

溶剂提取生姜油的工艺优化研究

王媛媛, 赵炳坤, 郭衍银, 年彬彬

(山东理工大学 农业工程与食品科学学院, 山东 淄博 255049)

摘要:以生姜为试材,采用石油醚(沸程 60~90℃)、环己烷、乙醚、正戊烷 4 种萃取剂,研究了生姜干鲜材料、物料粒度、料液比、萃取温度、蒸馏温度等因素对生姜油萃取率的影响,以期研究溶剂提取生姜油的最佳工艺。结果表明:单因素试验条件下,石油醚为生姜油的适宜萃取剂,过 60 目筛的干姜粉较适于生姜油的提取,料液比为 1:3 g/mL、萃取温度 45℃和 0.7 kPa 压力下蒸馏温度 45℃适于生姜油的提取;正交实验表明,最佳优化工艺为萃取料液比 1:3.5 g/mL,萃取温度 40℃,萃取时间 30 min,在此工艺条件下,生姜油提取率为 4.3%,且所得生姜油具有纯正的生姜风味。

关键词:生姜;生姜油;姜粉;石油醚;溶剂;萃取

中图分类号:S 632.5 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2014)11-0130-05

生姜(*Zingiber officinale* Rosc.)属姜科姜属多年生草本植物^[1],因其块茎富含姜辣素($C_{14}H_{24}O_4$)、姜油酮($C_{11}H_{14}O_3$)、姜烯酚($C_{17}H_{24}O_{13}$)和姜醇($C_{15}H_{26}O$)等芳香物质而具有特殊的香辣味,具有去腥、增鲜、添香等效用,在我国作为香辛调味蔬菜,有“菜中之祖”称号^[2-3],此外,医学研究发现,生姜具有抗凝、降血脂、抗衰老、抗肿瘤等作用,与其相关的生理活性成分的研究也相当活跃^[4-6]。

生姜油原指从生姜根茎中用水蒸汽蒸馏提取出来的挥发性油分,是一种透明、浅黄到黄色液体^[7-8],因具有浓郁的芳香气味和使用方便的特点,广泛用于食品加香调味及药材和香精的提取^[9]。目前生姜油提取主要有水蒸汽蒸馏法、压榨法、超临界萃取法及溶剂浸提法等^[10]。水蒸气蒸馏法因对设备要求低、操作简便等特点,是生姜油生产初期常用方法,但存在热不稳定物质损失、不能提取姜辣素、风味失真、能耗高等缺点^[11-13]。压榨法是利用机械压榨手段辅助蒸馏手段对生姜进行处理,以获取其中的姜油,该法所得姜油量除了与生姜本身的质量有关外,更与生姜的预处理和压榨设施的操作情况有关,存在饼残油量高、出油率低、动力消耗过大、容易造成零件损耗等缺点^[14]。超临界萃取法是一种新兴的分离技术,具有反应条件温和、萃取效率高、无溶剂残留和充分保留产品风味等优点^[15-17],但存在设备要

求高、提取成本高、难以大规模工业化生产等缺点。溶剂萃取法是将粉碎后生姜直接浸泡在溶剂中,从而使姜中所含的有效成分按一定的规律,逐渐溶解于溶剂中而被提取出来^[18],该法广泛应用于中草药有效成分的提取^[19]。溶剂提取的关键在于有机溶剂的选择,只要选择了合适的溶剂,就可以在溶剂允许限量范围内用较低的成本获取较多的产品,且具有提取工艺简单、资金投入少、适于大规模工业化生产的优势。

该研究在选择溶剂的基础上,对生姜油提取过程中各参数进行优化选择,以期得出最佳的生姜油提取工艺,为提取生姜油提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试生姜取自山东莱芜韩王许村姜窖,要求无发芽、无腐烂的健康生姜块茎。

