加质量浓度为 5%的盐水作为助沉剂，然后取上层原料进行第二级除杂，采用定性滤纸过滤，过滤时间为不低于 12h，过滤后取滤液，备用；

15 步骤 3、脱除原料中的胶体杂质：

步骤 3.1、称取固定量（1500g）滤液，放入水浴锅中预热至温度为 60℃；开启机械搅拌，搅拌速率:30 rpm；

步骤 3.2、待滤液的温度升高至 60℃后加入的磷酸，其中，磷酸占滤液质量总量的 0.3%，其质量浓度为 85%，并加入热水，其中热水占滤液质量总量的 4.5%，热水的温度为 60℃；恒温慢速搅拌 25min，搅拌速率:30 rpm；

步骤 3.3、反应结束，静置分层 1.5h，将下层水和胶质用移液管吸出后获得脱胶原料油。

步骤 4、降低脱胶原料油的酸价，去除其中的游离脂肪酸：称取固定质量（1500g）的脱胶原料油；加热物料温度至 170℃后，送料进入分子蒸馏设备；分子蒸馏设备反应参数设定为：真空度<10Pa，温度 170℃；反应结束后获得脱酸油冷却至常温取样测定其酸价。

25 步骤 5、对脱酸油进行脱色：

步骤 5.1、称取固定质量（723g）脱酸后的油并在旋转蒸发仪上加热至 110℃，加入复合脱色剂，其中，复合脱色剂占脱酸油质量总量的 2%，复合

脱色剂为质量比为 3: 1 的活性白土和活性炭;

步骤 5.2、在反应温度 110℃, 真空度 0.075Mpa 条件下脱色 1.5h;

步骤 5.3、待油冷却至室温后, 用定性滤纸过滤掉脱色剂;

步骤 5.4、取滤液用罗维朋比色仪比色 (133.4mm)。

- 5 步骤 6、脱臭处理: 将脱色后的原料油在加热温度为 240℃下, 真空度为 200pa, 水蒸汽通入量为 8kg/h 的条件下脱臭 1.5h; 待油温降低至室温后得到精炼后的毛叶山桐子油。

本实施例制备得到的精炼后的毛叶山桐子油如图 8 所示, 从图 8 可知, 采用本实施例中的工艺参数制得的毛叶山桐子油颜色亮黄均匀, 干净无杂质, 无沉淀分层现象, 具有同其他常规成品市售油脂相似的外观特性。对比图 4 中的原料毛油, 差异明显且清晰, 证明了其精炼工艺参数的有效性。

实施例 2

一种高酸价毛叶山桐子油的精炼方法, 其酸价高于 20, 具体包括以下步骤:

- 15 步骤 1、取待精炼的毛叶山桐子油原料样品进行化验, 测定其酸价指标, 取酸价超过 20 的毛叶山桐子油, 酸价的测定可以按照 GB 5009.229 规定的方法进行, 备用;

步骤 2、对高酸价毛叶山桐子油进行物理除杂: 除杂第一级采用自然沉降, 沉降时间为不低于 24h, 在此过程中, 添加质量浓度为 5% 的盐水作为助沉剂, 然后取上层原料进行第二级除杂, 采用定性滤纸过滤, 过滤时间为不低于 12h, 过滤后取滤液, 备用;

步骤 3、脱除滤液中的胶体杂质, 得到脱胶原料油:

步骤 3.1、称取固定量 (1500g) 滤液, 放入水浴锅中预热至温度为 50℃; 开启机械搅拌, 搅拌速率: 40 rpm;

- 25 步骤 3.2、待滤液的温度升高至 50℃后加入的磷酸, 其中, 磷酸占滤液质量总量的 0.2%, 其质量浓度为 90%, 并加入热水, 其中热水占滤液质量总量的 3%, 热水的温度为 70℃; 恒温慢速搅拌 20min, 搅拌速率: 40 rpm;

步骤 3.3、反应结束, 静置分层 2h, 将下层水和胶质用移液管吸出后获得脱胶原料油。

步骤 4、降低原料的酸价,去除其中的游离脂肪酸:称取固定质量(1500g)的脱胶后的原料油;加热物料温度至 160℃后,送料进入分子蒸馏设备;分子蒸馏设备反应参数设定为:真空度<10Pa,温度 180℃;反应结束后获得脱酸油冷却至常温取样测定其酸价。

5 步骤 5、对脱酸油进行脱色:

步骤 5.1、称取固定质量(723g)脱酸后的油并在旋转蒸发仪上加热至 100℃,加入复合脱色剂,其中,复合脱色剂占脱酸油质量总量的 3%,复合脱色剂为质量比为 3:1 的活性白土和活性炭;

