

微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂研究

李英妹¹ 黄群¹ 麻成金¹ 黄诚¹ 马美湖^{1,2}

(1. 吉首大学食品科学研究所 湖南吉首 416000 2. 湖南农业大学食品科技学院 长沙 410128)

摘要: 研究相关因素, 如萃取液 pH 值、料液比、微波辐射功率与时间等, 对微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂效果的影响。以鹌鹑蛋黄为原料, 95% 无水乙醇为萃取剂, 在单因素水平试验的基础上进行正交试验, 优化微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂最佳工艺条件: 95% 乙醇的 pH 值 8.5, 料液比 1:4, 辐射功率 650W, 辐射时间 40s。

关键词: 鹌鹑蛋黄; 卵磷脂; 微波; 萃取; 工艺条件

Abstract: Such factors as extraction solvent pH value, the ratio of material to extraction solvent, microwave radiation power and time are studied in the extraction of lecithin from Quail's egg yolk with microwave. Using Quail's egg yolk as material and 95% absolute ethyl alcohol as extraction solvent, the orthogonal experiment was made on the basis of signal factor experiments to optimize the lecithin extraction technology from Quail's egg yolk with microwave. The result showed that the optimum technology was: extraction solvent pH value 8.5, the ratio of material to extraction solvent 1:4, radiating 40s at 650W.

Keywords: Quail's egg yolk, lecithin, microwave, extraction, technology condition

鹌鹑蛋营养丰富, 味美鲜嫩, 不仅富含人体所需的优质蛋白质, 而且是维生素 A、B₂、B₆、D 的丰富来源^[1]。蛋黄卵磷脂是天然乳化剂和营养品, 具有重要的生理功能和独特乳化性能, 已在食品、医药、保健品等工业上得到广泛应用^[2,3,4], 对人而言蛋黄卵磷脂更容易被人所接受, 且有更高的生物效价^[5]。

鹌鹑产蛋量高, 被誉为“产蛋机器”, 但在我国鹌鹑蛋大多以直接蒸煮烹调使用为主, 仅有少

量五香鹌鹑蛋罐头和鹌鹑皮蛋等加工产品, 缺乏对鹌鹑尤其是鹌鹑蛋黄的深度开发研究^[6]。由于高纯度卵磷脂产品具有无异味, 乳化性强, 易溶于水等众多优点, 但我国生产规模、技术水平与国外仍有一定的差距。微波辅助萃取具有设备简单、应用范围广、节省时间、生产率高等优点, 可克服试验结果重现性差的缺点, 减少有效成分的破坏、流失^[7,8], 为更好地利用鹌鹑蛋黄开辟了新途径。

1 材料与方法

1.1 原料

新鲜鹌鹑蛋, 购于吉首农贸市场, 经测定粗卵磷脂含量为 12.5%。

1.2 试剂

95% 无水乙醇, 乙醚, 丙酮, NaOH 等均为分析纯。

1.3 主要仪器与设备

NJL-3 型实验室专用微波炉 (南京杰全微波设备有限公司); HH-S 型水浴锅 (郑州长城科技工贸有限公司); DZF-6050 型真空干燥箱 (上海博迅试验有限公司); LD5-2A 型离心机 (北京医用离心机厂); 电子分析天平 (梅特勒-托利多仪器上海有限公司)。

1.4 卵磷脂提取

准确称取 50g 蛋黄液置于 250mL 锥形烧杯中, 加入一定量 95% 乙醇搅拌均匀, 放入微波炉中进行微波萃取一定时间, 取出后静止 15min, 取上层清液于带棉花塞的漏斗中过滤, 滤渣再加入同样试剂重复上述处理, 反复几次后合并清液。滤液于水浴锅中加热, 浓缩至近干。加入 30mL 乙醚, 向乙醚溶液中加入 30mL 丙酮去除杂质, 卵磷脂不溶于丙酮产生沉淀, 4000rpm 离心 10min 后倾倒入上层溶液。将卵磷脂沉淀物进行真空干燥, 即得鹌鹑蛋黄卵磷脂粗品, 称重并计算卵磷脂提取率。

1.5 卵磷脂纯化

称取 20g 粗卵磷脂溶于 200g 无水乙醇中, 搅拌使其溶解, 加入 2g ZnCl₂ 室温搅拌 30min, 分离沉淀物, 分几次加入适量冰丙酮 (4℃) 洗涤、搅拌, 直至丙酮洗液近无色, 得到精制卵磷脂, 真空干燥, 称重。

