

文章编号:1673-1689(2008)02-0075-03

乙醇法提取花椒油树脂的研究

张雪松¹, 朱媛²

(1. 江苏农林职业技术学院 生物工程系, 江苏 句容 212400; 2. 南京晓庄学院 化学系, 江苏 南京 210017)

摘要: 利用正交试验法探索乙醇提取花椒油树脂的最佳工艺条件。结果表明,乙醇提取花椒油树脂最佳实验室条件为:原料粒度过 60 目筛,乙醇体积分数 55%,提取温度 60℃,固液质量体积比 1 g:12 mL,提取时间为 60 min,在提取次数为一次的情况下,花椒油树脂干基得率可达 32.50%。

关键词: 乙醇;花椒油树脂;提取

中图分类号: TS 264.3

文献标识码: A

Studies on Extracting Oleoresin from Fruit of *Zanthorylum bungeanum*

ZHANG Xue-song¹, ZHU Yuan²

(1. Department of Bioengineering, Jiangsu Polytechnic College of Agriculture and Forestry, Jurong 212400, China;
2. Department of Chemistry, College of Nanjing Xiaozhuang, Nanjing 210017, China)

Abstract: The optimum condition for extraction oleoresin from *Zanthorylum bungeanum* Fruit was investigated. The result showed that the optimum condition on lab scale was: 60 mesh for the particle size, 1 h for operation time, 55% for the ethyl alcohol, 60°C for temperature and 1:12 for material: ethyl alcohol ratio. The yield of the oleoresin can be achieved to 32.50% under the optimum condition.

Key words: ethyl alcohol; *Zanthorylum bungeanum*; extraction

花椒是主要的辛香调味料,而我国又是世界上应用调味料最早的国家之一。可是长期以来,人们所食用的花椒多以其初级产品粗加工成粉末状态为主,麻辣香味甚浓。然而,花椒粉只是由原来的颗粒状原料经粉碎加工制成。加工后的粉末产品表面积增大,不仅使香气容易挥发,而且也容易较快地吸收空气中的水分,在湿度大、气温时易发霉变质。同时,粉末香料除了其本身所含的香气易损失外尚含有大量的夹杂物^[1-2]。

辛香料油树脂是采用溶剂萃取法制得的辛香料提取物,它不仅含有用蒸馏法提取的挥发性辛香料精油成分,还包含了其它非挥发性成分,如刺激

性成分和热感性成分、不挥发性油、抗氧化成分及色素等,从而使油树脂具有更强的香味逼真效果。油树脂还具有有效浓度高、体积小、使用方便、易贮藏运输、微生物不易生长、有利于食品风味的一致性等优点。对辛香料油树脂的研究始于 20 世纪 70 年代,经过近 30 年的不断深入研究和应用,辛香料油树脂的提取和应用成为香料界关注的热点。

辛香料有效成分的提取方法很多,其中溶剂浸提法简便实用,经济有效,提取出的油树脂较用其它方法提取的精油耐储藏,口味更接近天然辛香料。作者以花椒为研究对象,利用乙醇为有机溶剂进行花椒油树脂的抽提,通过设计正交实验,对影

收稿日期:2007-04-10.

作者简介:张雪松(1979-),男,江苏淮安人,工学硕士,助教,主要从事化工研究。Email:shelz@sina.com

响花椒油树脂干基得率的影响因素作了一定的研究分析,优化了实验室工艺参数,为工业利用提供了一定的实验依据。

1 材料与方 法

1.1 材 料

食用乙醇:乙醇体积分数为95%;花椒:市售,产地四川,含水率13.89%。

1.2 方 法

将花椒粉碎,取一定质量的花椒粉末,用乙醇提取。对提取液进行减压蒸馏,将蒸馏后的产物烘干,测其干重,算出其干基得率,即为花椒油树脂干基得率。以干基得率为依据,考察乙醇用量、提取时间、抽提次数、抽提温度等因素对乙醇法提取花椒油树脂干基得率的影响。

