

亚临界萃取技术提取肉豆蔻的工艺研究

杨中民, 赵旭, 赵楠

(郑州雪麦龙食品香料有限公司, 河南郑州 450000)

摘要:以肉豆蔻为原料,在单因素实验的基础上,采用正交实验对肉豆蔻的亚临界萃取工艺参数进行研究优化。以出油率为考察指标,确定了肉豆蔻的亚临界萃取最佳萃取条件及参数为:原料粉碎度40目,萃取温度50℃,萃取次数5次,萃取时间60min,肉豆蔻出油率可达36.87%。

关键词:亚临界,萃取,肉豆蔻

Process research of the nutmeg extraction by subcritical extraction technology

YANG Zhong-min, ZHAO Xu, ZHAO Nan

(Zhengzhou Xomolon Food Flavor Co., Ltd., Technology Center, Zhengzhou 450000, China)

Abstract: Nutmeg as the raw materials, process optimization through single factor and orthogonal experiments, research subcritical extraction process nutmeg. In the oil index was investigated to determine the subcritical extraction nutmeg best extraction conditions and parameters: raw materials grinding degree 40 mesh, extraction temperature 50 °C, extraction times 5 times, extraction time 60 min. The nutmeg oil yield was up to 36.87%.

Key words: subcritical; extraction; nutmeg

中图分类号: TS201.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2016)10-0265-03

doi:10.13386/j.issn1002-0306.2016.10.045

肉豆蔻又称肉果、玉果、豆蔻,为肉豆蔻科肉豆蔻属植物肉豆蔻的干燥成熟种仁。肉豆蔻具有特殊的香气,温辛,略有甜味。肉豆蔻可以作为调味品,主要用于对鱼肉制品、焙烤制品、香肠、糕点等的调味,具有增鲜祛腥的作用^[1];也可以作为常用中药,具有较强的消炎镇痛、抗肿瘤的功效^[2]。

目前,国内肉豆蔻油的生产大多采用水蒸气蒸馏和超临界萃取法。陈杰明等^[3]采取超临界萃取法,得油率尽管很高,但其萃取压力达到30MPa,实际生产对设备和生产环境要求较高。此外,刘辉等^[4]利用超声辅助进行提取肉豆蔻,在超声温度为59℃、超声时间为39min的条件下,得率仅为27.90%。

亚临界流体萃取技术是近几年新兴的一种提取技术,具有无毒无害、设备简单、得率高、品质好、保留活性成分等优点,因此在提取天然油脂方面具有广阔的应用前景,受到业内众多研究者的重视;但亚临界萃取肉豆蔻工艺在国内尚属空白^[5-6]。常用的亚临界溶剂有正丁烷、丙烷和二甲醚等,但正丁烷比其他溶剂优越的地方:其一,正丁烷饱和蒸汽压比其他溶剂低,对设备的耐压性能没有苛刻的要求;其二,正丁烷萃取的油脂品相优良,其多为澄清的液体,没有多余的杂质,气味浓厚。因此采用正丁烷作为肉豆蔻油提取的溶剂。

本文采用亚临界萃取法开展肉豆蔻油的工艺研

究,采用单因素和正交实验相结合的方法,优化原料粉碎度、萃取温度、萃取次数、萃取时间,为实现亚临界萃取肉豆蔻的工业化生产提供实验数据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

肉豆蔻种子 河南随口贸易有限公司;正丁烷 濮阳市红太阳物资有限公司。

CBE-160 L型亚临界萃取设备 河南省亚临界生物技术有限公司;RE-501型旋转蒸发器 巩义市予华仪器有限责任公司;9FZ-15型齿爪式饲料粉碎机 井研县华达农机制造厂;台秤 上海衡平仪器仪表厂。

1.2 实验方法

1.2.1 肉豆蔻油的萃取 称取15kg的粉碎至一定粒度的肉豆蔻,装入专用料袋中,投入到亚临界萃取罐中。用真空泵对萃取罐抽真空后,再通入正丁烷至完全浸没物料。然后对萃取罐用加热套进行加热至一定温度,维持该温度一段时间,使溶剂在萃取罐中逆流萃取。最后将萃取完成的油溶混合物排放进分离罐,在分离罐中减压分离,挥发的溶剂用冷凝器冷凝后循环使用,未挥发的肉豆蔻油用容器收集,即完成一次萃取。多次萃取收集的油经旋转蒸发器脱水、脱溶后即即为肉豆蔻油。