1.6 试验设计

影响鹌鹑蛋卵磷脂微波辅助萃取效果的因素主要有萃取液 pH 值, 料液比, 辐射时间, 辐射功率等。首先考察单因素对提取效果的影响, 萃取液 pH 值为 6.5、7.5、8.5、9.5、10.5 等 5 个水平; 料液比 (蛋黄液: 95% 乙醇) 设 1:2、1:3、1:4、1:5、1:6 等 5 个水平; 萃取功率设 350W、450W、550W、650W、750W 等 5 个水平; 萃取时间设 30s、40s、60s、80s、100s 等 5 个水平, 于温度 37℃ 萃取 2 次。在水平试验基础上进行四因素三水平正交试验 [L₉(3⁴)], 以卵磷脂提取率为指标分析试验结果, 确定微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂的最佳工艺条件。

2 结果与分析

2.1 萃取液 pH 值对萃取效果的影响

称取 50g 蛋黄液, 在其他条件为: 微波功率 450W, 料液比为 1:2, 微波辐射 1min 的情况下, 萃取液 pH 值分别为 6.5、7.5、8.5、9.5、10.5 进行水平试验。结果如图 1 所示, 蛋黄卵磷脂在弱酸或强碱环境中易发生分解, 丧失生理活性, 萃取液 pH 值在 8.5 左右时蛋黄卵磷脂提取率较高。

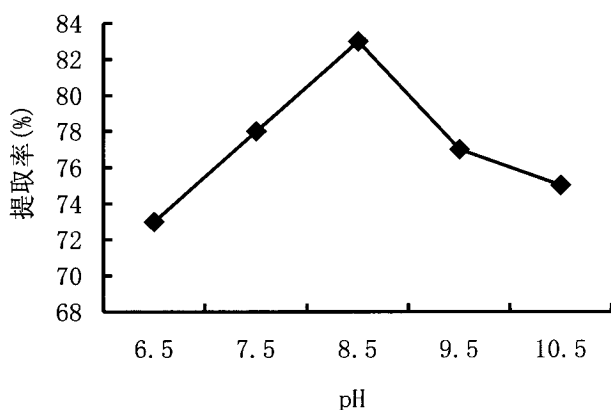


图1 pH值对卵磷脂提取率的影响

2.2 料液比对萃取效果的影响

称取 50g 蛋黄液, 在其他条件为: 微波功率 450W, 萃取液 pH 值为 8.5, 微波辐射 1min 的情况下, 料液比分别为 1:2、1:3、1:4、1:5、1:6 进行水平

试验, 结果如图 2 所示。由图可知, 卵磷脂提取率随乙醇用量的增多而增加。有机溶剂提取卵磷脂是固、液之间的过散过程, 在其他条件不变的情况下, 增加溶剂用量能增加固、液接触面积, 提高溶质过散速率, 使得蛋黄细胞中卵磷脂溶解度增大, 从而提高提取率, 从收率和乙醇回收两方面考虑, 料液比为 1:4 时较为适宜。

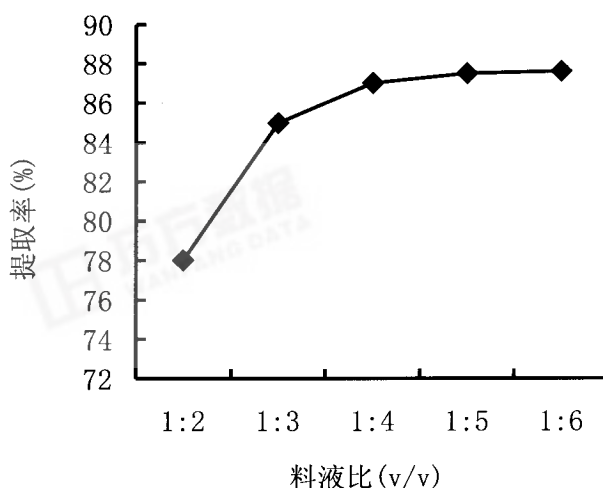


图2 料液比对卵磷脂提取率的影响

2.3 微波辐射功率对萃取效果的影响

称取 50g 蛋黄液, 在其他条件为: 萃取液 pH 值为 8.5, 料液比为 1:4, 微波辐射 1min 的情况下, 分别取萃取功率 350W、450W、550W、650W、750W 进行水平试验, 结果如图 3 所示。在其他条件相同的情况下, 微波功率越大, 微波萃取体系的温度升高得越快, 卵磷脂提取率在一定范围内随微波功率增大而快速上升, 并在 650W 达到最大值。由于卵磷脂为热敏性物质, 微波功率太大, 会使提取体系温度过高, 超过 50℃ 后卵磷脂活性显著降低, 提取率降低。综合考虑卵磷脂提取率与活性, 微波功率以 650W 较为适宜。

