

石油醚与乙醚测定含糖类样品中脂肪含量的 准确率比较

邱清莲*, 蔡伟江, 房家祥

(汤臣倍健股份有限公司, 珠海 519040)

摘要: **目的** 为了提高脂肪提取的准确度, 采用石油醚及乙醚对含糖类样品进行提取并比对。**方法** 采用 GB/T 5009.6-2003《食品中脂肪测定》第二法对其进行提取。**结果** 结果显示, 含糖类样品中脂肪测定时, 用乙醚提取后测定的结果比用石油醚提取后测定的结果高。由于水解后的物质, 更易溶解在极性相对较高的乙醚中, 却不会较好地溶解在石油醚中, 因而, 乙醚提取脂肪含量偏高, 准确度下降。**结论** 实验表明, 含糖类样品脂肪测定时, 用石油醚测定脂肪的准确度高。

关键词: 石油醚; 乙醚; 糖; 脂肪

Comparison of accuracy between petroleum ether and diethyl ether to determine the fat content in sugary samples

QIU Qing-Lian*, CAI Wei-Jiang, FANG Jia-Xiang

(By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China)

ABSTRACT: Objective To improve the accuracy of fat extraction, petroleum ether and diethyl ether were used as extracts to compare the results. **Methods** The second method of GB/T 5009.6-2003 "Determination of fat in food" was applied to determine the content of fat. **Results** It showed that when the fat content in the sugary samples was measured, the results by using diethyl ether as extracts were higher than those of using petroleum ether as extracts, which was due to the materials be hydrolyzed in the samples was better dissolved in the relatively high polarity ether, not in the oil ether. So, the fat content by using diethyl ether as extracts was higher, with lower accuracy. **Conclusion** It showed that when the fat content in sugary samples was measured, the accuracy with petroleum ether as extracts was higher than that of diethyl ether.

KEY WORDS: petroleum ether; diethyl ether; sugar; fat

1 引言

我国目前食品卫生标准检验方法中脂肪含量的测定方法主要有索氏抽提法^[1]、酸水解法^[2-4]、碱水解法、减差法^[5]及近红外法^[6]等。其中索氏抽提法是测定脂肪的经典方法, 可测定食品中的游离脂肪。酸水解法是将样品在酸性条件下水解, 使其中的结合脂肪游离, 连同食品中原来

存在的游离脂肪和少量脂溶性成分均被醚萃取, 可测定食品中的总脂肪。哥特里-罗紫法^[7]是测定乳及乳制品中脂肪的标准方法, 将样品在碱性条件下水解, 测定样品中的总脂肪。氯仿-甲醇法^[8]适用于含结合态酯类比较高, 特别是磷脂含量高的样品, 如鲜鱼、贝类、肉、禽、蛋等, 对于含水量高的试样更为有效。

GB/T 5009.6-2003《食品中脂肪的测定》^[9]第一法中,

*通讯作者: 邱清莲, 高级食品检验员, 主要研究方向为保健食品的质量检测。E-mail: 493278091@qq.com

*Corresponding author: QIU Qing-Lian, Senior Food Inspector, By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China. E-mail: 493278091@qq.com

索式提取法测定游离脂肪所用的提取脂肪的试剂为无水乙醚或石油醚; GB/T 5009.6-2003《食品中脂肪的测定》第二法中, 酸水解法测定总脂肪所用的提取试剂为乙醚与少量石油醚与乙醚的等量混合液; 在 GB 5413.3-2010《食品安全国家标准婴幼儿食品与乳制品中脂肪的测定》^[10]中, 用乙醚与石油醚的等量混合液测定脂肪。在 GB/T 9695.7-2008《肉与肉制品总脂肪测定》^[11]中提取脂肪的试剂为正己烷或石油醚。这些脂肪测定中都有提及采用石油醚或乙醚测定脂肪, 但哪一种试剂在什么情况下使用没有明确表明, 测定的结果是否一致也不得而知。