收稿日期:2015-11-27

作者简介:杨中民(1989-),男,大学本科,研究方向:香辛料提取的研究,E-mail:1243886537@qq.com。

1.2.2 单因素实验设计

1.2.2.1 原料粉碎粒度 在萃取温度 60 ℃、萃取时间 60 min 及萃取次数 4 次的条件下,分别对 10、20、40、60 目不同粒度肉豆蔻进行萃取,萃取结束后收集肉豆蔻油称重,并计算出油率。

1.2.2.2 萃取温度 在粉碎粒度 40 目,萃取 3 次,60 min/次的条件下,选择萃取温度分别为 40、50、60、70 ℃,收集萃取的肉豆蔻油称重,并计算出油率。

1.2.2.3 萃取次数 在粉碎粒度 40 目、温度 70 ℃、60 min/次条件下,选择萃取次数为 1、2、3、4、5 次,收集萃取的肉豆蔻油称重,并计算出油率。

1.2.2.4 萃取时间 在粉碎度 40 目、温度 70 ℃、萃取 4 次的条件下,对肉豆蔻每次萃取分别用 40、50、60、70 min 的萃取时间,收集第一次萃取的肉豆蔻油和总萃取的肉豆蔻油称重,并计算出油率。

1.2.3 正交实验设计 根据单因素实验结果,选择原料粉碎度、萃取温度、萃取次数和萃取时间进行 $L_9(3^4)$ 正交实验,每组实验重复 3 次,以确定亚临界萃取肉豆蔻的最佳工艺条件。

表1 因素水平表

Table 1 Orthogonal factors table

水平	因素			
	A 粉碎粒度 (目)	B 萃取温度 (℃)	C 萃取次数 (次)	D 萃取时间 (min)
1	20	50	3	40
2	40	60	4	50
3	60	70	5	60

1.2.4 出油率的计算 公式如下:

$$\text{出油率}(\%) = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

其中, m_1 为肉豆蔻油的质量, g; m_2 为肉豆蔻原料质量, g。

1.3 数据处理

数据处理利用 Excel 2010 和正交设计助手 3.1 进行处理。

2 结果与分析

2.1 肉豆蔻油的亚临界提取单因素实验

2.1.1 粉碎粒度对肉豆蔻出油率的影响 如图 1 所示,当肉豆蔻粉碎度由 10 目逐渐增加到 60 目时,出油率先增大后减小,在 40 目时达到最大。当肉豆蔻粉碎度为 10 目时,出油率为 29.97%,此时肉豆蔻颗粒较大,原料组织未完全破坏,且物料与溶剂的接触面积较小,肉豆蔻油不能完全萃取出来;当肉豆蔻粉碎度为 20 目时,出油率为 34.21%,在 40 目时达到最大为 35.00%,此时条件适宜,大部分肉豆蔻油可以完全萃取出来;当原料粉碎度继续减小,出油率呈下降趋势,出油率在 60 目时为 32.48%,此时颗粒过小,颗粒间易发生团聚,传质阻力增大,萃取溶剂不能和原料充分接触,油脂出油率随之下降。综合考虑生产成本及实际情况,原料粉碎度适宜目数为 40 目。

2.1.2 萃取次数对肉豆蔻出油率的影响 如图 2 所

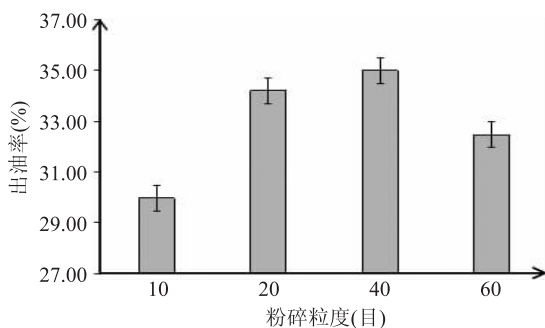


图1 粉碎粒度对出油率的影响

Fig.1 Effect of particle size on extraction ratio

示,随着萃取次数的增加,肉豆蔻出油率也逐渐增加,但增加速率逐渐减小。萃取 1 次时出油率为 15.66%,当萃取 2 次时出油率为 25.00%,比萃取 1 次提高了 9.34%,当萃取 3、4 和 5 次时,出油率分别为 31.67%、35.00% 和 36.15%,分别比前一次提高了 6.67%、3.33% 和 1.15%。实际生产时,亚临界萃取与脱溶工序耗费的时间随着萃取次数的增加而延长,考虑到生产成本、周期及出油率,肉豆蔻油的亚临界萃取次数以 4 次为宜。

