



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103849468 A

(43) 申请公布日 2014.06.11

(21) 申请号 201410089310.5

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2014.03.12

C11B 9/02 (2006.01)

(71) 申请人 青海清华博众生物技术有限公司

地址 810016 青海省西宁市青海生物科技产业园经三路3号

申请人 海东国青博众生物技术有限公司  
青海青美生物资源研究开发有限公司

(72) 发明人 董轲 龚晨 贺荣兴 张金魁

索文敏 薛鑫 杜兴 黄国英

(74) 专利代理机构 西宁金语专利代理事务所

63101

代理人 哈庆华

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种大蒜精油提取方法

(57) 摘要

本发明涉及食品技术领域,具体地说是涉及一种大蒜精油的提取方法。本发明一种大蒜精油提取方法包括如下步骤:1)原料处理步骤;2)第一次萃取即液液萃取步骤得大蒜粗油即粗品1;3)二次萃取即亚临界萃取步骤得粗品2和得粗品3;4)大蒜精油微粒制备步骤通过采用气体饱和和溶液微粒技术将油状大蒜精油制备成大蒜精油微粒,即得大蒜精油成品。本发明的优点:1、本发明方法采用2次萃取,大大提高了粗品的大蒜精油含量。2、第二次萃取为亚临界萃取但效率有明显提高5倍以上。3、亚临界萃取利用PGSS技术,很好地解决了萃取剂残留的问题,并且去除了大蒜精油中的辣臭气味,大大提高了产品的纯度与质量。

1. 一种大蒜精油提取方法,其特征在于所述的方法包括如下步骤:

1) 原料处理步骤

a、选料:选取成熟、干燥、无虫蛀、无霉烂的蒜头,去蒂、分瓣剥内衣,用清水漂洗,除去杂质及不合要求的蒜粒;

b、破碎与酶解:通过粉碎机把蒜粒破碎并加工成糊状,再按照 1:3 的比例将糊状原料与水置于均质搅拌机内在 35℃ 下混合 1 小时,能有效提高大蒜素生成;

2) 第一次萃取即液液萃取步骤

a、预处理:将蒜泥加温发酵,在 50℃ ~ 55℃ 密闭容器中发酵 2 小时,出油率可达到 0.45% ~ 0.48%;

b、超声波辅助提取粗品:每 100g 大蒜泥中加入 500ml 提取剂,提取温度 90℃,提取时间为 2.5 小时, pH=6.5, 得大蒜粗油即粗品 1;

3) 二次萃取即亚临界萃取步骤

a、冻干、过筛:将粗品 1 进行冻干处理,冻干技术条件为真空,温度为 -18℃ 以下,时间为至少 12 小时,过 80 ~ 100 目筛,得粗品 2;

b、亚临界萃取:将粗品 2 加入亚临界萃取设备中,进行萃取,工艺条件为萃取压力 7 - 10Mpa,萃取温度为 30℃ ~ 40℃,萃取剂为乙醚,得粗品 3;

4) 大蒜精油微粒制备步骤

a、利用 PGSS 将超临界二氧化碳液体喷嘴膨胀形成精细的固体颗粒或液滴;

b、通过采用气体饱和和溶液微粒技术将油状大蒜精油制备成大蒜精油微粒,即得大蒜精油成品。

2. 根据权利要求 1 所述的大蒜精油提取方法,其特征在于:所述的提取剂为 95% 的乙醇。

## 一种大蒜精油提取方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及食品技术领域,具体地说是涉及一种大蒜精油的提取方法。

### 背景技术

[0002] 大蒜的生物活性成分是蒜精油(益蒜素),仅占大蒜成分的 0.2% 左右。蒜精油含有 140 多种极其珍贵的天然物质,其成分总体可分为两大类,一类是挥发性成分(又称大蒜油),包括 40 多种硫醚化合物;一类是非挥发性成分,包括 100 多种酯类、微量元素、矿物质以及各种氨基酸等。正是这些复杂而又优异的成分赋予大蒜精油软胶囊出色的功能。

