

超临界 CO₂ 萃取生姜油工艺优化研究

李加兴¹, 李敏莉², 陈双平², 秦 轶³

(1.吉首大学食品科学研究所, 湖南 吉首 416000; 2.湖南省猕猴桃产业化工程技术研究中心, 湖南 吉首 416000;
3.湖南老爹农业科技开发股份有限公司, 湖南 吉首 416000)

摘 要: 采用超临界 CO₂ 萃取方法, 研究从生姜中提取生姜油的最佳生产工艺, 着重探讨粉碎度、萃取压力、萃取温度、萃取时间、CO₂ 流量等参数对出油率的影响, 并应用正交试验探讨优化工艺参数。研究结果表明: 采用萃取压力 30MPa, 萃取温度 45℃, 萃取时间 2.5h, CO₂ 流量 380kg/h 等工艺条件, 可使干生姜粉的出油率达 1.81%。

关键词: 生姜; 超临界 CO₂ 萃取; 出油率

Study on Optimization of Supercritical CO₂ Extraction Process of Ginger Essential Oil

LI Jia-xing¹, LI Min-li², CHEN Shuang-ping², QIN Yi³

(1.Institute of Food Science, Jishou University, Jishou 416000, China;
2.Hunan Provincial Kiwi Fruit Industrialization Engineering Technology Research Center, Jishou 416000, China;
3.Hunan Laodie Agriculture Technology Developing Co., Jishou 416000, China)

Abstract: The effects of grinding degree of dried ginger, extraction pressure, extraction temperature, extraction time and flow rate of CO₂ on extraction rate of ginger essential oil by supercritical CO₂ method were explored, and the main parameters were optimized by orthogonal test. The results showed that under the conditions of extraction pressure 30Mpa, extraction temperature 45℃, extraction time 2.5h and flow rate CO₂ 380 kg/h, the extraction rate of the ginger essential oil reaches 1.81%.

Key words: ginger; supercritical CO₂ extraction; oil yield

中图分类号: TS224.4

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2008)10-0231-04

生姜(*Ainigiber officinate*)属姜科植物, 具有芳香、调味和祛寒保健等多种功能。我国各地皆可种植, 尤以我国中部及南部各省为主, 鲜姜含油率为 0.3%~0.35%^[1]。从生姜中可提炼出芳香独特的生姜油, 主要化学成分为姜油醇、姜油酮、桉叶油素、柠檬醛、芳樟醇、香叶醇等, 具有行气开窍、活血去寒、健胃止呕、驱毒等功效, 不仅可用于调味、腌渍、提取香精等, 还是现代食品、医药、轻化工业的原料^[2]。目前从生姜中提取生姜油的方法主要有传统的水蒸汽蒸馏法、溶剂浸取法以及超临界流体萃取法, 其中超临界流体萃取技术是近年来发展起来的一种新型分离技术, 具有工艺简单、无有机溶剂残留、操作条件温和等优点^[3]。本实验对超临界 CO₂ 提取生姜油的工艺条件进行优化, 为规模化生产提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料

新鲜生姜, 产于湖南省凤凰县; CO₂ 气体纯度 > 99.5%, 购于长沙特种气体厂。

1.2 仪器与设备

HA421-40-96型超临界萃取装置 江苏南通华安超临界萃取有限公司; JPS- I 型生姜专用破碎机 靖江食品机械制造有限公司; 30B 粉碎机 江阴市丰华药化机械厂; HDY-400 振动筛 北京环亚天元机械技术有限公司; GZX-9146MBE 电热恒温鼓风干燥箱 常州诺基仪器有限公司; JA-2004 型电子天平 上海上天精密仪器有限公司。

1.3 方法

1.3.1 工艺流程

生姜→清洗→破碎→干燥→粉碎→过筛→装料→超临界 CO₂ 萃取→减压分离→生姜油

1.3.2 操作要点

收稿日期: 2008-07-06

作者简介: 李加兴(1969-), 男, 教授, 硕士, 主要从事天然食物资源开发与利用研究。E-mail: jslijiaxing@sohu.com

1.3.2.1 生姜预处理

选择成熟的老姜, 将其表皮上的泥沙清洗干净, 经破碎机破碎后采用 70℃ 烘烤 24h 至水分含量在 6% 以下。

1.3.2.2 粉碎

利用粉碎机对达到干燥要求的姜末进行粉碎, 注意控制粉碎度。

1.3.2.3 萃取

称量装料后, 进行超临界 CO₂ 萃取, 控制好萃取压力、温度、CO₂ 流量、分离压力、温度等相关萃取参数, 出油率 = 萃取油脂重量 / 原料质量 × 100%。

