

二氧化硅在菜籽油吸附脱磷中的应用及其对酚酸的影响

王未君¹, 李文林¹, 刘昌盛^{1*}, 郑畅¹, 周琦¹, 李黄祥²

(1. 中国农业科学院油料作物研究所, 农业农村部油料作物生物学与遗传育种重点实验室, 油料脂质化学与营养湖北省重点实验室, 湖北 武汉, 430062; 2. 湖南湘山生物科技有限公司, 湖南 娄底, 417000)

摘要: 为了精炼后的油中尽可能多地保留菜籽多酚, 首先通过傅里叶红外光谱分析(Fourier infrared spectrum, FT-IR)和差示扫描量热分析(differential scanning calorimetry, DSC)对二氧化硅(SiO_2)和磷脂酰乙醇胺(PE)以及它们的复合物进行表征分析, 然后以菜籽油为研究对象, 分析了它在 SiO_2 吸附脱磷处理中酚酸的变化规律, 同时考察了吸附脱磷效果, 并通过正交优化实验获得了高脱磷率和高酚酸保留率的工艺参数条件。研究结果表明, SiO_2 与PE的复合可能是一种弱的相互作用; SiO_2 对菜籽油中的磷脂有较好的吸附脱除作用, 在脱磷温度为35℃、 SiO_2 添加量为0.75%、脱磷时间为15 min的条件下, 脱磷率可达86.7%, 同时菜籽油中的总酚和Canolol(2,6-二甲氧基-4-乙炔基苯酚)保留率分别高达99.5%和98.7%。

关键词: 二氧化硅; 菜籽油; 表征; 脱磷; 酚酸

中图分类号: TS225.1

文献标识码: A

文章编号: 1007-9084(2021)04-0683-07

Application of silica in rapeseed oil adsorption dephosphorization and its effect on phenolic acid

WANG Wei-jun¹, LI Wen-lin¹, LIU Chang-sheng^{1*}, ZHENG Chang¹, ZHOU Qi¹, LI Huang-xiang²

(1. Institute of Oil Crops Research, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Key Laboratory of Biology and Genetic Improvement of Oil Crops, Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Hubei Key Laboratory of Lipid Chemistry and Nutrition, Wuhan 430062, China; 2. Hunan Xiangshan Biological Technology Co. LTD., Loudi 417000, China)

Abstract: In order to fully retain rapeseed polyphenols in refined oil, silica (SiO_2), phosphatidyl ethanolamine (PE) and their complex were characterized by Fourier infrared spectrum (FT-IR) and differential scanning calorimetry (DSC). With rapeseed oil as research object, the change of phenolic acids and effect of adsorption dephosphorization during dephosphorization process were investigated. The best technological parameters were obtained by orthogonal optimization experiment. Results showed that combination of SiO_2 and PE might have weak interaction. SiO_2 had excellent adsorption and removal effect on phospholipids in rapeseed oil. Under dephosphorization temperature of 35℃, SiO_2 amount of 0.75%, and dephosphorization time of 15 min, dephosphorization rate was 86.7%. Meanwhile, retention rate of total phenol and Canolol in rapeseed oil were 99.5% and 98.7% respectively.

Key words: silica; rapeseed oil; characteristics; dephosphorization; phenolic acid

脱磷是植物油精炼的重要工序之一, 植物油脱除磷脂的方法很多, 例如水化脱磷、酸法脱磷、酶法脱磷、吸附脱磷以及超临界脱磷等^[1], 其中吸附脱磷是最为环保的方法之一。菜籽油富含微量活性成分, 菜籽多酚是其中重要的一种, 它主要包括芥子酸、芥子碱、阿魏酸、咖啡酸和Canolol(2,6-二甲氧基-4-乙炔基苯酚)等, 具有抗氧化、抗肿瘤和降血

糖等多种功能活性^[2]。其中Canolol的抗氧化活性更高, 且具有抗诱变等生理活性^[3], 具有非常重要的应用价值, 所以菜籽油精炼过程中这些多酚的保留具有重要意义。

二氧化硅(SiO_2)具有介电性能优异、热膨胀系数低、高耐热、高耐湿、低应力、低杂质等优越性能^[4], 它表面存在硅羟基, 使得其粉体表面呈亲水

收稿日期: 2020-02-06

基金项目: 国家自然科学基金(31772010); 国家油菜产业技术体系(CARS-12); 国家自然科学基金(31871838)

