

超临界 CO₂ 萃取去除蛋黄粉中胆固醇和甘油三酯的研究

胡卫军, 胡绍海

(湖南师范大学 生命科学学院, 中国湖南 长沙 410081)

摘要: 采用超临界 CO₂ 萃取, 对去除蛋黄粉中胆固醇和甘油三酯进行了研究. 市购鲜鸡蛋去壳、分别收集湿蛋白和蛋黄, 在 45 °C 下分别真空干燥, 得蛋白粉和蛋黄粉. 取蛋黄粉装入高压釜中, 进行超临界 CO₂ 循环萃取. 通过正交试验得最佳工艺条件是: A 萃取压力为 31.5 MPa, B 萃取温度 40 °C, C 被萃取蛋黄粉重 300 g, D 萃取时间 3 h. 所得蛋黄粉中胆固醇和甘油三酯等中性脂的残留量质量分数仅为 0.019%. 与不含此类脂质的蛋白粉混合, 制成几乎不含胆固醇和甘油三酯的高级绿色保健营养食品——鸡蛋粉.

关键词: 蛋黄粉; 超临界 CO₂ 萃取; 胆固醇

中图分类号: S 879.3; O 623.4

文献标识码: A

文章编号: 1007-7847(2001)02-0186-03

Supercritical CO₂ Fluid Extraction of Cholesterol and Triacylglycerols from Yolk Powder

HU Wei-jun, HU Shao-hai

(College of Life Sciences, Hunan Normal University, Changsha 410081, Hunan, China)

Abstract: Supercritical CO₂ Fluid Extraction in getting rid of Cholesterol and Triacylglycerols (TG) from yolk powder is studied. Wet egg white and yolk collected from fresh egg were dried in vacuum at the temperature of 45 °C. Yolk powder was put into high pressure jar and then extracted by cycle in supercritical CO₂ fluid. After the orthogonal test, the best technology conditions were found as follows: 1) the extraction pressure was 31.5 Mpa; 2) the extraction temperature was 40 °C; 3) the extraction weight was 300 g; 4) the extraction time was 3 h. The remnants of Cholesterol and TG etc in yolk powder was only 0.019%. A low-fat health food may thus be developed.

Key words: yolk powder; supercritical CO₂ fluid extraction; cholesterol

(Life Science Research, 2001, 5(2): 186~188)

1995年4月9日,世界卫生组织曾向全世界宣布:世界上每年有1200万人死于心脑血管疾病,占世界每年死亡人数的四分之一^[1];中央电视台于2000年10月8日报道:我国现患高血压的病人有1亿人,每年以300多万人的数值递增。由此可见,心脑血管疾病已成为一种严重威胁人体健康的疾病。

鸡蛋是一种营养极其丰富的功能食品,特别是

其中所含的卵黄磷脂^[2]占湿蛋黄质量分数比例高达15.5%~17.8%。卵磷脂能在降血脂、软化血管、清洗和排除人体多余的脂肪和胆固醇^[3],避免它们在细胞或血管中沉积,从而避免心脑血管系统的疾病发生,提高人体免疫机能、协调内分泌等方面有着重要的作用;然而,它同时也含有2.6%~4.7%胆固醇和大于40.1%甘油三酯等中性脂质^[4],这类脂质又是导致心脑血管疾病,特

收稿日期: 2001-01-09; 修回日期: 2001-04-13

基金项目: 湖南省科委重点课题资助项目(98JKY1006-1)

作者简介: 胡卫军(1970-),男,湖南长沙人,湖南师范大学生命科学学院助理实验师,从事超临界流体技术研究; 胡绍海(1940-),湖南桃源人,湖南师范大学教授,从事植物农药与超临界流体技术研究。

别是动脉粥样硬化的主要原因。由于鸡蛋或蛋黄粉中含有较多的胆固醇和甘油三酯,人们曾用有机溶剂法去除之,但去除效果不好,相反把卵磷脂也部分去除了,而且在高温回收溶剂的过程中使卵磷脂也遭到了大部分破坏。为此,我们采用近年来国外兴起的一种高新分离技术——超临界 CO₂ 萃取,对去除蛋黄粉中的胆固醇和甘油三酯进行了研究。

1 材料与方法

1.1 材料

鲜鸡蛋购自养鸡场的食饲料鸡蛋,纯度为 99.5% 的 CO₂ 以及 95% 乙醇、5 α -胆甾烷、胆固醇、氢氧化钾、石油醚、无水硫酸钠、正己烷均为 AR 级,均为市购。