1.3.3 超临界 CO₂ 萃取生姜油工艺优化实验设计

1.3.3.1 粉碎度的确定

在萃取过程中为减少 CO₂ 流体扩散距离, 须对生姜干燥后进行粉碎、过筛。姜粉的粉碎度对传质效果产生较大的影响, 若姜粉的粉碎度过粗, 则会造成萃取时间延长和出油率低, 从而增加生产成本; 若姜粉的粉碎度过细, 则物料在高压下易被压实, 传质阻力增大, 同时易堵塞滤网, 从而降低萃取效率。因此, 通过单因素试验探讨姜粉粉碎度对萃取效果的影响。

1.3.3.2 萃取压力的确定

萃取压力是影响萃取过程的重要参数之一。一定条件下, 萃取压力的大小直接决定了溶质在超临界 CO₂ (SC-CO₂) 中的溶解度^[4]。萃取压力高, SC-CO₂ 密度大, 其溶解能力强, 溶质溶解度大, 即生姜油在 CO₂ 中的溶解度增加, 所以出油率也随之增加。但当萃取压力增大到一定程度时, 生姜油在 CO₂ 中的溶解度增加速度趋于缓慢, 出油率增幅也很小。因此, 需通过单因素试验确定萃取压力。

1.3.3.3 萃取温度的确定

萃取温度不仅影响生姜的出油率, 还会影响生姜油中的活性成分, 这是因为温度对溶剂密度及溶质挥发性的影响不同造成的。萃取压力较高时, CO₂ 的密度较大, 升温引起的 CO₂ 密度的降幅不大, 但可使溶质的蒸气压增大, 因而 SC-CO₂ 可溶解更多的生姜油, 即出油率也随温度的升高而增加; 萃取压力较低时, 升温虽可使生姜油的传质能力增加, 但 CO₂ 的溶解能力却显著下降, 总的效果将导致 SC-CO₂ 相中生姜油含量减少^[5]。因此, 出油率会随温度的升高而下降。萃取温度与萃取压力关系密切, 需根据萃取压力确定较佳的萃取温度。

1.3.3.4 分离压力与温度的确定

萃取过程中通过控制分离压力与温度可使萃取产物与溶剂分离。一般采用降压分离, 可使溶解于高压 CO₂ 流体中具有不同溶解度的组分在分离段全部析出。分离釜中压力在 8~20MPa 的条件下, CO₂ 的溶解能力与其

密度变化趋势相同, 温度低密度大, 溶解度就大, 反之则小^[6]。分离温度是随着分离压力的升高而升高, 分离压力与温度对萃取率的影响不大, 主要是影响到萃取产物的纯度。一般分离压力在 8~12MPa, 分离温度在 25~35℃, 萃取率较平稳。

1.3.3.5 CO₂ 流量的确定

CO₂ 流量小, 溶剂量就少, 生姜出油率就会下降, 这是因为溶剂用量小, 溶剂中溶解的生姜油组分少, 易使系统达到溶解平衡, 这样萃取过程中的推动力就会下降, 所以出油率也随之下降。但 CO₂ 流量也不能过大, 过大的流量不利于分离釜中生姜油与 CO₂ 的分离, 又不能有效增加出油率。

1.3.3.6 萃取时间的确定

在一定范围内, 随着萃取时间的延长, 生姜出油率会逐渐增加。但随着时间的进一步延长, 出油率趋于稳定, 这样不仅增加了能耗, 也达不到提高出油率的目的。因此, 综合考虑出油率和生产效益, 需确定较为适宜的萃取时间。

1.3.3.7 萃取工艺正交试验

在单因素试验的基础上得知萃取压力、萃取温度、CO₂ 流量、萃取时间是影响萃取出油率的主要因素, 以此四因素设计正交试验, 根据出油率判定最佳工艺组合。

2 结果与分析

2.1 粉碎度对生姜出油率的影响

在萃取压力 30MPa、萃取温度 45℃、CO₂ 流量 350kg/h、萃取时间 2h 的条件下, 对粉碎度为 20、40、60、80 目的姜粉进行萃取, 计算干姜粉的出油率, 结果见图 1。