测定脂肪的方法大部分都是采用相似相容的原理, 用试剂提取脂肪, 用重量法测定脂肪。这种方法的关键在于提取的所有物质必须全部为脂肪, 且脂肪能被全部提取出来, 否则测定结果不准确。如果提取出的物质并非完全是脂肪, 则检测结果偏高; 如果脂肪并不能被所用试剂完全提取出来, 则检测结果偏低^[12-16]。本文重点研究对象为含糖类样品用石油醚或乙醚提取脂肪时存在的差异, 哪一种试剂对这类脂肪的测定更加准确。

2 材料与方 法

2.1 实验材料

汤臣倍健乳矿物盐压片糖果; 汤臣倍健运动固体饮料(香草味); 汤臣倍健针叶樱桃泡腾片; 大豆油, 购于中航(铁岭)药业有限公司; 柠檬酸(食品级, 广东省康怡药业有限公司); 白砂糖(食品级, 中山市德德贸易有限公司)。

2.2 试 剂

石油醚、乙醚、95%乙醇、浓盐酸均为分析纯, 购于广州化学试剂厂; 三级纯化水。

2.3 实验仪器

HH-4 水浴锅(常州普天仪器制造有限公司); DHG-9240A 电热鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司)。

2.4 实验方法

2.4.1 乙醚提取脂肪

称取 2 g 样品, 置于 50 mL 离心管中, 加入 8 mL 水, 混匀, 再加入 10 mL 浓盐酸, 混匀; 放入 70~80 °C 水浴中, 每隔 5~10 min 用玻璃棒搅拌 1 次, 至试样消化完全为止, 约 40~50 min。取出离心管加入 10 mL 95%乙醇, 混合。冷却后分装一半样液至另一 50 mL 离心管中, 分别加入乙醚至刻度 45 mL, 加塞振摇 1 min, 以 8000 r/min 离心 1 min, 分取上层乙醚液于已恒量的锥形瓶内。再分别加乙醚至刻度 45 mL, 振摇, 以 8000 r/min 离心 1 min, 分取上层乙醚液放入原锥形瓶内。加入乙醚重复提取 3 次。将锥形瓶置水浴上蒸干, 置(100±5) °C 烘箱内干燥 2 h, 取出放干燥器

内冷却 0.5 h 后称量, 重复以上操作直至恒重。

2.4.2 石油醚提取脂肪

称取 2 g 样品, 置于 50 mL 离心管中, 加入 8 mL 水, 混匀, 再加入 10 mL 浓盐酸, 混匀; 放入 70~80 °C 水浴中, 每隔 5~10 min 用玻璃棒搅拌 1 次, 至试样消化完全为止, 约 40~50 min。取出离心管加入 10 mL 95%乙醇, 混合。冷却后分装一半样液至另一 50 mL 离心管中, 分别加入石油醚至刻度 45 mL, 加塞振摇 1 min, 以 8000 r/min 离心 1 min, 分取上层石油醚液于已恒量的锥形瓶内。再分别加石油醚至刻度 45 mL, 振摇, 以 8000 r/min 离心 1 min, 分取上层石油醚液放入原锥形瓶内。加入石油醚重复提取 3 次。将锥形瓶置水浴上蒸干, 置(100±5) °C 烘箱内干燥 2 h, 取出放干燥器内冷却 0.5 h 后称量, 重复以上操作直至恒重。

2.4.3 结果计算

$$X = \frac{M_3 - M_2}{M_1}$$

式中: X—试样中(粗)脂肪的含量, %; M_1 —样品的质量, g; M_2 —接收瓶的质量, g; M_3 —接收瓶和(粗)脂肪的质量, g。

2.4.4 精密度测定

以编号为 TW16041924001 的汤臣倍健乳矿物盐压片糖果为例, 称取不同质量的样品, 共 9 份, 按 2.4.2 的方法检测样品中脂肪含量, 计算其相对标准偏差 RSD(%)。