[0003] 大蒜精油<sup>[1]</sup>是多组分混合物,由大蒜辣素( $C_6H_{10}OS_2$ )、大蒜新素( $C_6H_{10}O_2S$ )及多种烯丙基和甲基组成的硫醚化合物组成: $(CH_2=CHCH_2)_2S$ 、 $(CH_2CHCH_2)_2S_2$ 、 $(CH_2=CHCH_2)_2S_3$ 、 $(CH_3)_2S$ 、 $(CH_3CH_2)_2S_2$ 、 $(CH_3)_2S_3$ 、 $CH_2=CHCH_2SCH_3$ 、 $CH_3CH_2CH_2S_2CH_3$ 、 $CH_2=CHCH_2S_3CH_3$ ,还含有柠檬醛(Citral)、牛龙牛儿醇(Geraniol)、芳樟醇(Linalool)、 $\alpha$ -水芹烯(Phellandrene)、丙醛、戊醛等(鲁信元,2002)。其中主要成分有 6 种,均属烯丙基硫醚类物质,为烯丙基甲基硫醚、二烯丙基硫醚、烯丙基甲基二硫醚、二烯丙基二硫醚、烯丙基甲基三硫醚、二烯丙基三硫醚,二烯丙基三硫醚(diallyl trisulfide)是大蒜精油具有生理活性的主要成分。颜色为淡黄色或棕红色液体;浓烈的大蒜气味;密度 1.050-1.095;折光率 1.550-1.580;溶于大多数非挥发性油,部分溶于乙醇不溶于水、甘油、丙二醇等;化学稳定性 强酸、强氧化剂和紫外灯可引起变质。随着对大蒜精油及其功能成分认识的不断加深以及现代加工技术的广泛应用,大蒜精油的开发利用也在不断的深入,其应用领域和行业也将不断扩展。

### 发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题是针对现有技术存在的不足,提供一种可提高大蒜精油得率且可去除现有技术提取大蒜精油中辣臭气味的大蒜精油提取方法。

[0005] 本发明一种大蒜精油提取方法通过下述技术方案予以实现:一种大蒜精油提取方法包括如下步骤:

#### 1) 原料处理步骤

a、选料:选取成熟、干燥、无虫蛀、无霉烂的蒜头,去蒂、分瓣剥内衣,用清水漂洗,除去杂质及不合要求的蒜粒;

b、破碎与酶解:通过粉碎机把蒜粒破碎并加工成糊状,再按照 1:3 的比例将糊状原料与水置于均质搅拌机内在 35℃ 下混合 1 小时,能有效提高大蒜素生成;

#### 2) 第一次萃取即液液萃取步骤

a、预处理:将蒜泥加温发酵,在 50℃~55℃ 密闭容器中发酵 2 小时,出油率可达到 0.45%~0.48%;

b、超声波辅助提取粗品:每 100g 大蒜泥中加入 500ml 提取剂,提取温度 90℃,提取时间为 2.5 小时,pH=6.5,得大蒜粗油即粗品 1;

#### 3) 二次萃取即亚临界萃取步骤

a、冻干、过筛：将粗品 1 进行冻干处理，冻干技术条件为真空，温度为  $-18^{\circ}\text{C}$  以下，时间为至少 12 小时，过 80 ~ 100 目筛，得粗品 2；

b、亚临界萃取：将粗品 2 加入亚临界萃取设备中，进行萃取，工艺条件为萃取压力 7 - 10Mpa，萃取温度为  $30^{\circ}\text{C} \sim 40^{\circ}\text{C}$ ，萃取剂为乙醚，得粗品 3；

#### 4) 大蒜精油微粒制备步骤

a、利用 PGSS (particles from Gas Saturated Solutions) 将超临界二氧化碳液体喷嘴膨胀形成精细的固体颗粒或液滴；

b、通过采用气体饱和和溶液微粒技术将油状大蒜精油制备成大蒜精油微粒，即得大蒜精油成品。

[0006] 本发明一种大蒜精油提取方法与现有技术相比较有如下有益效果：本发明大蒜精油提取过程中先将大蒜粒破碎并加工成糊状与水混合，将有效提高大蒜素的生成；将大蒜泥加温发酵是蒜油生产工艺的关键环节之一，出油率可达到 0.45% ~ 0.48%；本发明方法结合超声波产生的强烈震动、高的加速度、强烈的空化效应和搅拌作用，可以加速有效成分进入溶剂，并且避免了高温对提取成分的影响。利用超声波来辅助溶剂法萃取大蒜油，提取效果好，最后得率达到 0.3%。本发明方法采用气体饱和和溶液微粒技术将油状大蒜精油制备成大蒜精油微粒，不但很好的去除了大蒜辣臭气味，又同时增加其水溶性并降低高温下的挥发问题。