供试试剂:石油醚(沸程 60~90℃)、环己烷、乙醚、正戊烷、硫代硫酸钠、重铬酸钾、碘化钾、盐酸、碘、冰醋酸、氢氧化钠、乙醇、酚酞、可溶性淀粉、三氯甲烷。

供试仪器:202 型电热鼓风干燥箱(龙口市先科仪器有限公司);FZ102 型微型植物粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司);RE 52-86A 型旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂);SHB-B95 型循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司);HP6890GC/5973MSD 气-质联用分析仪(安捷伦科技有限公司);WYT-15 型手持式折光仪(泉州光学仪器厂);SGW-3 型旋光仪(上海精科物理光学仪器厂)。

1.2 试验方法

1.2.1 提取工艺流程 干姜提取工艺:生姜→清洗切片→65℃烘干→研磨成粉→过筛→溶剂萃取→过滤→

第一作者简介:王媛媛(1987-),女,硕士研究生,研究方向为农产品贮藏与加工。E-mail:764260790@qq.com。

责任作者:郭衍银(1976-),男,副教授,现主要从事农产品贮藏与加工技术等研究工作。E-mail:guoyy@sdu.edu.cn。

收稿日期:2014-01-17

减压蒸馏→成品;鲜姜提取工艺:生姜→打浆→溶剂萃取→过滤→减压蒸馏→成品。

1.2.2 单因素试验 萃取剂的确定:选用石油醚、环己烷、乙醚、正戊烷 4 种萃取剂,按照料液比 1:4 g/mL、40℃水浴提取 30 min,连续提取 3 次后,40℃下 0.7 kPa 减压蒸馏。根据生姜油的提取率,选出较好的萃取剂。鲜姜、干姜物料的确定:选用干姜和鲜姜 2 种物料,按照料液比 1:4 g/mL、水浴提取 30 min,连续提取 3 次后,40℃下 0.7 kPa 减压蒸馏。根据生姜油的提取率,选出较好的物料。鲜姜的提取率根据含水量换算成干姜进行计算。物料目数的确定:称取等量的分别过 20、40、60、80 目筛的姜粉,按照料液比 1:4 g/mL、40℃下水浴提取 30 min,连续提取 3 次后,40℃下 0.7 kPa 减压蒸馏。根据生姜油提取率选用合适的目数。料液比的确定:称取适量的过 60 目筛的姜粉,按料液比分别为 1:2、1:3、1:4、1:5 g/mL 的比例加入萃取剂,在萃取温度为 40℃,40℃下 0.7 kPa 减压蒸馏。根据生姜油提取率选用合适的料液比。萃取温度的确定:称取适量的过 60 目筛的姜粉,料液比为 1:4 g/mL,蒸馏温度为 40℃,萃取温度分别为 35、45、55℃的条件下提取生姜油,40℃下 0.7 kPa 减压蒸馏。根据生姜油提取率选用合适的萃取温度。萃取时间的确定:称取适量的过 60 目筛的姜粉,料液比为 1:4 g/mL,萃取温度为 40℃,40℃下 0.7 kPa 减压蒸馏,萃取时间分别为 20、30、40 min 的条件下提取生姜油。根据生姜油提取率选用合适的萃取时间。蒸馏温度的选取:称取适量的过 60 目筛的姜粉,料液比为 1:4 g/mL,萃取温度为 40℃,在 0.7 kPa 压力下设置蒸馏温度分别为 30、40、50℃条件下提取生姜油。根据生姜油提取率选用合适的蒸馏温度,以上试验均 3 次重复。

1.2.3 正交实验 采用 $L_9(3^3)$ 正交实验表,参照单因素试验在 40℃下 0.7 kPa 减压蒸馏进行萃取工艺的 3 因素 3 水平的正交实验,根据生姜精油的提取率来确定最佳组合,每个处理重复 3 次,正交实验因素与水平见表 1。

