

## 超声波、微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂的研究\*

姚茂君, 黄群<sup>1</sup>, 麻成金<sup>1</sup>, 马美湖<sup>2</sup>

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, 湖南长沙, 410128)

**摘要** 探索超声波、微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂工艺条件, 在单因素水平试验基础上进行正交试验优化工艺条件。结果表明: 超声波萃取最佳工艺为  $V(\text{乙醇}): V(\text{乙醚}) = 2:1$ , 溶剂用量为 4 倍蛋黄体积, 萃取时间 30 min, 萃取 2 次, 萃取率达 87.5%; 微波萃取最佳工艺为 萃取液用体积分数 95% 乙醇, pH 值 8.5, 料液比 1:4, 辐射功率 650 W, 辐射时间 40 s, 萃取率为 88%。

**关键词** 鹌鹑蛋黄, 卵磷脂, 超声波, 微波, 萃取, 工艺条件

卵磷脂具有抗衰老、降血脂、调节代谢、改善记忆、提高免疫力等多种功效, 在食品、医药、化妆品等领域有着广阔应用前景。蛋黄磷脂的磷脂酰胆碱含量比大豆磷脂高 3 倍, 且收集率高、稳定性好<sup>[1]</sup>。

鹌鹑蛋黄卵磷脂含量高达 10%~14%, 比鸡蛋高约 30%, 被认为是极具潜力的卵磷脂重要来源, 而国内外鲜见相关报道<sup>[2,3]</sup>。

超声波、微波萃取设备简单、应用范围广、效率高, 可减少有效成分的破坏、流失<sup>[3]</sup>。研究鹌鹑蛋黄卵磷脂超声波、微波辅助萃取工艺条件, 可为鹌鹑蛋综合利用、丰富卵磷脂品种提供有效途径。

## 1 材料与方法

### 1.1 原料与试剂

新鲜鹌鹑慢, 购于农贸市场, 经测定蛋黄粗卵磷脂含量为 12.5%。

体积分数 95% 乙醇、无水乙醇、乙醚、丙酮、NaOH、ZnCl<sub>2</sub> 等, 为分析纯。

### 1.2 主要仪器与设备

NJL-3 型试验室专用微波炉(南京杰全微波设备有限公司), SY2200-T 型超声波清洗器(上海声源超声波仪器设备有限公司), RE52-99 型旋转蒸发仪(上海亚劳生化仪器厂), UV-160 紫外-可见分光光度计(北京瑞利分析仪器公司), DZF-6050 型真空干燥箱(上海博迅实业有限公司)。

### 1.3 萃取工艺

超声波萃取: 称取 50g 蛋黄液于烧杯中, 加入 95% 乙醇-乙醚混合溶剂并搅拌均匀, 放入超声波清

洗器中, 低温下超声辐射处理鹌鹑蛋黄混合液, 萃取一定时间后静置 30min, 取上层清液于带棉花塞漏斗过滤, 滤渣加入同样溶剂重复上述处理, 反复几次后合并滤液。

微波萃取: 称取 50 g 蛋黄液于 250 mL 锥形烧杯中, 加入 95% 乙醇搅拌均匀, 置于微波炉中萃取一定时间后取出, 静止 15 min。其余操作与超声波萃取相同。

### 1.4 粗卵磷脂制备

滤液于旋转蒸发仪中浓缩至近干, 加入少量乙醚溶解, 向乙醚溶液中加入丙酮去除杂质, 卵磷脂不溶于丙酮产生沉淀, 4 000 r/min 离心 10 min 后倾倒上层溶液, 沉淀经真空干燥, 即得淡黄色鹌鹑蛋黄卵磷脂粗品, 称量并测定卵磷脂含量, 按如下公式计算萃取率:

$$\text{萃取率}/\% = (\text{卵磷脂粗品重量} \times \text{卵磷脂含量}) / \text{样品中卵磷脂总量} \times 100$$

### 1.5 卵磷脂纯化

称取一定量粗卵磷脂溶于无水乙醇, 制备成卵磷脂含量约 10% 的乙醇溶液, 加入 ZnCl<sub>2</sub> 溶液, 使 ZnCl<sub>2</sub> 含量相当于卵磷脂质量的 10%, 室温搅拌 0.5 h; 分离沉淀物, 加入适量冰丙酮(4℃)洗涤, 搅拌 1 h, 再用丙酮反复研洗, 直至丙酮洗液近无色, 得到白色蜡状卵磷脂纯品, 真空干燥。

