

文章编号: 100226819(2001)0320107204

# 生姜精深加工的研究

陈燕, 闫红, 蔡同一, 葛毅强

(中国农业大学西区食品学院, 北京 100094)

**摘要:** 系统研究了我国传统香料植物——生姜的精深加工与利用。采用超临界 CO<sub>2</sub> 流体技术萃取姜油树脂, 研究了姜油树脂的物理性质、化学组成及生理活性成分。应用喷雾干燥技术对其进行微胶囊化处理, 确定了最佳的工艺条件, 并对微胶囊产品进行了质量评定。

**关键词:** 姜油树脂; 超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取; 微胶囊化

**中图分类号:** S377 **文献标识码:** A

食用香料植物的开发利用在农业和食品工业中占有重要的地位。天然植物作赋香原料, 不仅符合人们追求食品安全可靠、口味独特的目标, 而且增强了食品的抗腐败和抗氧化性, 甚至有药效食品的作用。特别是超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取技术(SFE)产业化应用于提取天然香料, 克服了水汽蒸馏与有机溶剂提取等传统生产工艺的弊端, 可得到高品质的新鲜、浓郁而逼真的天然绿色产品, 代表着未来香料行业的发展方向<sup>[1]</sup>。微胶囊技术(ME)的采用则使该类产品的应用更加深入、广泛和便宜。本文针对我国天然香料植物资源丰富, 开发利用程度低的现状, 结合超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取技术、微胶囊化技术等现代高新技术, 研究了具代表性的传统的药食兼用植物生姜的精深加工与利用, 对产品的组成、内在质量及利用形式做了较为系统的研究, 以期在开发新型香辛调味料的同时, 为建立相应的产品质量控制标准提供参考。

## 1 实验材料与方法

### 1.1 实验材料

莱芜生姜。

### 1.2 仪器设备

多切机; 远红外干燥设备; 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取装置(HA 121250202 型), 江苏南通产; 阿贝折光仪; 旋光仪; 比重瓶; Clenvenger 型精油测定器; 美国 waters HPLC 系统(光电二极管阵列紫外检测器); 瑞典 TECA TOR SOXTEC HT 1043 系统脂肪提取

仪; 日本导津 GC27 A G 气相色谱; JHG 型均质机; 瑞典BUCHI 190 微型喷雾干燥机; XSS 型光学显微镜。

### 1.3 主要试剂

液体 CO<sub>2</sub>(> 99.5%), 无水乙醇(A. R.), 无水乙醚(A. R.), 石油醚(A. R.), 香草醛(A. R.)、辣椒碱(Sigma)。

### 1.4 方法

#### 1.4.1 姜油树脂的超临界 CO<sub>2</sub> 萃取<sup>[2-3]</sup>

鲜姜选别、洗净、切片 → 远红外干燥<sup><40℃, 3h</sup> → 姜粉(含水量 < 13%) → 过筛分级(粒径分别为 2 mm、1 mm、0.45~0.9 mm、0.45 mm) → 姜油树脂的超临界 CO<sub>2</sub> 萃取装置提取。

#### 1.4.2 SFE 姜油树脂物理性状的测定<sup>[4]</sup>

阿贝折光仪测定折光率; 旋光仪测定旋光性; 比重瓶法测定相对密度。

#### 1.4.3 基本化学组成及含量测定

(1) 水汽蒸馏法测定挥发精油的含量<sup>[4]</sup>。

(2) Folin2酚法测定姜辣素总含量<sup>[5]</sup>: 以香草醛作标样。

(3) 改进的 HPLC 方法测定姜辣素组成<sup>[6]</sup>: 以辣椒碱作外标, 分析条件为 Supelco Park, Discovery C<sub>18</sub> 柱, 5 μm, 250 × 4.6 mm, 检测波长 280 nm, 洗脱液: A 水, B 乙醇, 梯度线性洗脱: 0~10 min, 45%~50% B; 10~20 min, 50%~65% B; 20~40 min, 65%~100% B; 40~50 min, 100%~100% B; 50~52 min, 45% B, 流速 1 mL/min, 柱温 48℃。

