

超临界流体萃取大蒜油的工艺研究

陈雪峰 刘爱香 刘金平 罗仓学

(陕西科技大学生命科学与工程学院, 咸阳 712081)

摘 要 研究温度、时间、压力对超临界 CO_2 萃取大蒜油的影响, 通过正交试验得到最佳的工艺条件为: 压力 20 MPa, 温度 50℃, 时间 4 h, 并对试验所得产物进行测定。

关键词 超临界萃取, 大蒜, 蒜油, 蒜素

大蒜又名胡蒜, 为百合科葱属 (*Allium sativum*) 植蒜的地下鳞茎, 是香料蔬菜之一。大蒜中含有大蒜精油, 其主要成分为大蒜素、大蒜新素及多种烯丙基、丙基、甲基组成的硫醚化合物。蒜油具有抗菌、消炎、驱虫、健胃、止咳、祛痰等功效, 对防治感冒、高血压、动脉粥样硬化和胃肠细菌性传染、胃癌、肝癌等疾病有较好的疗效^[1], 由于蒜油具有较高的保健和医用价值, 它已成为制药和保健品的重要原料之一。

目前, 提取蒜油的方法主要有水蒸气蒸馏法、溶剂浸出法和超临界 CO_2 萃取法。相比较而言, 超临界 CO_2 萃取大蒜头可直接获得纯净、高品质、高得率的蒜油^[2]。超临界流体萃取技术 (supercritical fluid extraction, 简称 SCFE) 是以超临界状态下的流体作溶剂, 利用该状态下的流体所具有的高渗透能力和高溶解能力萃取分离混合物的过程。进入 20 世纪 90 年代, 超临界流体萃取技术在食品、医药等方面的应用引起了人们的重视, 当前我国超临界流体萃取技术已逐步从研究阶段走向工业化。据不完全统计, 我国已建成 10 余条超临界流体萃取生产线。有关超临界流体萃取技术提取蒜油工艺研究, 国内报道很少^[3], 提取技术只有欧美少数几家大公司所掌握, 由于蒜油在国际市场上十分受欢迎, 为此本文对超临界流体萃取技术提取蒜油工艺进行初步研究。

1 材料、设备与方法

1.1 材料与设备

1.1.1 试验材料

大蒜: 紫皮大蒜, 市购; CO_2 气: 食用级。

1.1.2 试验设备

HA120-40-01 型超临界萃取装置, 江苏南通华安超临界萃取公司生产。

1.2 试验方法

1.2.1 原料处理

将新鲜大蒜去皮, 洗净, 切成约 0.2 cm 厚的蒜片。

1.2.2 萃取条件

由于蒜片在烘干过程中, 蒜素损失率较高, 故本文直接选用新鲜蒜片进行萃取, 每次进料量为 0.5 kg, 萃取过程中, CO_2 流量控制在 16 kg/h 左右。以大蒜油的得率为考核指标, 所得蒜油计量单位是 g/kg (即 1 kg 鲜蒜所得蒜油克数)。

1.2.3 大蒜素的测定

蒜油含有多种成分, 一般以蒜素的含量表示蒜油的品质。蒜素分析测定中简便、快速的方法有硝酸汞沉淀法^[5], 本文采用该法测定蒜油中蒜素含量。

$$\text{大蒜素}/\% = \frac{(M_1 V_1 - M_2 V_2) \times 0.02704}{W/W_0} \times 100$$

式中: M_1 ——硝酸汞标准溶液的摩尔浓度, $\mu\text{mol/L}$; V_1 ——硝酸汞标准溶液的毫升数, μL ; M_2 ——硫氰酸钾标准溶液的摩尔浓度, $\mu\text{mol/L}$; V_2 ——硫氰酸钾标准溶液的毫升数, μL ; 0.02704——1 mmol 硝酸汞相当的大蒜素的克数, g; W ——测定时所称取的质量, g; W_0 ——产品总质量, g。

1.2.4 正交试验设计

在超临界萃取方法中, 影响萃取率的主要因素有萃取压力、萃取温度和萃取时间等。本研究选取的工艺条件范围是: 萃取压力 15~25 MPa, 萃取温度 40~60℃, 萃取时间 2~6 h。采用三因素三水平的正交实验方法对试验方案进行设计 (如表 1 所示)。