[0007] 本发明一种大蒜精油提取方法的优点：1、本发明方法采用 2 次萃取：第一次为传统的液相萃取，成本低，但效率较低；第二次运用超声波作为辅助提取法，大大提高了粗品的大蒜精油含量，为下一步提取工艺做准备。2、第二次萃取为亚临界萃取，相对于二氧化碳超临界萃取，亚临界萃取的成本大大降低，但效率有明显提高，提高 5 倍以上。3、亚临界萃取与二氧化碳超临界萃取相比的一大不足就是萃取剂的残留，本发明利用 PGSS 技术，很好地解决了萃取剂残留的问题，并且去除了大蒜精油中的辣臭气味，大大提高了产品的纯度与质量。

### 具体实施方式

[0008] 下面结合实施例对本发明一种大蒜精油提取方法技术方案作进一步描述。

[0009] 本发明一种大蒜精油提取方法包括如下步骤：

#### 1) 原料处理步骤

a、选料：选取成熟、干燥、无虫蛀、无霉烂的蒜头，去蒂、分瓣剥内衣，用清水漂洗，除去杂质及不合要求的蒜粒；

b、破碎与酶解：通过粉碎机把蒜粒破碎并加工成糊状，再按照 1 : 3 的比例将糊状原料与水置于均质搅拌机内在  $35^{\circ}\text{C}$  下混合 1 小时，能有效提高大蒜素生成；

#### 2) 第一次萃取即液液萃取步骤

a、预处理：将蒜泥加温发酵，在  $50^{\circ}\text{C} \sim 55^{\circ}\text{C}$  密闭容器中发酵 2 小时，出油率可达到 0.45% ~ 0.48%；

b、超声波辅助提取粗品：每 100g 大蒜泥中加入 500ml 提取剂，所述的提取剂为 95% 的乙醇；提取温度  $90^{\circ}\text{C}$ ，提取时间为 2.5 小时， $\text{pH}=6.5$ ，得大蒜粗油即粗品 1；

#### 3) 二次萃取即亚临界萃取步骤

a、冻干、过筛：将粗品 1 进行冻干处理，冻干技术条件为真空，温度为  $-18^{\circ}\text{C}$  以下，时间为至少 12 小时，过 80 ~ 100 目筛，得粗品 2；

b、亚临界萃取：将粗品 2 加入亚临界萃取设备中，进行萃取，工艺条件为萃取压力 7 ~ 10Mpa，萃取温度为  $30^{\circ}\text{C}$  ~  $40^{\circ}\text{C}$ ，萃取剂为乙醚，得粗品 3；

#### 4) 大蒜精油微粒制备步骤

a、利用 PGSS (particles from Gas Saturated Solutions) 将超临界二氧化碳液体喷嘴膨胀形成精细的固体颗粒或液滴；

b、通过采用气体饱和和溶液微粒技术将油状大蒜精油制备成大蒜精油微粒，即得大蒜精油成品。

[0010] 实施例 1。

[0011] 本发明一种大蒜精油提取方法包括如下步骤：

#### 1) 原料处理步骤

a、选料：选取成熟、干燥、无虫蛀、无霉烂的蒜头，去蒂、分瓣剥内衣，用清水漂洗，除去杂质及不合要求的蒜粒；

b、破碎与酶解：通过粉碎机把蒜粒破碎并加工成糊状，再按照 1 : 3 的比例将糊状原料与水置于均质搅拌机内在  $35^{\circ}\text{C}$  下混合 1 小时，能有效提高大蒜素生成；

#### 2) 第一次萃取即液液萃取步骤

a、预处理：将蒜泥加温发酵，在  $50^{\circ}\text{C}$  密闭容器中发酵 2 小时，出油率可达到 0.45%；

b、超声波辅助提取粗品：每 100g 大蒜泥中加入 500ml 提取剂，所述的提取剂为 95% 的乙醇；提取温度  $90^{\circ}\text{C}$ ，提取时间为 2.5 小时， $\text{pH}=6.5$ ，得大蒜粗油即粗品 1；