(4) 全量提取回收法测定粗脂肪含量及相对含量<sup>[7]</sup>: 以乙醚作溶剂。

收稿日期: 2000212201

陈燕, 助理研究员, 博士生, 北京海淀区圆明园西路 2 号  
中国农业大学西区食品学院, 100094

(5) GC 分析脂肪酸组成<sup>[7]</sup>: 分析条件为柱温 180 , 进样口温度 260 , 载气 N<sub>2</sub> 流速为 40 mL/min, 10% DEGS 玻璃填充柱。

#### 1.4.4 姜油树脂喷雾干燥微胶囊化最佳工艺参数的确定

##### (1) 工艺流程<sup>[8]</sup>

壁材  $\xrightarrow[\text{加热、搅拌}]{\text{溶于水中}}$  加入一定比例的心材和乳化剂 (姜油树脂、TWEEN-80)  $\xrightarrow[\text{加热}]{\text{搅拌}}$  高压均质  
 $\rightarrow$  O/W 型乳液  $\rightarrow$  喷雾干燥微胶囊化  $\rightarrow$  微胶囊化产品  $\rightarrow$  包装。

##### (2) 最佳工艺参数的确定: 正交实验设计<sup>[9]</sup>

表 1 因素水平表 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)

水平	A 壁材类型	B 心材壁材比 (V <sub>心材</sub> /V <sub>壁材</sub> ) %	C 乳化温度 /°C	D 进料温度 /°C
1	阿拉伯胶	10	30	40
2	A2PH2BCD	20	50	50
3	糊精	30	70	60

$$\text{包结率}(\%) = \frac{\text{实际包结心材量}}{\text{投入心材量}} \times 100$$

#### 1.4.5 姜油树脂喷雾干燥微胶囊产品的质量评定<sup>[10]</sup>

##### (1) 溶剂提取法测定吸附率及心材含量:

$$\text{表面吸附率}(\%) = \frac{\text{包结物醚洗前后差量}}{\text{投入心材量}} \times 100;$$

$$\text{心材含量}(\%) = \frac{\text{投入心材量} - \text{包结物醚洗前后差量}}{\text{包结物干重}} \times 100;$$

##### (2) 显微镜法测定微胶囊尺寸大小;

(3) 溶化性<sup>[11]</sup>及溶解度的测定: 取一定量溶质, 逐滴加入溶剂水, 直至溶质完全溶解, 记溶质消耗量, 并换算成每 100 mL 溶剂水可溶解溶质的量, 即为溶解度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 物料前处理对 SFE 姜油树脂萃取率的影响

不少研究报道均表明, 运用超临界流体 CO<sub>2</sub> 萃取技术(SFE)时, 萃取温度、萃取压力、萃取时间是影响萃取率的重要参数, 本研究在前人研究报道和实践经验的基础上, 选择确定适宜的萃取温度、萃取压力、萃取时间分别为: 45 、22 MPa、3 h 作为工艺参数。除此之外, 在实践中我们发现, 物料的前处理方式包括干燥方式和物料粒径大小对萃取率的影响也不容忽视。本研究采用远红外技术进行干燥前处

理, 低于 40 °C 下干燥 2 h, 使水分降至 12.56%。该法干燥效率高, 温度低, 易保留姜油树脂中低沸点的萜类和热敏性组分。同时在优化的工艺条件下, 对物料粒径对姜油树脂萃取率的影响进行了研究, 结果(见表 2)表明, 姜粉粒径大小对姜油树脂萃取率的影响显著, 本实验条件下姜粉粒径大小在 1 mm 左右时为宜。这可能是由于粒径过大, 扩散过程缓慢, 萃取不完全, 而粒径过小, 又会造成 CO<sub>2</sub> 的短路现象, 使溶剂与溶质接触不完全。

表 2 物料大小(粒径)对姜油树脂萃取率的影响

Table 2 The effect of particle size on the yield of ginger oleoresins

粒径/mm	目数	姜油树脂得率/%
2	10	4.92
1	20	5.88
0.5+1	20+40	5.19
0.45-0.9	20-40	5.15
<0.45	>40	4.92