步骤 5.2、在反应温度 100℃,真空度 0.090Mpa 条件下脱色 1h。

10 步骤 5.3、待油冷却至室温后,用定性滤纸过滤掉脱色剂。

步骤 5.4、取滤液用罗维朋比色仪比色(133.4mm)。

步骤 6、脱臭处理:将脱色后的原料油在加热温度为 230℃下,真空度为 300pa,水蒸汽通入量为 5kg/h 的条件下脱臭 2h;待油温降低至室温后得到精炼后的毛叶山桐子油。

15 实施例 3

一种高酸价毛叶山桐子油的精炼方法,其酸价高于 20,具体包括以下步骤:

20 步骤 1、取待精炼的毛叶山桐子油原料样品进行化验,测定其酸价指标,取酸价超过 20 的毛叶山桐子油,酸价的测定可以按照 GB 5009.229 规定的方法进行,备用;

步骤 2、对高酸价毛叶山桐子油进行物理除杂:除杂第一级采用自然沉降,沉降时间为不低于 24h,在此过程中,添加质量浓度为 5%的盐水作为助沉剂,然后取上层原料进行第二级除杂,采用定性滤纸过滤,过滤时间为不低于 12h,过滤后取滤液,备用;

25 步骤 3、脱除滤液中的胶体杂质,得到脱胶原料油:

步骤 3.1、称取固定量(1500g)滤液,放入水浴锅中预热至温度为 70℃;开启机械搅拌,搅拌速率:20 rpm;

步骤 3.2、待滤液的温度升高至规定温度后加入的磷酸,其中,磷酸占滤液质量总量的 0.4%,其质量浓度为 80%,并加入热水,其中热水占滤液

质量总量的 6%，热水的温度为 50℃；恒温慢速搅拌 30min，搅拌速率:20 rpm；

步骤 3.3、反应结束，静置分层 1h，将下层水和胶质用移液管吸出后获得脱胶原料油。

5 步骤 4、降低脱胶原料油的酸价，去除其中的游离脂肪酸：称取固定质量（1500g）的脱胶后的原料油；加热物料温度至 180℃后送料进入分子蒸馏设备；分子蒸馏设备反应参数设定为：真空度<10Pa，温度 160℃；反应结束后获得脱酸油冷却至常温取样测定其酸价。

步骤 5、对脱酸油进行脱色：

10 步骤 5.1、称取固定质量（723g）脱酸油并在旋转蒸发仪上加热至 120℃，加入复合脱色剂，其中，复合脱色剂占脱酸油质量总量的 1%，复合脱色剂为质量比为 3：1 的活性白土和活性炭；

步骤 5.2、在反应温度 120℃，真空度 0.060Mpa 条件下脱色 2h。

步骤 5.3、待油冷却至室温后，用定性滤纸过滤掉脱色剂。

步骤 5.4、取滤液用罗维朋比色仪比色（133.4mm）。

15 步骤 6、脱臭处理：将脱色后的原料油在加热温度为 250℃下，真空度为 100pa，水蒸汽通入量为 10kg/h 的条件下脱臭 1h；待油温降低至室温后得到精炼后的毛叶山桐子油。

对比例 1

20 对于高酸价（酸价高于 20）的毛叶山桐子油，常规的精炼方法如下所示，具体包括以下步骤：

步骤 1、取待精炼的毛叶山桐子油原料样品进行化验，测定其酸价指标，取酸价超过 20 的毛叶山桐子油，酸价的测定可以按照 GB 5009.229 规定的方法进行，备用；

25 步骤 2、对高酸价毛油进行物理除杂：除杂第一级采用自然沉降，沉降时间为不低于 24h，然后取上层原料进行第二级除杂，采用定性滤纸过滤，过滤时间为不低于 12h，过滤后取滤液，备用；

步骤 3、脱除原料中的胶体杂质：

步骤 3.1、称取固定量（1500g）滤液，放入水浴锅中预热至温度为 60℃；开启机械搅拌，搅拌速率:40 rpm；

步骤 3.2、待滤液的温度升高至 60℃后加入磷酸，其中，磷酸占滤液质量总量的 0.3%，其质量浓度为 80%，并加入热水，其中热水占滤液质量总量的 5%，热水的温度为 60℃；恒温慢速搅拌 30min，搅拌速率:30 rpm；