作者简介: 王未君(1990-), 女, 湖北荆州人, 助理研究员, 硕士, 主要从事油料加工技术研究, E-mail: 247606249@qq.com

* 通讯作者: 刘昌盛(1978-), 男, 福建长乐人, 副研究员, 博士, 主要从事油料加工技术研究, E-mail: jasonberg@163.com

性^[5]。含水二氧化硅($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$)又称硅胶,是一种孔结构很发达的多孔物质,对油脂中的磷脂、皂化物及其他杂质具有较强的吸附能力^[6],近些年来 SiO_2 已经被广泛应用于干燥^[7],酒类澄清^[8],吸附色素^[9]等方面,例如刘玉兰^[10]等利用硅胶对花生油和大豆油分别进行了吸附脱胶和吸附脱色处理,何兰珍^[11]等采用双氧水氧化和硅胶吸附相联合的方法对地沟油中有色物质进行去除,刘赞^[12]将二氧化硅用于火锅用牛油的脱胶,均取得了较好的效果。

目前, SiO_2 在菜籽油脱磷工艺中的应用尚无文献报道,因此,本文首先通过傅里叶红外光谱分析和差示扫描量热分析对二氧化硅和磷脂酰乙醇胺及其复合物进行表征,探究了二者间的相互作用,然后以 SiO_2 为吸附脱磷剂,考察其在菜籽油脱磷工艺中的应用,并分析了菜籽油在二氧化硅吸附脱磷处理中酚酸的变化规律,以期 SiO_2 在油脂低温适度精炼工艺中的应用提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 材料

菜籽油(四级,含磷量为4.179 mg/g),由中国农业科学院油料作物研究所提供;二氧化硅,食用级,纯度 $\geq 99\%$,购于青岛博瑞特硅能科技有限公司;甲醇,购于德国Merck公司,色谱纯;芥子酸标准品、福林酚试剂,购于美国Sigma-Aldrich公司;芥子碱标准品,购于天津药品检验所;Canolol标准品,购于美国Bocsci公司;磷脂酰乙醇胺标准品,购于中检所;溴化钾,购于美国Pike公司,光谱纯;无水乙醇、硫酸联氨、钼酸钠、氢氧化钾、盐酸、氧化锌、正己烷、冰乙酸、无水碳酸钠,购于国药集团化学试剂有限公司,均为分析纯。

1.2 主要实验仪器

磁力搅拌水浴锅(浙江金坛市鸿科仪器厂),Avanti J-26XP高效离心机(美国Beckman公司),CWF1100马弗炉(英国Carbolite公司),漩涡混合仪(上海沪西分析仪器厂),电子精密天平(瑞士梅特勒-托利多公司),Du800紫外/分光光度计(美国Beckman公司),Tensor-27傅里叶红外光谱仪(德国Bruker公司),Q2000差示扫描量热仪(美国TA公司),氮吹仪(浙江杭州德克尔实验仪器有限公司),纯水制备机(美国Millipore公司);KQ-500DB型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);超高效液相色谱仪(美国Waters公司)。

1.3 复合物的制备

将PE和 SiO_2 按摩尔比1:1共同分散于无水乙醇中,通过涡旋、超声、搅拌等方法使二者充分混合,然后通过氮吹去除无水乙醇即得到 SiO_2 -PE复合物样品,为后一步的相关表征研究提供材料。

1.4 复合物的表征

1.4.1 红外光谱(FT-IR)分析 采用溴化钾压片法,扫描波长范围为400~4000 cm^{-1} 。

1.4.2 差示扫描量热(DSC)分析 称取样品 5 ± 0.5 mg,以空坩埚为参比,执行程序升温,升温程序如下:0°C平衡,升至300°C,升温速率2°C/min;气源:氮气;平衡气流量:30 mL/min。

1.5 SiO_2 应用于菜籽油吸附脱磷工艺的实验

1.5.1 单因素实验 SiO_2 添加量对脱磷率及酚酸的影响:在脱磷温度为40°C、脱磷时间为30 min条件下,考察添加0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%和3.0%的 SiO_2 对脱磷率及酚酸的影响。吸附脱磷温度对脱磷率及酚酸的影响:在 SiO_2 添加量为1.0%、吸附脱磷时间为30 min条件下,考察30°C、40°C、50°C和60°C温度对脱磷率及酚酸的影响。吸附脱磷时间对脱磷率及酚酸的影响:在 SiO_2 添加量为1.0%、吸附脱磷温度为40°C条件下,考察时长(10 min、20 min、30 min、40 min、50 min、60 min)对脱磷率及酚酸的影响。

1.5.2 正交实验 在单因素实验的基础上,以脱磷率、总酚保留率和Canolol保留率的加权得分为考察值进行下一步的正交优化实验,加权系数分别为0.4、0.3和0.3。

