

消泡剂对乳糖项目检测的影响

戴 慧, 周雪瑞, 张丹琴*, 万忠华, 刘长玉

(蒙牛乳业(金华)有限公司, 金华 321000)

摘 要: **目的** 探究前处理过程中加入 95%乙醇、消泡剂消泡以及静置消泡对乳清蛋白粉检测乳糖项目实验的影响。**方法** 按照国标 GB 5413.5-2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定》第二法, 莱茵—埃农氏法检测乳糖含量, 通过加入 95%乙醇、消泡剂消泡以及静置消泡对其前处理过程进行优化。**结果** 加入 95%乙醇、消泡剂消泡以及静置消泡这 3 种方法的检测结果符合 GB 5413.5-2010 所要求的精密度, 在重复性条件下获得的独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 1.5%。**结论** 本研究加入 95%乙醇或者消泡剂对乳糖项目前处理进行消泡, 不会对其检测结果造成影响, 且能节省实验过程中等待气泡消失的时间, 增加检测效率。

关键词: 乳清蛋白粉; 乳糖; 消泡; 消泡剂; 95%乙醇; 聚二甲基硅氧烷

Effect of defoamer on the detection of lactose project

DAI Hui, ZHOU Xue-Rui, ZHANG Dan-Qin*, WAN Zhong-Hua, LIU Chang-Yu

(Mengniu Dairy (Jinhua) Co., Ltd., Jinhua 321000, China)

ABSTRACT: Objective To study the effect of adding 95% ethanol, defoamer defoaming, and static defoaming on the experimental results of lactose detection with whey protein powder. **Methods** According to the second method of GB 5413.5-2010 *National Food Safety Standard for the Determination of Lactose and Sucrose in Infant Foods and Dairy Products*, Rhein-Eonong method was used to detect the lactose content, 95% ethanol was added, the defoamer defoamed, and the static defoamer was left to optimize its pretreatment process. **Results** The results of the three methods of adding 95% ethanol, defoamer defoaming and static defoaming were in accordance with the precision required by GB 5413.5-2010. The absolute difference of the independent determination results obtained under repetitive conditions was not exceed 1.5% of the arithmetic mean. **Conclusion** This study added 95% ethanol or defoamer to defoam the lactose pretreatment, which is not affect its detection results, and can save the time of waiting for the bubble disappear during the experiment and increase the detection efficiency.

KEY WORDS: whey albumen powder; lactose; defoaming; defoamer; 95% ethanol; polydimethylsiloxane

1 引 言

乳清蛋白粉由牛奶乳清通过澄清、超滤、喷雾干燥等技术手段制成, 其具有突出的生理功能特性和优质的生物利用价值, 在乳品行业内, 是一种重要的原料^[1-4], 乳糖的检测是原料验收和成品检验中的重要检测项目^[5]。目前对

乳糖的测定方法有很多种, 本实验主要采取直接滴定法进行乳糖的检测^[6,7]。乳清蛋白粉在检测乳糖项目时, 前处理过程中要溶解转移至容量瓶中, 在容量瓶内需加入沉淀剂乙酸铅和草酸钾—磷酸氢二钠溶液将蛋白质沉淀^[6], 而经过以上处理后容量瓶中的样品会产生大量泡沫, 影响实验进程。

*通讯作者: 张丹琴, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: zhangdanqin@mengniu.cn

*Corresponding author: ZHANG Dan-Qin, Senior Engineer, Mengniu Dairy (Jinhua) Co., Ltd., Jinhua 321000, China. E-mail: zhangdanqin@mengniu.cn

消泡机理就是向泡沫中加入破泡剂来破坏泡沫^[8],可以利用静置、减压(抽真空)、加温或加压等办法消泡^[9],以上几种为物理消泡方法,在实际操作过程中,都存在一些弊端,如耗时长,操作复杂等。德国实验物理学家 Quincke 首先提出用化学方法来消泡,例如用乙醚蒸气可消除肥皂泡^[10]。GB/T 35887-2018《白砂糖试验方法》中检测蔗糖分项目方法中介绍,若样品转移到容量瓶定容前有气泡,可用乙醚或乙醇消除^[11]。