5 步骤 3.3、反应结束，静置分层 2h，将下层水和胶质用移液管吸出后获得脱胶原料油。

步骤 4、降低原料的酸价，去除其中的游离脂肪酸：

步骤 4.1、称取固定量的（1500g）脱胶毛叶山桐子油，依据油酸价计算加碱量：

$$G_{\text{NaOH 理}}=7.13 \times 10^{-4} \times 1500 \times 48=51.3\text{g}$$

10 $G_{\text{NaOH 超}}=1500 \times 0.5\%=7.5\text{g}$

$$G_{\text{碱}}=(51.3+7.5)/96\%=61.2\text{g}$$

上述加碱量的计算依据为刘玉兰主编的《油脂制取与加工工艺学》第二版（ISBN:978-7-03-026023-9）中第 332-324 页中的规定。

山桐子毛油酸价很高，选用 30° B é 的碱液，浓度为 23.5%

15
$$G_{\text{水}}=\frac{G_{\text{碱}}}{G_{\text{碱}}+G_{\text{水}}}=23.5\% \quad G_{\text{水}}=199.5\text{ml}$$

步骤 4.2、称取 61gNaOH 片碱，溶于 200ml 水中；将油加热至 60℃，将配好的碱液（65℃），缓慢加入油中搅拌 30min，搅拌速率=120 r/ min，反应结束静置分层。

20 步骤 4.3、水洗：取上层碱炼油加热至 80-85℃，加入 90℃左右的微沸水，每次热水量为油量的 15%；然后静置沉淀，用分液漏斗分水，水洗至分出的水呈中性。

步骤 4.4、用旋转蒸发仪在 105℃，真空度 0.092Mpa 条件下，脱水 60min。

步骤 4.5、反应结束后获得脱酸油冷却至常温取样测定其酸价。

步骤 5、对原料进行脱色：

25 步骤 5.1、称取固定质量（723g）脱酸后的油并在旋转蒸发仪上加热至 105℃，加入白土脱色剂。白土添加量为油重的 3%（21.7g）。

步骤 5.2、在反应温度 105℃，真空度 0.092Mpa 条件下脱色 2h。

步骤 5.3、待油冷却至室温后，用定性滤纸过滤掉脱色剂。

步骤 5.4、取滤液用罗维朋比色仪比色（133.4mm）。

步骤 6、对原料臭味物质进行脱除：将脱色后的原料油在加热温度为 190℃ 下，真空度为 250pa，水蒸汽通入量为 5kg/h 的条件下脱臭 2h；待油温降低至室温后得到精炼后的毛叶山桐子油。

下面结合具体的实验数据来说明本发明的技术效果：

高酸价毛叶山桐子油较常规的毛叶山桐子油具有更高的酸价，叫常规的其他品种油脂（如大豆毛油、花生油毛油、油菜籽毛油等）颜色更加的深，酸价更高，且气味更深。在某些工序上采用传统的工艺不能达到良好的鲜果。

10 1) 过滤工序

传统的油料毛油过滤主要采用板框压滤机或者叶片过滤机，其主要的原理是借助过滤过程产生的滤饼作为过滤介质对原料油中的杂质进行拦截分离。本发明中采用的杂质去除方法为第一级自然沉降，第二级袋式过滤。自然沉降是利用原料油中杂质和油脂的比重不同依靠重力作用实现杂质和油脂的分离，第二级袋式过滤本质属于安全过滤，是借助细密的滤网（200-400 目）对于原料油输送过程中以及第一级未沉降下来的杂质进行进一步的分离。

本发明采用二级除杂的原因如下：

毛叶山桐子果实中蛋白含量较常规的油料低（毛叶山桐子全果粗蛋白含量在 15% ~ 20%，大豆粗蛋白含量在 30% ~ 50%，菜籽的粗蛋白含量在 30% ~ 40%），压榨过程中进入原料油中的蛋白含量更低，过滤过程中不容易产生滤饼层，对应产生滤饼的时间更长，过滤效果不明显。

进入到原料油中的杂质更多的是压榨过程被破碎的细小纤维，这些纤维更不容易通过过滤的方式分离出来，因此通过自然沉降可以更好的实现杂质的分离。另外，自然沉降过程兼具对于原料中水分、胶体杂质等的分离，有利于后续脱胶工艺的进行。