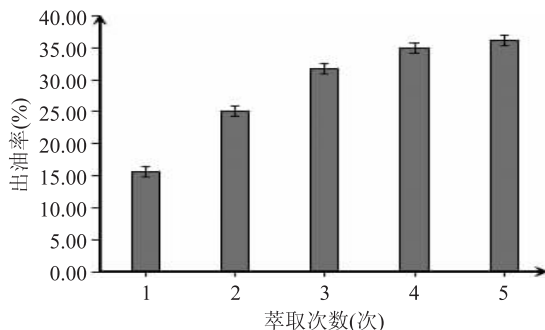


图2 萃取次数对出油率的影响

Fig.2 Effect of numbers on extraction ratio

2.1.3 萃取温度对肉豆蔻出油率的影响 如图 3 所示,随着萃取温度的升高,肉豆蔻出油率快速增加,但增加到一定程度后,出油率会趋于平稳。在 40、50、60 ℃ 的条件下,肉豆蔻出油率分别为 20.84%、26.47% 和 29.70%,出油率增加较快,50 和 60 ℃ 时分别比前一次提高了 5.63%、3.23%;在 70 ℃ 的条件下,肉豆蔻出油率为 30.36%,只比 60 ℃ 条件的出油率提高 0.66%。因此,亚临界萃取肉豆蔻油的适宜温度为 60 ℃。

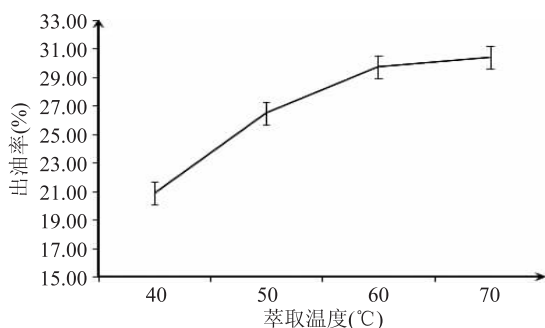


图3 萃取温度对出油率的影响

Fig.3 Effect of temperature on extraction ratio

2.1.4 萃取时间对肉豆蔻出油率的影响 如图4所示,随着萃取时间的延长,出油率会随之增加;在达到某一时间后,继续延长萃取时间对出油率无明显变化。萃取过程是肉豆蔻油逐渐溶解于溶剂的过程,时间越长,萃取出的油越多,但当溶剂内溶解的油趋近饱和时,此时出油率也逐渐趋于稳定,继续增加萃取时间不会再提高出油率。

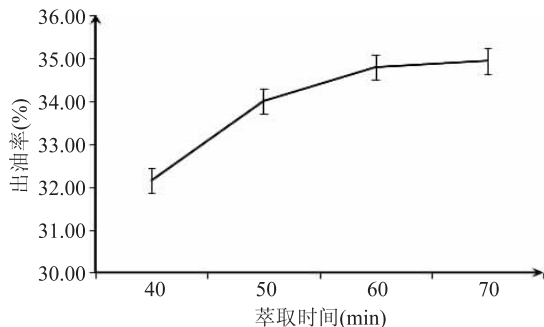


图4 萃取时间对出油率的影响

Fig.4 Effect of time on extraction ratio

2.2 肉豆蔻的亚临界提取正交实验

根据表2极差R直观分析,实验因素的主次排序, A > B > C > D。即原料粉碎度影响最大,萃取温

表2 $L_9(3^4)$ 正交实验结果

Table 2 The $L_9(3^4)$ orthogonal experiments results

实验号	A	B	C	D	出油率(%)
1	1	1	1	1	26.17
2	1	2	2	2	27.87
3	1	3	3	3	22.17
4	2	1	2	3	36.29
5	2	2	3	1	34.05
6	2	3	1	2	27.19
7	3	1	3	2	35.00
8	3	2	1	3	32.61
9	3	3	2	1	26.92
k_1	25.403	32.487	28.657	29.047	
k_2	32.510	31.510	30.360	30.020	
k_3	31.510	25.427	30.407	30.357	
R	7.107	7.060	1.750	1.310	

(上接第254页)

浙江大学,2005.

[13] Dan Wu, Yajun Wang, Jianchu Chen, et al. Preliminary study on time-temperature indicator(TTI) system based on urease[J]. Food Control, 2013(34):230-234.