### 1.6 卵磷脂测定

消化定磷法测定含磷量, 使用系数 25 将含磷量换算为卵磷脂质量<sup>[4]</sup>。

### 1.7 紫外吸收光谱测定

纯化卵磷脂样品溶于无水乙醇, 配成体积分数为 0.1% 的乙醇溶液, 用紫外-可见分光光度计测定其在 190~400 nm 波长处的吸收光谱, 测得卵磷脂紫外最大吸收峰<sup>[5]</sup>。

### 1.8 试验方法

第一作者: 讲师, 硕士(马美湖为通讯作者)。

\* 国家“948”重大滚动项目(No. 2006-G36)

收稿日期: 2006-12-05, 改回日期: 2007-03-12

考察溶剂组成、溶剂用量、萃取时间及萃取次数等因素对超声波萃取效果的影响,溶剂体积比(乙醇:乙醚)设5:1、4:1、3:1、2:1、1:1、1:2、1:3 7个水平;溶剂用量设1、2、3、4、5倍蛋黄体积5个水平;萃取时间设10、20、30、40、50、60 min 6个水平;萃取次数设1、2、3、4 4个水平。由于溶剂组成与用量、溶剂组成与萃取时间、溶剂用量与萃取之间存在交互作用,为了获得超声波最佳萃取工艺条件,进行七因素二水平正交试验 $[L_8(2^7)]$ 。

考察萃取液 pH 值、料液比、辐射时间及功率等因素对微波萃取效果的影响,萃取液 pH 值设6.5、7.5、8.5、9.5、10.5 五个水平;料液比(蛋黄液与95%乙醇体积比)设1:2、1:3、1:4、1:5、1:6 五个水平;萃取功率设350、450、550、650、750 W 5个水平;萃取时间设30、40、60、80、100 s 5个水平,于37℃萃取2次。通过四因素三水平正交试验 $[L_9(3^4)]$ 优化微波萃取工艺。

## 2 结果与分析

### 2.1 超声波萃取

#### 2.1.1 溶剂组成对超声波萃取效果的影响

极性溶剂乙醇能破坏脂蛋白复合物,而非极性溶剂乙醚对脂质溶解能力较好,粗卵磷脂萃取时使用极性-非极性混合溶剂比单一溶剂萃取效果好。由图1可知,乙醇与乙醚体积比较大时萃取率较低, $V(\text{乙醇}):V(\text{乙醚})=3:1$ 时萃取率显著增加并在2:1处稳定,1:1之后呈下降趋势。

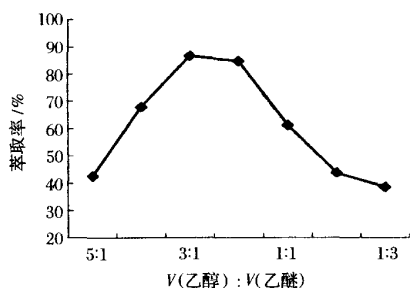


图1 溶剂组成对萃取效果的影响

#### 2.1.2 溶剂用量对超声波萃取效果的影响

有机溶剂萃取是固-液相之间的扩散过程,在一定范围增加溶剂用量能增加固-液接触面积,提高溶质扩散速率,使鹌鹑蛋黄细胞中卵磷脂溶解度增大,从而萃取率上升。由图2可知,溶剂用量小于3倍蛋黄体积时萃取率呈直线上升;此后,即使溶剂用量持续增加,萃取率不再升高。从降低成本、溶剂回收等

方面考虑,选择3倍体积为宜。

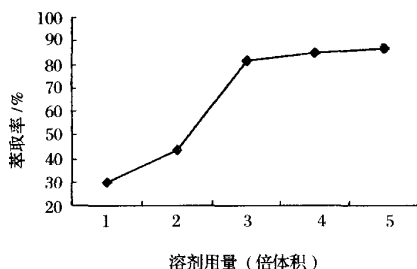


图2 溶剂用量对萃取效果的影响

#### 2.1.3 萃取时间对超声波萃取效果的影响

由图3分析可知,随萃取时间延长,卵磷脂萃取率首先快速上升,40 min时最高,随后缓慢下降。适当延长萃取时间,有利于提高卵磷脂萃取率;但超声波产生一定热量,卵磷脂溶解也是放热反应,随着时间延长萃取环境温度缓慢上升,而卵磷脂为热敏性物质,温度超过50℃时活性降低。综合考虑卵磷脂活性和萃取率,萃取时间以30 min为宜。