2 结果与讨论

影响花椒油树脂干基得率的影响因素有很多。作者先通过设计正交实验,研究原料粒度、乙醇体积分数以及提取温度对干基得率的影响,然后再进行单因素分析,最终优化工艺参数。

2.1 设计正交实验,研究原料粒度、乙醇体积分数以及提取温度对油树脂干基得率的影响

正交实验 L₉(3⁴)有关的3个因子^[3]:原料粒度(目)A:20、40、60目;乙醇体积分数B:55%、75%、95%;温度C:40、50、60℃。

固液质量体积比(花椒/乙醇)为1g:10mL,抽提时间为1h,抽提1次。实验数据用STATISTICA6.0数学软件分析,结果见图1。

从图1可以看出,在原料粒度、乙醇体积分数以及提取时间这三个影响因素中,原料粒度的影响相对较为显著($P>0.05$)。该正交实验的理论最佳条件为原料粒度为过60目筛,乙醇体积分数为65%,提取温度为60℃,此时油树脂干基得率达到最大,经数据分析最大可达31.77%。由于在实际操作中,当原料粒度为过60目筛,乙醇体积分数为55%,提取温度为60℃时,油树脂干基得率已达31.86%。因此通过实验,可以得到实际最佳条件为原料粒度为过60目筛,乙醇体积分数为55%,提取温度为60℃,此时干基得率为31.86%。

2.2 原料粒度对油树脂干基得率的影响

固液质量体积比(花椒/乙醇)为1g:10mL,抽提时间为1h,抽提1次,其他条件为正交实验最佳条件,具体研究原料粒度对油树脂干基得率的影响,结果见图2。

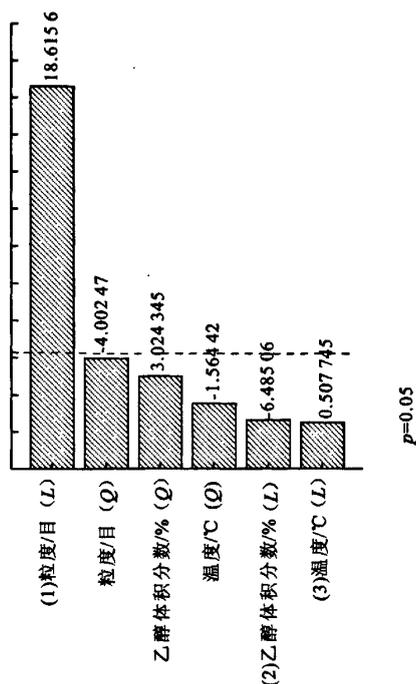


图1 原料粒度、乙醇体积分数和温度显著因子分析

Fig. 1 Effect of material granularity, the ethyl alcohol concentration and temperature

从图2可以看出,随着粒度的减小,油树脂干基得率先增大后减小,当原料粒度为60目时,油树脂干基得率达到最大,为31.86%。提取时原料粒度不能过小,否则在提取过程中细粉容易结块,造成溶剂穿透困难,有效物质难以提取,得率下降^[4],同时粉碎过细,耗能也相对较多,若粒度较大,粉碎不充分,那么也不利于有效成分的提取。