表 1 正交实验的因素与水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal experiment				
水平 Level	因素 Factor		Factor	
	A 萃取温度 Extraction temperature/℃	B 料液比 Ratio of material to liquid/g · mL ⁻¹	C 萃取时间 Extraction time/min	
1	40	1:2.5	25	
2	45	1:3.0	30	
3	50	1:3.5	35	

1.2.4 生姜油品质分析 通过感官检验评价生姜油色泽、气味以及形态,随机挑选 10 人作为感官评价员,对提取的生姜油进行色泽、气味的检验评价;依据国标(GB8318-87)测定生姜油的相对密度、折光指数以及旋光度等指标;通过 Wij 试验法来检验生姜油的碘价,以酚酞作为指示剂,用碱液滴定法来测定生姜油的酸价^[20],

最后通过气质联用进行生姜油成分分析^[21]。气质联用色谱条件:色谱柱为 Rtx-5ms(0.25 mm×0.25 μm×30 m);载气为氦气;流速为 1.2 mL/min;进样量 1 μL,分流比为 10:1;升温程序为 80℃(3 min) $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 140℃(2 min) $\xrightarrow{6^\circ\text{C}/\text{min}}$ 230℃(3 min) $\xrightarrow{15^\circ\text{C}/\text{min}}$ 260℃(5 min)。质谱条件:电力方式为 EI;电离能为 70 eV;扫描时间间隔为 1 s;扫描范围 45~550 amu;接口温度 250℃,离子源温度为 230℃,电子倍增管电压为 800 V。

1.3 数据分析

数据利用 Excel 进行绘图,采用 SPSS 13 数据包进行 LSD 的显著性分析($P \leq 0.05$)。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 不同萃取剂对生姜油提取率的影响 由图 1 可知,4 种不同的萃取剂对生姜油的提取率存在显著差异,以乙醚的提取率为最高,其次为石油醚、环己烷和正戊烷,萃取率分别为 4.03%、3.83%、3.07%、2.93%。此外,通过显著性分析发现,石油醚和乙醚的提取率之间不存在显著性差异。鉴于乙醚的沸点为 34℃,在减压蒸馏过程中存在不易回收、污染环境等缺点,因此确定石油醚为生姜油的最佳提取剂。该试验均以石油醚为提取剂进行。

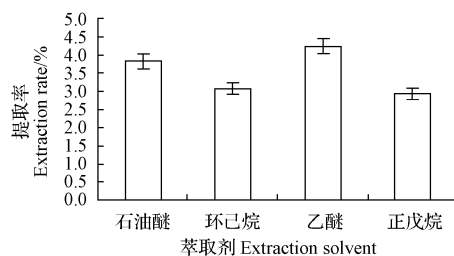


图 1 不同萃取剂对生姜油提取率的影响

Fig. 1 The effect of different extraction solvent on extraction rate of ginger oil

2.1.2 鲜、干姜对生姜油提取率的影响 由图 2 可知,用干姜粉为原料,生姜油的提取率为 3.83%,显著高于鲜姜材料的 2.52%。这可能是鲜姜中含有大量的水分,在油脂分子周围形成了一层保护膜,起了保护作用,阻碍了生姜油的提取。

2.1.3 不同目数干姜原料对生姜油提取率的影响 由图 3 可知,生姜油提取率随目数的增大而增加,20、40、60 目和 80 目处理的提取率分别为 2.07%、2.33%、3.52% 和 3.75%,这与萃取剂和生姜原料接触的表面积大小有关。但从显著性分析来看,60 目和 80 目生姜原料的提取率没有显著差异,故初步选定 60 目为宜。