在实验过程中需要短时间内消除泡沫且不影响样品的检测结果,加入消泡剂是抑制和消除泡沫最有效和简便的方法^[12-14]。通常消泡剂按化学组成可分为醇类、脂肪酸类、酰胺类、磷酸盐类、聚醚类和有机硅类等^[15]。在食品、发酵、造纸、化工生产、粘合剂、胶乳、润滑油等行业,有机硅是使用较广泛的一类消泡剂,一般使用的有机硅消泡剂为聚二甲基硅氧烷,其具有表面张力低,在水及一般油中的溶解度低且活性高,挥发性低并具有化学惰性,无生理毒性的特点^[9]。

本研究使用《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定》第二法 莱茵—埃农氏法测定乳糖含量,在传统静置消泡的基础上,研究加入 95%乙醇,聚二甲基硅氧烷消泡剂消泡以及静置消泡 3 种方法进行实验数据的对比。以期在不影响实验结果的前提下,得出最适合乳糖实验的消泡方式,减少在实验过程中消除泡沫所需的时间,提高日常的检测效率。

2 材料与方 法

2.1 材料与试剂

95%乙醇、乙酸铅、草酸钾—磷酸氢二钠、次甲基蓝、乳糖(分析纯,天津福晨公司)。

样品乳清蛋白粉来源于某化工产品有限公司,实验中采用的有机硅类消泡剂为上海协能食品配料有限公司生产的消泡剂 DC1520-US。

2.2 实验方法

使用乳清蛋白粉作为实验样品,采用方法 GB 5413.5-2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定》第二法 莱茵—埃农氏法进行乳糖的测定。在相同的环境条件下,用同一批样品检测,将加 95%乙醇消泡,消泡剂消泡,静置消泡所得的 3 个检测结果作为一组实验数据,计算其精密度,将所得的结果进行比较,分析 3 种方法对乳糖结果的影响^[6]。

2.2.1 乳糖项目测定前处理

(1)用乳糖标定费林氏液

称取预先在(94±2) °C烘箱中干燥 2 h 的乳糖标样约 0.75 g(精确至 0.1 mg),用水溶解并定容至 250 mL。将此乳糖溶液注入一个 50 mL 滴定管中,待滴定。

①预滴定:吸取 10 mL 费林氏液(甲、乙液各 5 mL)于 250 mL 三角烧瓶中。加入 20 mL 蒸馏水,放入几粒玻璃珠,从滴定管中放出 15 mL 样液于三角瓶中,置于电加热板上加热,使其在 2 min 内沸腾,保持沸腾状态 15 s,加入 3 滴次甲基蓝溶液,继续滴入至溶液蓝色完全褪尽为止,读取所用样液的体积。

②精滴定:另取 10 mL 费林氏液(甲、乙液各 5 mL)于 250 mL 三角烧瓶中,再加入 20 mL 蒸馏水,放入几粒玻璃珠,加入比预滴定量少 0.5~1.0 mL 的样液,置于电加热板上,使其在 2 min 内沸腾,维持沸腾状态 2 min,加入 3 滴次甲基蓝溶液,以每 2 s 1 滴的速度徐徐滴入,溶液蓝色完全褪尽即为终点,记录消耗的体积。

计算费林氏液的乳糖校正值(f_1):

$$A_1 = \frac{V_1 \times m_1 \times 1000}{250} = 4 \times V_1 \times m_1$$

$$f_1 = \frac{4 \times V_1 \times m_1}{AL_1}$$

式中:

A_1 —实测乳数,单位为毫克(mg);

m_1 —滴定时消耗乳糖溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 —称取乳糖的质量,单位为克(g);

f_1 —费林氏液的乳糖校正值;

AL_1 —由乳糖溶液滴定的毫升数查表所得的转化糖数,单位为毫克(mg)。

(2)乳糖测定前消泡处理

称取 2 g 乳清蛋白粉,精确到 0.1 mg,用 100 mL 水分数次溶解并洗入 250 mL 容量瓶中。缓慢加入 8 mL 乙酸铅溶液、8 mL 草酸钾—磷酸氢二钠溶液,并振荡容量瓶,加水至标线附近,进行以下 3 种方法消泡处理:

加入 95%乙醇消泡:在定容前加入少量几滴 95%乙醇消除气泡,之后进行样品的定容。

加入消泡剂消泡:加入少量几滴消泡剂进行消泡处理,气泡消除用水将样品稀释定容至刻度线。

静置消泡:将样品静置,等气泡自然消除,气泡消失后用水稀释至刻度线。

将样品稀释至刻度后,静置数分钟,用干燥滤纸过滤,弃去最初 25 mL 滤液后,所得滤液作滴定用。

2.2.2 乳糖的滴定

(1)预滴定:操作同 2.2.1。

(2)精滴定:操作同 2.2.1。

2.2.3 乳糖含量的计算

试样中乳糖的含量 X 按以下公式计算:

$$X = \frac{F_1 \times f_1 \times 0.25 \times 100}{V_1 \times m}$$

式中:

X—试样中乳糖的质量分数,单位为克每百克(g/100g);

F_1 —由消耗样液的毫升数查表所得乳糖数, 单位为毫克(mg);

f_1 —费林氏液乳糖校正值;

V_1 —滴定消耗滤液量, 单位为毫升(mL);

m —试样的质量, 单位为(g);

所得出的结果保留 3 位有效数字。

3 结果与分析

3.1 样品前处理的消泡对比

本次实验一共检测了 10 组数据, 在使用 95%乙醇消泡的样品用一次性塑料滴管中加入 6~8 滴 95%乙醇, 在使用消泡剂消泡的样品中用一次性塑料滴管加入 2~3 滴消泡剂, 静置消泡的样品统一静置 1.5 h 后观察消泡情况。具体加入 95%乙醇和消泡剂的数量, 以及样品静置消泡的时间如表 1 所示:

从以上图中可以观察到第一组实验样品静置 1.5 h 后容量瓶中的泡沫未完全消除, 而另外 2 组采用 95%乙醇及消泡剂消泡的样品, 在加入 95%乙醇及消泡剂后, 泡沫立即被消除, 无需再静置消泡, 减少了实验所需的时间。

由 10 组实验的对比可得出在乳糖实验前处理过程中, 短时间的静置无法将所有的气泡全部消除, 若采用静置消泡的方法会增加检测时间, 加入 95%乙醇和消泡剂消泡效果比静置消泡效果好, 且节约时间, 气泡消除后可直接稀释到刻度线进行下一步的实验。

表 1 消泡剂的使用量及消泡时间

Table 1 Amount of defoamer used and defoaming time

| 样品编号 | 静置时间/h | 95%乙醇滴加量/滴 | 消泡剂滴加量/滴 |
|------|--------|------------|----------|
| 第一组 | 1.5 | 6 | 3 |
| 第二组 | 1.5 | 7 | 3 |
| 第三组 | 1.5 | 7 | 3 |
| 第四组 | 1.5 | 6 | 2 |
| 第五组 | 1.5 | 8 | 3 |
| 第六组 | 1.5 | 8 | 2 |
| 第七组 | 1.5 | 7 | 2 |
| 第八组 | 1.5 | 6 | 3 |
| 第九组 | 1.5 | 8 | 2 |
| 第十组 | 1.5 | 8 | 2 |

不同方式对样品进行前处理的对比图:

以第一组实验消泡前后的对比图为例, 样品 1 采用静置 1.5 h 的方法消泡, 样品 2 加入 3 滴消泡剂消泡, 样品 3 加入 6 滴 95%消泡。消泡前后对比如图 1 所示。

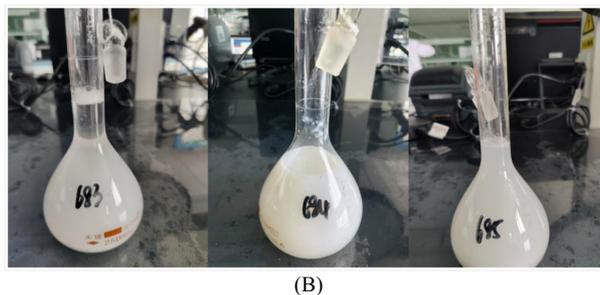
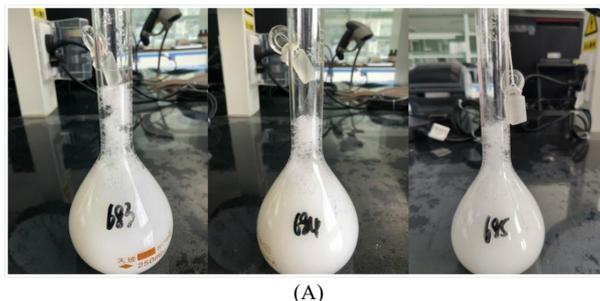