2 结果与讨论

2.1 萃取结果

由方差分析可知 (如表 3 所示), 压力对萃取率

表 1 试验因素水平正交表

序 号	萃取时间 (A)	萃取温度 (B)	萃取压力 (C)
1	1(2 h)	1(40℃)	1(15MPa)
2	1	2(50℃)	2(20MPa)
3	1	3(60℃)	3(25MPa)
4	2(4 h)	1	2
5	2	2	3
6	2	3	1
7	3(6 h)	1	3
8	3	2	1
9	3	3	2

影响显著,温度对萃取率影响较显著,时间对萃取率影响不明显,三因素对蒜油得率影响的结果顺序为:压力>温度>时间。根据正交试验分析规则,将 3 种因素的最佳水平结合起来可得到最优组合应为 $A_3B_2C_3$ 。

从表 2 中压力 K 值可以看出,在一定的温度下,超临界 CO_2 对蒜油的萃取率与压力呈正相关,压力高,蒜油的萃取率也高,这是因为随着压力的增加,超临界 CO_2 流体的密度增加,使得蒜油溶解度增加,故萃取率就高,但压力增加到一定时,萃取率增幅减缓,这是因为压力高,流体密度虽大,但其扩散系数小,反而影响传质速率,不利于萃取,故大蒜油的得率提高不明显。因此,在超临界 CO_2 萃取蒜油过程中,压力的选取要适当,而且在实际生产中,如果萃取压力高,生产成本、不安全因数也会增加,综合考虑萃取压力选取 20 MPa 即可。

表 2 正交试验结果及计算

试验号	时 间 A	温 度 B	压 力 C	误 差 D	得 率 $/g \cdot kg^{-1}$
1	1	1	1	1	1.34
2	1	2	2	2	3.45
3	1	3	3	3	2.57
4	2	1	2	3	3.08
5	2	2	3	1	3.52
6	2	3	1	2	1.27
7	3	1	3	2	3.31
8	3	2	1	3	2.74
9	3	3	2	1	2.77
K_{1j}	7.36	7.73	5.35	7.62	$T=24.04$
K_{2j}	7.86	9.70	9.30	8.03	$X=2.31$
K_{3j}	8.82	6.61	9.39	8.39	
Q_j	64.58	65.85	67.76	64.31	$P=64.21$
S_j	0.37	1.64	3.55	0.10	

温度对萃取的影响主要从 3 个方面起作用,萃

取温度越高, CO_2 流体的密度越小,其对有机物的溶解能力越差,温度越高,组分的挥发性越大(水蒸气蒸馏法提取蒜油的原理),温度越高,则流体的传质速度越快。前者不利于提取,而后者则有利于提取。从表 2 中温度 K 值可以知道,随着温度升高,蒜油萃取率也提高,在 50℃ 达到最高,以后随着温度继续升高,蒜油萃取率反而降低,在 60℃ 达到最低。说明对蒜油萃取来讲,当温度小于 50℃ 时,温度升高引起的组分挥发性增大和流体的传质速度加快起主要作用,温度大于 50℃ 时,温度升高引起的 CO_2 流体的溶解能力下降起主要作用。另外蒜油中的蒜素是热敏性物质,温度高,蒜素不稳定、易分解,造成蒜油中蒜素含量低,提取的蒜油品质也就降低。根据本文研究结果,萃取温度选取 50℃ 最宜。

从表 2 中时间 K 值还可以知道,随着萃取时间的延长,蒜油得率虽也逐渐增大,但增长较为缓慢,增加幅度较小,说明延长萃取时间意义不大,而且动力消耗增加。考虑到技术经济合理性,蒜油萃取时间可选取较优的水平即可,即 4 h。

表 3 方差分析

方差来源	平方和 S	自由度 f	均 方 V	F 值	显著性检验
A(时间)	0.37	2	0.185	3.7	
B(温度)	1.64	2	0.82	16.4	Δ
C(压力)	3.55	2	1.775	35.5	*
D(误差)	0.10	2	0.05		
T	5.66				
$F_{\alpha} F_{0.01}(2, 2)=99.01$			$F_{0.05}(2, 2)=19.0$		$F_{0.1}(2, 2)=9.0$