#### 3) 二次萃取即亚临界萃取步骤

a、冻干、过筛：将粗品 1 进行冻干处理，冻干技术条件为真空，温度为  $-18^{\circ}\text{C}$  以下，时间为至少 12 小时，过 80 目筛，得粗品 2；

b、亚临界萃取：将粗品 2 加入亚临界萃取设备中，进行萃取，工艺条件为萃取压力 7Mpa，萃取温度为  $30^{\circ}\text{C}$ ，萃取剂为乙醚，得粗品 3；

#### 4) 大蒜精油微粒制备步骤

a、利用 PGSS (particles from Gas Saturated Solutions) 将超临界二氧化碳液体喷嘴膨胀形成精细的固体颗粒或液滴；

b、通过采用气体饱和和溶液微粒技术将油状大蒜精油制备成大蒜精油微粒，即得大蒜精油成品。

[0012] 实施例 2。

[0013] 本发明一种大蒜精油提取方法包括如下步骤：

#### 1) 原料处理步骤

a、选料：选取成熟、干燥、无虫蛀、无霉烂的蒜头，去蒂、分瓣剥内衣，用清水漂洗，除去杂质及不合要求的蒜粒；

b、破碎与酶解：通过粉碎机把蒜粒破碎并加工成糊状，再按照 1 : 3 的比例将糊状原料与水置于均质搅拌机内在  $35^{\circ}\text{C}$  下混合 1 小时，能有效提高大蒜素生成；

#### 2) 第一次萃取即液液萃取步骤

a、预处理：将蒜泥加温发酵，在  $53^{\circ}\text{C}$  密闭容器中发酵 2 小时，出油率可达到 0.45% ~

0.48% ;

b、超声波辅助提取粗品 :每 100g 大蒜泥中加入 500ml 提取剂,所述的提取剂为 95% 的乙醇 ;提取温度 90℃,提取时间为 2.5 小时, pH=6.5,得大蒜粗油即粗品 1 ;

3) 二次萃取即亚临界萃取步骤

a、冻干、过筛 :将粗品 1 进行冻干处理,冻干技术条件为真空,温度为 -18℃ 以下,时间为至少 12 小时,过 90 目筛,得粗品 2 ;

b、亚临界萃取 :将粗品 2 加入亚临界萃取设备中,进行萃取,工艺条件为萃取压力 9Mpa,萃取温度为 35℃,萃取剂为乙醚,得粗品 3 ;

4) 大蒜精油微粒制备步骤

a、利用 PGSS (particles from Gas Saturated Solutions)将超临界二氧化碳液体喷嘴膨胀形成精细的固体颗粒或液滴 ;

b、通过采用气体饱和和溶液微粒技术将油状大蒜精油制备成大蒜精油微粒,即得大蒜精油成品。

[0014] 实施例 3。

[0015] 本发明一种大蒜精油提取方法包括如下步骤 :

1) 原料处理步骤

a、选料 :选取成熟、干燥、无虫蛀、无霉烂的蒜头,去蒂、分瓣剥内衣,用清水漂洗,除去杂质及不合要求的蒜粒 ;

b、破碎与酶解 :通过粉碎机把蒜粒破碎并加工成糊状,再按照 1 :3 的比例将糊状原料与水置于均质搅拌机内在 35℃ 下混合 1 小时,能有效提高大蒜素生成 ;

2) 第一次萃取即液液萃取步骤

a、预处理 :将蒜泥加温发酵,在 55℃ 密闭容器中发酵 2 小时,出油率可达到 0.48% ;

b、超声波辅助提取粗品 :每 100g 大蒜泥中加入 500ml 提取剂,所述的提取剂为 95% 的乙醇 ;提取温度 90℃,提取时间为 2.5 小时, pH=6.5,得大蒜粗油即粗品 1 ;

3) 二次萃取即亚临界萃取步骤

a、冻干、过筛 :将粗品 1 进行冻干处理,冻干技术条件为真空,温度为 -18℃ 以下,时间为至少 12 小时,过 80 ~ 100 目筛,得粗品 2 ;

b、亚临界萃取 :将粗品 2 加入亚临界萃取设备中,进行萃取,工艺条件为萃取压力 10Mpa,萃取温度为 40℃,萃取剂为乙醚,得粗品 3 ;

4) 大蒜精油微粒制备步骤

a、利用 PGSS (particles from Gas Saturated Solutions)将超临界二氧化碳液体喷嘴膨胀形成精细的固体颗粒或液滴 ;

b、通过采用气体饱和和溶液微粒技术将油状大蒜精油制备成大蒜精油微粒,即得大蒜精油成品。