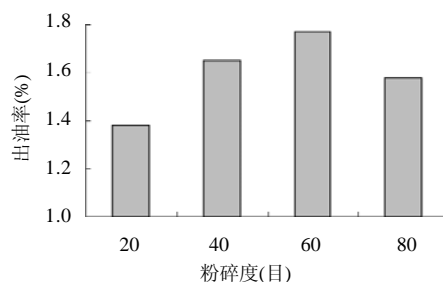


图1 干姜粉粉碎度对出油率的影响

Fig.1 Effects of grinding degree of dried ginger on oil yield

由图 1 可知, 干姜粉粉碎度在 20~60 目之间时, 出油率逐渐上升, 40 目和 60 目时出油率相差不大, 但粉碎度到 80 目时出油率反而下降。由此可见, 粉碎度选择 40~60 目为宜。

2.2 萃取工艺参数的确定

2.2.1 萃取压力

在保持其它条件相对恒定的情况下, 探讨不同的萃取压力对生姜出油率的影响, 结果见图 2。

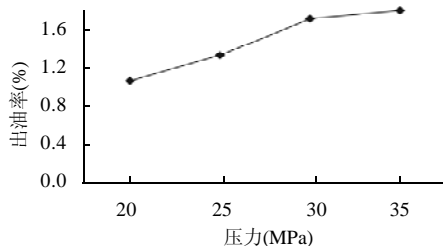


图2 萃取压力对出油率的影响
Fig.2 Effects of extraction pressure on oil yield

由图 2 可知, 随着萃取压力的增大, 出油率逐渐增加。由 20MPa 增加至 30MPa 时, 出油率增加明显。萃取压力超过 30MPa 后, 出油率变化平缓, 这是由于生姜油溶解在 CO₂ 流体中的浓度几乎接近饱和所致。因此, 较佳的萃取压力为 30MPa。

2.2.2 萃取温度

在恒定 CO₂ 流量和萃取时间的条件下, 探讨不同的萃取压力和温度对生姜出油率的影响, 结果见图 3。

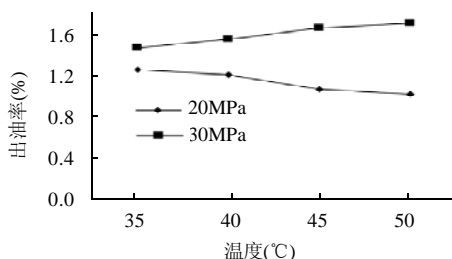


图3 萃取温度对出油率的影响
Fig.3 Effects of extraction temperature on oil yield

由图 3 可知, 当萃取压力为 30MPa 时, 随着萃取温度的升高, 出油率逐渐增加; 当萃取压力为 20MPa 时, 随着萃取温度的升高, 出油率逐渐降低。考虑到温度过高会增加能耗, 还会破坏生姜油中的活性成分, 因此萃取压力为 30MPa 时, 较佳的萃取温度为 45℃。

2.2.3 CO₂ 流量

在萃取压力 30MPa、萃取温度 45℃、恒定萃取时间的条件下, 探讨不同 CO₂ 流量对生姜出油率的影响, 结果见图 4。

由图 4 可知, 随着 CO₂ 流量的增大, 出油率逐渐增加。当溶解度达到平衡后, 出油率的增加不明显, 即 CO₂ 流量为 350kg/h 和 400kg/h 时出油率变化不大。考虑到 CO₂ 流量过大会增加操作费用, 因此 CO₂ 流量以 350kg/h 为佳。

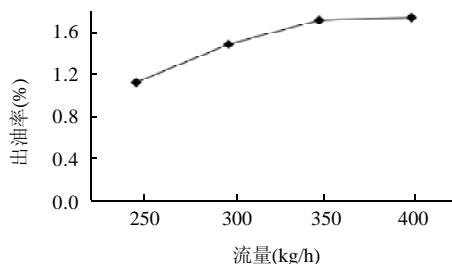


图4 CO₂ 流量对出油率的影响
Fig.4 Effects of flow rate of CO₂ on oil yield

2.2.4 萃取时间

在萃取压力 30MPa、萃取温度 45℃、CO₂ 流量 350kg/h 的条件下, 探讨不同萃取时间对生姜出油率的影响, 结果见图 5。

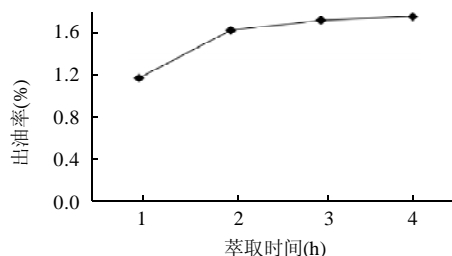


图5 萃取时间对出油率的影响
Fig.5 Effects of extraction time on oil yield

由图 5 可知, 出油率随着萃取时间的延长而逐渐增加, 但 2h 后增幅趋于平稳, 表明生姜中的挥发油已基本萃取出来。从节约能源和生产效益方面考虑, 较适宜的萃取时间为 2h。