图 1 第一组样品消泡前(A)后(B)的状态

Fig.1 Status of the first set of samples before (A) and after (B) defoaming

3.2 3 种消泡方法效果验证

将前处理完成的样品进行过滤, 得到的滤液用作乳糖的滴定, 记录滴定的数据, 根据公式 $X=F_1 \times f_1 \times a / (m \times (V_1 + V_2) / 2)$ 计算出样品的乳糖含量, 并将 3 组数据根据精密度的计算公式计算出精密度与 GB 5413.5-2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定》所要求的精密度进行比较。对比实验所得的数据如表 2。

表 2 10 组实验检测结果数据及精密度

Table 2 Ten sets of experimental test results data and precision

| 样品编号 | 检测结果/(g/100 g) | | | 精密度/% |
|------|----------------|------|------|-------|
| | 样品 1 | 样品 2 | 样品 3 | |
| 第一组 | 41.0 | 41.0 | 40.6 | 0.98 |
| 第二组 | 40.8 | 41.1 | 40.7 | 0.98 |
| 第三组 | 41.3 | 41.0 | 41.4 | 0.97 |
| 第四组 | 41.2 | 41.2 | 40.8 | 0.97 |
| 第五组 | 41.1 | 41.4 | 40.8 | 1.46 |
| 第六组 | 41.1 | 41.0 | 41.0 | 0.24 |
| 第七组 | 40.7 | 40.8 | 40.6 | 0.49 |
| 第八组 | 40.6 | 40.7 | 40.6 | 0.25 |
| 第九组 | 40.8 | 40.9 | 40.8 | 0.24 |
| 第十组 | 40.9 | 41.0 | 40.8 | 0.49 |

注: 样品 1 采用静置消泡的方法, 样品 2 采用加入消泡剂消泡, 样品 3 采用 95%乙醇消泡。

精密度的计算: 精密度(在重复性条件下检测 3 个样品获得的结果的绝对差值/算术平均值) $\times 100\%$ 。

国标方法 GB 5413.5-2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定》所要求的精密度, 在重复性条件下获得的独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 1.5%, 以上 10 组实验数据所得的精密度均未超过国标所规定的精密度要求, 可以得出在精密度范围内, 3 种消泡方式不会对乳糖的造成影响。

4 结 论

在整个实验过程中, 通过对以上几组实验数据的对比, 检测乳清蛋白粉乳糖项目时, 在样品前处理过程中, 加入少量 95%乙醇、消泡剂或静置消泡对容量瓶中的气泡进行消泡处理, 不会对乳糖的实验结果造成影响。因静置消泡消耗时间过长, 且消泡效果较差, 在日常检测过程中, 可采取加入少量几滴 95%乙醇或消泡剂的方法对定容前的样品进行消泡, 减少乳糖实验的检测时间, 提高日常的检测效率。

