

酶法提取大蒜油的工艺研究

崔钢^{1,2}, 裘爱泳^{1,*}, 胥传来¹

(1. 江南大学食品学院, 江苏 无锡 214036; 2. 盐城工学院科技处, 江苏 盐城 224003)

摘要: 分别研究了纤维素、半纤维素酶以及复合酶(纤维素和半纤维素酶)的作用温度、时间以及复合配比等因素对大蒜油提取率的影响, 确定了提取大蒜油的最佳工艺条件。结果表明, 加入 2.8mg 复合酶(纤维素酶、半纤维素酶的比例为 13:7), 45℃ 作用时间 2.5h, 大蒜油的提取率为 0.251%, 高于其它条件下大蒜素的提取率, 结果令人满意。

关键词: 纤维素酶; 半纤维素酶; 大蒜油

Study on Extraction Technology of Allicin Oil from Garlic with Enzyme

CUI Gang^{1,2}, QIU Ai-yong^{1,*}, XU Chuan-lai¹

(1. College of Food Science, Southern Yangtze University, Wuxi 214036, China;
2. Department of Science and Industry, Yancheng Institute of Technology, Yancheng 224003, China)

Abstract: According to the characteristics of the enzymatic reaction, a technology of using several enzymes to enhance the extraction of allicin oil from garlic was investigated in this article. Several factors, such as the kinds of enzyme, reaction time and temperature were studied to determine the optimum extraction conditions. The results indicated that 0.251% of allicin oil is obtained when 2.8 mg of cellulose enzyme and hemicellulose enzyme in a ratio of 13:7 are employed at 45℃ for 2.5h reaction time. The resultant extraction ratio is higher than that without any enzyme.

Key words: cellulose enzyme; hemicellulose enzyme; allicin oil

中图分类号: TQ028

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2006)07-0177-04

大蒜风味物质俗称大蒜精油(Allicin oil) 由于其药理上的多种用途^[1], 目前国际市场上销路极好, 产品供不应求。大蒜精油的产生是酶促反应的结果, 在提取过程中各种影响酶促反应的工艺参数均将影响大蒜油提取的速度与强度^[2]。Gregorio A^[3]等研究了大蒜油的合成和纯化方法, 但是方法繁琐, 不适合于工业生产使用。Staba E J^[4]等研究了大蒜中活性成分的提取工艺, 但目前生产上提取大蒜风味物质的工艺还存在着许多技术问题, 导致产品提取率较低, 只有 0.18%~0.2%, 生产费用及成本较高, 严重阻碍了大蒜精油的生产及其相应系列产品的开发研制^[5]。

本研究在纤维素酶和果胶酶的研究基础上, 考察了加入纤维素酶和半纤维素酶对提取大蒜油的影响, 探求蒸馏法提取大蒜风味物质的最佳工艺方法, 为实验生产中最大程度地提取大蒜风味物质提供技术依据。采用本工艺条件大蒜油提取率可达 0.251%, 显著高于无酶提取的得率 0.124%, 及加入纤维素酶的得率 0.231%, 结果令人

满意。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 仪器

水蒸汽蒸馏装置为自组装。LGJ-10 冷冻干燥机 北京四环科学仪器厂; HH-8 数显恒温水浴锅 江苏省金坛市荣华仪器制造有限公司; 恒温磁力搅拌器 上海司乐仪器厂; FZ102 微型植物粉碎机 天津市泰斯特仪器有限公司; AY220 电子分析天平 日本岛津公司。

1.1.2 试剂

纤维素酶 上海东风生化技术有限公司; 半纤维素酶 夏盛实业集团有限公司; 硝酸、氢氧化铵、硝酸银 上海焱晨化工实业有限公司 均为分析纯; 萘烷消泡剂 上海立奇化工助剂有限公司; 大蒜 本地市售。实验用水均为二次蒸馏水。

收稿日期: 2006-03-13

*通讯作者

作者简介: 崔钢(1964-), 男, 副研究员, 在职博士, 研究方向为油脂化工及蛋白质工程。

1.2 分析方法

1.2.1 原料处理

选择 50g 完整, 无霉烂、出芽的大蒜, 剥去大蒜鳞片并切片后, 于 -24℃ 预冻约 5~8h。将预冻后的大蒜迅速移入已预冷 30min 的冷冻干燥机和粉碎机中干燥、粉碎, 磨成粉末状待用。

1.2.2 酶存在下大蒜粉的浸泡

将大蒜粉试样加入 100ml 的蒸馏水中, 加入一定量的纤维素酶或半纤维素酶, 在恒温水浴锅中浸泡, 分别控制酶的加入量、作用时间和作用温度, 得到不同条件下的大蒜浸出液, 通过下述各步骤找出酶作用下大蒜油提取的最佳工艺条件。