注: Δ , 显著性检验结果为较显著; *, 显著性检验结果为显著。

经过综合分析,确定超临界 CO_2 萃取蒜油的最优工艺条件组合应为 $A_2B_2C_2$, 即萃取压力 20 MPa, 萃取温度 50℃, 萃取时间 4 h。由于该组合在试验中并未出现,本文采用该组合工艺条件进行了蒜油萃取试验,结果蒜油得率为 3.57 g/kg,与正交试验中蒜油最高得率一致。据资料报道^[6],大蒜头超临界 CO_2 萃取可获得 3.77 g/kg 蒜油,本研究结果与其接近,说明本研究确定的工艺组合为最优工艺条件组合,可以用于指导生产。

2.2 蒜油的品质

蒜油的感官性质如表 4 所示,经测定每 kg 鲜蒜中大蒜素的含量为 2.7 g,在最佳萃取工艺条件下,每 kg 鲜蒜可得蒜油 3.57 g,蒜素 1.27 g,蒜油中蒜素含量为 35.6%,与资料报道^[6]的蒜油中含蒜素 40.63% 较为接近,故所得蒜油属上乘产品,可以作为制药和保健品的高级原料。

表4 蒜油感官性质

外 观	气 味	物理性质
黄色的透明液体	刺激、辛辣	粘度小

3 结 论

(1)采用超临界 CO₂ 萃取技术提取蒜油是可行的,蒜油得率为 3.57 g/kg,蒜油中蒜素含量为 35.6%,蒜油属上乘产品,可以作为制药和保健品的高级原料。

(2)超临界 CO₂ 萃取蒜油的最佳工艺条件是:压力 20 MPa,温度 50℃,时间 4 h。

参 考 文 献

- 1 臧志清等. 食品研究与开发,1999(1):25~28
- 2 魏金凤等. 信阳师范学院学报,1998(3):285~286
- 3 臧志清,周瑞美. 中国粮油学报,1998(6):21~24
- 4 梁 兵等. 辽宁化工,2001(4):142~143
- 5 张维勤. 中草药,1985(10):17~19
- 6 孙君社,高孔荣. 中国调味品,1995(10):9~13

无菌冷灌装生产线进汇源

日前,国内首条 PET 无菌冷灌装生产线在北京汇源果汁集团正式投产。

这条意大利 PET 无菌冷灌装生产线,每小时产量高达 3.6 万瓶。同国内普遍采用的热灌装工艺相比,冷灌装可以保留果汁的天然风味和营养成分。成立于 1992 年的北京汇源果汁集团,10 年来累计实现销售收入 60 多亿元,上缴国家税金 5.64 亿元,为继续扩大市场占有率,他们先后投入 5 亿多元,引进了三条 PET 无菌冷灌装生产线。

日本味之素又将扩大中国市场

日本味之素公司将正式开始在中国生产和销售风味调味料,并计划与家庭食品公司在上海合办的咖喱厂于 9 月份开工。

据日本《日刊工业新闻》报道,日本味之素公司准备将新工厂生产的风味调味料和当地法人进口销售的味精等商品推向中国市场。据报道,日本味之素公司将在中国生产和销售符合中国消费者口味的风味调味料。目前,该公司在中国的 3 个城市设立了营业点,为了进一步扩大自己在中国的市场,该公司计划 2003 年内在中国的其他 20 个城市再增设新的营业点。

2002 年 1~6 月全国啤酒产量

万 t

省市区名	1~6 月产量	去年同期产量	省市区名	1~6 月产量	去年同期产量
北 京	65.09	61.61	天 津	6.16	6.62
河 北	68.85	73.07	山 西	8.55	8.64
内 蒙 古	20.75	20.70	辽 宁	73.82	69.55
吉 林	42.06	41.63	黑 龙 江	87.40	67.79
上 海	17.91	17.55	江 苏	49.61	45.86
浙 江	76.50	72.02	安 徽	65.78	67.59
福 建	55.20	53.11	江 西	19.76	19.52
山 东	162.67	156.68	河 南	62.47	66.52
湖 北	50.70	48.87	湖 南	18.15	13.43
广 东	80.65	73.18	广 西	18.67	16.71
海 南	2.31	2.23	重 庆	17.83	16.88
四 川	40.61	41.96	贵 州	5.33	4.59
云 南	9.63	9.55	西 藏	1.44	1.23
陕 西	36.21	32.61	甘 肃	10.84	10.86
青 海	0.18	0.25	宁 夏	4.21	1.77
新 疆	10.89	10.49	全国总计	1 190.23	1 133.08