[14] Chahattuche Wanihsuksombat, Vipa Hongtrakul, Panuwat Suppakul. Development and characterization of a prototype of a lactic acid-based time-temperature indicator for monitoring food product quality [J]. Journal of Food Engineering, 2010(100): 427-434.

度次之,萃取时间最小。由k值可得最佳萃取工艺为 $A_2B_1C_3D_3$,即原料粉碎度40目,萃取温度50℃,萃取次数5次,萃取时间60min。由方差分析表3可知,原料粒度和萃取温度对肉豆蔻出油率有极显著影响,萃取次数和萃取时间的影响不显著。

表3 方差分析表

Table 3 Analysis of variance table

因素	偏差平方和	自由度	F比	F临界值	显著性
A	88.796	2	1.916	4.460	**
B	87.804	2	1.895	4.460	**
C	5.966	2	0.129	4.460	
D	2.777	2	0.060	4.460	
误差	46.33	2			

注:** ($p < 0.01$),为极显著。

2.3 验证实验

按照正交实验分析出的最佳萃取工艺,即原料粉碎度40目,萃取温度50℃,萃取次数5次,萃取时间60min的条件,进行验证实验,得到的肉豆蔻出油率为36.87%,由此可以证明正交实验得出的萃取工艺条件为最佳工艺条件。

3 结论

通过单因素实验和正交实验可知,亚临界萃取肉豆蔻的最佳工艺条件如下:原料粉碎度40目,萃取温度50℃,萃取次数5次,萃取时间60min。在此条件下进行生产肉豆蔻出油率可达36.87%。

参考文献

- [1] 朱海涛,董贝森.调味品及其应用[M].济南:山东科学技术出版社,1999:1-110.
- [2] 张子英,爱民,李兰城.肉豆蔻的药理研究进展[J].内蒙古医学杂志,2007,39(4):458-459.
- [3] 陈杰明,汤卫东,陈吉红,等.CO₂超临界萃取肉豆蔻油树脂的研究[J].江苏调味副食品,2005,22(3):23-26.
- [4] 刘辉,李超.超声辅助提取肉豆蔻油的工艺研究[J].中国食品添加剂,2011(3):133-137.
- [5] 过利敏,张谦,李兰,等.孜然油的亚临界萃取工艺研究[J].新疆农业科学,2015,52(6):1071-1076.
- [6] 刘月荣,陈晔,郑建灿,等.亚临界萃取设备在天然产物有效成分提取中的应用[J].莆田学院学报,2012,19(2):73-75.
- [7] 李超,刘辉.超临界萃取肉豆蔻油的工艺研究[J].中国食品添加剂,2011(3):133-137.
- [8] 李超,刘辉.超临界萃取肉豆蔻油的工艺研究[J].中国食品添加剂,2011(3):133-137.
- [9] 李超,刘辉.超临界萃取肉豆蔻油的工艺研究[J].中国食品添加剂,2011(3):133-137.
- [10] 李超,刘辉.超临界萃取肉豆蔻油的工艺研究[J].中国食品添加剂,2011(3):133-137.
- [11] 李超,刘辉.超临界萃取肉豆蔻油的工艺研究[J].中国食品添加剂,2011(3):133-137.
- [12] 李超,刘辉.超临界萃取肉豆蔻油的工艺研究[J].中国食品添加剂,2011(3):133-137.
- [13] Dan Wu, Yajun Wang, Jianchu Chen, et al. Preliminary study on time-temperature indicator(TTI) system based on urease[J]. Food Control, 2013(34):230-234.
- [14] Chahattuche Wanihsuksombat, Vipa Hongtrakul, Panuwat Suppakul. Development and characterization of a prototype of a lactic acid-based time-temperature indicator for monitoring food product quality [J]. Journal of Food Engineering, 2010(100): 427-434.
- [15] Rathi P, Saxena R K, Gupta R. A novel alkaline lipase from Burkholderia cepacia for detergent formulation [J]. Process Biochemistry, 2001, 37(2): 187-192.
- [16] 周晶.一株脂肪酶产生菌的筛选鉴定、发酵条件优化及其酶学性质研究[D].杭州:中国计量学院,2012.
- [17] 宁鹏.碱性脂肪酶型时间-温度指示卡的研制[D].南京:南京农业大学,2008.
- [18] 郑光前,钱静,冯钦.糖化酶型时间-温度指示器反应体系的制备[J].食品科学,2013,34(12):82-85.