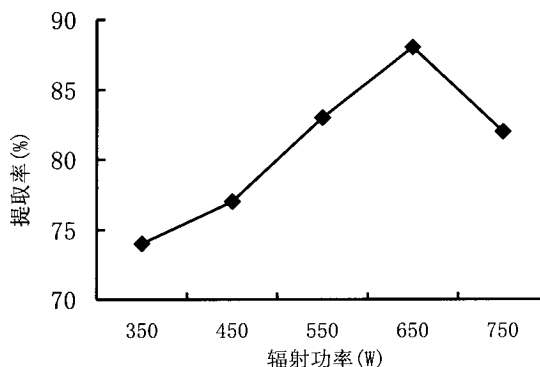


图3 微波辐射功率对卵磷脂提取率的影响

2.4 微波辐射时间对萃取效果的影响

称取 50g 蛋黄液, 在其他条件为: 萃取液 pH 值为 8.5, 料液比为 1:4, 微波功率 650W 的情况下, 分别萃取 30s、40s、60s、80s、100s 进行水平试验, 结果如图 4 所示。随着微波辐射时间的延长, 萃取体系的温度将不断提高, 使提取率相应提高。但卵磷脂为热敏性物质, 温度太高会加快其氧化变质以及更多杂质进入提取液, 从而影响卵磷脂纯度, 综合考虑卵磷脂的活性和提取率, 萃取时间以 60s 左右为宜。

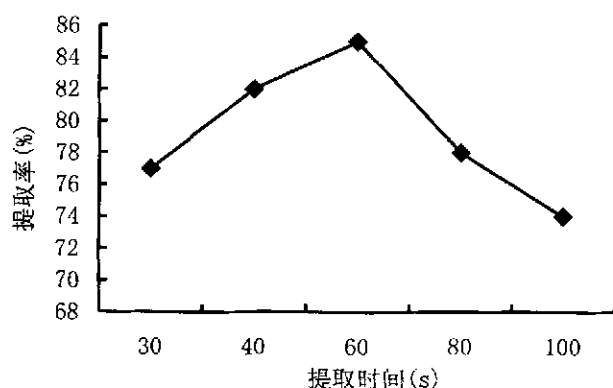


图4 微波辐射时间对卵磷脂提取率的影响

2.5 提取工艺条件优化

为了考察萃取液 95% 无水乙醇的 pH 值、料液比（蛋黄液：95% 无水乙醇）、微波辐射功率、辐射时间等因素对提取效果的影响, 采用四因素三水平正交试验优化微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂工艺, 结果见表 2, 以提取率为指标, 综合考虑各因素对提取率的影响, 选择最优水平组合。

表1 因素水平表

水平	A 萃取液 pH 值	B 料液比/v/v	C 辐射功率/w	D 辐射时间/s
1	7.5	1:3	450	40
2	8.5	1:4	550	60
3	9.5	1:5	650	80

表2 结果与分析

试验号	A	B	C	D	提取率/%
1	1	1	1	1	76
2	1	2	2	2	82
3	1	3	3	3	83
4	2	1	2	3	79
5	2	2	3	1	88
6	2	3	1	2	84
7	3	1	3	2	80
8	3	2	1	3	79
9	3	3	2	1	82
k_1	80.333	78.333	79.667	82.000	
k_2	83.667	83.000	81.000	82.000	
k_3	80.333	83.000	83.667	80.333	
R	3.334	4.667	4.000	1.667	

由表 2 极差 R 分析可知, 影响微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂得率的因素主次顺序分别为料液比>辐射功率>萃取液 pH>辐射时间, 其中料液比的影响最大。由 k 值分析, 微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂的最佳工艺条件为: 萃取液 pH 值 8.5, 料液比 1:4, 辐射功率 650W, 辐射时间 40s, 卵磷脂提取率达 88%。

3 结论

微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂操作方便, 投入少, 产率高, 速度快, 环保等优点, 为提取鹌鹑蛋黄卵磷脂的可行方法。微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂的最佳工艺条件为: 萃取液 95% 无水乙醇 pH 值为 8.5, 料液比为 1:4, 辐射功率为 650W, 辐射时间为 40s, 提取率为 88%。

参考文献

- [1] 方嘉坚, 陈龙. 大豆卵磷脂的提纯[J]. 食品科学, 2000, 21 (3): 25~27.
- [2] Suzan BF. Lecithin production and utilization[J]. Jam Oilchem SOC.
- [3] 李涛, 王天志. 卵磷脂的研究进展[J]. 中药材, 2002, 25(10): 752~756.
- [4] 王长虹, 孙殿甲. 脂质体的物理化学稳定性研究进展[J]. 中国药理学杂志, 1998, 33(2): 65~68.
- [5] 张京芳, 陈锦屏. 鹌鹑蛋黄粉加工工艺研究[J]. 食品科技, 2005, (6): 37~44.
- [6] K. Ganzler, A. Salgo k. vaLko. Microwave Extraction—a novel sample preparation methode for chromatography[J]. Journal of chromatography, 1986, (371): 299~306.
- [7] 龚盛昭, 杨单如. 微波辅助萃取黄芩的协同效应研究[J]. 精细化工, 2003, 20(7): 435~437.
- [8] 王光亚, 曲宁, 李晶, 等. 食物成分表[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1995, 92.