2) 脱胶工序

由于在上一步脱杂过程采用的是自然沉降，其一定程度上对于原料油中的胶体杂质有去除作用（胶体杂质以及其中的水分密度比油大，可以通过重

力作用沉降到底部)，因此在本工序过程中有助于降低脱胶过程中水以及磷酸的添加量，缩短反应时间，最终减少油脚的产生，降低脱胶得率的损耗。

3) 脱酸工序

传统的脱酸过程主要采用碱炼脱酸，其主要原理是通过向原料油中添加 NaOH 溶液，使得其中的游离脂肪酸和 NaOH 反应生产脂肪酸钠（即皂，传统上称之为皂脚）以降低原料油的酸价。但是生成的皂脚中会包裹一定量的油脂，造成脱酸得率降低，尤其是生成的皂脚越多，则其中包裹的油脂越多，因此脱酸得率也越低。这样的工艺对于高酸价毛叶山桐子油的脱酸更加明显。当原料油酸价为 48 时，采用两步法碱炼脱酸最终的产品得率为 48.8%，但是当采用分子蒸馏时，脱酸后产品得率为 64.5%，这表明了分子蒸馏脱酸在对于提升产品得率的巨大优势。

分子蒸馏脱酸其原理完全不同于碱炼脱酸。分子蒸馏也称短程蒸馏，是一种在高真空下（残气分子的压力 $< 0.1\text{Pa}$ ）进行的连续蒸馏过程。其是一种特殊的液--液分离技术，不同于传统蒸馏依靠沸点差的分离原理，而是靠不同物质分子运动平均自由程的差别实现分离。当液体混合物沿加热板流动并被加热，轻、重分子会逸出液面而进入气相，由于轻、重分子的自由程不同，因此不同物质的分子从液面逸出后移动距离不同，若能恰当地设置一块冷凝板，则轻分子达到冷凝板被冷凝排出，从而使其不断被逸出。而重分子达不到冷凝板，则沿混合液排出。很快系统会趋于动态平衡，这样就达到物质分离的目的。

其原理决定了在脱酸过程中对于原料油中油脂及其他有益组分的有效保护，同时高效的实现了其中游离脂肪酸的分离，顺利的降低了原料油的酸价。

另外在脱酸效果上，分子蒸馏也较传统的碱炼工艺具有一定的优势。下表为两种工艺进行脱酸后检测的产品指标：

当脱酸的温度低于 160°C ，真空度超过 5Pa 时，脱酸后的油脂酸价超过 3.0，即不能达到行业规定的酸价合格标准（目前尚未国家标准，只有行业标准，行业标准 LS/T 3258-2018 规定成品合格油的酸价不超过 3.0），当温度超过 180°C 时，产品的酸价降低值已经不明显，且均低于 1.0，从节能考

虑，不宜再提升脱酸的温度。从真空度上讲，相同温度下，真空度越高，脱酸效果越明显，分子蒸馏设备自身的工作真空度即是小于 10Pa，且当进一步提升真空度时，酸价降低效果也有限，因此从节省投资上将，不宜采用过大的真空度，保持真空度小于 10Pa，控制好脱酸的温度即可。

5 当采用分子蒸馏脱酸时（温度 170℃，真空度 6Pa），经过反应后对于相关产品进行检测，其结果如表 3 所示：

表 3 分子蒸馏脱酸产品检测结果

项目	单位	参数
毛油酸价	(KOH)， mg/g	48
脱酸后酸价	(KOH)， mg/g	1.8
原料重	g	1500
脱酸后油重	g	968
产品得率	%	64.5

当采用碱炼脱酸时，经过反应后对于相关产品进行检测，其结果如表 4 所示：

10

表 4 碱炼脱酸产品检测结果

项目	单位	参数
毛油酸价	(KOH)， mg/g	48
脱酸后酸价	(KOH)， mg/g	4
原料重	g	1500
脱酸后油重	g	726
产品得率	%	48.8

从上表 3 和表 4 可以看出：通过分子蒸馏脱酸可以将毛油酸价降低至 1.8mg/g，并且没有过多损耗。通过常规的碱炼脱酸，无论是采用一次碱炼还是两次碱炼，产品的得率均不足 50%，损耗率也大，将近是物理碱炼的 3 倍。如图 4 和 5 所示，经过分子蒸馏脱酸后的油脂色泽有所改善。

15

4) 脱色工序

当分别使用白土、活性炭以及本复合脱色剂在相同的反应条件下进行脱

色实验时，复活脱色剂的脱色效果优于单一脱色剂的脱色效果，实验结果见表 5 所示。

表 5 不同脱色剂反应脱色油色泽测定结果表

项目	色泽指标（罗维朋比色计测量）		
原料毛油	Y 60	R 28	B 0
白土脱色	Y 35	R 20	B 0
活性炭脱色	Y 30	R 27	B 0
复合脱色剂脱色	Y 30	R 17	B 0

从表 5 可以看出，当采用白土+活性炭制作的复合脱色剂时，能够获得更好的脱色效果，采用复合脱色剂同采用单一脱色剂在相关工艺参数下脱色后产品的颜色对比图如图 6 所示。