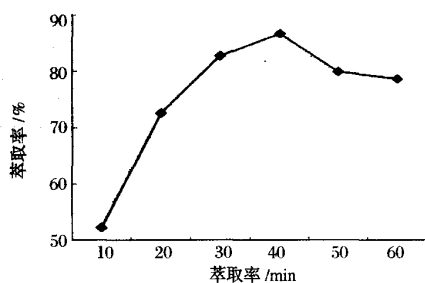


图3 萃取时间对萃取效果的影响

#### 2.1.4 萃取次数对超声波萃取效果的影响

由图4可知,仅萃取一次的萃取率只有32.8%,萃取2次萃取率呈直线上升达86.9%,此后虽萃取次数增多,但萃取率增加不显著。此外,增加萃取次数可能造成非卵磷脂杂质带入,从经济、效率等方面考虑,萃取次数以2次为宜。

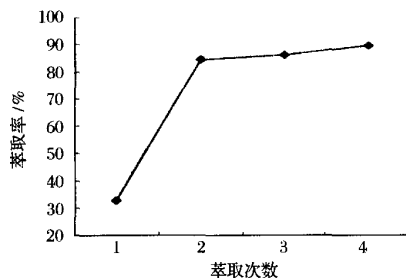


图4 萃取次数对萃取效果的影响

#### 2.1.5 超声波萃取工艺优化

对正交试验结果(见表 2)进行极差分析,比较 R 值可知, $R_C>R_{A\times B}>R_B>R_{B\times C}>R_D>R_A>R_{A\times C}$ ,各因素及其交互作用对试验结果影响的主次顺序是: $C>A\times B>B>B\times C>D>A>A\times C$ ,即萃取时间影

响最大,溶剂组成与用量的交互作用对结果影响较大,因此萃取时间、溶剂组成与用量的交互作用应作为着重考察的因素。

表 1 因素水平表

水平	A	B	C	D
	V(乙醇):V(乙醚)	(溶剂用量/倍蛋黄体积)	(萃取时间/min)	(萃取次数)
1	3:1	3	20	2
2	2:1	4	30	3

表 2 结果与分析

试验号	A	B	A×B	C	A×C	B×C	D	萃取率/%
1	1	1	1	1	1	1	1	70
2	1	1	1	2	2	2	2	86
3	1	2	2	1	1	2	2	85
4	1	2	2	2	2	1	1	89
5	2	1	2	1	2	1	2	78
6	2	1	2	2	1	2	1	86
7	2	2	1	1	2	2	1	77
8	2	2	1	2	1	1	2	84
K <sub>1</sub>	330	320	317	310	325	321	322	
K <sub>2</sub>	325	335	338	345	330	334	333	
K <sub>1</sub>	82.500	80.000	79.250	77.500	81.250	80.250	80.500	
K <sub>2</sub>	81.250	83.750	84.500	86.250	82.500	83.500	83.250	
R	1.250	3.750	5.250	8.750	1.250	3.250	2.750	

表 3 因素 A 与 B 搭配的二元表

B	A	
	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>
B <sub>1</sub>	78.000	80.500
B <sub>2</sub>	82.000	87.000

因素 C 的 R 值远大于 A×C、B×C 交互作用对萃取率的影响,可忽略其与因素 A、B 间的交互作用,根据  $C_2>C_1$  选择萃取时间优水平为 C<sub>2</sub>。而 A×B 大于 A、B 单独对萃取效果的影响,说明溶剂组成与用量的不同水平搭配对卵磷脂萃取率的影响较大,由表 3 可知,A、B 间的最佳搭配为 A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>,与表 2 直接观察显示的优水平 A<sub>1</sub>B<sub>2</sub> 不同,这是 A、B 两因素交互作用的结果。因素 D 的优水平为 D<sub>2</sub>,即萃取次数为 3 次,但两水平的 R 值相差甚微且为次要因素,从节约溶剂用量、降低残留、缩短生产周期等经济角度考虑,该因素可选择 D<sub>1</sub>。因此,超声波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂的最佳工艺条件为 A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>2</sub>D<sub>1</sub>,即 V(乙醇):V(乙醚)=2:1,溶剂用量 4 倍蛋黄体积,萃取时间 30 min,重复萃取 2 次。采用最佳工艺进行验证试验,鹌鹑蛋黄卵磷脂平均萃取率为 87.5%。