参考文献

- [1] 韩雪, 孙冰. 乳清蛋白的功能特性及应用[J]. 中国乳品工业, 2003, 31(3): 28-30.
Han X, Sun B. Functional properties and application of whey protein [J]. Chin Dairy Ind, 2003, 31(3): 28-30.
- [2] 任雁, 赵丹, 张焱, 等. 乳清蛋白的功能成分及其主要应用[J]. 中国食品添加剂开发应用, 2007, 12(3): 142-146.
Ren Y, Zhao D, Zhang Y, *et al.* The functional components of whey protein and its main application [J]. Chin Food Addit Dev Appl, 2007, 12(3): 142-146.
- [3] 龚广予, 巫庆华, 吴正钧, 等. 乳铁蛋白的生理功能[J]. 中国乳品工业, 2001, 29(1): 20-23.
Gong GY, Wu QH, Wu ZJ, *et al.* The physiological function of lactoferrin [J]. Chin Dairy Ind, 2001, 29(1): 20-23.
- [4] Takada Y, Matsuyama H, Kato K, *et al.* Milk whey protein enhances the bone breaking force in ovariectomized rats [J]. Nutr Res, 1997, 17: 1709-1720.
- [5] 钟宁. 三种乳糖检测方法的比较[J]. 食品科技, 2011, 36(7): 263-265.
Zhong N. Comparison of three methods for detecting lactose [J]. Food Sci Technol, 2011, 36(7): 263-265.
- [6] GB 5413.5-2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定[S].
GB 5413.5-2010 National food safety standard-Determination of lactose and sucrose in infant foods and dairy products [S].
- [7] 张鸿军. 乳制品中乳糖检验方法的探讨[J]. 食品科学, 2000, (12): 115-116.
Zhang HJ. Discussion on the method of testing lactose in dairy products [J]. Food Sci, 2000, (12): 115-116.
- [8] 陈宇豪, 朱宝坤, 张雷, 等. 针对泡沫消泡反应与防泡反应的机理分析[J]. 当代化工, 2018, 47(6): 1288-1290, 1294.
Chen YH, Zhu BK, Zhang L, *et al.* Mechanism of foam defoaming reaction and antifoam reaction analysis [J]. Contemp Chem Ind, 2018, 47(6): 1288-1290, 1294.
- [9] 李春静, 卢义和, 宫素芝, 等. 消泡剂的发展概述[J]. 四川化工, 2005, 8(6): 20-23.
Li CJ, Lu YH, Gong SZ, *et al.* Overview of the development of defoamers [J]. Sichuan Chem Ind, 2005, 8(6): 20-23.
- [10] 杨双春, 张爽, 赵倩茹, 等. 国内外食品消泡剂的研究进展[J]. 中国食品添加剂, 2012, (6): 225-229.
Yang SC, Zhang S, Zhao QR, *et al.* Research progress of food defoamers at home and abroad [J]. Chin Food Addit, 2012, (6): 225-229.
- [11] GB/T 35887-2018 食品安全国家标准 白砂糖试验方法[S].
GB/T 35887-2018 National food safety standard-White sugar test method [S].
- [12] 罗倩, 谢永新, 陈朝阳, 等. 丙二醇嵌段聚醚改性有机硅复配消泡剂的研制[J]. 化学研究与应用, 2014, 26(7): 1099-1102.
Luo Q, Xie YX, Chen CY, *et al.* Development of propylene glycol block polyether modified silicone compound defoamer [J]. Chem Res Appl, 2014, 26(7): 1099-1102.
- [13] 王安琪, 郭睿, 杨旭, 等. 长链烷基与聚醚共改性聚硅氧烷的合成及其在消泡剂中的应用[J]. 印染助剂, 2014, 31(10): 20-23.
Wang AQ, Guo R, Yang X, *et al.* Synthesis of long-chain alkyl and polyether co-modified polysiloxanes and their application in defoamers [J]. Text Aux, 2014, 31(10): 20-23.
- [14] 窦尹辰, 郭睿, 王安琪, 等. 不同结构聚醚改性硅油消泡剂的制备[J]. 印染助剂, 2014, 31(5): 24-27.
Dou YC, Guo R, Wang AQ, *et al.* Preparation of polyether modified silicone oil defoamer with different structures [J]. Text Aux, 2014, 31(5): 24-27.
- [15] 陈春江, 赵洁, 李献起, 等. 乳液型有机硅消泡剂的研制[J]. 有机硅材料, 2018, 32(4): 259-262.
Chen CJ, Zhao J, Li XQ, *et al.* Development of emulsion type silicone defoamer [J]. Org Silicon Mater, 2018, 32(4): 259-262.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



戴 慧, 食品检验员, 主要研究方向为食品质量与安全。
E-mail: daihui@mengniu.cn



张丹琴, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。
E-mail: zhangdanqin@mengniu.cn