2.3 最佳工艺优化

为确定最佳的萃取工艺, 在上述单因素试验的基础上, 进行正交试验, 因素水平表及正交试验结果分析表分别见表 1、2。

表1 正交试验因素水平表
Table 1 Factor and levels of orthogonal test

水平	因素			
	A 萃取压力 (MPa)	B 萃取温度 (°C)	C CO ₂ 流量 (kg/h)	D 萃取时间 (h)
1	27	42	320	1.5
2	30	45	350	2.0
3	33	48	380	2.5

由表 2 正交试验数据处理结果和极差 R 值可知, 影响生姜出油率的因素主次顺序为 A > C > D > B, 即萃取压力 > CO₂ 流量 > 萃取时间 > 萃取温度。工艺参数的最优组合为 A₂B₂C₃D₃, 即萃取压力 30MPa, 萃取温度 45℃, CO₂ 流量 38kg/h, 萃取时间 2.5h。为验证所得结果的准确性, 在此最佳工艺条件下进行实验, 出油

表2 L₉(3⁴)正交试验结果分析表
Table 2 Analysis of L₉(3⁴) orthogonal test results

试验号	A	B	C	D	出油率(%)
1	1	1	1	1	1.33
2	1	2	2	2	1.50
3	1	3	3	3	1.57
4	2	1	2	3	1.71
5	2	2	3	1	1.76
6	2	3	1	2	1.54
7	3	1	3	2	1.73
8	3	2	1	3	1.69
9	3	3	2	1	1.45
K ₁	4.40	4.77	4.56	4.54	
K ₂	5.01	4.95	4.66	4.77	
K ₃	4.87	4.56	5.06	4.97	
R	0.61	0.39	0.50	0.43	
优水平	A ₂	B ₂	C ₃	D ₃	

率为1.81%，比正交试验中出油率最高组A₂B₂C₃D₁的1.76%还要高，与正交试验所得结论相符，即最优组合为A₂B₂C₃D₃。

2.4 生姜油的质量指标

利用超临界CO₂萃取的生姜油，经检测其质量指标见表3。

3 结 论

采用超临界CO₂萃取技术提取的生姜油，味道纯

表3 超临界CO₂萃取的生姜油质量指标
Table 3 Quality indicators of ginger essential oil extracted by supercritical CO₂

序号	检测项目	检测结果
1	色泽	深黄色液体
2	香气	具有新鲜浓郁的生姜香气，香气纯正
3	相对密度(25℃)	0.9352
4	旋光度(20℃)	1.5001
5	酸价(KOHmg/kg)	1.1
6	过氧化值(meq/kg)	4.3

正，较好地保持了生姜固有的辛辣香味。在超临界CO₂流体萃取生姜油的工业生产中，控制干姜粉末的粉碎度40~60目、萃取压力30MPa、萃取温度45℃、CO₂流量380kg/h、萃取时间2.5h时，出油率可达1.81%。

参考文献：

[1] 陈燕, 闫红, 蔡同一, 等. 生姜精深加工的研究[J]. 农业工程学报, 2001, 17(3): 107-110.

[2] 陈怀铸. 生姜油提取方法[J]. 保鲜与加工, 2007(4): 18.

[3] 魏勇, 刘学武, 张晓东, 等. 超临界流体萃取固态物料数值模拟的研究进展[J]. 化学工业与工程技术, 2003, 24(1): 19-22.

[4] 王新刚, 胡小军, 李安生. 超临界CO₂萃取猕猴桃籽油的研究[J]. 食品与机械, 2003(4): 11-12.

[5] 张志伟, 杨中平, 岳田利, 等. 超临界CO₂流体萃取桑葚籽油的研究[J]. 中国油脂, 2007, 32(1): 77-79.

[6] 张德权, 胡晓丹. 食品超临界CO₂流体加工技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 34-36.