本发明中采用复合脱色剂时，设定不同的参数，分别进行脱色试验，对脱色后的油脂进行罗维朋比色计（133.4mm）测定，对应结果如下表 6 所示：

表 6

序号	添加名称和数量	色泽指标（罗维朋比色计测量）		
实验 1	原料油	Y 60	R 28	B 0
实验 2	活性白土 3%	Y 35	R 20	B 0
实验 3	活性炭 3%	Y 30	R 27	B 0
实验 4	复合脱色剂 3%	Y 30	R 17	B 0
实验 5	复合脱色剂 2%	Y 30	R 18	B 0
实验 6	复合脱色剂 1%	Y 30	R 19	B 0
实验 7	复合脱色剂 4%	Y 30	R 12	B 0
实验 8	复合脱色剂 5%	Y 30	R 9	B 0

毛叶山桐子油本身较重的颜色，其中的色素含量较常规的油脂品种中色素含量要高很多，采用相同比例的脱色剂添加量时，复合脱色剂脱色效果好于单一品种的活性白土和活性炭的脱色效果。当调整复合脱色剂的添加比例时，脱色效果虽添加量变化而变化，且表现正相关性。

5) 脱臭工序

脱臭的原理是利用在真空条件下，物料中的油脂和臭味物质（主要是小分子醛酮类物质）沸点不同，在水蒸汽蒸腾带动作用下，将其中的臭味物质从原料中分离出来。传统上脱臭的温度一般在 190~230℃之间，就可以将物料中的臭味物质脱除干净。

5 本发明设定的脱臭温度高于传统的脱臭温度范围，设定在 230~250℃。可以获得更好的脱臭效果。相关实验数据如下表 7 所示：

表 7 不同脱臭温度得到的脱臭油测定结果

项目	气味	颜色
脱色油	白土味	棕红色
190℃脱臭	具备山桐子油风味	棕红色
210℃脱臭	具备淡的山桐子油风味	淡棕红色
230℃脱臭	无味	亮黄色
250℃脱臭	无味	亮黄色

10 从表 7 和图 7 可以看出，当提升脱臭温度时，对应脱臭油的色泽越来越好，气味也越来越淡直至无味。在 230~250℃时可以完全去除其中的臭味物质，且油脂的颜色呈现为亮黄色，达到较好脱臭效果。

15 在常规的脱臭温度下，不能完全去除臭味物质主要是因为毛叶山桐子原料油本身具有很浓重的气味，这种气味在正常情况下也比很多常规油脂（如大豆油、菜籽有、葵花籽油等）重，再加上高酸价毛叶山桐子油其中的游离脂肪酸多，对应的挥发性轻组分物质也更多，其传统上所说的变质油脂“哈喇味”更重，如不提高脱臭温度，则不能充分的去除其中的臭味物质，达到理想的脱臭效果。

20 从颜色上也可以看出（图 7），经过高温脱臭（230~250℃）过程，油脂的颜色更加的清亮，色泽指标也更好，高温脱臭过程有助于毛叶山桐子油脱色的效果也更加明显，使得产品更具备卖相。

20 以上数据和分析验证了提升脱臭温度到 230~250℃的必要性和有益性，不仅有助于其中臭味物质的去除，同时可以改善产品的色泽，且效果明显。

实施例 1-3 以及对比例 1 的实验结果如下表 8：

表 8 实施例 1-3 以及对比例 1 的实验结果

项目	色泽指标			酸价	气味	颜色
实施例 1	Y30	R18	B 0	1.8	无味	亮黄色
实施例 2	Y30	R17	B 0	2.0	无味	亮黄色
实施例 3	Y30	R19	B 0	1.4	无味	亮黄色
对比例 1	Y 30	R20	B 0	4.0	山桐子油风味	棕红色

从表 8 中可以看出采用本发明所设定的精炼工艺参数得到的最终成品毛叶山桐子油相较于对比例 1 无论从颜色还是酸价, 气味都比采用传统工艺参数得到的产品具有明显的优势; 且酸价降低明显, 产品无山桐子油自身的风味, 避免了一些群体因不喜欢这种风味引起对于产品销售的影响。

- 5 上述说明示出并描述了发明的若干优选实施例, 但如前所述, 应当理解发明并非局限于本文所披露的形式, 不应看作是对其他实施例的排除, 而可用于各种其他组合、修改和环境, 并能够在本文所述发明构想范围内, 通过上述教导或相关领域的技术或知识进行改动。而本领域人员所进行的改动和变化不脱离发明的精神和范围, 则都应在发明所附权利要求的保护范围内。