2.4.5 重复性测定

以编号为 TW16041924001 的汤臣倍健乳矿物盐压片糖果为例, 重复性按照 2.4.2 检测方法操作 6 次, 计算其相对标准偏差 RSD(%)。

2.4.6 回收率测定

加标样品的处理: 以编号为 TW16041924001 的汤臣倍健乳矿物盐压片糖果为例, 称取 2 g 样品, 共 9 份, 分 3 组, 每组 3 份, 于每 1 组中分别加入大豆油 0.092、0.11 和 0.14 g, 按 2.4.2 的方法测定加标样品中脂肪的含量。

标中脂肪重量=标和样的脂肪重量-样的脂肪重量

回收率(%)=测得标中脂肪的重量/加标量

3 结果与分析

3.1 石油醚与乙醚测定脂肪数据比对

取汤臣倍健乳矿物盐压片糖果、汤臣倍健运动固体饮料(香草味)、汤臣倍健针叶樱桃泡腾片、大豆油、白砂糖、柠檬酸为样品, 做 2 种方法的数据对比, 数据结果如表 1 所示。

从表 1 中可以看出, 用乙醚与石油醚提取大豆油中的脂肪含量, 测定结果差异不大, 说明乙醚与石油醚提取脂肪的效果差异不大。从白砂糖与柠檬酸 2 种试剂的脂肪测定结果中可以看出, 乙醚的测定结果明显比石油醚的提取结果高, 但从这两者的含量测定中可以看出, 脂肪含量应

该很小, 说明柠檬酸、白砂糖溶解在乙醚中, 使得脂肪含量出现虚高现象。

汤臣倍健乳矿物盐压片糖果、汤臣倍健针叶樱桃泡腾片、汤臣倍健运动固体饮料中都含有柠檬酸及白砂糖, 使得用乙醚提取的成品中脂肪含量偏高。

3.2 理论含量与实际值的对比

将白砂糖与柠檬酸的脂肪含量计为 0%, 计算汤臣倍健乳矿物盐压片糖果、汤臣倍健针叶樱桃泡腾片、汤臣倍健运动固体饮料的脂肪理论含量, 测得结果与石油醚、乙醚的测定结果比对数据见表 2。

从表 2 中可以看出, 石油醚提取脂肪的结果比用乙醚提取脂肪的结果准确度更高。糖在酸及加热条件下水解碳化, 生成的物质被乙醚提取。由于石油醚的极性比乙醚低, 使得这些产物在石油醚中没有被提取出来, 因此, 在含糖类的样品中石油醚提取脂肪的结果更加准确。

3.3 石油醚提取脂肪的方法学验证

3.3.1 精密度测定

9 个样品中脂肪的平均含量为 5.8%, RSD 为 2.6%, 其 RSD 均小于 2.7%, 表明该方法有较好的精密度, 符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范》的要求(GB/T 27404-2008 要求 $RSD(\%) \leq 2.7\%$)。

3.3.2 重复性测定

6 份样品中脂肪的平均含量为 5.8%, RSD 为 2.2%, 其 RSD 小于 2.7%, 表明该方法重复性良好, 符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范》的要求(GB/T 27404-2008 要求 $RSD \leq 2.7\%$)。

3.3.3 回收率测定

乳矿物盐压片糖果中脂肪测定的回收率为 100.2%, RSD 为 0.7%, 结果均符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范》的要求(GB/T 27404-2008 要求回收率为 95%~105%)

表 1 乙醚与石油醚提取脂肪的对比结果($n=6$)
Table 1 Comparison results of fat extraction with ether and petroleum ether match ($n=6$)

样品名称	乙醚提取的脂肪结果(g/100 g)	石油醚提取的脂肪结果(g/100 g)	绝对差值(g/100 g)
汤臣倍健乳矿物盐压片糖果	11.0	5.8	5.3
汤臣倍健运动固体饮料	5.9	0.5	5.4
汤臣倍健针叶樱桃泡腾片	8.4	0.5	7.9
大豆油	98.2	98.3	0.1
白砂糖	8.8	0.1	8.7
柠檬酸	36.8	0.2	36.6