注: 0.5+1 指粒径 0.5 mm 与粒径 1 mm 的姜粉 1:1 混合。

### 2.2 SFE 姜油树脂的物理性状

采用超临界流体 CO<sub>2</sub> 工艺萃取得到的姜油树脂产品呈深琥珀色粘稠的液体。静置后产生沉淀。气味香辛甜蜜、浓郁扑鼻。口味辛辣, 温和而刺激。通常描述其物理性质的参数有折光率、旋光性和密度, 经检测分别为折光率 1.5066, 比旋光度 -23.77 和相对密度 0.9672。该结果与美国 EOA 对标准树脂的定义略有差异<sup>[12]</sup>, 与有关文献报道也不尽相同。这是由于迄今商品姜油树脂大多来自水汽蒸馏和有机溶剂提取调配而成。而提取方法不同, 产品组分、含量会大相径庭, 从而影响到其物理性质。

### 2.3 姜油树脂的基本组成成分的测定

对于生姜原料和有机溶剂制得的姜油树脂的基本组成现已较为清楚<sup>[13]</sup>, 但对于 SFE 姜油树脂基本组成分析的报道尚不多见。超临界 CO<sub>2</sub> 萃取的天然香料成分有别于有机溶剂提取的产品, 因此需要建立相应的质量控制标准。否则将会限制该类新产品的推广和利用。本研究对自制的 SFE 姜油树脂进行了主要组分的分析检测, 分别采用了简便、快速的 Folin 酚法测定姜油树脂中姜辣素(酚类物质)的粗含量, 采用改进的 HPLC 方法进一步分析了姜辣素中天然药理活性成分姜酚和姜烯酚的含量, 采用水汽蒸馏法提取, 测定挥发精油的含量后, 以索氏提取法测定了粗脂肪含量, 结果见表 3。

表 3 姜油树脂的基本组成含量的测定

Table 3 The basic principle constituents and their contents of SFE ginger oleoresins

	姜辣素	姜酚	姜烯酚	姜精油	粗脂肪
方法	Folin2酚法	HPLC	HPLC	水汽蒸馏	全量提取回收法
结果	31.20%	11.05%	2.79%	20.791 mg/100g	46.12%

由表 3 结果可知 SFE 姜油树脂基本由姜辣素、挥发性精油和粗脂肪组成。其中姜辣素与精油既是生姜的风味成分又起着诸多的疗效作用<sup>[14, 15]</sup>, 特别是姜酚与姜烯酚是姜辣素中天然存在的主要功能因子。因此姜辣素的含量及其测定对于姜产品的品质鉴定至关重要。本实验中利用姜辣素是酚类衍生物的特性, 采用 Folin2酚法粗测姜辣素含量, 基本能反映实际水平。此法简便易行, 但干扰因素多, 结果往往偏大。采用 HPLC 方法分离、测定姜辣素的组成和含量灵敏而精确, 但所需设备要求高, 实际操作中往往难以达到。本实验结果反映姜油树脂中姜辣素(酚类物质)总含量约为 31.2%, 其中天然功能成分姜酚和姜烯酚占 13.849%。此外, 表 3 还反映出粗脂肪在姜油树脂中占有较大比例, 这与 SFE 萃取条件有关, 也受测定方法影响。本实验用石油醚作萃取剂, 除各种甘油三酯外, 还有游离脂肪酸、色素、酮、醛等等也被抽提出来, 所以称之为粗脂肪。粗脂肪的含量与组成直接影响到姜油树脂的感官指标与物理特性, 其中的脂肪酸组成又关系到其营养特性。因此本实验采用气相色谱法进一步分析了脂肪酸的相对含量与组成, 结果见表 4。

表 4 姜油树脂中脂肪酸的构成与相对含量

Table 4 The constituents of fatty acid and their contents in SFE ginger oleoresins %