2.1.4 不同料液比对生姜油提取率的影响 如图 4 所

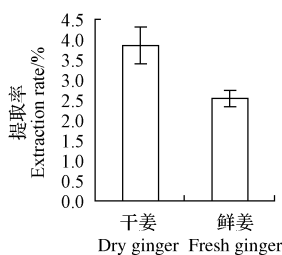


图2 干、鲜姜对生姜油提取率的影响

Fig. 2 The effect of dry/fresh ginger on extraction rate of ginger oil

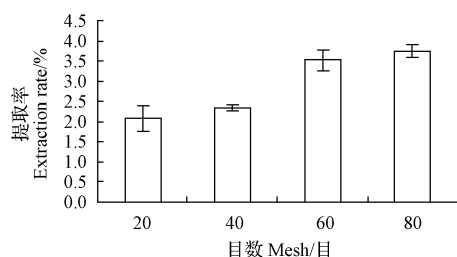


图3 不同物料目数对生姜油提取率的影响

Fig. 3 The effect of different dry ginger mesh on extraction rate of ginger oil

示,随着料液比的增大,生姜油提取率随之增加,料液比1:3 g/mL的提取率为1:2的2.6倍。但随着料液比的进一步增大,生姜油提取率并未显著增加,料液比1:3、1:4、1:5 g/mL的提取率分别为3.45%、3.52%和3.58%,且三者之间未有显著性差异。因此,从节约试剂角度分析,初步选定料液比为1:3 g/mL。

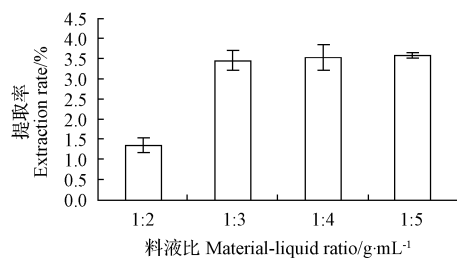


图4 不同料液比对生姜油提取率的影响

Fig. 4 The effect of different material-liquid ratio on extraction rate of ginger oil

2.1.5 不同萃取温度对生姜油提取率的影响 如图5所示,35、45、55℃的生姜油提取率分别为3.24%、4.02%、3.95%。这可能与温度过低时不利于生姜油的提取,而温度过高则促使生姜油挥发性成分散失有关。同时,通过显著分析得知,生姜油提取率在45℃和55℃之间没有显著性差异,从能源角度考虑,以萃取温度45℃为宜。

2.1.6 不同萃取时间对生姜油提取率的影响 如图6

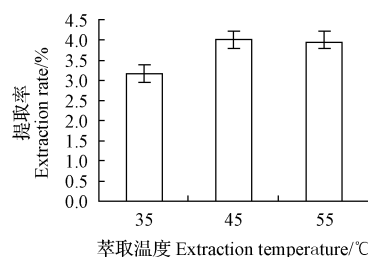


图5 不同萃取温度对生姜油提取率的影响

Fig. 5 The effect of different extraction temperature on extraction rate of ginger oil

所示,随着萃取时间的延长,生姜油的提取率先增大后减小,萃取时间为30 min和40 min的生姜油的提取率分别为3.9%和3.7%。随着萃取时间的延长,生姜油的提取率下降的原因可能由于部分生姜油的挥发性成分散失。因此,从能源和提取率的角度考虑,以萃取时间为30 min为宜。

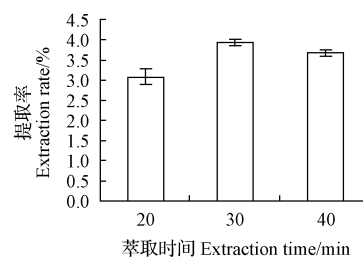


图6 不同萃取时间对生姜油提取率的影响

Fig. 6 The effect of different extraction time on extraction rate of ginger oil

2.1.7 不同蒸馏温度对生姜油提取率的影响 如图7所示,随着蒸馏温度的升高,生姜油的提取率没有显著地变化,甚至有略微下降的趋势。当蒸馏温度为40℃时,生姜油的提取率为3.96%,而50℃时的提取率为3.56%,这可能与温度过高,生姜油中一些低沸点成分损失有关。