表 2 理论值与真实值比对($n=3$)
Table 2 Comparison of theoretical and actual values ($n=3$)

样品名称	脂肪理论含量(g/100 g)	乙醚提取脂肪含量(g/100 g)	乙醚提取结果与脂肪理论含量的相对误差(%)	石油醚提取脂肪含量(g/100 g)	石油醚提取结果与脂肪理论含量的相对误差(%)
汤臣倍健乳矿物盐压片糖果	5.7	11.0	93.0	5.8	1.8
汤臣倍健运动固体饮料	0.4	5.9	1375	0.5	25
汤臣倍健针叶樱桃泡腾片	0.4	8.4	2000	0.5	25

表 3 精密度实验结果($n=9$)
Table 3 The precision of experimental results ($n=9$)

平行样	称样量(g)	空锥形瓶重量(g)	锥形瓶+脂肪的重量(g)	脂肪含量(%)	脂肪平均含量(%)	RSD(%)
1	1.5134	75.1963	75.2797	5.51	5.8	2.6
2	1.5528	75.107	75.201	6.05		
3	1.5261	81.1049	81.1949	5.89		
4	2.1694	82.7683	82.8943	5.80		
5	2.0843	76.101	76.2212	5.76		
6	2.0611	80.1045	80.2241	5.80		
7	2.5106	78.5497	78.6964	5.84		
8	2.5126	76.5247	76.6694	5.75		
9	2.5077	73.1196	73.2684	5.93		

表4 重复性实验结果($n=6$)
Table 4 Repeatability of experimental results ($n=6$)

平行样	称样量(g)	空锥形瓶重量(g)	锥形瓶+脂肪的重量(g)	脂肪含量(%)	脂肪平均含量(%)	RSD(%)
1	2.0147	78.9188	79.0408	6.05	5.8	2.2
2	2.0201	75.4628	75.5776	5.68		
3	2.0974	83.7837	83.9044	5.75		
4	2.1694	82.7683	82.8943	5.80		
5	2.0843	76.101	76.2212	5.76		
6	2.0611	80.1045	80.2241	5.80		

表5 加标回收率实验结果($n=9$)
Table 5 Standard addition recovery experiment results ($n=9$)

平行样	称样量(g)	加标量(g)	实际加标量(g)	空瓶重量(g)	样加空瓶重量(g)	样和标中脂肪重量(g)	样中脂肪重量(g)	标中脂肪重量(g)	回收率(%)	平均值(%)	RSD(%)
1	2.1284	0.0945	0.092799	79.8258	80.0427	0.21690	0.1234	0.0935	100.70	100.2	0.7
2	2.2253	0.0938	0.0921116	81.9700	82.1906	0.22060	0.1291	0.0915	99.37		
3	2.0479	0.1077	0.1057614	76.1075	76.3327	0.22520	0.1188	0.1064	100.62		
4	2.0677	0.1241	0.1218662	75.4489	75.6912	0.24230	0.1199	0.1224	100.42		
5	2.0642	0.1196	0.1174472	75.4264	75.6629	0.23650	0.1197	0.1168	99.43		
6	2.0417	0.1206	0.1184292	76.4587	76.6969	0.23820	0.1184	0.1198	101.14		
7	2.0642	0.1427	0.1401314	80.4156	80.6753	0.25970	0.1197	0.1400	99.89		
8	2.0877	0.1433	0.1407206	80.1379	80.4007	0.26280	0.1211	0.1417	100.71		
9	2.0642	0.1399	0.1373818	80.4963	80.7529	0.25660	0.1197	0.1369	99.63		