1.2.3 蒸馏

将上述步骤所得的大蒜油浸出液移入 250ml 烧瓶中, 加入 20ml 乙醇和 1~2ml 萘烷消泡剂后, 连接装置, 在锥形瓶中加入 10ml 氢氧化铵, 使冷凝器下端浸没在氢氧化铵溶液中。加热烧瓶, 收取馏出液, 当吸取约 60ml 后, 停止蒸馏, 用水洗涤冷凝器, 将洗涤液收集到锥形瓶中。

1.2.4 含量分析

用硝酸中和锥形瓶中的馏出液至 pH 值至 7 ± 0.1 左右, 准确加入 20.00ml 硝酸银标准溶液, 在水浴中加热回流 1h。冷却, 过滤, 用热水洗涤沉淀 4 次, 收集滤液及洗涤液。在滤液及洗涤液中加入 5.00ml 硝酸和几滴硫酸铁铵指示液, 用 0.100mol/L 的硫氰酸铵标准溶液滴定至溶液呈淡棕红色保持 0.5min。

1.2.5 结果计算

以烯丙基硫化物的质量百分数表示脱水大蒜中挥发性有机硫化物的含量, 由以下公式给出。

$$X = [(20C_1 - V \times C_2) \times 0.057 \times 100] / m$$

式中:

X—脱水大蒜中挥发性有机硫化物的百分含量, %;

C_1 —硝酸银标准溶液的浓度, mol/L;

C_2 —硫氰酸铵标准溶液的浓度, mol/L;

V—硫氰酸铵标准溶液消耗的体积, ml;

0.057指 1.00ml 浓度为 1.000mol/L 的硝酸银标准溶液

相当的烯丙基硫化物的克数;

m—试样的质量, g。

2 结果与分析

2.1 纤维素酶对大蒜油提取得率的影响

通过单独加入纤维素酶对大蒜油提取得率的研究表明, 每 50g 原料添加 2.5mg 纤维素酶, 在温度 45℃ 下作用 2.5h, 大蒜素的提取率可达 0.231%。

2.2 半纤维素酶对大蒜油提取率的影响

基于大蒜素产生是酶促反应的结果, 而酶反应具有一定的专一性, 不同种类的酶对反应可能存在不同的促进作用。半纤维素酶也是植物细胞壁的重要组成部分, 在自然界中的含量仅次于纤维素, 利用半纤维素酶可将半纤维素等木质纤维性材料生物转化为单细胞蛋白、乙醇或其它有用物质^[6]。这种酶被广泛应用于食品和饲料工业中。因此在大蒜素提取的过程中添加半纤维素酶, 将有利于大蒜素的提取。

2.2.1 半纤维素酶用量的选择

酶作为正催化剂, 适量加入能加速反应的进行。实验中考察了单一半纤维素酶用量对大蒜素提取率的影响, 以确定半纤维素酶的最佳用量, 实验结果如表 1 示。

表 1 半纤维素酶用量对大蒜素提取率的影响
Table 1 Effects of amount of hemicellulase enzyme on extractive rate of alliin

半纤维素酶用量(mg)	滴定消耗硫氰酸铵(ml)	大蒜油提取率 X(%)
0	11.04	0.1730
0.5	9.55	0.1984
1.0	9.04	0.2116
1.5	8.87	0.2149
2.0	8.62	0.2197
2.5	8.43	0.2234
3.0	8.41	0.2237
3.5	8.45	0.2230

由表 1 可见, 随着酶用量的增加, 大蒜素的提取率在逐步提高, 当酶用量增大到 3.0mg 时提取率达到最大值, 再增大酶用量, 提取率不再提高, 保持在相似水平并稍有下降。因此, 最佳酶用量在 3.0mg 左右。

2.2.2 半纤维素酶作用温度的选择

酶属于生化制剂, 其稳定性和作用效果对温度非常敏感, 所以, 实验温度是一个极其重要的因素。选择 30~50℃ 为酶作用温度, 考察不同浸泡温度下一定量半纤维素酶对大蒜油提取率的影响, 结果如图 1 示。随着温度的升高大蒜油得率提高, 达到 45℃ 时最大, 50℃

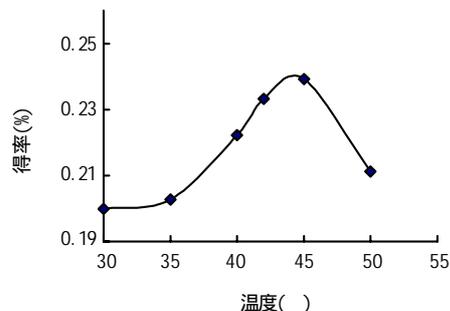


图 1 酶解温度对大蒜素提取率的影响
Fig. 1 Effects of enzymatic temperature on extractive rate of alliin