2.2 微波萃取

2.2.1 萃取液 pH 值对微波萃取效果的影响

由图 5 可知,萃取液 pH 值 6.5、7.5 时萃取率不高,pH 值 8.5 时达到高峰而后下降。因此,鹌鹑蛋黄卵磷脂微波萃取液以偏碱为宜。

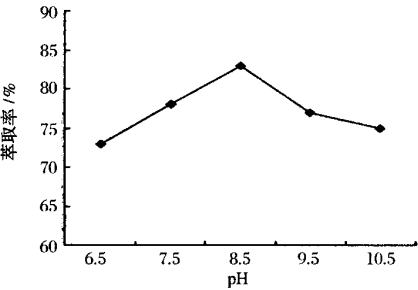


图 5 pH 值对萃取效果的影响

2.2.2 料液比对微波萃取效果的影响

由图 6 可知,卵磷脂萃取率在一定范围内随乙醇用量增加而提高,但料液比超过 1:4 之后卵磷脂溶解达到极限,萃取率不再升高。从萃取率和乙醇回收两方面考虑,料液比为 1:4 时为宜。

2.2.3 辐射功率对微波萃取效果的影响

分析图 7 可知,微波功率对卵磷脂萃取效果影响显著,萃取率在一定范围内随微波功率增大而提高,

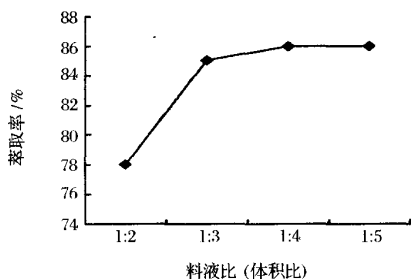


图 6 料液比对萃取效果的影响

在 650 W 时达到最大值,而后迅速下降,且微波功率过大,使得萃取温度超过 50℃,导致卵磷脂活性降低,因此功率以 650 W 为宜。

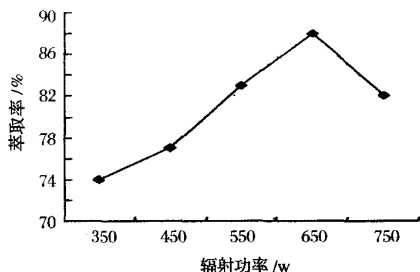


图 7 微波辐射功率对萃取效果的影响

#### 2.2.4 辐射时间对微波萃取效果的影响

由图 8 可知,随着微波辐射时间延长,萃取率缓慢提高,萃取 60s 时萃取率达最大值,此后辐射时间越长,萃取体系温度不断上升,造成卵磷脂受热分解及杂质进入萃取液,影响卵磷脂萃取率及纯度,综合考虑卵磷脂萃取率与活性,萃取时间以 60s 为宜。

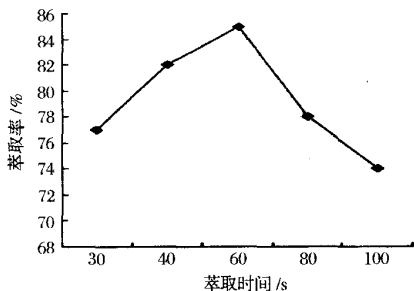


图 8 微波辐射时间对萃取效果的影响

#### 2.2.5 微波萃取工艺优化

由极差 R 分析可知,影响微波萃取效果的因素主次顺序为:料液比>辐射功率>萃取液 pH 值>辐射时间,料液比影响最大,其次为辐射功率与 pH 值。由 k 值分析可知,因素最佳组合为 A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>3</sub>D<sub>1</sub>,即微波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂的最佳工艺条件:萃取液

pH 值 8.5,料液比 1 : 4,辐射功率 650 W,辐射时间 40 s,卵磷脂萃取率为 88%。

表 4 因素水平表

水平	A (萃取液 pH 值)	B [料液比 (体积比)]	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 5 结果与分析

试验号	A	B	C	D	萃取率 / %
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 <sub>1</sub>	80.333	78.333	79.667	82.000	
k <sub>2</sub>	83.667	83.000	81.000	82.000	
k <sub>3</sub>	80.333	83.000	83.667	80.333	
R	3.334	4.667	4.000	1.667	

### 2.3 卵磷脂紫外吸收光谱

试验所得卵磷脂纯化样品溶于无水乙醇,用紫外-可见分光光度计测定其吸光值,结果如图 9 所示。卵磷脂的紫外最大吸收峰在 215 nm 波长处,与文献报道一致。

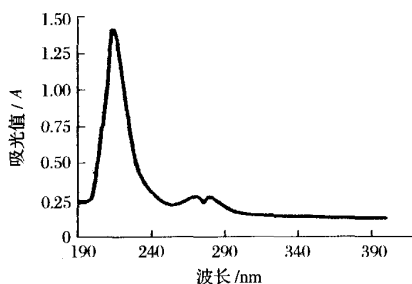


图 9 卵磷脂紫外-可见光谱图

## 3 结 论

超声波辅助萃取鹌鹑蛋黄卵磷脂的理想工艺条件为:V(乙醇):V(乙醚)=2 : 1,溶剂用量为 4 倍蛋黄体积,萃取时间 30 min,萃取 2 次,萃取率达 87.5%。微波辅助萃取最佳工艺条件为:萃取液为体积分数 95%乙醇,pH 值 8.5,料液比(体积比)1 : 4,辐射功率 650 W,辐射时间 40 s,萃取率为 88%。