1.6 菜籽油指标测定方法

1.6.1 磷脂含量的测定 参照国家标准GB/T 5537-2008《粮油检验 磷脂含量的测定》。

1.6.2 多酚的提取与测定 参照Khattab的方法^[13]并稍作修改。准确称取1.25 g油样于塑料离心管中,加入1.5 mL正己烷和1.5 mL 80%甲醇溶液,在漩涡混合仪中混合5 min,再在5000 r/min条件下离心10 min,将上层油样转移至另一个塑料离心管,在相同的条件下重复提取3次,将3次的提取液合并在一起混匀。液相色谱分析条件:色谱柱为Waters Acquity BEH Shield RP18柱(100 mm $\times$ 2.1 mm $\times$ 1.7 μm);以2%乙酸溶液为流动相A,甲醇为流动相B,流速为0.21 mL/min,柱温30°C,进样量3 μL ,进行梯度洗脱。检测波长为Canolol 280 nm、芥子酸 330 nm、芥子碱 330 nm。

1.6.3 总酚的测定 采用Folin-Ciocalteu法^[14]。取0.5 mL菜籽多酚提取液加入到10 mL比色管中,

然后加入 5 mL 蒸馏水、0.5 mL 福林酚试剂,混合均匀,放置 3 min,再加入 1 mL 澄清的饱和碳酸钠溶液并用蒸馏水定容至 10 mL,混匀后于室温下静置 60 min,在 765 nm 处测定样品的吸光度,结果用芥子酸当量表示为 $\text{mg}(\text{芥子酸当量})/\text{kg}(\text{样品})(\text{mg}/\text{kg})$ 。

1.7 数据分析和处理

采用 Origin 8.0 软件画图,采用 SASS 18.0 软件分析处理数据,每个实验重复进行 3 次并取平均值。

2 结果与分析

2.1 复合物的表征

2.1.1 FT-IR 表征 SiO_2 单体、PE 单体和 SiO_2 -PE 复合物的傅里叶红外光谱图见图 1。 SiO_2 -PE 复合物的红外谱图与原单体相比,吸收峰强度在两种单体的吸收峰强度之间,谱图的形状更接近于 PE,其中 1616 cm^{-1} 处是 PE 特征峰,对应的是伯氨基的剪式弯曲振动吸收峰^[15], 3411 cm^{-1} 为 PE 分子中 N-H 的吸收峰^[16], 1233 cm^{-1} 为 PE 分子中 P=O 的吸收峰^[17]; SiO_2 的谱图中, 3422 cm^{-1} 为硅羟基和结合水中 -OH 的伸缩振动吸收峰, 1640 cm^{-1} 为中游离水分子的 H-O-H 的弯曲振动吸收峰, 1081 cm^{-1} 为 Si-O-Si 键的反对称伸缩振动吸收峰, 952 cm^{-1} 为 -Si-OH 的弯曲振动吸收峰, 800 cm^{-1} 为 Si-O-Si 的对称伸缩振动吸收峰, 465 cm^{-1} 为 Si-O-Si 的弯曲振动吸收峰^[18],其中 1081 cm^{-1} 和 952 cm^{-1} 吸收峰在复合物的谱图中向低波数方向产生了位移,这表明 SiO_2 与 PE 之间产生了一定的相互作用;但是总的来看,复合物中并没有新的吸收峰产生,表明没有新的化学键生成,因此 SiO_2 与 PE 的复合可能是一种弱的相互作用^[19]。

2.1.2 DSC 表征 SiO_2 单体、PE 单体、 SiO_2 -PE 复

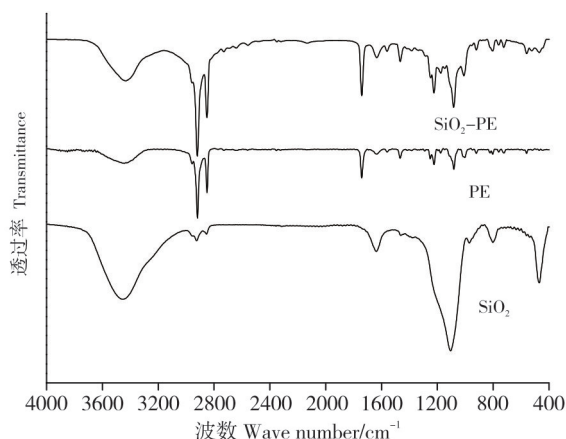


图 1 SiO_2 、PE 和其复合物的傅里叶红外光谱图

Fig. 1 Fourier infrared spectra of SiO_2 , PE and their complex

合物的差示扫描量热分析见图 2。 SiO_2 单体在 145°C 左右处出现熔点峰,这与胡钰^[20]的实验结果(150°C 左右)基本具有一致性;PE 单体在 110°C 左右的熔点峰,这与王玮^[21]的报道(92°C 左右)具有一定的差异性,可能是由于 PE 原料的来源不同所致。 SiO_2 -PE 复合物与原单体相比, 110°C 左右的熔点峰向左出现位移, 145°C 左右处熔点峰消失, 180°C 和 220°C 左右出现了新的熔点峰。这表明两种物质结合之后,相变峰的位置和形状都发生了较大的变化,说明两种单体之间发生了分子间相互作用,这种作用可能是磷脂的两条长脂肪酸链对 SiO_2 进行包裹,使 SiO_2 高度分散于磷脂分子中,从而改变了原来的相变温度^[17]。