时大蒜油提取率大大降低。故实验中采用 45 为提取的最佳温度。

2.2.3 半纤维素酶作用时间的影响

实验中考察了不同浸泡时间条件下一定量的半纤维素酶对大蒜油提取率的影响, 在实验中分别探讨了在设计 0.5、1、1.5、2、2.5 和 3h 下的最佳作用时间, 实验结果如表 2。

表 2 半纤维素酶作用时间对大蒜素提取率的影响
Table 2 Effects of function time of hemicellulase enzyme on extractive rate of alliin

半纤维素酶作用时间(h)	滴定消耗硫氰酸铵(ml)	大蒜油提取率 X(%)
0.5	9.47	0.2033
1	9.20	0.2085
1.5	8.75	0.2172
2.0	8.28	0.2263
2.5	8.02	0.2313
3.0	8.15	0.2288

从表 2 可以明显看出, 在大蒜粉中加入半纤维素酶的情况下, 随着半纤维素酶作用时间的延长, 大蒜素的提取率逐步提高, 在 2.5h 达到峰值, 继续延长时间, 大蒜素的提取率反而下降。所以单因素实验可以确定半纤维素酶的最佳作用时间为 2.5h 左右。

2.3 纤维素酶与半纤维素酶联合使用条件的确定

由单因素分析可知纤维素酶、半纤维素酶有相近的作用时间、作用温度, 而且在相同酶用量的条件下, 大蒜素的提取得率提高趋势也相近。所以在纤维素酶、半纤维素酶综合作用的实验中, 可以在相同作用时间、作用温度下进行, 以便于确定其它影响因素。

2.3.1 纤维素酶与半纤维素酶最佳配比的选择

纤维素酶和半纤维素酶是植物细胞壁的重要组成成分, 所以在实验设计中, 应充分考虑到在大蒜中纤维素酶与半纤维素酶的配比以便选择两种酶的不同用量。由于两种酶有相近的最佳作用温度和作用时间, 实验中在大蒜粉放入盛有 100ml 预热至 45 的蒸馏水的烧瓶中, 按照不同比例加入纤维素酶和半纤维素酶, 控制两种酶的总量为 2.5mg, 浸泡 2.5h, 考察不同纤维素酶、半纤维素酶配比对大蒜素提取率的影响, 实验结果见表 3。

表 3 纤维素酶与半纤维素酶配比对大蒜素提取得率的影响
Table 3 Effects of proportions of cellulose enzyme and hemicellulase enzyme on extractive rate of alliin

纤维素酶与半纤维素酶比例	滴定消耗硫氰酸铵(ml)	大蒜油提取率 X(%)
1:2	9.04	0.2116
2:3	8.56	0.2209
1:1	7.89	0.2355
3:2	7.12	0.2487
2:1	8.43	0.2234

由表可见, 随着纤维素酶和半纤维素酶复合配比的增大, 大蒜素的提取率逐步提高, 当纤维素酶、半纤维素酶的比例为 3:2 时, 大蒜素的提取率最高, 达到 0.2487%, 随着两种酶比例的继续增大, 大蒜素提取率反而有所下降。

2.3.2 正交试验方案的确定

在对纤维素酶、半纤维素酶单因素影响大蒜素提取率研究的基础上, 采用 $L_9(3^3)$ 正交试验, 对影响大蒜素提取率的酶用量、酶作用时间和两种酶的不同比例进行综合分析, 试验方案和实验结果分别如表 4、5 示。

表 4 纤维素酶与半纤维素酶综合控制正交试验方案
Table 4 Orthogonal experiment of combination control of cellulose enzyme and hemicellulase enzyme

因素	水平		
	1	2	3
A 纤维素酶、半纤维素酶比例	11:9	12:8	13:7
B 酶用量(mg)	2.3	2.5	2.8
C 酶作用时间(h)	2.5	2.7	3.0

表 5 正交试验因素水平及结果分析
Table 5 Analysis of results and factors of orthogonal experiment

试验号	因素水平			滴定 (ml)	提取率 X (%)
	酶的比例	酶用量(mg)	酶解时间(h)		
1	1	1	1	7.69	0.2377
2	1	2	2	7.83	0.2350
3	1	3	3	7.55	0.2404
4	2	1	2	7.21	0.2469
5	2	2	3	7.18	0.2468
6	2	3	1	7.04	0.2502
7	3	1	3	7.19	0.2473
8	3	2	1	7.10	0.2490
9	3	3	2	7.08	0.2494
k_1	0.2377	0.2440	0.2456		
k_2	0.2482	0.2438	0.2438		
k_3	0.2486	0.2467	0.2450		
R	0.0323	0.0084	0.0055		