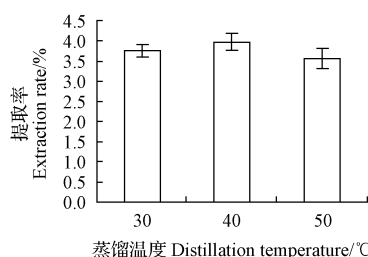


图7 不同蒸馏温度对生姜油提取率的影响

Fig. 7 The effect of different distillation temperature on extraction rate of ginger oil

2.2 正交实验结果

由表2可以看出,3个因素作用的主次顺序为料液比>萃取时间>萃取温度。料液比为1:3.5 g/mL

时较好,料液比太小,造成生姜油提取不完全,料液比太大,易造成萃取剂的浪费和增加后期的分离成本;萃取时间为 30 min 最佳,萃取时间过短,造成生姜油提取不完全,萃取时间过长,会造成部分生姜油随着溶剂挥发掉。由表 2 可知,提取生姜油的最佳组合是 $A_1B_3C_2$,即萃取温度为 40℃,料液比为 1:3.5 g/mL,萃取时间为 30 min。通过进一步的验证试验得知,利用该工艺条件可使生姜油得率达 4.3%。

表 2 生姜油提取的正交实验结果

Table 2 The orthogonal experiment results of ginger oil extraction rate

试验号 No.	A 萃取温度 Extraction temperature/℃	B 料液比 Ratio of material to liquid/g · mL ⁻¹	C 萃取时间 Extraction time/min	生姜油提取率 Rate of ginger oil/%
1	1(40)	1(1:2.5)	1(25)	2.49
2	1	2(1:3.0)	2(30)	3.87
3	1	3(1:3.5)	3(35)	4.28
4	2(45)	1	2	2.97
5	2	2	3	3.35
6	2	3	1	3.63
7	3(50)	1	3	2.67
8	3	2	1	3.68
9	3	3	2	3.90
K_1	10.64	8.13	9.8	
K_2	9.95	10.9	10.74	
K_3	10.25	11.81	10.3	
k_1	3.55	2.71	3.27	
k_2	3.32	3.63	3.58	
k_3	3.42	3.94	3.43	
R	0.23	1.23	0.31	

2.3 生姜油品质分析

从表 3 可以看出,利用最佳工艺条件提取的生姜油呈现淡黄色、透亮,形体分布均匀、无分层,具有浓郁的生姜气味。其碘价为 170.28 g/100g,远远高于花生油 86~107 g/100g 和大豆油 124~139 g/100g 的碘价^[22],表明所提生姜油具有很高的抗氧化活性。生姜油的主要成分为 6-姜酚、姜烯、 α -法尼烯、 β -没药烯、 α -姜黄烯、姜油酮等,这与崔庆新等^[23]分析的生姜油成分基本一致。其相对密度、旋光度指标也符合国家标准。

表 3 萃取生姜油的主要品质

Table 3 The main characteristics of extracted ginger oil

项目 Item	特性 Characteristic
感官品质	淡黄色、透亮液体,分布均匀、无分层,具有生姜的纯正气味
酸价	5.15 mg/g
碘价	170.28 g/100g
相对密度(25℃)	0.875
折光指数(20℃)	1.490
旋光度	-34
生姜油成分	6-姜酚、姜烯、 α -法尼烯、 β -没药烯、 α -姜黄烯、姜油酮等