2.2 SiO_2 应用于菜籽油脱磷工艺的研究

2.2.1 SiO_2 添加量对脱磷率和菜籽油酚酸的影响 SiO_2 添加量对脱磷率和菜籽油酚酸的影响分别如图 3 和表 1 所示。由图 3 可知,在 SiO_2 吸附脱磷过程中,随着添加量的增加,脱磷率升高,其中当添加量为 1.0% 时有明显升高,而继续增大添加量,脱磷率的升高则不再明显,这可能是因为 1.0% 的 SiO_2 在反应体系中已能接近饱和状态。由表 1 可知,随着 SiO_2 添加量的增加,菜籽油中的总酚、芥子酸、芥子碱和 Canolol 含量均有所减少,其中芥子酸和芥子碱降为零,而总酚保留率均在 90% 以上,Canolol 保留率均在 97% 以上。

2.2.2 吸附温度对脱磷率和菜籽油酚酸的影响 吸附温度对脱磷率和菜籽油酚酸的影响分别如图 4 和表 2 所示。由图 4 可知,随着吸附温度的升高,脱磷率逐渐降低,这表明温度的升高不利于 SiO_2 发挥脱磷的作用,这可能是当温度较高时 SiO_2 孔中的水分馏出,并带出极化杂质,使得其结构发生变化,从而失去了原有的吸附功能,导致已被吸附的磷脂重新回到油中^[22]。由表 2 可知,随着吸附温度的升高,菜籽油中的总酚、芥子酸、芥子碱和 Canolol 含量均有所减少,其中芥子碱降为零,但总酚保留率均在 95% 以上,Canolol 的保留率均在 98% 以上。

2.2.3 吸附时间对脱磷率和菜籽油酚酸的影响 吸附时间对脱磷率和菜籽油酚酸的影响分别如图 5 和表 3 所示。由图 5 可知,随着吸附时间的增加,脱磷率逐渐降低,这表明在一开始很短的时间内, SiO_2 就已经起到了脱磷的作用,并已经达到了吸附平衡点,而伴随着时间的延续脱磷率降低可能是因为此时反应体系中解析作用大于吸附作用,吸附-解析平衡被打破^[23]。由表 3 可知,随着吸附时间的增加,

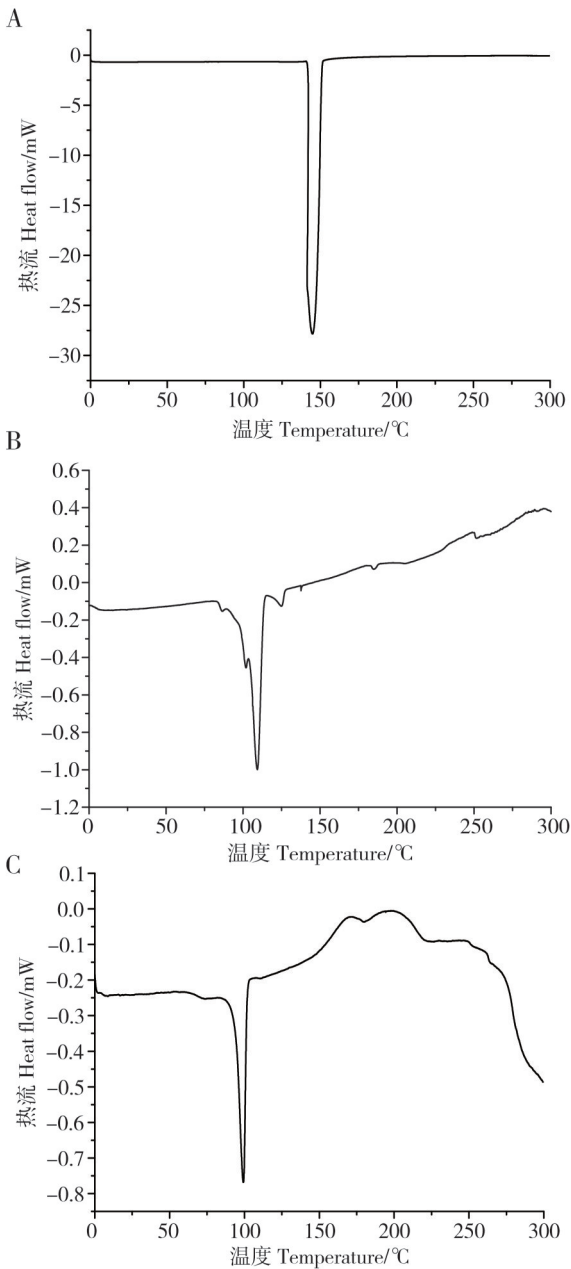


图2 SiO₂(A)、PE(B)和其复合物(C)的DSC图
Fig. 2 DSC analysis of SiO₂ (A), PE (B) and their complex (C)