超临界萃取装置: HA 121-50-1 型,江苏南通华安超临界实业公司生产。

GC-14B 气相色谱仪配 FID 检测器,HS 色谱数据工作站。

恒温磁力搅拌器、旋转蒸发器及实验室常用玻璃仪器、真空干燥箱、真空泵等。

1.2 色谱条件

色谱柱,SE-54 柱,柱长 5 m 内径 0.32 mm,柱温 230 ,载气氮气,气化室 240 ,检测器 250 ,柱前压 60 kPa,分流比 1 : 35,尾吹 30 mL/min。

1.3 实验方法

1.3.1 超临界萃取的操作过程

鲜鸡蛋去壳,分别收集湿蛋白和蛋黄称重,湿蛋白平均占鲜蛋质量分数为 54.82%,湿蛋黄平均占鲜蛋质量分数为 34.69%,与文献值^[5]接近。在 45 下分别真空干燥,得到蛋白粉和蛋黄粉。蛋白中不含有脂类^[5],故取蛋黄粉装入超临界装置的高压萃取釜中,进行超临界 CO₂ 循环萃取。控制萃取釜压力 25~32 MPa、温度 35~45 、被萃取的蛋黄粉质量为 300~400 g、萃取时间 2~3 h、流量固定为 20 L/h。同时控制解析釜 的压力为 8~10 MPa,温度 38~46 ;解析釜 的压力为 5~6 MPa,温度 38~46 ,从解析釜 、 中得到蛋黄油,经测试^[4]为甘油三酯和胆固醇混合物。在高压萃取釜中余下的是去除胆固醇和甘油三酯的蛋黄粉,泄压后取出蛋黄粉与已干燥的蛋白粉用搅拌机进行混合,得到不含有有机溶剂残留和胆固醇与甘油三酯极低的高级绿色保健营养食

品—鸡蛋粉。

1.3.2 测试方法: 蛋黄卵磷脂按文献[2]的方法测试;胆固醇和甘油三酯按文献[4]的方法测试。

1.3.3 正交试验: 根据萃取压力、温度、被萃取蛋黄粉重和萃取时间上述 4 个因素分析,均可能对超临界萃取去除蛋黄粉中胆固醇和甘油三酯产生影响,考虑到本实验的主要目的,是找出上述 4 个因素的最佳组合,以便指导工业化生产,以这 4 个因素为变量,设计进行 3 水平 4 因素正交试验 L₉(3⁴),重复 3 次(详见表 1、表 2)。

表 1 4 因素 3 水平表 L₉(3⁴)

Table 1 Table of four factors and three levels L₉(3⁴)

A 萃取压力 Extraction press p/ MPa	B 萃取温度 Extraction temperature t/	C 被萃取蛋黄粉 Extraction yolk powder m/g	D 萃取时间 Extraction time t/h
1 25	35	300	2.0
2 30	40	350	2.5
3 32	45	400	3.0

2 结果与分析

2.1 正交试验结果(见表 2): 通过分析,8 号萃取条件获得最佳结果: 产品中胆固醇残留量为 8.288 mg/100 g,胆固醇残留率为 0.019%,甘油三酯残留量未检出。影响蛋黄粉去除胆固醇和甘油三酯的因素为 A > B > D > C。

2.2 萃取结果: 采用超临界 CO₂ 萃取,去除蛋黄粉中胆固醇和甘油三酯,得到的最佳条件为: 萃取压力 31.5 MPa、温度 40 、被萃取蛋黄粉重 300 g、萃取时间 3 h。蛋黄粉中胆固醇残留量为 8.288 mg/100 g,残留率为 0.019%;甘油三酯残留量未检出。32 MPa 是我国工厂生产设备耐压的上限值,为了安全生产,我们将萃取压力降为 31.5 MPa,实验结果与 32 MPa 无差异,故最佳工艺采用 31.5 MPa。

3 小结与讨论

1) 前人采用常规溶剂法从蛋黄中去除胆固醇和甘油三酯,不仅工艺复杂,而且很难脱除干净;同时也将蛋黄中的卵磷脂溶解除去了一部分,高温回收溶剂又将卵磷脂破坏了部分,这就造成了蛋黄营养的严重损失;再者蛋黄粉产品中残留有机溶剂。采用超临界 CO₂ 萃取,由于具有较强的选择性,只去除了胆固醇和甘油三酯等中性脂类,而对卵磷脂不溶解,故无损失,同时工艺简单,易

于操作. 因此, 该方法是去除蛋黄中胆固醇和甘油 三酯较好的一种方法.