4 结论

被检测样品中若含有白砂糖与柠檬酸等类物质时,用乙醚提取脂肪,会由于白砂糖与柠檬酸等类物质被乙醚部分溶解出来而使得检测出的脂肪含量大幅度虚高,因此,用石油醚提取脂肪的结果比用乙醚提取的准确。若样品中无白砂糖其他物质干扰时,用石油醚提取脂肪的效果与用乙醚提取脂肪的效果差异不大。

参考文献

- [1] 魏永义,尹军杰,张丽. 脂肪测定仪测定香肠中脂肪含量的研究[J]. 肉类工业, 2012, (3): 15-16.
Wei YY, Yin JJ, Zhang L, et al. Study sausage determination of fat content fat analyzer [J]. Meat Ind, 2012, (3): 15-16.
- [2] 魏永义,郭明月,张莉,等. 酸水解法测定火腿肠中的脂肪[J]. 肉类工业, 2010, (9): 21-22.
Wei YY, Guo MY, Zhang L, et al. Determination of acid hydrolysis of fat ham [J]. Meat Ind, 2010, (9): 21-22.
- [3] 孙甜甜,薛长湖,薛勇. 南极磷虾脂质提取方法的比较[J]. 食品工业科技, 2012, 33(16): 115-117, 121.

Sun TT, Xue CH, Xue Y. Comparison of antarctic krill lipid extraction method [J]. Sci Technol Food Ind, 2012, 33(16): 115-117, 121.

- [4] 张伟力,曾永庆. 猪肉肌肉脂肪测定方法及其误差分析[J]. 猪业科学, 2008, (7): 102-103.
Zhang WL, Zeng YQ. Pork intramuscular fat measurement method and error analysis [J]. Pig Sci, 2008, (7): 102-103.
- [5] GB/T 5009.77-2003 人造奶油 氢化植物油检测方法[S].
GB/T 5009.77-2003 Margarine hydrogenated vegetable oil detection method [S].
- [6] GB/T 24902-2010 粮油检测玉米粗脂肪含量测定近红外法[S].
GB/T 24902-2010 Determination of fat content of corn grain and oil detected by near infrared spectroscopy [S].
- [7] 覃涛. 脂肪酸水解法与哥特里-罗紫法对植物蛋白饮料中脂肪测定的比较[J]. 计量与测试技术, 2007, (9): 4-7.
Tan T. The Comparison of the fat measurement in the vegetable protein drinks by dissolving fatty acid in water and rose-Gottlieb method [J]. Measure Test Technol, 2007, (9): 4-7.
- [8] 宁正祥. 食品成分分析手册[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1998.
Ning ZX. Food ingredients analytical manual [M]. Beijing: China Light Industry Press, 1998.
- [9] GB/T 5009.6-2003 食品中脂肪测定[S].
GB/T 5009.6-2003 Determination of fat in foods [S].

- [10] GB 5413.3-2010 婴幼儿食品与乳制品中脂肪的测定[S].
GB 5413.3-2010 Determination of national food safety standards of infant foods and dairy fat [S].
- [11] GB/T 9695.7-2008 肉与肉制品总脂肪测定[S].
GB/T 9695.7-2008 Meat and meat products determination of total fat [S].
- [12] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2015 年版二部. [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
State Pharmacopoeia Commission. People's Republic of China Pharmacopoeia 2015(2ed Edition) [M]. Beijing: Chinese Medical Science and Technology Publishing House, 2015.
- [13] GB 1987-2007 食品添加剂 柠檬酸[S].
GB 1987-2007 Food additive citric acid [S].
- [14] GB/T 5009.8-2008 食品中蔗糖的测定[S].
GB / T 5009.8-2008 Determination of sucrose in food [S].
- [15] GB 317-2006 白砂糖[S].
GB 317-2006 Sugar [S].
- [16] 吴东儒. 糖类的生物化学[M]. 北京: 高等教育出版社, 1987.
Wu DR. Carbohydrate biochemistry [M]. Beijing: Higher Education Press, 1987.

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



邱清莲, 高级食品检验工, 主要研究方向为保健食品的质量检测。
E-mail: 493278091@qq.com