脂肪酸种类	棕榈酸	棕榈烯酸	硬脂酸	油酸	亚油酸	亚麻酸
相对含量	3.49	0.49	0.76	2.21	4.17	5.19

结果表明, 姜油树脂中脂肪酸含量较为丰富, 其中亚油酸、亚麻酸作为人体必需的脂肪酸含量较高, 这可能对姜油树脂的降血脂、抗氧化作用也有一定贡献。

### 2.4 姜油树脂喷雾干燥微胶囊化工艺参数的优化

普通的香辛料经微胶囊化处理后, 能大大提高其耐氧、光和热的能力, 从而提高香辛料的加工性能和稳定性, 延长贮存期。对于非水溶性囊心, 还可提高水溶性和分散性, 延缓挥发物质的挥发, 使留香更加持久。因此, 本研究采用喷雾干燥法对姜油树脂进

行微胶囊化包埋, 并利用正交试验设计, 研究了壁材、心材壁材比例、乳化温度和进料温度等因子对包埋率的影响, 以确定最佳的工艺参数组合。在进风温度 190 , 出风温度 130 条件下分别对调配好的姜油树脂乳化液进行喷雾干燥微胶囊化, 得到淡黄色略带香辛味、均匀细腻的姜油树脂微胶囊粉末, 分别测定、计算其包埋率, 并进行工艺参数的优化分析(见表 5、图 1)。结果表明: 试验中所选 4 个因子影响包埋率的主次顺序分别为: A (壁材类型) > B (心材壁材) > C (乳化温度) > D (进料温度); 最优工艺条件为 A1B2C1D1, 即阿拉伯胶作壁材, 添加 20% (v/v) 的姜油树脂作心材, 乳化温度 30 , 进料温度 40 。

表 5 姜油树脂喷雾干燥微胶囊化工艺参数优化的正交试验结果

Table 5 Orthogonal test of parameter optimization on the spray drying microencapsulation of ginger oleoresins

试验号	A 壁材类型	B 心材壁材	C 乳化温度	D 进料温度	试验方案	包埋率 %
1	1	1	1	1	A1B1C1D1	99.45
2	1	2	2	2	A1B2C2D2	95.81
3	1	3	3	3	A1B3C3D3	89.55
4	2	1	2	3	A2B1C2D3	85.93
5	2	2	3	1	A2B2C3D1	85.87
6	2	3	1	2	A2B3C1D2	78.70
7	3	1	3	2	A3B1C3D2	82.61
8	3	2	1	3	A3B2C1D3	92.14
9	3	3	2	1	A3B3C2D1	83.87

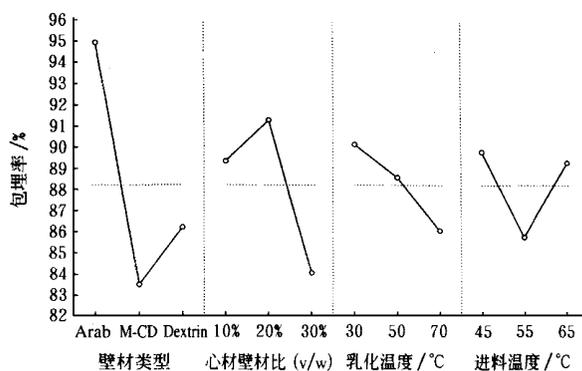


图 1 极差分析图

Fig 1 Chart of range analysis

### 2.5 姜油树脂微胶囊化产品的质量评定

对于微胶囊产品, 不同的壁材, 不同的心材以及不同的工艺条件制得的产品性能可能相差很大, 从而引起产品质量的不一致。因此有必要对微胶囊产品的质量进行评定。本研究分别选择了反映心材利用率的溶化性和溶解度, 决定食品品质的心材含量

及影响其贮存期和加工性能的微胶囊尺寸大小等几个重要指标,借鉴其他行业的检测方法,对姜油树脂微胶囊产品进行了质量检验。通过乙醚溶洗包结物表面吸附油测定,计算吸附率和实际心材含量分别为:4.17%和15.73%(W/W)。说明该工艺条件下微胶囊化过程中,姜油树脂的损失很小。光学显微镜100倍下观察微胶囊化的姜油树脂粉末为近球型,颗粒大小较为均匀一致,以测微尺计量,粒径大小都在8 $\mu$ m左右。该产品在水中能迅速溶化,溶解度达70%以上。说明对姜油树脂微胶囊化处理,确能大大改善姜油树脂的某些感官质量和综合加工性能。