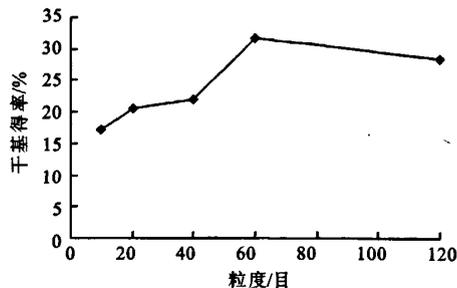


图2 原料粒度对油树脂干基得率的影响

Fig. 2 Effect of particle size on yield of zanthoxylum oil

2.3 固液质量体积比对油树脂干基得率的影响

抽提时间为1h,抽提1次,其他条件为正交实验最佳条件,研究固液比对油树脂干基得率的影响。实验结果见图3。

从图3可以看出,随着固液比的增加,油树脂干基得率逐渐提高,在1g:12mL时达到最大,为32.50%。继续提高固液比,油树脂干基得率反而

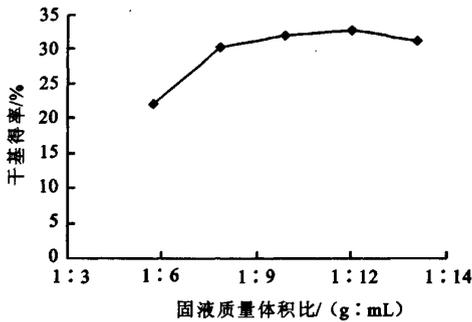


图 3 固液质量体积比对油树脂干基得率的影响

Fig. 3 Effect of S/L ratio on yield of zanthoxylum oil

有所降低。溶剂的量对提取产率也有影响。固液比较小,溶剂的量不足,则提取不充分,得率较低;另一方面固液质量体积比过大,得率并没有提高,反而略有下降,容易造成浪费。

2.4 抽提时间对油树脂干基得率的影响

原料粒度为过 60 目筛,乙醇体积分数为 55%,提取温度为 60 °C,固液质量体积比为 1 g : 12 mL,提取一次,研究抽提时间对油树脂干基得率的影响,实验结果见图 4。

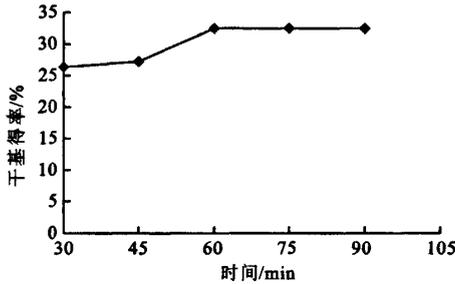


图 4 抽提时间对油树脂干基得率的影响

Fig. 4 Effect of the extraction time on yield of zanthoxylum oil

从图 4 可以看出,提取时间的延长可以提高得率,但是当提高到一定程度后,随着提取时间的延长,得率并无明显提高。选定提取时间为 60 min,此时油树脂干基得率达到 32.50%。

2.5 提取次数对油树脂干基得率的影响

原料粒度为过 60 目筛,乙醇体积分数为 55%,提取温度为 60 °C,固液质量体积比为 1 g : 12 mL,提取时间选定 60 min,研究提取次数对油树脂干基得率的影响。从表 1 可以看出,增加提取次数可以提高得率,提取次数达到两次后,提取已较为充分,得率可达到总产率的 97.41%。

表 1 提取次数对油树脂干基得率的影响

Tab. 1 Effect of extraction times on yield of zanthoxylum oil

提取次数	每次提取的干基得率/%	每次提取占总得率的百分数/%
1	32.50	88.58
2	3.24	8.83
3	0.95	2.59

3 结 语

1)乙醇提取花椒油树脂最佳实验室条件为:原料粒度过 60 目筛,乙醇体积分数 55%,提取温度 60 °C,固液质量体积比 1 g : 12 mL,提取时间选定 60 min,在提取次数为一次的情况下,花椒油树脂干基得率可达 32.50%。

2)对于乙醇提取花椒油树脂,提取两次就可达到较好效果,其得率占总得率的 97.41%。

参考文献 (References):

[1] 郑凤荣,姜晓坤. 香辛料的加工与应用研究[J]. 吉林特产高等专科学校学报,2004,13(4):113-115.
ZHENG Feng-rong,JIANG Xiao-kun. Research on processing and application of spices[J]. Journal of Jilin Local Specialty Colleg,2004,13(4):113-115. (in Chinese)

[2] 吴素蕊,阚健全,刘春芬. 花椒的活性成分与应用研究[J]. 中国食品添加剂,2004,(2):75-79.
WU Su-rui, KAN Jian-quan, LIU Chun-fen. Research on the bioactivity constituents and application[J]. China Food Additives, 2004,(2):75-79. (in Chinese)

[3] 马正飞,殷翔. 数学计算方法与软件的工程应用[M]. 北京:化学工业出版社,2002.

[4] 刘雄,阚健全,陈宗道. 辛香料油树脂的提取与分析技术[J]. 中国调味品,2002,(10):3-7.
LIU Xiong, KAN Jian-quan, CHEN Zong-da. The extraction and analysis of spice oleoresin[J]. China Condiment, 2002,(10):3-7. (in Chinese)

(责任编辑:朱明)