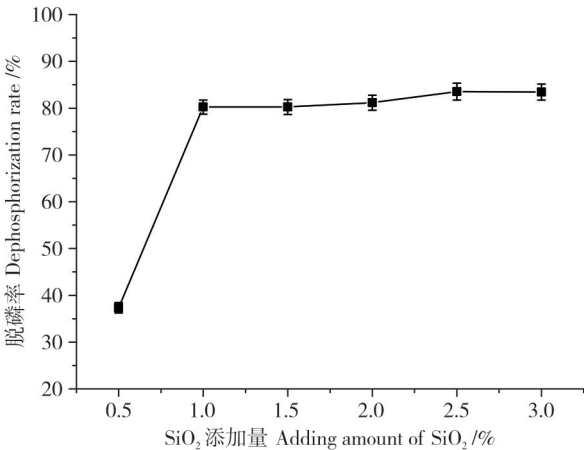


图3 SiO₂添加量对脱磷率的影响
Fig. 3 Effect of different adding amounts of SiO₂ on dephosphorization

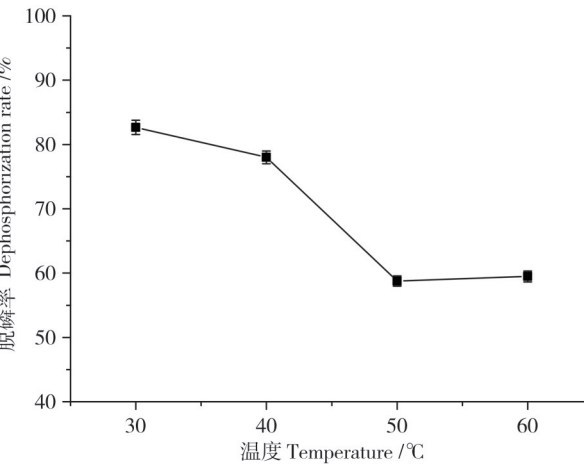


图4 脱磷温度对脱磷率的影响
Fig. 4 Effect of different temperature on dephosphorization

菜籽油中的总酚、芥子酸、芥子碱和 Canolol 含量均有所减少,其中芥子碱降为零,而总酚保留率均在 90% 以上,Canolol 保留率均在 98% 以上。

2. 2. 4 基于酚酸高保留率的脱磷正交实验 从上文单因素实验的结果可以发现,菜籽油中芥子酸和

表 1 SiO₂添加量对酚酸含量的影响
Table 1 Effect of different adding amounts of SiO₂ on phenolic acid content

SiO ₂ 添加量 Amount of SiO ₂ /%	总酚 Total phenolic /(mg/kg)	芥子酸 Sinapic acid /(mg/kg)	芥子碱 Sinapine /(mg/kg)	Canolol /(mg/kg)
0	1114.6±10.5	10.0±0.2	9.8±0.4	656.0±5.9
0.5	1072.9±2.1	7.2±0.0	ND	654.2±2.5
1.0	1072.8±4.6	5.3±0.0	ND	653.5±3.4
1.5	1049.8±3.1	4.5±0.9	ND	643.1±3.2
2.0	1022.1±3.8	2.6±0.0	ND	646.5±6.0
2.5	1055.0±5.5	1.9±0.4	ND	651.0±5.8
3.0	1060.2±10.1	ND	ND	641.4±0.6

注:ND表示未检出
Note: ND— no detected

表 2 脱磷温度对酚酸含量的影响

Table 2 Effect of different temperature on phenolic acid content

温度 Temperature / ^o C	总酚 Total phenolic /(mg/kg)	芥子酸 Sinapic acid /(mg/kg)	芥子碱 Sinapine /(mg/kg)	Canolol/(mg/kg)
未处理 Untreated	1114.6±10.5	10.0±0.2	9.8±0.4	656.0±5.9
30	1090.2±10.4	4.3±0.4	ND	653.6±7.6
40	1082.9±5.1	4.5±0.1	ND	653.5±1.9
50	1109.2±7.8	5.0±0.3	ND	651.0±3.0
60	1111.4±10.0	5.4±0.3	ND	648.9±3.8