### 3 结 论

1) 采用超临界CO<sub>2</sub>技术提取姜油树脂效率高,条件温和,无残留,产品的感官质量与内在品质均较高。远红外技术进行干燥前处理能有效保留其热敏性组分。萃取过程中,姜粉粒径大小对产率影响显著,以1mm左右为宜。

2) SFE姜油树脂的折光率1.5066,比旋光度-23.77,相对密度0.9672。其天然有效成分萃取完全。风味物质姜精油和姜辣素含量分别为20.79mg/100g和31.20%。姜辣素中天然活性成分姜酚和姜烯酚含量分别可达11.05%和2.79%。

3) 姜油树脂喷雾干燥微胶囊化的最优工艺条件为阿拉伯胶作壁材,添加20%(V/V)的姜油树脂作心材,乳化温度30℃,进料温度40℃。该条件下得到的微胶囊化姜油树脂粉末实际心材含量为15.73%(W/W),外型近球型,粒径大小在8 $\mu$ m左右,能迅速溶化于水。

#### [参 考 文 献]

- [1] 蔡建国,周永传等.超临界CO<sub>2</sub>萃取天然植物香料及商业化过程的研究[A].2000年中国香精香料学术研讨会论文集[C].
- [2] Kandiah M, Spiro M. Extraction of ginger rhizome: kinetic studies with supercritical carbon dioxide[J]. International Journal of Food Science & Technology, 1990, 25(3): 328~ 338
- [3] Yoshio Y, Ohinata H, Yoshida R, et al. Extraction of ginger flavor with liquid or supercritical carbon dioxide[J]. Journal of Supercritical Fluids. 1995, 8(2): 156~ 161.
- [4] 李泰森主译.食品化学药典第3版[M].甘肃省质量能源标准化信息中心出版,1987,10
- [5] 黄雪松.姜辣素的测定方法[J].中国调味品,1996,8
- [6] XianGuo He, et al. High performance liquid chromatography-electrospray mass spectrometric analysis of pungent constituents of ginger [J]. Journal of Chromatography A, 1998, 796: 327~ 334
- [7] 黄伟坤等.食品检验与分析[M].北京:轻工业出版社,1989
- [8] 林淑媛等.蒜、姜精油微胶囊在贮藏后之香味变化[J].中国农业化学会志,1992,30(4): 544~ 552
- [9] 白新桂.数据分析与试验优化设计[M].北京:清华大学出版社,1986
- [10] 高福成.现代食品工程高新技术[M].北京:中国轻工业出版社,1997.
- [11] 中华人民共和国药典[M].2000年版,二部.北京:化学工业出版社
- [12] E A Weiss. Essential oil crops[M]. Chapter 14 Zingiberaceae 539~ 567. Eaglemont, Vic, Australia, 1997.
- [13] J W Purseglove. Spices Volume 2, longman, London and New York, 1981.
- [14] 李素明等.干姜和生姜药理研究进展[J].中草药,1999,30(6): 471~ 473
- [15] 彭平健.生姜的药理研究和临床应用[J].中国中药杂志,1992,17(6): 370~ 373

## Study on Deep Processing and Utilization of Ginger

Chen Yan, Yan Hong, Cai Tongyi, Ge Yiqiang

(College of Food Science, China Agricultural University, Beijing 100094)

**Abstract:** The deep processing and utilization of Ginger (*Zingiber officinale* Roscoe), which is the traditional herb of China, were studied in this paper. Ginger oleoresins was extracted by supercritical CO<sub>2</sub> fluid technique, and its physical characteristics, chemical composition and functional components were analyzed and determined respectively. The spray drying microencapsulation technique was applied in ginger oleoresins, the optimum processing parameters were determined, and the microcapsule products were evaluated.

**Key words:** ginger oleoresins; supercritical fluid extraction; microencapsulation