由极差分析可知, 影响大蒜油提取率的最主要因素是纤维素酶、半纤维素酶的比例, 其次是酶的用量, 影响最小的是酶的作用时间; 最佳提取条件是 $A_3B_3C_1$, 即纤维素酶、半纤维素酶的比例为 13:7, 两种酶的用量为 2.8mg, 作用时间为 2.5h, 在此条件下通过实验测得大蒜油的提取率为 0.251%, 结果高于其它条件下大蒜油的提取率。

3 结论

采用纤维素酶和半纤维素酶为催化剂, 提取大蒜中的生物活性成分—大蒜油, 实验结果表明, 采用酶综合调控技术可以较程度的提高大蒜油的提取率。在半纤维素酶作为单一催化剂时, 最佳的大蒜油提取工艺条

乳酸亚铁微胶囊化及对液态奶感官性状影响研究

罗爱平, 赵贤焜, 朱秋劲
(贵州大学生命科学学院, 贵州 贵阳 550025)

摘要:以 α -环状糊精、明胶、单甘酯、蔗糖脂肪酸酯为壁材而制成的乳酸亚铁微胶囊, 可作为液态奶的铁强化剂。试验采用 $L_9(3)^4$ 正交设计, 结果表明: 乳酸亚铁微胶囊化的最佳配方为 α -环状糊精 86.4%、单甘酯 1.0%、明胶 10.8%、蔗糖脂肪酸酯 1.2%, 对乳酸亚铁的包埋效果最好。包埋率、有效铁相对含量分别为 96.05%、10.33%, 差异显著 ($p < 0.05$), 对液态奶的感官性状无影响。

关键词: 微胶囊; 乳酸亚铁; 正交设计; 包埋率; 液态奶

Study on Technology of Micro-capsulation of Ferrous Lactate and Its Influence on Sensory Characteristics of Milk

LUO Ai-ping, ZHAO Xi-an-kun, ZHU Qi-u-jing
(College of Life Science, Gui Zhou University, Gui yang 550025, China)

Abstract: Micro-capsule of ferrous lactate made up of wall materials as α -cyclodextrin (α -CD), monostearate, edible gelatin and sucrose fatty acid ester can be used as the fortified iron agent for liquid milk. The experiment was carried out with $L_9(3)^4$ orthogonal design. The findings indicated that the optimal conditions for the micro-capsulation of ferrous lactate are: α -CD 86.4%, monostearate 1.0%, edible gelatin 10.8% and sucrose fatty acid ester 1.2%. Capsulating the ferrous lactate, the embedding rate of ferrous lactate and the available ferrous content attained are 96.05%, 10.33% respectively and have a significant statistical effect ($p < 0.05$). It shows a protective effect to sensory characteristics of milk fortified with the capsulated ferrous lactate.

Key words: micro-capsule; ferrous lactate; orthogonal design; embedding rate; liquid milk

收稿日期: 2005-08-19

基金项目: 国家科技部攻关项目(2002BA901A18)

作者简介: 罗爱平(1958-), 女, 教授, 研究方向为畜产食品学。

件为: 酶用量 3.0 mg, 酶作用温度 45℃, 酶作用时间 2.5 h, 大蒜油的提取率可达到 0.224%。

通过纤维素酶和半纤维素酶协同作用的正交试验, 可以看出, 纤维素酶和半纤维素酶的总用量为 2.8 mg、最佳比例为 13:7、作用时间为 2h 的条件下, 大蒜中的大蒜油的提取率约为 0.251%, 而在现行生产中大蒜素的提取率一般为 0.18%~0.2%, 在此确定的工艺条件下, 大蒜油的提取率明显高于现行生产中的提取率。

参考文献:

[1] 曹庆穗, 徐为民, 严建民, 等. 大蒜的功能成分及其保健功效[J]. 江

苏农业科学, 2004, (6): 134-136.

[2] 乔旭光, 张振华, 韩雅珊. 蒜氨酸酶动力学特性的研究[J]. 山东农业大学学报, 1999, 30(1): 4.

[3] Gregorio Cruz-Villalón. Synthesis of allicin and purification by solid-phase extraction[J]. Analytical Biochemistry, 2001, 290: 376-378.

[4] E John Staba, Lisa Lash, Joyce E Staba. A commentary on the effects of garlic extract and formulation on product composition[J]. J Nutr, 2001, 131: 1118-1119.

[5] 陈功, 王莉. 大蒜贮藏与深加工技术[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2003.

[6] 刘同军, 张玉臻. 半纤维素酶的应用进展[J]. 食品与发酵工业, 1998, 24(6): 58-61.