3 结论

该试验结果表明,溶剂萃取法提取生姜油的最佳工艺条件为萃取温度 40℃,料液比 1:3.5 g/mL,萃取时

间 30 min,在此条件下所得到的生姜油提取率为 4.3%。该工艺提取的生姜油,呈现透亮的淡黄色,具有浓郁的生姜气味,形态分布均匀,没有分层现象,其理化指标符合国家标准。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京:化学工业出版社,2002.
- [2] 陈燕,倪元颖,蔡同一. 生姜提取物的综合利用与深加工研究[J]. 食品工业科技,2000(4):76-78.
- [3] 张德权,艾启俊. 蔬菜加工新技术[M]. 北京:化学工业出版社,2003.
- [4] Bordia A, Verma S K, Srivastava K C. Effect of ginger (*Zingiber officinale* Rosc.) and fenugreek (*Trigonella foenumgraecum* L.) on blood lipids, blood sugar and platelet aggregation in patients with coronary artery disease[J]. Prostaglandins, Leukotrienes and Essential Fatty Acids, 1997, 56(5):379-384.
- [5] Lumb A B. Effect of dried ginger on human platelet function[J]. Thrombosis and Aemostasis, 1994, 71(1):110-111.
- [6] Bhandari U, Sharma J N, Zafar R. The protective action of ethanolic ginger (*Zingiber officinale*) extract in cholesterol fed rabbits[J]. Journal of Ethnopharmacology, 1998, 61(2):167-171.
- [7] 葛毅强,倪元颖,张振华,等. 生姜精油的研究新进展[J]. 中国调味品,2004(9):3-9.
- [8] 陈耕夫,郭晚玲,孟青. 干姜化学成分分析[J]. 氨基酸和生物资源, 2002, 24(2):5-7.
- [9] Awrence B M. Progress in essential oils[J]. Perfumer and Flavorist, 1991, 16(6):53-58.
- [10] 吴晓慧,顾龚平,张卫明,等. 姜综合利用及深加工技术研究进展[J]. 中国野生植物资源,2003, 22(3):5-9.
- [11] 李铁纯,回瑞华,侯冬岩,等. 生姜挥发性成分的分析[J]. 分析科学学报,2003, 19(5):447-448.
- [12] 丁东宁,谭廷华,马元莹,等. 城固生姜精油化学成分研究[J]. 西北植物学报,1988, 8(4):270-272.
- [13] 林正奎,华映芳. 四川生姜精油化学成分研究[J]. 有机化学,1987(6):444-448.
- [14] 陈叶高. 植物化学成分[M]. 北京:化学工业出版社,2004.
- [15] Bartley J P. A new method for the determination of pungent compounds in ginger[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 1995, 68(2):215-222.
- [16] 张美霞,张建,蒋和体. 超临界 CO₂ 萃取姜油树脂的研究[J]. 广州食品工业科技,2004, 25(4):8.
- [17] Kim K J. Effect of ginger rhizome extract on tenderness and shelf life of precooked lean beef[J]. Asian Australasian Journal of Animal Sciences, 1995:8.
- [18] 熊华,马力,皮智梅. 采取有机溶剂法提取生姜有效成分[J]. 酿酒, 2006(7):86-87.
- [19] 庄越,曹宝成,萧瑞祥,等. 实用药物制剂技术[M]. 北京:人民卫生出版社,1999.
- [20] 王永华,张水华. 食品分析[M]. 北京:中国轻工业出版社,2004.
- [21] 战琨友. 姜油的化学成分分析与姜辣素的分离纯化研究[D]. 泰安:山东农业大学,2009.
- [22] 油脂碘价测定. 中华人民共和国国家标准[S]. 花生油(GB 1534-2003),大豆油(GB 1535-2003).
- [23] 崔庆新,董岩. 生姜挥发油化学成分的 GC-MS 分析研究[J]. 聊城大学学报(自然科学版),2006, 19(2):44-45.