试验以乙醇、乙醚为萃取剂,无毒、易挥发、几乎无残留,能提高产品食用安全性;为维持卵磷脂生物活性不被破坏,萃取温度不宜超过 60℃。超声波、微波萃取投入少、操作简单、萃取效率高,为鹌鹑蛋黄卵磷脂萃取的可行方法。

## 参 考 文 献

- 1 李 涛,王天志. 卵磷脂的研究进展[J]. 中药材,2002,25(10):752~756
- 2 王光亚,曲 宁,李 晶,等. 食物成分表[M]. 人民卫生出版社,1995.92
- 3 龚盛昭,杨单如. 微波辅助萃取黄芩苷协同效应研究[J]. 精细化工,2003,20(7):435~437
- 4 中华人民共和国卫生部药黄委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准第二部第六册(生化药品第一分册)[S]. 北京:人民卫生出版社,1998.119
- 5 韩 轶,周 扬,赵永芳. 卵磷脂的提纯、鉴定及应用[J]. 氨基酸和生物资源,2001,23(2):28~31

## Studies on Extraction of Lecithin from Quail's Egg Yolk Aided with Ultrasonic and Microwave

Yao Maojun, Huang Qun<sup>1</sup>, Ma Chengjin<sup>1</sup>, Ma Meihu<sup>2</sup>

1(Institute of Food Science, Jishou University, Jishou 416000, China)

2(College of Food Science and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China)

**ABSTRACT** The technological condition of extracting Lecithin from Quail's egg yolk aided with ultrasonic and microwave was studied, and orthogonal experiments were made to optimize technological condition on the base of signal factor experiments. The results showed that the optimum condition were: the ratio of ethanol to ether 2:1, the ratio of solvent to yolk volume is 4:1, extracting 30min, twice. The optimum conditions of microwave were: using 95% ethanol as extractant with pH value 8.5, the ratio of egg yolk to ethanol 1:4, radiating 40s at power 650W. In the above optimum conditions, the yield can be reached at 87.5% and 88% respectively.

**Key words** Quail's egg yolk, lecithin, ultrasonic, microwave, extraction, technological condition

信  
息  
窗

### Qs 系列添加剂沙蒿胶问世

沙蒿胶的问世,是科学技术的一大进步,其主要产品有: Qs 系列面包添加剂。QS 系列面包添加剂是以沙蒿的主要成分的天然复配型添加剂,该添加剂可使面团在 90min 内完成发酵,具有增大体积 3 倍以上,面包结构细腻,筋香可口,保鲜期长的功能。

QS 系列面条添加剂。QS 系列面条添加剂以沙蒿胶为主要原料复配制成,是我国独创的水煮类面食品的改良剂,可广泛应用于中华面条、方便面、水饺、馄饨、汤团、米粉丝等水煮类食品,用于其生产可大幅度降低断条率、提高产品质量。

沙蒿油。沙蒿油含有十分丰富的 V<sub>E</sub> 和亚油酸等保健营养成分,其 V<sub>E</sub> 的含量高于号称“营养油之王”的小麦胚芽油,其亚油酸有含量高于葵花籽油,是很有开发前途的保健植物油。

沙蒿蛋白粉。蛋白粉中含有蛋白质 60% 以上,并含有多量的钙、磷、铁、维生素等营养成分,含铁量为奶粉的 80 倍,有“植物奶粉”之称,适宜作老弱病幼的保健食品。

### 美国开发饮料脱气系统可延长饮料保质期

美国开发了一种新的脱气系统,可减少饮料中的氧气含量,增加饮料填充速度,进一步延长饮料的保质期。

该系统的制造商 GasTran 称,在进行饮料罐装的时候可使用真空或者脱气减少饮料中的氧气含量。系统将在不使用隔膜或化学制剂的条件下减少溶解氧。饮料中溶解氧的存在能缩短产品的保质期,少量的氧气能延长保质期。为了减少泡沫,改进质量,制造商一直在寻找一种方式来减少 O<sub>2</sub> 含量,保持 CO<sub>2</sub> 含量。

通过使用这种新的系统,包装者可增加 30% 的装瓶速度,并且因为经脱气的水能吸收比较多的 CO<sub>2</sub>,减少泡沫含量,包装质量更高更卫生。