表 2 萃取、正交 $L_9(3^4)$ 试验 ($n=3$)

Table 2 Extraction orthogonal $L_9(3^4)$ test ($n=3$)

序号	A	B	C	D	胆固醇残留量 Remnants of cholesterol w/l ($mg \cdot 10^{-2} \cdot g^{-1}$)	胆固醇残留率 Remnant rate of cholesterol r/l %	甘油酯残留量 Remnants of TG w/l ($mg \cdot 10^{-2} \cdot g^{-1}$)
1	1	1	1	1	89.600	0.200	微量
2	1	2	2	2	74.820	0.167	微量
3	1	3	3	3	62.270	0.139	微量
4	2	1	2	3	47.490	0.106	痕量
5	2	2	3	1	32.880	0.073	痕量
6	2	3	1	2	21.280	0.046	痕量
7	3	1	3	2	14.290	0.032	未检出
8	3	2	1	3	8.288	0.019	未检出
9	3	3	2	1	10.304	0.023	未检出

注: 微量和痕量是在气相色谱图上只见一微小点, 用峰面积归一化法不能定出具体数值.

Note: Both the micro and the trace is a small point in the gas chromatography graph, which concrete number can't be gotten by the Peak Area Method.

2) 超临界 CO_2 萃取工艺过程, 由于操作温度低 (不超过 $45^\circ C$), 而且又是 CO_2 气体, 故使蛋黄中热敏性和易氧化性物质, 如卵磷脂、维生素、酶类等生物活性物质得到保护, 从而保证了蛋黄粉中高级营养物质不受破坏. 同时产品无溶剂残留, 符合真正的绿色食品要求.

3) 文献 [6] 报道进口卵磷脂产品中的胆固醇残留量是 3.1%, 专利文献 [7] 报道其蛋黄卵磷脂中胆固醇残留量为 0.2%; 本技术产品中胆固醇残留量只有 0.019%, 可见本工艺技术较为先进.

4) 采用超临界 CO_2 萃取去除胆固醇和甘油三酯后的蛋黄粉, 如果再用溶剂法可以制得大于 98% 的高纯度卵磷脂, 虽然是一种高级的营养保健品, 但价格却相当昂贵. 采用蛋白、蛋黄分别低温干燥工艺, 只取干蛋黄粉进入超临界 CO_2 去除胆固醇和甘油三酯, 这就等于大大提高了超临界萃取釜的有效面积, 降低了成本; 而后采用蛋白和蛋黄干粉混合成全鸡蛋粉产品, 既没有破坏鸡蛋的全营养成分, 又含有丰富的卵磷脂; 而且还去除了胆固醇和甘油三酯等有害物质, 是既安全又有营养又便宜的高级保健食品, 可以使孕妇、幼儿、老年人, 特别是患心血管疾病的病人等放心食用, 因此有广阔的开发前景.

参考文献 (References):

- [1] 陈中. $\omega-3$ 脂肪酸 EPA、DHA 对人体生理功能 [J]. 粮食与油脂 (CHEN Zhong. The physiology function of $\omega-3$ fatty acid to human [J]. Food and Fat), 1995, 13(3): 48-51.
- [2] GB5537-85. 磷脂测定法 [S] (Methods for Determination of Phosphatide [S]).
- [3] Van DER MEEREN P, VANDERDEELEN J, BAERT L. Phospholipid Analysis by HPLC [M]. Food Analysis by HPLC [M]. New York: Marcel Dekker, 1992. 241-258.
- [4] 许荣年, 鲍忠定. 气相色谱法快速测定奶粉中的胆固醇 [J]. 食品工业科技 (XU Rong-nian, BAO Zhong-ding. Using the gas chromatograph to survey the cholesterol in the milk powder fast [J]. Science and Technology of Food Industry), 1998, 15(3): 72-73.
- [5] 蒋东. 鸡胚发育图谱 [M]. 北京: 科学出版社 (JIANG Xi-dong). The develop graph of fowls embryo [M]. Beijing: Science Press, 1983. 10-13.
- [6] 谢蓓, 祝经平, 何明焕. 精制卵磷脂与进口卵磷脂的质量比较 [J]. 中成药 (XIE Pei, Zhu Jin-ping, HE Ming-huan. The quality compare of refined egg phosphatide to import egg phosphatide [J]. Half Patent Medicine), 1997, 19(2): 42-43.
- [7] 武练增. 超临界 CO_2 抽提高纯度卵黄磷脂的方法 [P]. 中国专利: 94102372. 9 (WU Lian-zeng. The method of extraction highly pure degree yolk phosphatide in supercritical CO_2 fluid [P]. China Patent 94102372. 9), 1995-09-13.