草莓籽的营养成分分析及开发利用

张晓荣, 刘拉平, 刘朝霞, 孙新涛, 聂刚

(西北农林科技大学 测试中心, 陕西 杨凌 712100)

摘要:以草莓籽为试材, 分析研究了草莓籽的理化成分、氨基酸含量、矿质元素组成及草莓籽油的脂肪酸组成。结果表明: 草莓籽中含有丰富的碳水化合物(8.05%)、蛋白质(13.17%)、脂肪(18.08%)和粗纤维(51.43%); 草莓籽中检出了除蛋氨酸外, 其它 16 种人体必需的氨基酸; 草莓籽含有 11 种矿质元素, 矿质元素含量由高到低依次为 $\text{Ca} > \text{K} > \text{Mg} > \text{Fe} > \text{Mn} > \text{Zn} > \text{Na} > \text{Sr} > \text{Cu} > \text{Co} > \text{Se}$; 草莓籽油中脂肪酸主要由不饱和脂肪酸组成(94.15%), 其中以亚油酸(45.54%), 亚麻酸(33.07%)为主。

关键词:草莓籽; 草莓籽油; 营养成分; 深度利用

中图分类号:S 668.4 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2014)11-0134-03

我国是草莓生产和出口加工大国, 因此草莓加工副产物的综合利用和开发问题显得尤为突出。草莓籽中膳食纤维含量高达 51.43%, 膳食纤维可分为水溶性膳食纤维(SDF)和水不溶性膳食纤维(IDF), 具有治疗冠心病、糖尿病, 预防结肠癌, 清除外源有害物质等生理功能, 具有“第七营养素”的美誉, 因此草莓籽中纤维素可作为功能性食品基料, 如在白兰地, 酿造食醋等方面具有一定的开发利用价值。

入世以来, 中国的草莓种植业在加工出口的带动

下, 有了突飞猛进的发展, 对外出口草莓成倍增加, 据中国园艺学会草莓分会统计, 目前我国草莓种植面积已达到 86 667 hm^2 , 居世界第一^[1]。草莓生产的发展和产量的不断提高, 在一定程度上带动了草莓加工业的发展, 并相继开发出草莓汁、草莓酱、草莓酒、草莓罐头、草莓蜜饯等多种系列产品^[2-3], 也有冷冻干燥技术加工草莓丁^[4]、草莓脆片及草莓粉的产品^[5-7], 深受消费者喜爱。而草莓籽是草莓加工的副产品, 目前, 几乎所有的果汁厂都将草莓籽作为废弃物丢弃, 不仅造成环境污染, 也是一种资源浪费。因此, 积极开展草莓籽副产品的再利用研究具有十分重要意义。

罗仓学等^[8]对草莓籽油脂脂肪酸组成进行了报道, 刘光敏等^[9]研究了超临界 CO_2 萃取草莓籽油工艺对其脂

第一作者简介:张晓荣(1976-), 女, 博士研究生, 讲师, 现主要从事农产品营养与安全分析等研究工作。E-mail: xrzhang909@163.com.

收稿日期:2014-01-17

Study on Optimization Process of Ginger Oil by Solvent Extraction

WANG Yuan-yuan, ZHAO Bing-kun, GUO Yan-yin, NIAN Bin-bin

(School of Agricultural and Food Engineering, Shandong University of Technology, Zibo, Shandong 255049)

Abstract: Taking ginger as material, based on the screen of petroleum ether (boiling range 60~90°C), cyclohexane, aether and n-pentane, the effect of factors such as ginger dry/fresh material, material particle, material-liquid ratio, extraction temperature and distillation temperature on the extraction rate of ginger oil were investigated in order to study the best process in solvent extraction of ginger oil. The results showed that, under single factor experiment, petroleum ether was the optical extraction agent, dry ginger powder that through 60 meshes was suitable for ginger oil extraction, and the appropriate material/liquid ratio, extraction temperature, and distillation temperature under 0.7 kPa pressure was 1 : 3 g/mL, extraction 45°C and distillation 45°C, respectively. Further orthogonal experiment indicated that the optimal material/liquid ratio, extraction temperature, and extraction time was 1 : 3.5 g/mL, extraction temperature 40°C, and extraction time 30 min, respectively. This process could improve the extraction rate to 4.3%, and the ginger oil extracted had pure ginger flavor.

Key words: ginger; ginger oil; ginger powder; petroleum ether; solvent; extraction