注:ND表示未检出

Note: ND— no detected

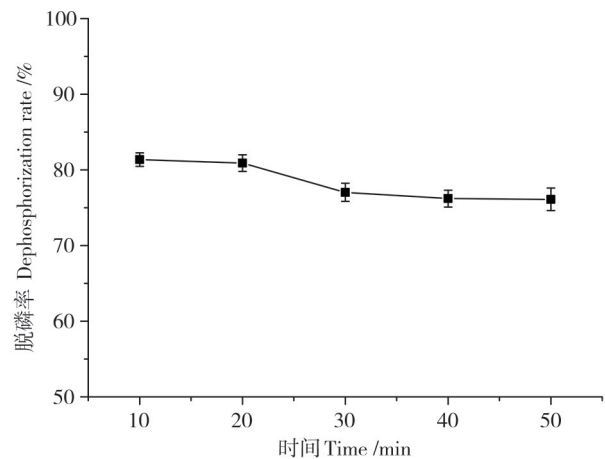


图 5 脱磷时间对脱磷率的影响

Fig. 5 Effect of different time on dephosphorization

芥子碱含量很低,因此在正交实验中不再将这两种酚酸纳入考察指标,而以脱磷率、总酚保留率和 Canolol 保留率为考察值。基于酚酸高保留率的脱磷正交实验设计及结果见表 4。由表 4 可知,三个参数条件中,对脱磷率的影响大小顺序为吸附时间>吸附温度>SiO₂添加量,对总酚保留率的影响大小顺序为吸附温度>吸附时间>SiO₂添加量,对 Canolol 保留率的影响大小顺序为吸附时间>吸附温度>SiO₂添加量;以脱磷率(0.4)、总酚保留率(0.3)和 Canolol

保留率(0.3)的综合加权得分为考察值,得出 SiO₂的最优脱磷条件参数为:温度 35^oC、添加量 0.75%、时间 15 min,在此条件下得分最高,脱磷率为 86.7%,总酚和 Canolol 保留率分别为 99.5% 和 98.7%。

3 讨论与结论

植物多酚是存在于植物体中的复杂酚类次生代谢产物,主要存在于植物的皮、根、叶和果中。它具有优越的抗氧化性能,在抗癌、抗病原微生物、降血脂、防治心血管系统疾病等方面具有很好的作用^[24]。在各种油料作物中,油菜籽中的多酚含量远高于其他油料作物,因此菜籽多酚具有作为天然抗氧化剂或抑菌剂的潜在应用价值。在制油过程中,有部分多酚会转移至菜籽油中,从而可改善菜籽油的氧化稳定性和营养品质^[25],而后续的精炼会使菜籽油中的多酚或多或少受到损失,所以精炼过程中尽可能地去保留多酚显得尤为重要。

植物毛油通常含有一定量的磷脂,容易与蛋白质及其分解产物、黏液质和微量金属等杂质结合形成胶体物质,影响油脂的品质和稳定性,因此脱磷是油脂精炼工序的重要一环。目前工业上的菜籽油脱磷工艺加入的辅助材料较多,如水、柠檬酸、吸

表 3 脱磷时间对酚酸含量的影响

Table 3 Effect of different time on phenolic acid content

时间 Time/min	总酚 Total phenolic/(mg/kg)	芥子酸 Sinapic acid/(mg/kg)	芥子碱 Sinapine/(mg/kg)	Canolol/(mg/kg)
0	1114.6±10.5	10.0±0.2	9.8±0.4	656.0±5.9
10	1062.9±9.6	5.7±0.1	ND	657.3±5.0
20	1109.0±10.2	5.1±0.1	ND	652.3±1.1
30	1082.9±7.0	4.5±0.3	ND	653.6±1.5
40	1007.9±15.4	4.5±0.4	ND	648.4±5.6
50	997.5±5.0	4.5±0.3	ND	648.6±5.0

注:ND表示未检出

Note: ND— no detected

表 4 基于酚酸高保留率的脱磷正交实验结果

Table 4 Orthogonal experiment results of dephosphorization based on high retention of phenolic acid

实验序号 Code	温度 Temperature /℃	SiO ₂ 添加量 Amount of SiO ₂ /%	时间 Time /min	脱磷率 Dephosphorization rate /%	总酚保留率 Total phenolic retention /%	Canolol保留率 Canolol retention /%	得分 Score
1	25	0.75	5	78.9	97.1	99.6	90.57
2	25	1.00	10	81.1	90.7	97.1	88.78
3	25	1.25	15	86.0	97.5	98.2	93.11
4	30	0.75	10	85.4	96.8	97.3	92.39
5	30	1.00	15	87.4	94.8	98.9	93.07
6	30	1.25	5	85.6	99.1	98.3	93.46
7	35	0.75	15	86.7	99.5	98.7	94.14
8	35	1.00	5	80.2	99.8	99.7	91.93
9	35	1.25	10	79.2	97.8	97.7	90.33
均值 k ₁ Mean value k ₁	82.000	83.667	81.567				
均值 k ₂ Mean value k ₂	86.133	82.900	81.900				
均值 k ₃ Mean value k ₃	82.033	83.600	86.700				
极差 Range1	4.133	0.767	5.133				
均值 k ₄ Mean value k ₄	95.100	97.933	98.733				
均值 k ₅ Mean value k ₅	96.900	95.167	96.567				
均值 k ₆ Mean value k ₆	99.233	98.133	97.400				
极差 Range2	4.133	2.966	3.633				
均值 k ₇ Mean value k ₇	98.300	98.533	99.200				
均值 k ₈ Mean value k ₈	98.167	98.567	97.367				
均值 k ₉ Mean value k ₉	98.700	98.067	98.600				
极差 Range3	0.533	0.500	1.833				

附剂等,这些辅助材料对菜籽油中微量成分具有吸附作用,此外水化脱胶和酸法脱胶需要较高温度,很多微量成分如天然维生素E、植物甾醇、多酚等极易遭到损失和破坏。例如 Koski^[26]等发现超级脱胶使菜籽油中 Canolol 的损失超过 90%,Zacchi^[27]等发现水化脱胶使菜籽油中 Canolol 含量稍有减少,Sabah^[28]等用活性海泡石取得了良好的脱磷效果,但是处理温度高达 100℃ 以上,能耗较高,且微量活性成分损失严重。

探究良好的低温脱磷工艺条件,既能保护油中的生物活性成分、保留良好风味,同时又能达到脱磷的目的,符合业界提倡的将食用油加工精度界定在适度范围内的要求,做到合理适度精炼^[29],对于生

产中高档次的油品具有重要意义。本文采用的吸附脱磷温度在 30 ~ 60℃,操作条件相对温和,除脱磷目的外,也是为了最大程度的保证油脂品质。

傅里叶红外光谱分析(FT-IR)和差示扫描量热分析(DSC)是常用的表征物质结构特性的方法,本研究首先通过这两种方法探究了 SiO₂与 PE 的相互作用,发现二者复合物的红外光谱图中有吸收峰的位移,DSC 曲线中也有吸热峰的变化,表明 SiO₂与 PE 之间发生了分子间相互作用,这种作用可能是一种弱的分子间相互作用。然后基于 SiO₂与磷脂存在相互作用,将 SiO₂应用于菜籽油低温吸附脱磷,发现 SiO₂对菜籽油中的磷脂有较好的吸附脱除作用,在脱磷温度为 35℃、SiO₂添加量为 0.75%、脱磷时间为

15 min的条件下,脱磷率可达86.7%,同时发现SiO₂吸附脱磷过程中对菜籽油中的多酚保留率也很高,其中总酚和Canolol保留率分别为99.5%和98.7%。

参考文献:

- [1] 高荫榆,郭磊,丁红秀,等.植物油脱胶研究进展[J].食品科学,2006,27(9):268-270. DOI:10.3321/j.issn:1002-6630.2006.09.063.
- [2] Vuorela S, Kreander K, Karonen M, et al. Preclinical evaluation of rapeseed, raspberry, and pine bark phenolics for health related effects [J]. J Agric Food Chem, 2005, 53(15): 5922-5931. DOI:10.1021/jf050554r.
- [3] Bernini R, Mincione E, Barontini M, et al. Obtaining 4-vinylphenols by decarboxylation of natural 4-hydroxycinnamic acids under microwave irradiation [J]. Tetrahedron, 2007, 63(39): 9663-9667. DOI:10.1016/j.tet.2007.07.035.
- [4] 韩军.一种高效节能的超细高纯硅微粉生产工艺[J].化工矿物与加工,2011,40(7):26-27. DOI:10.3969/j.issn.1008-7524.2011.07.008.
- [5] 杨元秀,杨本意,段先健.气相二氧化硅表面羟基含量的测定[J].有机硅氟资讯,2005(11):40-41.
- [6] Tony N. Silica hydrogel and its use in edible oil processing. PQ Corporation. 2020 [OL]. <https://lipidlibrary.aocs.org/edible-oil-processing/silica-hydrogel-and-its-use-in-edible-oil-processing>.
- [7] 杨保义,张杰.变色硅胶干燥剂吸湿性能研究[J].装备环境工程,2010,7(2):32-35. DOI:10.3969/j.issn.1672-9242.2010.02.009.
- [8] 王海明,余功德,朱景林.硅胶处理对小麦啤酒胶体稳定性的影响[J].酿酒,2001,28(2):63-66. DOI:10.3969/j.issn.1002-8110.2001.02.020.
- [9] 刘秉涛,郑志宏,张孔锋.硅胶负载壳聚糖对水溶性染料脱色的正交试验[J].化学研究,2003,14(1):58-60. DOI:10.3969/j.issn.1008-1011.2003.01.018.
- [10] 刘玉兰,鄂旭,王璐阳,等.专用硅胶在油脂精炼生产中的应用研究[J].中国油脂,2019,44(9):16-20.
- [11] 何兰珍,张珊珊,康信煌,等.地沟油的脱胶脱色工艺[J].广东化工,2018,45(10):43-45. DOI:10.3969/j.issn.1007-1865.2018.10.018.
- [12] 刘赞.一种不起泡的火锅用牛油的脱胶工艺:CN110616113A[P].2019-12-27.
- [13] Khattab R, Eskin M, Aliani M, et al. Determination of sinapic acid derivatives in canola extracts using high-performance liquid chromatography [J]. J Am Oil Chem Soc, 2010, 87(2): 147-155. DOI:10.1007/s11746-009-1486-0.
- [14] Swain T, Hillis W E. The phenolic constituents of *Prunus domestica*. I.: The quantitative analysis of phenolic constituents [J]. J Sci Food Agric, 1959, 10(1): 63-68. DOI:10.1002/jsfa.2740100110.
- [15] 赵多艳.大豆磷脂酰乙醇胺-甲氧基聚乙二醇2000的应用研究[D].南京:南京理工大学,2018.
- [16] 雷时成,胡冰,孙怡,等.表没食子儿茶素没食子酸酯磷脂复合物的制备及其理化性质[J].食品科学,2013,34(13):91-94. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201313020.
- [17] 梁娜,石凯,王永圣,等.阿魏酸-磷脂复合物的制备及其物理特性[J].沈阳药科大学学报,2008,25(3):163-168. DOI:10.3969/j.issn.1006-2858.2008.03.001.
- [18] 韩磊.煤灰酸浸提铝残渣制备纳米白炭黑试验研究[D].杭州:浙江大学,2016.
- [19] 唐晓芳.灯盏花素磷脂复合物的制备及其药理作用研究[D].武汉:华中科技大学,2004.
- [20] 胡钰,秦岩,邹镇岳.机械力化学法制备GMA改性二氧化硅及其性能研究[J].广东化工,2016,43(24):1-3,22. DOI:10.3969/j.issn.1007-1865.2016.24.001.
- [21] 王玮,李来明,席时权.固态磷脂相变行为的红外和拉曼光谱研究[J].应用化学,1994,11(1):92-95.
- [22] Wang L J, Yue P F, Zhao Y L, et al. Preparation and study of anti-hepatitis B virus activity in vitro of oxymatrine phospholipids complex [J]. J Chin Pharm Sci, 2007, 16(2): 146-152.
- [23] 韩金志.大豆油精炼新工艺的研究[D].福州:福建农林大学,2012.
- [24] 金莹,孙爱东.植物多酚的结构及生物学活性的研究[J].中国食物与营养,2005,11(9):27-29. DOI:10.3969/j.issn.1006-9577.2005.09.008.
- [25] Szydłowska-Czeraniak A, Bartkowiak-Broda I, Karlović I, et al. Antioxidant capacity, total phenolics, glucosinolates and colour parameters of rapeseed cultivars [J]. Food Chem, 2011, 127(2): 556-563. DOI:10.1016/j.foodchem.2011.01.040.
- [26] Koski A, Pekkarinen S, Hopia A, et al. Processing of rapeseed oil: effects on sinapic acid derivative content and oxidative stability [J]. Eur Food Res Technol, 2003, 217(2): 110-114. DOI:10.1007/s00217-003-0721-4.
- [27] Zacchi P, Eggers R. High-temperature pre-conditioning of rapeseed: a polyphenol-enriched oil and the effect of refining [J]. Eur J Lipid Sci Technol, 2008, 110(2): 111-119. DOI:10.1002/ejlt.200700135.
- [28] Sabah E, Majdan M. Removal of phosphorus from vegetable oil by acid-activated sepiolite [J]. J Food Eng, 2009, 91(3): 423-427. DOI:10.1016/j.jfoodeng.2008.09.020.
- [29] 金青哲,王兴国,厉秋岳.直面油脂营养认识误区,大力发展“健康”食用油[J].中国油脂,2007,32(2):12-16. DOI:10.3321/j.issn:1003-7969.2007.02.002.

(责任编辑:郭学兰)